

---

---

**Plastiques — Détermination des propriétés  
mécaniques dynamiques —**

Partie 10:

**Viscosité complexe en cisaillement à l'aide  
d'un rhéomètre à oscillations à plateaux  
parallèles**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Plastics — Determination of dynamic mechanical properties —*

*Part 10: Complex shear viscosity using a parallel-plate oscillatory rheometer*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c7ed55a8-5233-43a5-b02f-a0189bd7879/iso-6721-10-1999>



## Sommaire

1	Domaine d'application.....	1
2	Références normatives.....	1
3	Termes et définitions.....	2
4	Principe.....	2
5	Appareillage.....	3
6	Échantillonnage.....	4
7	Mode opératoire.....	5
8	Expression des résultats.....	7
9	Fidélité.....	10
10	Rapport d'essai.....	11
	Annexe A (informative) Estimation des incertitudes de mesure.....	13
	Bibliographie.....	16

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 6721-10:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c7ed55a8-5233-43a5-b02f-a0189bd7879/iso-6721-10-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c7ed55a8-5233-43a5-b02f-a0189bd7879/iso-6721-10-1999>

© ISO 1999

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse  
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

## 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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6721-10 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 2, *Propriétés mécaniques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6721-10:1997), dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 6721 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Détermination des propriétés mécaniques dynamiques*:

- ITIH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)
- *Partie 1: Principes généraux*
  - *Partie 2: Méthode au pendule de torsion* [ISO 6721-10:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c7ed55a8-5233-43a5-b02f-691890b47870/iso-6721-10-1999)
  - *Partie 3: Vibration en flexion — Méthode en résonance*
  - *Partie 4: Vibration en traction — Méthode hors résonance*
  - *Partie 5: Vibration en flexion — Méthode hors résonance*
  - *Partie 6: Vibration en cisaillement — Méthode hors résonance*
  - *Partie 7: Vibration en torsion — Méthode hors résonance*
  - *Partie 8: Vibrations longitudinale et en cisaillement — Méthode de propagation des ondes*
  - *Partie 9: Vibration en traction — Méthode de propagation des signaux acoustiques*
  - *Partie 10: Viscosité complexe en cisaillement à l'aide d'un rhéomètre à oscillations à plateaux parallèles*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 6721 est donnée uniquement à titre d'information.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6721-10:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c7ed55a8-5233-43a5-b02f-a018f9bd7879/iso-6721-10-1999>

# Plastiques — Détermination des propriétés mécaniques dynamiques —

Partie 10:

## Viscosité complexe en cisaillement à l'aide d'un rhéomètre à oscillations à plateaux parallèles

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6721 spécifie les principes généraux d'une méthode destinée à déterminer les propriétés rhéologiques dynamiques de polymères fondus à des vitesses angulaires se situant généralement dans la plage de  $0,01 \text{ rad}\cdot\text{s}^{-1}$  à  $100 \text{ rad}\cdot\text{s}^{-1}$  à l'aide d'un rhéomètre à oscillations à géométrie parallèle des plateaux. Il est possible d'utiliser des vitesses angulaires se situant en dehors de cette plage (voir note 1). La méthode est utilisée pour déterminer les valeurs des propriétés rhéologiques dynamiques: viscosité complexe en cisaillement  $\eta^*$ , viscosité dynamique en cisaillement  $\eta'$ , composante déphasée de la viscosité complexe en cisaillement  $\eta''$ , module complexe en cisaillement  $G^*$ , module de perte en cisaillement  $G''$  et module de conservation en cisaillement  $G'$ . Elle convient pour le mesurage des valeurs de viscosité complexe en cisaillement le plus souvent inférieure ou égale à environ  $10 \text{ MPa}\cdot\text{s}$  (voir note 2).

