
NORME INTERNATIONALE 4663

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Caoutchouc — Détermination du comportement dynamique des vulcanisats à basses fréquences — Méthode du pendule de torsion

Rubber — Determination of dynamic behaviour of vulcanizates at low frequencies — Torsion pendulum method

Première édition — 1977-12-15

CDU 678.43 : 620.178.311.6

Réf. n° : ISO 4663-1977 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, essai, essai de torsion, pendule de torsion.

Prix basé sur 8 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4663 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Australie	Italie	Suède
Belgique	Mexique	Tchécoslovaquie
Brésil	Pays-Bas	Turquie
Canada	Pologne	U.R.S.S.
France	Portugal	U.S.A.

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Caoutchouc — Détermination du comportement dynamique des vulcanisats à basses fréquences — Méthode du pendule de torsion

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination du comportement dynamique, c'est-à-dire le module de cisaillement et l'amortissement mécanique, des caoutchoucs vulcanisés, sur une large échelle de températures et à basses fréquences de l'ordre de 0,1 à 10 Hz, sous déformation relativement basse, inférieure à 5×10^{-4} en cisaillement, à l'aide d'un pendule de torsion. La méthode d'essai et les définitions utilisées sont conformes à l'ISO 2856. La théorie relative à l'essai est également décrite dans l'ISO 2856.

L'essai est en premier lieu destiné à déterminer la température à laquelle l'éprouvette présente, dans ses propriétés viscoélastiques, des transitions que l'on observe en traçant les valeurs du module et de l'amortissement en fonction de la température. Cette méthode n'est pas particulièrement précise pour déterminer les valeurs absolues du module.

Une éprouvette en forme de bande, de section transversale uniforme, constitue la partie élastique du pendule de torsion. L'éprouvette est serrée aux deux extrémités. Une bride de serrage est fixée sur le cadre, tandis que l'autre bride est solidaire d'une masse d'inertie appropriée, par exemple un volant.

Trois méthodes d'utilisation du pendule de torsion sont spécifiées :

Méthode A : Dans cette méthode, la masse du corps d'inertie est supportée par l'éprouvette, le pendule étant mis en oscillation libre amortie.

Méthode B : Dans cette méthode, la masse du corps d'inertie est supportée par un fil fin de suspension, le pendule étant mis en oscillation libre amortie.

Méthode C : Cette méthode est similaire à la méthode B, excepté que les oscillations sont entretenues à amplitude constante par un apport d'énergie au système.

NOTE — Les divers instruments et méthodes peuvent introduire diverses conditions de fréquence, d'amplitude, etc., lesquelles peuvent influencer les résultats de l'essai. La comparaison de valeurs obtenues par des méthodes différentes est à éviter.

2 RÉFÉRENCES

ISO 471, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

ISO 1826, *Élastomères — Délai entre vulcanisation et essai.*

ISO 2856, *Élastomères — Spécifications générales pour essais dynamiques.*

ISO 3383, *Caoutchoucs — Directives générales pour l'obtention de températures élevées ou de températures inférieures à la température normale lors des essais.*

ISO 4648, *Caoutchouc vulcanisé — Détermination des dimensions des éprouvettes et des produits.*¹⁾

ISO 4661, *Caoutchouc — Préparation des éprouvettes.*

3 APPAREILLAGE

3.1 Support d'éprouvette

L'éprouvette doit être maintenue par des brides de serrage, dont l'une est fixe et l'autre attachée au corps d'inertie. La longueur de l'éprouvette entre les brides de serrage doit être comprise entre 30 et 100 mm, 50 mm étant la longueur préférentielle. Les dispositions nécessaires doivent être prises pour que le mesurage de la longueur comprise entre les brides de serrage soit effectué à 0,5 mm près.

Afin d'obtenir une température constante sur toute la longueur des éprouvettes, les parties de la bride de serrage débordant de la chambre d'essai thermorégularisée doivent être en un matériau faiblement conducteur de la chaleur.

On doit s'assurer que l'éprouvette a la possibilité de s'étirer ou de se rétracter librement suivant les variations de la température, sans qu'il y ait changement de la contrainte ou de la tension initiale dans l'éprouvette.

1) Actuellement au stade de projet.

3.2 Corps d'inertie

Le corps d'inertie peut être un disque ou une barre supporté(e) symétriquement, avec un moment d'inertie tel que les fréquences d'oscillation du pendule et de l'éprouvette soient comprises entre 0,1 et 10 Hz. Dans le cas de la méthode A, la masse du corps d'inertie est limitée par la contrainte longitudinale (voir 3.3.1). Un moment d'inertie du disque d'environ 30 kg·mm² s'est révélé acceptable.