NOTE 1 La plage de vitesses angulaires de mesurage est limitée par la spécification de l'instrument de mesurage ainsi que par la réponse de l'éprouvette. Lors d'essais à des vitesses angulaires inférieures à  $0,1 \text{ rad}\cdot\text{s}^{-1}$ , la durée de l'essai augmente de manière significative car le temps nécessaire pour obtenir un point est inversement proportionnel à la fréquence angulaire. En conséquence, une dégradation ou une polymérisation de l'éprouvette est plus probable lors des essais à basses vitesses angulaires et se répercute sur les résultats. À des vitesses angulaires élevées, le bord de l'éprouvette peut se déformer ou se casser invalidant en conséquence les résultats d'essai.

NOTE 2 La plage des valeurs de la viscosité complexe en cisaillement susceptibles d'être mesurées dépend des dimensions de l'éprouvette et également de la spécification de l'instrument de mesurage. Pour une éprouvette de dimensions données, la capacité du couple de la machine, la résolution du déplacement angulaire et la complaisance établissent la limite supérieure de la plage. Il est toutefois possible de corriger les effets de la complaisance.

### 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 6721. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 6721 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 472:1999, *Plastiques — Vocabulaire*.

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*.

ISO 6721-1:1994, *Plastiques — Détermination des propriétés mécaniques dynamiques — Partie 1: Principes généraux*.

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 6721, les termes et définitions donnés dans l'ISO 6721-1:1994, l'ISO 5725-1:1994 et l'ISO 472:1999, ainsi que les suivants, s'appliquent.

#### 3.1

##### mode de déformation contrôlée

essai appliquant un déplacement angulaire sinusoïdal d'amplitude constante

#### 3.2

##### mode de contrainte contrôlée

essai appliquant un couple sinusoïdal d'amplitude constante

#### 3.3

##### viscosité complexe en cisaillement

$\eta^*$

rapport de la contrainte dynamique, donnée par  $\sigma(t) = \sigma_0 \exp i\omega t$ , au gradient de vitesse de déformation  $\dot{\gamma}(t)$ , lorsque la déformation de cisaillement  $\gamma(t)$  est donnée par  $\gamma(t) = \gamma_0 \exp i(\omega t - \delta)$ , d'une matière viscoélastique soumise à une vibration sinusoïdale, où  $\sigma_0$  et  $\gamma_0$  sont les amplitudes des cycles de contrainte et de déformation,  $\omega$  est la fréquence angulaire,  $\delta$  est l'angle de phase entre la contrainte et la déformation et  $t$  est le temps

La viscosité complexe en cisaillement est exprimée en pascals secondes.

#### 3.4

##### viscosité dynamique en cisaillement

$\eta'$

partie réelle de la viscosité complexe en cisaillement

La viscosité dynamique en cisaillement est exprimée en pascals secondes

#### 3.5

##### composante déphasée de la viscosité complexe en cisaillement

$\eta''$

partie imaginaire de la viscosité complexe en cisaillement

La composante déphasée de la viscosité complexe en cisaillement est exprimée en pascals secondes

### 4 Principe

Une éprouvette est maintenue entre deux plateaux parallèles concentriques circulaires (voir Figure 1). L'épaisseur de l'éprouvette est petite par rapport au diamètre des plateaux.

L'éprouvette est soumise à un couple ou à un déplacement angulaire sinusoïdal de fréquence angulaire constante. On les désigne respectivement par les termes de mode de «contrainte contrôlée» ou mode «de déformation contrôlée». En mode de contrainte contrôlée, on mesure le couple résultant et le déphasage entre le couple et le déplacement. En mode de déformation contrôlée, on mesure le couple résultant et le déphasage entre le déplacement et le couple.

Le module complexe en cisaillement  $G^*$ , le module de conservation en cisaillement  $G'$ , le module de perte en cisaillement  $G''$ , l'angle de phase  $\delta$  et les termes de viscosité en cisaillement correspondante (voir article 3) sont déterminés à partir du couple, du déplacement angulaire et des dimensions de l'éprouvette mesurés. En dérivant ces termes, on suppose que l'éprouvette présente une réponse viscoélastique linéaire.