Des dispositifs doivent être attachés au corps d'inertie pour permettre d'imprimer une torsion au pendule, mettant ainsi le système en mouvement d'oscillation. On doit utiliser de faibles angles de déformation, tels que la déformation de cisaillement dans le caoutchouc soit inférieure à 5×10^{-4} .

Des dispositifs doivent être prévus pour mesurer la fréquence de l'oscillation à $\pm 1\%$ près dans la zone d'élasticité du caoutchouc (dans la zone de transition, une précision de $\pm 5\%$ est admissible).

3.3 Pendule de torsion

3.3.1 Méthode A

Le corps d'inertie doit être suspendu librement sous l'éprouvette, comme indiqué à la figure 1. La masse du corps d'inertie doit être telle que la contrainte longitudinale dans l'éprouvette soit inférieure à 30 kPa.

La méthode de mesurage doit permettre la détermination des amplitudes à $\pm 1\%$ près. Si des enregistreurs sont utilisés, la bande d'enregistrement doit se dérouler à une vitesse connue à $\pm 1\%$ près, avec une linéarité précise à $\pm 1\%$ près.

3.3.2 Méthode B

Le pendule de torsion doit être construit selon les principes indiqués à la figure 2. Le corps d'inertie doit être supporté par en haut, par un fil fin de suspension, et l'éprouvette doit être attachée en dessous. La longueur et le diamètre du fil doivent être choisis de telle façon que le couple de rappel du fil de suspension ne soit pas supérieur à 25 % de celui de l'éprouvette plus la suspension.

Le système de mesurage doit être conforme à celui spécifié pour la méthode A.

3.3.3 Méthode C

Le pendule de torsion pour cette méthode à résonance forcée est identique à celui décrit dans la méthode B, avec adjonction d'un dispositif destiné à exercer sur le système du pendule un moment mécanique exempt de frottement. Un système approprié est montré à la figure 3, dans lequel le moment mécanique appliqué est mis en oeuvre électromagnétiquement. Le moment appliqué doit être de grandeur égale, mais de signe contraire, au moment mécanique produit par l'amortissement de l'éprouvette. De cette façon, une amplitude d'oscillation constante peut être maintenue dans l'éprouvette.

Un système approprié de détection de l'amplitude et des dispositifs de mesurage de l'énergie fournie, à $\pm 2\%$ près, doivent être incorporés.

3.4 Chambre thermorégularisée

La chambre d'essai thermorégularisée par circulation d'un courant de gaz chaud doit être conforme à l'ISO 3383. La température au voisinage de l'éprouvette doit être maintenue, dans l'échelle des températures désirées (par exemple, de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $+200\text{ }^{\circ}\text{C}$), à $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ près de la valeur désirée.

Il est conseillé de faire passer dans la chambre, le long de l'éprouvette, un courant de gaz sec et inerte à la température d'essai, avec un débit de plusieurs centimètres cubes à la minute. Cela doit être réalisé de manière à supprimer tout effet de cheminée pendant la période d'essai. Les éléments les plus appropriés pour le mesurage de la température sont des thermocouples ou des thermistances.

3.5 Dispositifs de mesurage des dimensions de l'éprouvette

Les dispositifs appropriés pour mesurer la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette doivent être conformes à l'ISO 4648.

4 ÉPROUVETTES

4.1 Dimensions

L'éprouvette doit être une bande de section transversale uniforme ayant les dimensions suivantes :

épaisseur : $1,0 \pm 0,2$ mm

largeur : 8 ± 3 mm, 10 mm étant la valeur préférée

longueur : 80 ± 40 mm, choisie pour ajuster le dispositif d'attache et pour donner la longueur libre désirée (voir 3.1).

Les éprouvettes individuelles doivent être en conformité avec les tolérances spécifiées en 5.1. Pour des essais comparatifs, des éprouvettes de mêmes dimensions nominales doivent être utilisées.

4.2 Préparation

Les éprouvettes doivent être préparées conformément à l'ISO 4661.

4.3 Nombre

Pour chaque essai, une ou plusieurs éprouvettes peut (peuvent) être utilisée(s).