Le mode d'oscillation utilisé est désigné comme étant le mode oscillatoire I (voir l'ISO 6721-1:1994, article 4).

## 5 Appareillage

### 5.1 Appareil de mesure

L'appareil de mesure doit se composer de deux plateaux rigides parallèles, circulaires et concentriques entre lesquelles est placée l'éprouvette (voir Figure 1). L'un de ces plateaux doit être conçu pour osciller à une fréquence angulaire constante tandis que l'autre reste fixe.

Les prescriptions relatives à l'appareil exigent qu'il permette le mesurage des amplitudes du couple et du déplacement angulaire ainsi que de l'angle de phase entre eux pour une éprouvette soumise à un couple ou à un déplacement sinusoïdal de fréquence angulaire constante.

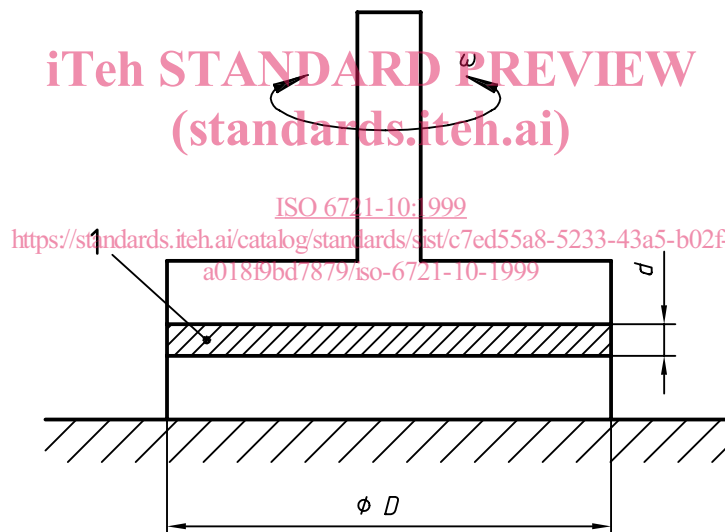
Un dispositif de mesure du couple doit être raccordé à l'un des plateaux, permettant de mesurer le couple nécessaire pour surmonter la résistance viscoélastique de l'éprouvette.

Un dispositif de mesure du déplacement angulaire doit être fixé sur le plateau mobile, permettant de déterminer le déplacement et la fréquence angulaires.

L'appareil doit avoir une exactitude de mesure du couple de  $\pm 2\%$  de l'amplitude du couple minimal utilisé pour déterminer les propriétés dynamiques.

L'appareil doit avoir une exactitude de mesure du déplacement angulaire de  $\pm 20 \times 10^{-6}$  rad.

L'appareil doit avoir une exactitude de mesure de la fréquence angulaire correspondant à la valeur absolue à  $\pm 2\%$ .



#### Légende

1 Éprouvette

$\omega$  = fréquence angulaire

$d$  = épaisseur de l'éprouvette

$D$  = diamètre du plateau

Figure 1 — Géométrie du rhéomètre à plateaux parallèles

### 5.2 Enceinte thermorégulée

Le chauffage peut être assuré en utilisant la convection forcée, un chauffage à haute fréquence ou tout autre moyen approprié.

Une enceinte climatisée entourant l'ensemble plateau/éprouvette peut être utilisée pour assurer des conditions d'essai spécifiques, par exemple une atmosphère azotée.

Il faut contrôler que l'enceinte n'est pas en contact avec l'ensemble plateau/éprouvette.

### 5.3 Mesurage et contrôle de température

Il convient que la température d'essai soit, de préférence, mesurée à l'aide d'un dispositif en contact avec le plateau fixe ou intégré à ce plateau.

La température d'essai doit être exacte à  $\pm 0,5$  °C de la température imposée pour des températures imposées inférieures ou égales à 200 °C,  $\pm 1,0$  °C pour des températures comprises entre 200 °C et 300 °C, et  $\pm 1,5$  °C pour des températures supérieures à 300 °C.

Le dispositif de mesurage de la température doit avoir une résolution de 0,1 °C et être étalonné à l'aide d'un dispositif exact à  $\pm 0,1$  °C.

### 5.4 Ensemble plateau/éprouvette

L'ensemble plateau/éprouvette comprend deux plateaux circulaires et concentriques maintenant l'éprouvette. L'état de surface de ces plateaux doit correspondre à une rugosité maximale de  $Ra = 0,25$   $\mu\text{m}$  et ne doit présenter aucune imperfection visible.

Les résultats peuvent dépendre du type de matériau utilisé pour constituer les surfaces des plateaux. On peut le déterminer en effectuant les essais à l'aide de plateaux dont la surface est réalisée en matériaux différents.

Le diamètre  $D$  des plateaux se situe généralement dans la plage de 20 mm à 50 mm. Il doit être déterminé à 0,01 mm près.

L'épaisseur  $d$  de l'éprouvette est définie par l'écart entre les plateaux et doit être déterminée à 0,01 mm près. Il convient que l'épaisseur de l'éprouvette soit, de préférence, comprise dans la plage allant de 0,5 mm à 3 mm et que le rapport du diamètre des plateaux à l'épaisseur de l'éprouvette soit compris entre 10 et 50 pour réduire au minimum les erreurs lors de la détermination des propriétés. Pour les polymères liquides de faible viscosité, il peut être nécessaire d'utiliser des dimensions situées hors des plages recommandées susmentionnées. La variation totale de l'écart entre les plateaux due à leur mauvais parallélisme doit être inférieure à  $\pm 0,01$  mm. La variation de l'écart entre les plateaux au cours des essais doit être inférieure ou égale à  $\pm 0,01$  mm.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c7ed55a8-5233-43a5-b02f-a0189bd7879/iso-6721-10-1999>

### 5.5 Étalonnage

Le rhéomètre doit être étalonné périodiquement en mesurant le couple, le déplacement angulaire et la réponse en vitesses angulaires de la machine ou en utilisant des liquides de référence de viscosité complexe connue, conformément aux instructions du fabricant de l'instrument. Il est préférable que les valeurs de la viscosité complexe des liquides de référence utilisés pour l'étalonnage se situent dans la même plage que celle des éprouvettes à mesurer.

Il est préférable d'effectuer l'étalonnage à la température d'essai.

## 6 Échantillonnage

La méthode d'échantillonnage, y compris toutes les méthodes particulières de préparation et d'introduction de l'éprouvette dans le rhéomètre, doit être celle spécifiée dans la norme relative au matériau concerné ou sinon être déterminée d'un commun accord.

Les éprouvettes étant généralement petites, d'une masse de l'ordre de 3 g à 5 g, il est essentiel qu'elles soient représentatives du matériau échantillonné.

Si les échantillons sont hygroscopiques ou contiennent des éléments volatils, ils doivent être stockés afin de minimiser tous les effets sur la viscosité. Il peut être nécessaire de sécher les échantillons avant de préparer les éprouvettes.

Les éprouvettes doivent se présenter sous forme de disques quand elles sont produites par moulage par injection ou compression ou par découpage dans des plaques. Une solution de rechange consiste à les façonner en plaçant des granulés ou du polymère liquide ou fondu entre les plateaux. Le chargement de l'éprouvette à l'état fondu ne peut se faire que si cette dernière n'est pas sensible à l'oxydation ou à la perte d'éléments volatils.



L'éprouvette ne doit contenir ni impuretés visibles ni bulles d'air. Elle ne doit présenter aucune décoloration manifeste avant ou après les essais.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Température d'essai

D'une manière générale, la viscosité étant fonction de la température, les mesurages effectués à des fins comparatives doivent être réalisés à la même température. Les points de détail doivent être ceux spécifiés dans la norme relative au matériau concerné ou sinon déterminés d'un commun accord.

### 7.2 Remise de l'écart à zéro

Laisser l'appareillage s'équilibrer à la température d'essai souhaitée de façon à établir un équilibre thermique. La durée d'équilibre suggérée est de 15 min à 30 min. Mettre les plateaux en contact. Remettre l'indicateur d'écart à zéro.