4.4 Conditionnement

4.4.1 Le délai entre la vulcanisation et l'essai doit être conforme à l'ISO 1826.

4.4.2 Les échantillons et les éprouvettes doivent être protégés de la lumière aussi complètement que possible dans l'intervalle de temps entre la vulcanisation et l'essai.

4.4.3 Juste avant l'essai, les éprouvettes doivent être conditionnées durant au moins 3 h à l'une des températures normales de laboratoire indiquées dans l'ISO 471.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Mesurage des dimensions de l'éprouvette

Déterminer les dimensions de l'éprouvette avant l'essai. Effectuer les mesurages à la température normale de laboratoire.

Mesurer la largeur b en cinq endroits, à 0,1 mm près.

Mesurer l'épaisseur h en cinq endroits, à 0,01 mm près.

Noter la valeur moyenne. La différence entre la plus grande valeur et la plus petite valeur de la largeur et de l'épaisseur, respectivement, ne doit pas dépasser 6 %; dans le cas contraire, l'éprouvette doit être rejetée. Comme l'épaisseur intervient dans le calcul à la troisième puissance, on doit apporter un soin particulier en effectuant ces mesurages.

NOTE — On peut supprimer le mesurage de la largeur lorsque les éprouvettes sont découpées dans une feuille à l'aide d'un emporte-pièce, auquel cas la distance entre les bords parallèles de l'outil coupant peut être considérée comme étant la largeur de l'éprouvette. L'exactitude de ce mode opératoire doit être vérifiée à intervalles réguliers, par mesurage sur des éprouvettes préparées.

5.2 Conditionnement mécanique de l'éprouvette

Le module de cisaillement des caoutchoucs vulcanisés contenant des charges renforçantes, particulièrement du noir de carbone, dépend d'une façon marquée du degré de structure présent dans la charge. On peut obtenir une meilleure reproductibilité des résultats en dégradant cette structure, par le conditionnement mécanique décrit ci-dessous, avant le mesurage du module de cisaillement. Toutefois, si les conditions de service sont telles que la structure de charge n'est pas dégradée (par exemple, s'il n'y a pas de déformation importante), le conditionnement mécanique doit être évité et l'on doit prendre soin de ne pas déformer l'éprouvette, car cela provoquerait une dégradation de structure à un degré faible mais non défini; il est alors conseillé d'utiliser une éprouvette distincte pour chaque température d'essai.

Si le conditionnement mécanique est nécessaire, il doit être appliqué à la température normale de laboratoire, juste avant de déterminer le module de cisaillement et de la manière suivante :

- tordre l'éprouvette à un angle de 90° dans les deux directions, puis la ramener à un angle d'environ 0° ;
- répéter le mode opératoire a) pour obtenir un total de cinq déformations doubles.

5.3 Montage de l'éprouvette

Monter l'éprouvette dans les brides de serrage appropriées, de telle façon que la longueur libre de l'échantillon soit comprise entre 30 et 100 mm, 50 mm étant la valeur préférée.

Aligner les deux brides de serrage verticalement, cet alignement définissant l'axe de rotation du pendule. Après fixation dans les brides de serrage, l'axe longitudinal de l'éprouvette doit coïncider avec l'axe de rotation.

5.4 Mesurage de la longueur libre de l'éprouvette

Mesurer la longueur libre, L , de l'éprouvette entre les brides de serrage, à 0,5 mm près, l'éprouvette étant alignée et, autant que possible, exempte de contrainte (voir 3.1).

5.5 Température de conditionnement de l'éprouvette

Refroidir l'éprouvette à la plus basse température d'essai.

Après obtention de l'équilibre de température, l'éprouvette peut être réchauffée par l'une des deux méthodes suivantes.

La première méthode, qui est préférée, consiste à réchauffer l'éprouvette, à une vitesse qui ne doit pas dépasser $1^\circ\text{C}/\text{min}$, et à mesurer les oscillations du pendule dans des conditions de température non équilibrée.

L'autre méthode consiste à porter l'éprouvette à la température d'essai désirée et à mesurer les oscillations du pendule après que l'équilibre entre la température de l'éprouvette et celle du thermostat ait été atteinte.

5.6 Mise à l'essai

Déclencher l'oscillation en appliquant une légère torsion à la bride de serrage mobile suivie, dans le cas où un instrument compense l'amortissement (méthode C), d'une mise en circuit du système de compensation.

Mesurer alors, soit la fréquence et le décrément d'amplitude (méthodes A et B), soit la fréquence et le moment de compensation mécanique fourni (méthode C).