### 7.3 Chargement de l'éprouvette

L'éprouvette doit être chargée dans l'instrument à l'état solide ou fondu conformément à l'article 6. Elle doit entièrement remplir l'espace entre les deux plateaux. Tout excès de matière autour des bords des plateaux doit être retiré avant de commencer les essais. Il peut être nécessaire de presser légèrement les éprouvettes après l'ébavurage pour favoriser un bon contact; toutefois, des précautions doivent être prises pour que l'éprouvette ne dépasse pas les bords des plateaux.

Laisser ensuite l'éprouvette et les plateaux atteindre l'équilibre thermique à la température d'essai. Ce laps de temps est appelé temps de régulation thermique. Pour toutes les variantes en matière d'instrument, de géométrie plateau/éprouvette, de type de polymère, d'épaisseur d'échantillon, de méthode de chargement et de température d'essai, le temps de régulation thermique doit être déterminé en répétant le mesurage mais en utilisant un temps de régulation thermique de 10 % plus long (voir la note ci-dessous). En l'absence de modification des valeurs mesurées du module complexe en cisaillement  $G^*$ , du module de conservation en cisaillement  $G'$  et du module de perte en cisaillement  $G''$ , le temps de régulation thermique est suffisant pour que l'équilibre thermique se soit produit.

NOTE Cet essai peut être intégré dans l'essai de balayage en temps pour la stabilité thermique de l'éprouvette (voir 7.6).

Lorsque l'instrument et l'éprouvette ont atteint la température d'essai, il faut déterminer l'épaisseur de l'éprouvette  $d$ , équivalant à l'écart entre les plateaux (voir 5.4). Cette valeur de l'épaisseur de l'éprouvette doit être utilisée pour les calculs.

### 7.4 Préconditionnement de l'éprouvette

L'éprouvette peut être conditionnée avant les essais en la maintenant à un cisaillement zéro à la température d'essai pendant un laps de temps spécifié et/ou en la soumettant à un cisaillement préalable.

### 7.5 Mode d'essai (contrainte contrôlée ou déformation contrôlée)

Les mesurages sont effectués en utilisant l'instrument en mode de déformation contrôlée ou en mode de contrainte contrôlée.

En mode de déformation contrôlée, un déplacement sinusoïdal est produit à fréquence angulaire constante, et l'on mesure le couple sinusoïdal résultant et le déphasage entre le couple et le déplacement.

En mode de contrainte contrôlée, on applique un couple sinusoïdal à fréquence angulaire constante, et l'on mesure le déplacement sinusoïdal résultant et le déphasage entre le couple et le déplacement.

Le mesurage des propriétés rhéologiques dynamiques des éprouvettes conformément à la présente partie de l'ISO 6721 se limite au domaine viscoélastique linéaire. Le comportement viscoélastique linéaire se définit, pour les besoins de la présente partie de l'ISO 6721, comme étant celui pour lequel la viscosité ou le module est indépendant de la contrainte ou de la déformation appliquée. Cette hypothèse est nécessaire pour l'analyse des données expérimentales à entreprendre. Il faut donc que l'amplitude d'oscillation en mode de contrainte ou de

déformation contrôlée soit fixée de manière à faire intervenir la déformation de l'éprouvette dans le domaine viscoélastique linéaire.

En ce qui concerne les modes opératoires destinés à déterminer la limite du comportement viscoélastique linéaire de l'éprouvette, voir 7.7.