6 DÉFORMATION, FRÉQUENCE ET TEMPÉRATURE D'ESSAI

6.1 Déformation

La déformation de cisaillement dans le caoutchouc ne doit pas dépasser 5×10^{-4} .

NOTE — Pour une bande de longueur L , de largeur b et d'épaisseur h , où $b/h > 3$, la déformation maximale de cisaillement γ est approximativement reliée à l'angle de torsion α (en radians) par l'équation

$$\gamma = \frac{\alpha \times h}{L}$$

Avec les dimensions d'éprouvette préférées de $h = 1$ mm et de $L = 50$ mm, la déformation de cisaillement maximale de 5×10^{-4} prescrite correspond à un angle de torsion α de $1,5^\circ$.

6.2 Fréquence

La fréquence d'oscillation doit varier entre 0,1 et 10 Hz dans la zone de haute élasticité du matériau soumis à l'essai.

6.3 Température

La température ou l'échelle de températures de l'essai doit être choisie en fonction du matériau soumis à l'essai et de l'information désirée.

Des mesurages doivent être effectués à des intervalles de 10 ± 1 °C, pendant que la température s'élève de la valeur la plus basse à la valeur la plus élevée. Des intervalles plus rapprochés doivent être utilisés dans les zones de transition où le module de cisaillement et l'amortissement mécanique varient rapidement avec le changement de température.

NOTE — Pour des matériaux sujets à la cristallisation, les temps utilisés pour le conditionnement et l'essai, ou éventuellement la vitesse de réchauffement, peuvent influencer le degré de cristallisation et par là même les valeurs du module obtenues. Pour cette raison, ce temps doit être choisi en fonction du but de l'essai et mentionné dans le procès-verbal d'essai.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Symboles

Les symboles suivants sont utilisés pour le calcul des résultats, avec leur signification propre et leur unité de mesure :

$|G^*|$ est la valeur absolue du module complexe de cisaillement, en pascals;

I est le moment d'inertie du corps d'inertie et de la bride de serrage oscillante, en kilogrammes mètres carrés;

f est la fréquence d'oscillation avec éprouvette, en hertz;

f_0 est la fréquence d'oscillation sans éprouvette, en hertz;

L est la longueur de l'éprouvette, en mètres,

b est la largeur de l'éprouvette, en mètres;

h est l'épaisseur de l'éprouvette, en mètres;

Δ est le décrément logarithmique;

A est l'amplitude d'oscillation, exprimée en divisions d'échelle pour les méthodes A et B et convertie en radians pour la méthode C;

K est le moment mécanique de compensation, en newtons mètres;

C est le facteur de correction = $(1 - 0,63 h/b)$ pour $b/h > 3$;

$$F_D = 1 + \frac{\Delta^2}{4\pi^2}$$

Le facteur F_D tient compte de l'influence de l'amortissement sur le module de cisaillement. On doit en tenir compte lorsque $\Delta \geq 1$ et l'on doit l'assimiler à 1 lorsque $\Delta < 1$.

7.2 Calcul de la valeur absolue du module complexe de cisaillement

7.2.1 Méthode A

$$|G^*| = \frac{12\pi^2 L}{b h^3 C} \cdot F_D \cdot I f^2$$

7.2.2 Méthode B

$$|G^*| = \frac{12\pi^2 L}{b h^3 C} \cdot F_D \cdot I (f^2 - f_0^2)$$

7.2.3 Méthode C

$$|G^*| = \frac{12\pi^2 L}{b h^3 C} \cdot I (f^2 - f_0^2)$$

7.3 Calcul de l'amortissement mécanique

L'amortissement mécanique du matériau doit être exprimé en termes de décrément logarithmique Δ_R de l'éprouvette.

NOTE — Les faibles valeurs de Δ_R se rapportent au facteur de perte mécanique $\text{tg } \delta$ par l'expression

$$\text{tg } \delta = \frac{\Delta_R}{\pi}$$

7.3.1 Méthode A

Le décrément logarithmique est donné avec précision par la formule

$$\Delta_R = \log_e \frac{A_1}{A_2}$$

où A_1 et A_2 sont les amplitudes des oscillations successives dans une même direction.

NOTE — Dans le cas de matériaux à faible amortissement, il est recommandé de déterminer Δ sur plusieurs cycles et de le calculer alors selon la formule

$$\Delta_R = \frac{1}{n} \log_e \frac{A_0}{A_n}$$

où A_0 est l'amplitude de l'oscillation initiale et A_n celle de la n -ième oscillation dans la même direction.