## 7.6 Détermination de la stabilité thermique du matériau échantillon

Avant d'essayer un matériau particulier, effectuer un balayage à la température d'essai afin de déterminer la stabilité thermique du matériau. Le balayage doit être réalisé en utilisant la même géométrie de l'ensemble plateau/éprouvette et des fréquences angulaires et un couple ou un déplacement angulaire analogues à ceux utilisés dans l'essai ultérieur. Il peut être nécessaire d'effectuer des mesurages du balayage à plus d'une fréquence d'oscillation (voir note 1). La durée de la stabilité thermique est définie comme le temps écoulé entre le démarrage du balayage et le moment où une des valeurs mesurées de  $G^*$ ,  $G'$  et  $G''$  a varié de  $\pm 5\%$  (voir note 2). Elle doit être exprimée comme un temps à une température et une fréquence angulaire données, par exemple 500 s à 250 °C et 1 rad·s<sup>-1</sup>. Les mesurages ultérieurs de nouvelles éprouvettes du même échantillon, à cette température, doivent être effectués dans un laps temps plus court que la durée de la stabilité thermique.

NOTE 1 Il est normalement plus facile d'identifier les dégradations des propriétés rhéologiques en effectuant les essais à basses fréquences d'oscillation.

NOTE 2 Il peut être nécessaire d'éliminer les résultats initiaux erronés lors de la détermination des valeurs initiales des modules.

Pour certains matériaux, il se peut qu'il ne soit pas possible d'obtenir les résultats recherchés pendant la durée de la stabilité thermique du fait d'une dégradation ou d'une réticulation rapide de l'échantillon. Dans ce cas, le rapport d'essai doit indiquer le pourcentage de variation des valeurs du module se produisant sur toute la durée de l'essai, cette valeur ayant été déterminée à partir des résultats du balayage en temps.

## 7.7 Détermination du domaine viscoélastique linéaire

### 7.7.1 En mode de déformation contrôlée

ISO 6721-10:1999

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c7ed55a8-5233-43a5-b02f-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c7ed55a8-5233-43a5-b02f-a0189bd7879/iso-6721-10-1999)

[a0189bd7879/iso-6721-10-1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c7ed55a8-5233-43a5-b02f-a0189bd7879/iso-6721-10-1999)

En mode de déformation contrôlée, déterminer l'amplitude maximale admissible des oscillations en réalisant un balayage de déformation. Ce balayage doit être effectué en utilisant la même géométrie de l'ensemble plateau/éprouvette et une fréquence angulaire et une température analogues à celles requises pour les essais ultérieurs. Il peut être nécessaire d'effectuer des mesurages du balayage de déformation à plus d'une fréquence d'oscillation afin de contrôler la dépendance éventuelle de la limite du comportement viscoélastique linéaire vis-à-vis de la fréquence angulaire. Essayer l'éprouvette en augmentant l'amplitude d'oscillation sur une plage de valeurs, en commençant, de préférence, par une déformation de l'éprouvette, mesurée au bord du plateau, inférieure ou égale à 1 %.

Mesurer le module complexe en cisaillement  $G^*$ , le module de conservation en cisaillement  $G'$  et le module de perte en cisaillement  $G''$  en fonction de l'amplitude d'oscillation afin de déterminer l'amplitude d'oscillation maximale admise pour le mesurage dans le domaine viscoélastique linéaire.

La valeur maximale de la déformation à utiliser lors des essais réels doit être inférieure à la valeur la plus basse de la déformation à laquelle on obtient, sur l'une quelconque des valeurs des paramètres  $G^*$ ,  $G'$  ou  $G''$ , un écart de 5 % par rapport aux valeurs de ces paramètres dans le domaine viscoélastique linéaire. Lorsqu'il n'est pas possible de déterminer les propriétés dans le domaine viscoélastique linéaire, cela doit être consigné dans le rapport d'essai.

NOTE Dans le cas de certains matériaux, le domaine viscoélastique linéaire se réduit à de très petites déformations. Les erreurs de mesure associées empêchent de déterminer de façon fiable les propriétés pour ce domaine.