7.3.2 Méthode B

Le décrément logarithmique du système complet est donné par la formule

$$\Delta = \log_e \frac{A_1}{A_2}$$

Voir la note à 7.3.1.

L'amortissement causé par le caoutchouc seul est alors donné par la formule

$$A_R = A - A_0 \frac{f_0}{f}$$

où A_0 est l'amortissement du pendule sans éprouvette et est causé par des pertes dans le système de suspension par fil.

Pour un pendule bien conçu, ce facteur de correction peut généralement être négligé.

7.3.3 Méthode C

Le décrément logarithmique est donné par la formule

$$A_R = \frac{K}{4\pi I f^2 A}$$

NOTE — Cette expression suppose que la correction due au système de suspension est négligeable.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

a) Indications concernant l'échantillon :

- 1) description complète de l'échantillon et de son origine;
- 2) indications concernant le composé et conditions de vulcanisation, lorsqu'elles sont connues;
- 3) mode de préparation des éprouvettes, par exemple moulées ou découpées;

4) tous les faits se rapportant à la période de pré-essai des éprouvettes;

5) largeur et épaisseur des éprouvettes, ainsi que longueur libre entre les brides de serrage.

b) Méthode d'essai et indications concernant l'essai :

1) numéro de la présente Norme internationale et de la norme nationale correspondante;

2) type de pendule, c'est-à-dire méthode A, B ou C, et renseignements importants, c'est-à-dire masse d'inertie et masse de la bride de serrage la plus basse dans le cas où celle-ci charge l'éprouvette;

3) déformation de cisaillement appliquée;

4) fréquences d'essai;

5) si un conditionnement mécanique a été appliqué;

6) durée et température de conditionnement des éprouvettes avant l'essai;

7) vitesse de réchauffement ou, autrement, durée requise pour atteindre l'équilibre de température pour chaque température d'essai;

8) tous modes opératoires non normalisés adoptés.

c) Résultats de l'essai :

Valeur absolue du module complexe de cisaillement $|G^*|$ et valeur du décrément logarithmique A_R , avec les unités utilisées.

Si les valeurs sont prises à grands intervalles de température, elles peuvent être représentées de préférence comme une courbe régulière (module de cisaillement en échelle logarithmique) afin de permettre de déceler les points de transition.

d) Date de l'essai.

ANNEXE

BIBLIOGRAPHIE

Source pour la méthode A

SCHMIEDER, K., et WOLF, K., Über die Temperatur- und Frequenzabhängigkeit des mechanischen Verhaltens einiger hochpolymerer Stoffe [De la dépendance de la température et de la fréquence du comportement mécanique de quelques matériaux polymères], *Kolloid Z.* 127 (1952), pp. 65-78.

Sources pour la méthode B

KUHN, W., et KÜNZLE, O., Experimentelle Bestimmung der dynamischen Viskosität und Elastizität sowie des Relaxationszeitspektrums von Kautschuk [Détermination expérimentale de la consistance et de l'élasticité dynamiques ainsi que du spectre de relaxation du caoutchouc], *Helv. Chim. Acta* 30 (1974), pp. 839-858.

NIELSEN, L. E., A recording torsion pendulum for the measurement of the dynamic mechanical properties of plastics and rubbers [Pendule de torsion d'enregistrement pour le mesurage des propriétés mécaniques dynamiques des plastiques et des caoutchoucs], *Rev. Sci. Instr.* 22 (1951), pp. 690-693.

ILLERS, K. H., et BREUER, H., Ein Torsionspendel zur genauen und schnellen Bestimmung der dynamisch-mechanischen Eigenschaften viscoelastischer Stoffe (Messungen an Polycarbonaten) [Pendule de torsion pour la détermination exacte et rapide des propriétés mécaniques dynamiques des matériaux viscoélastiques (Mesurages des polycarbonates)], *Koll. Z.* 176 (1961), pp. 110-119.

Source pour la méthode C

PEREZ, J., DELORME, J., PEGUIN, P. et GOBIN, P., The continuous recording of damping at constant amplitude [Enregistrement continu de l'amortissement à amplitude constante], *J. Sci. Instr.* 44 (1967), pp. 169-172.

Sources pour les calculs

GOETZKE, R., Zur Theorie der Torsion rechteckig-prismatischer Stäbe [Théorie des barres de torsion prismatiques droites], *Z. Verein deutsch. Ing.* 53 (1909), pp. 935-940.

KOHLRAUSCH, F., *Praktische Physik J.* [Physique pratique], Teubner 1944, pp. 68, 72, 82.

VOGEL, K., et BECKER, G. W., Zur Berechnung des Schubmoduls aus Torsionsmessungen an stabförmige Proben mit rechteckigem Querschnitt [Calcul du module de cisaillement à partir des mesurages de torsion sur des éprouvettes en forme de barre à section transversale droite], *PTB-Mitteil.* 4 (1965), pp. 332-336.

STRUJK, L. C. E., Free damped vibrations of linear viscoelastic materials [Vibrations libres amorties des matériaux linéaires viscoélastiques], *Rheol. Acta* 6 (1967), pp. 119-129.

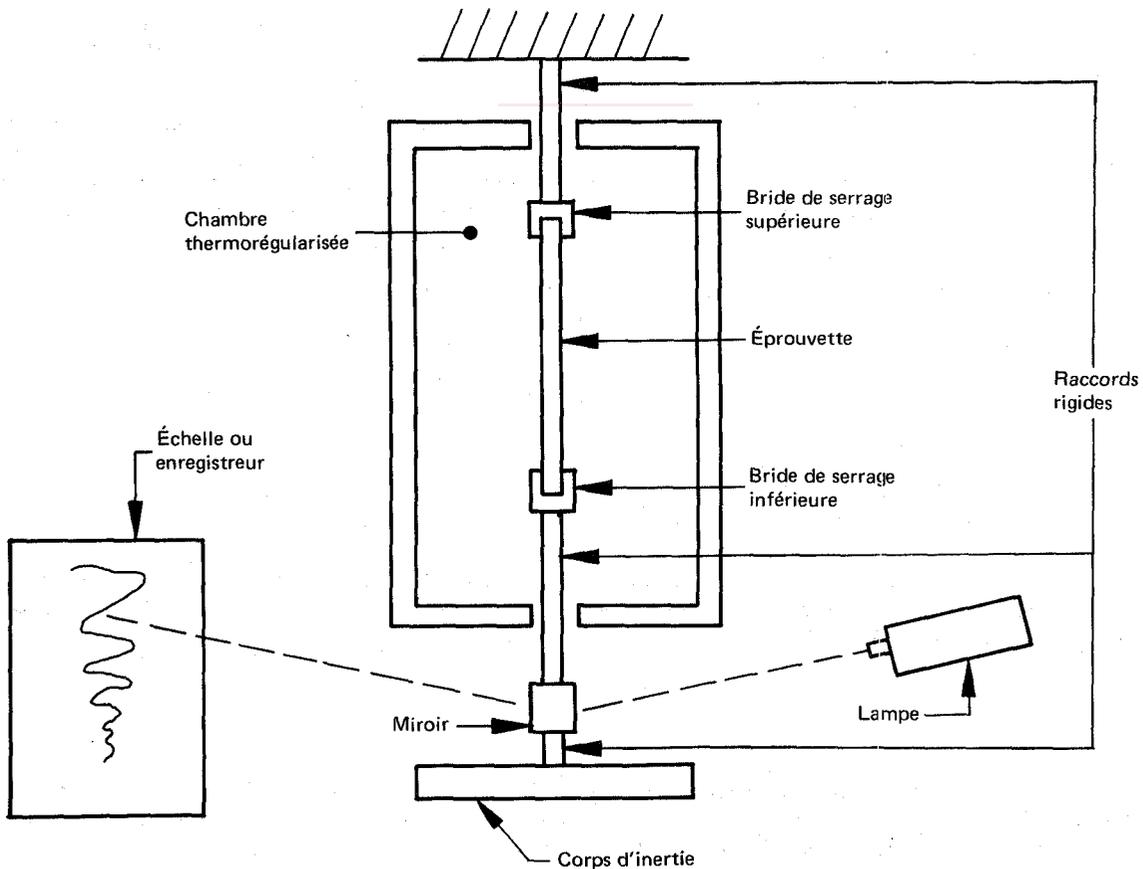


FIGURE 1 — Appareil à oscillation libre non compensée, avec le corps d'inertie suspendu sous l'éprouvette