### 7.7.2 En mode de contrainte contrôlée

En mode de contrainte contrôlée, déterminer la plage de comportement viscoélastique linéaire du produit fondu en réalisant un balayage de contrainte. Ce balayage doit être effectué en utilisant la même géométrie de l'ensemble plateau/éprouvette et une fréquence angulaire et une température analogues à celles requises pour les essais ultérieurs. Il peut être nécessaire d'effectuer des mesurages du balayage de contrainte à plus d'une fréquence d'oscillation afin de contrôler la dépendance éventuelle de la limite du comportement viscoélastique linéaire vis-à-vis de la fréquence angulaire. Essayer l'éprouvette en augmentant le couple sur une plage de valeurs, en commençant,

de préférence, par un couple produisant une déformation de l'éprouvette, mesurée au bord du plateau, inférieure ou égale à 1 %.

Mesurer le module complexe en cisaillement  $G^*$ , le module de conservation en cisaillement  $G'$  et le module de perte en cisaillement  $G''$  en fonction du couple afin de déterminer le couple maximal admis pour le mesurage dans le domaine viscoélastique linéaire.

La valeur maximale du couple appliqué à retenir lors des essais réels doit être inférieure à la valeur la plus basse du couple à laquelle on obtient, sur l'une quelconque des valeurs des paramètres  $G^*$ ,  $G'$  ou  $G''$ , un écart de 5 % par rapport aux valeurs de ces paramètres dans le domaine viscoélastique linéaire. Lorsqu'il n'est pas possible de déterminer les propriétés dans le domaine viscoélastique linéaire, cela doit être consigné dans le rapport d'essai (voir la note en 7.7.1).

### 7.7.3 Confirmation du comportement viscoélastique linéaire

Un autre contrôle peut être effectué pour confirmer que les mesurages ont été réalisés dans le domaine de comportement viscoélastique linéaire. En partant de l'hypothèse de l'existence de ce comportement, l'effet résultant respectivement du couple ou du déplacement sera sinusoïdal pour une fonction sinusoïdale du déplacement ou du couple appliqué. Une fonction non sinusoïdale de l'effet résultant indique que le comportement est non linéaire. En pareil cas, les hypothèses de l'analyse des données expérimentales ne sont pas valables et, de ce fait, les valeurs déterminées pour les modules et viscosités sont incorrectes. Si de tels contrôles ont été faits, cela doit être signalé dans le rapport d'essai.

## 7.8 Balayage en fréquence

Lors d'un balayage en fréquence d'une éprouvette, il est nécessaire de rechercher toute dégradation, en particulier lors des essais à basses fréquences, et toute distorsion ou discontinuité de l'éprouvette aux fréquences élevées.

Les modifications des éprouvettes dues par exemple à une dégradation, à une réticulation ou à une discontinuité du produit fondu peuvent avoir une répercussion sur les résultats de l'essai. L'effet de ces modifications peut être identifié en effectuant, à la fin d'un essai, un mesurage répété dans les conditions utilisées au début de l'essai sur la même éprouvette et en comparant ensuite les résultats.

En cas de distorsion de l'éprouvette au niveau des bords des plateaux, généralement connue sous le nom de discontinuité du produit fondu, les mesurages doivent être annulés. Toutefois, les résultats obtenus avant la distorsion de l'éprouvette restent valables.

## 7.9 Balayage en température

Lors d'un balayage en température d'une basse température à une température élevée, il est nécessaire de s'assurer que le contact physique a bien été établi entre l'éprouvette et les plateaux, de préférence en procédant à la fusion de l'éprouvette entre les plateaux avant l'essai et en la refroidissant si nécessaire pour la porter à la température de démarrage.

Lorsqu'on procède à un balayage en température, il faut veiller à appliquer une correction pour tenir compte de la variation des dimensions de l'équipement due à la dilatation thermique. Certains systèmes effectuent cette correction au moyen d'un logiciel en utilisant le coefficient de dilatation thermique linéique du dispositif de mesure.

Voir également 7.8 au sujet de la dégradation et de la distorsion de l'éprouvette.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Symboles utilisés

$D$  diamètres des plateaux, exprimés en mètres;

$d$  écart entre les plateaux, exprimé en mètres;

$T$  couple, exprimé en newtons mètres;