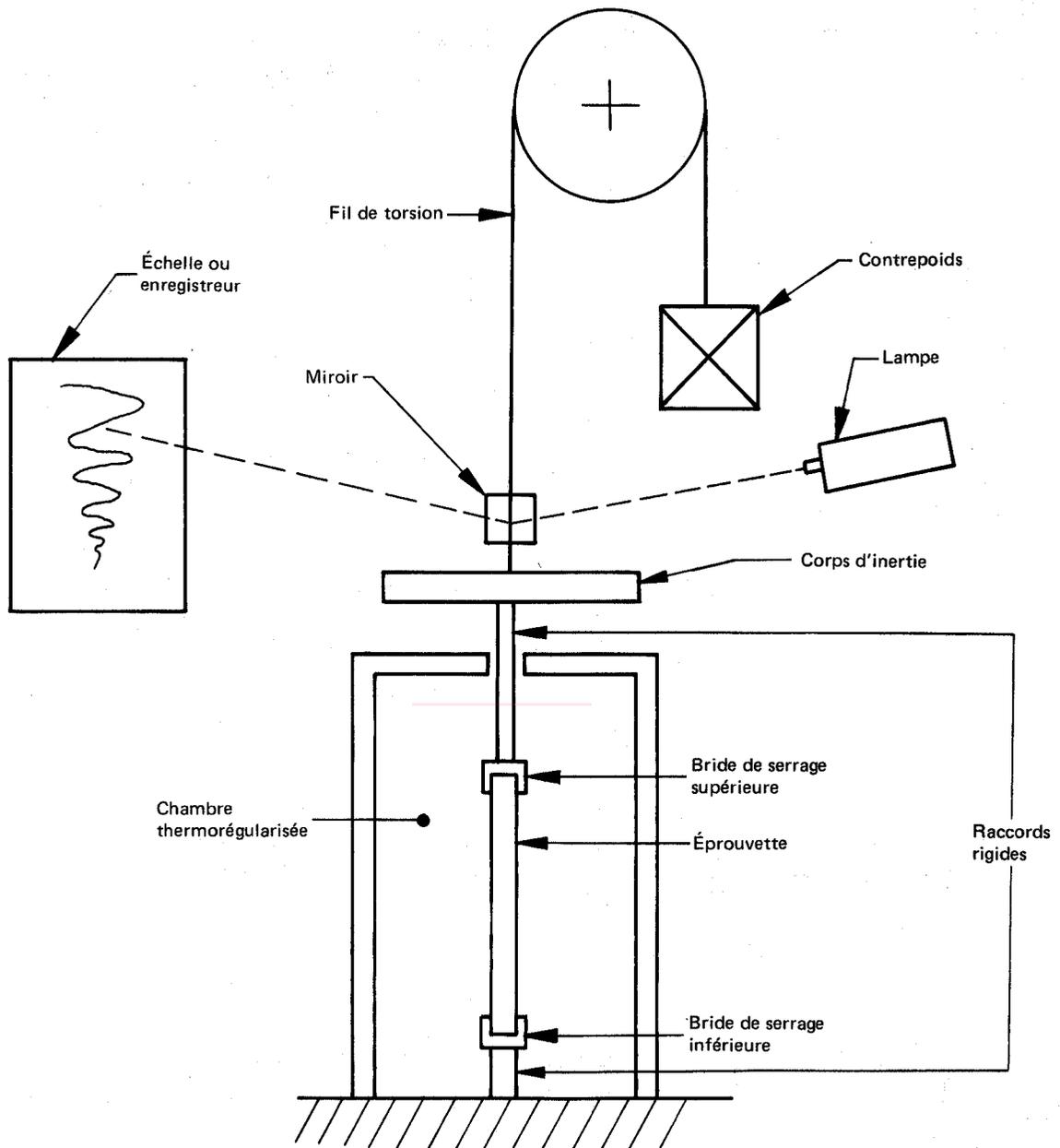


FIGURE 2 — Appareil à oscillation libre non compensée, avec le corps d'inertie contrebalancé suspendu au-dessus de l'éprouvette

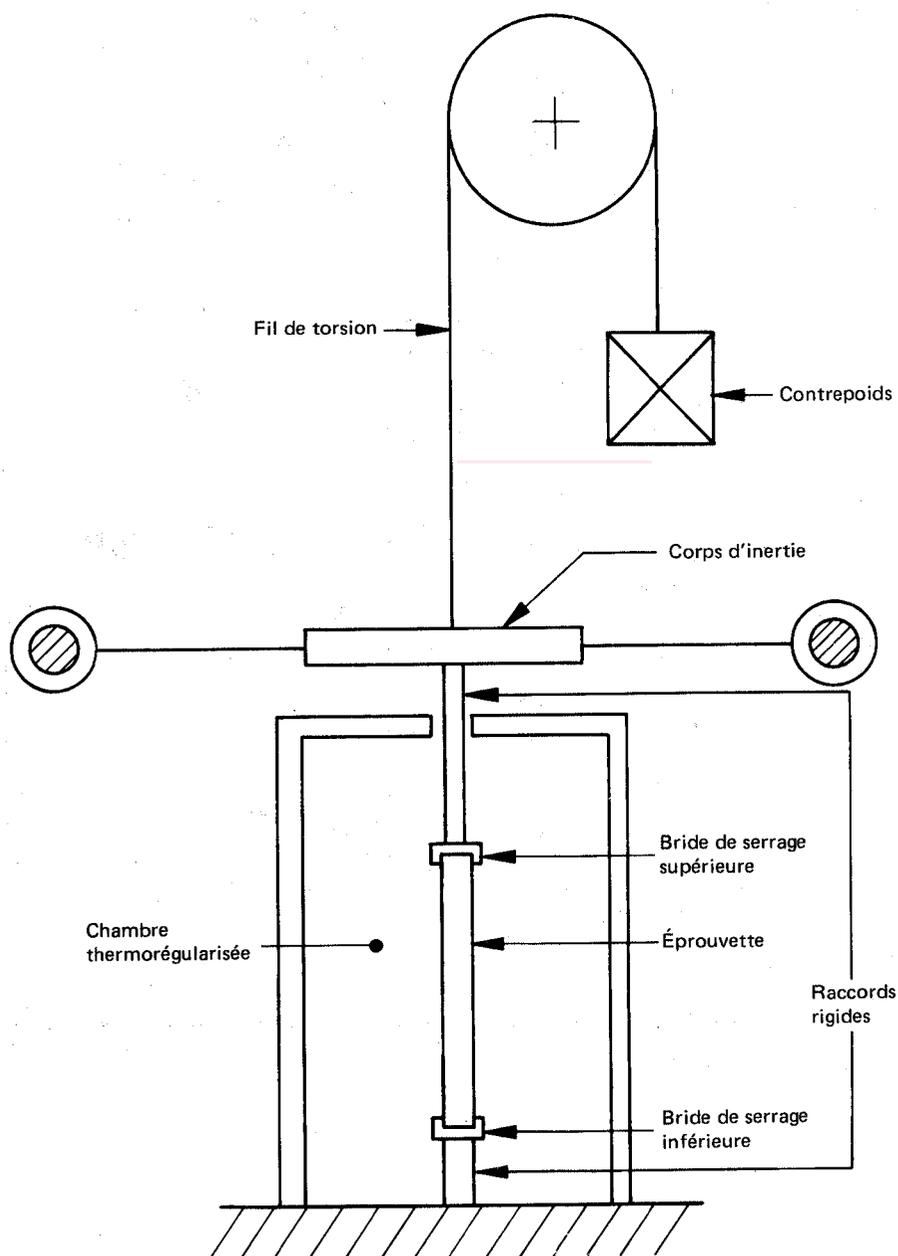
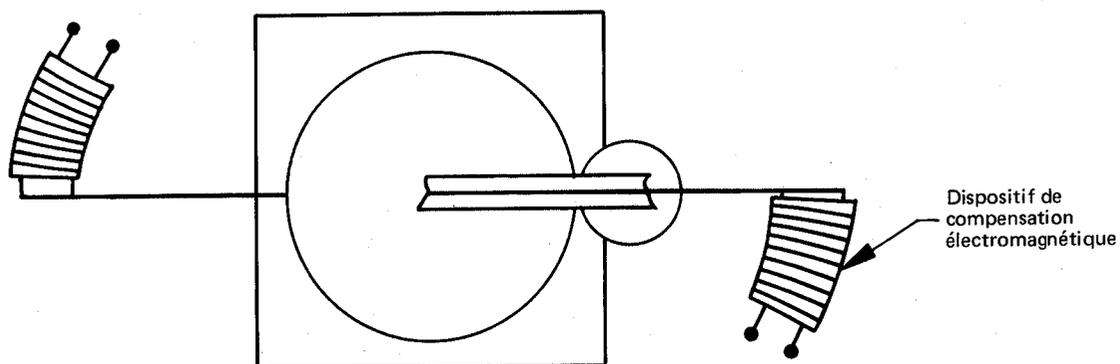


FIGURE 3 – Dispositif à oscillation à résonance forcée