
Norme internationale



537

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

Plastiques — Essai au pendule de torsion

Plastics — Testing with the torsion pendulum

Première édition — 1980-03-15

CDU 678.5/.8 : 620.178.322.4

Réf. n° : ISO 537-1980 (F)

Descripteurs : matière plastique, essai, essai mécanique, essai de torsion, pendule de torsion, matériel d'essai.

Prix basé sur 5 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 537 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, et a été soumise aux comités membres en juin 1978.

Les comités membres des pays membres l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	Pays-Bas
Allemagne, R.F.	France	Pologne
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Suède
Belgique	Iran	Suisse
Bulgarie	Israël	Tchécoslovaquie
Canada	Italie	Turquie
Corée, Rép. de	Japon	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Mexique	USA
Espagne	Nouvelle-Zélande	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 537-1966, dont elle constitue une révision technique.

Plastiques — Essai au pendule de torsion

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination des caractéristiques mécaniques dynamiques (module de cisaillement et amortissement mécanique) des plastiques dans la gamme des petites déformations, en fonction de la température, dans la gamme de fréquence allant de 0,1 à 10 Hz. Le module de cisaillement et l'amortissement mécanique sont des grandeurs dont les valeurs sont indépendantes du type d'appareil, aussi bien que de la forme de l'éprouvette. La dépendance de ces grandeurs vis-à-vis de la température dans une gamme de température suffisamment large (par exemple de -50 °C à $+150\text{ °C}$ pour la majorité des polymères du commerce) détermine les zones de transition (par exemple état «vitreux-élastomérique») du polymère. Elle donne également des informations concernant le début du fluage.¹⁾

2 Définitions

2.1 module de cisaillement (G) : Quotient de la contrainte de cisaillement par la déformation angulaire résultant de l'éprouvette, mesurée dans la zone des faibles déformations non permanentes (zone d'élasticité linéaire).

2.2 décrétement logarithmique de l'amortissement (λ) : Logarithme népérien du rapport des amplitudes de deux oscillations successives. Il constitue une mesure de l'amortissement des oscillations libres de torsion.

2.3 facteur mécanique de perte (d) : Grandeur définie par la formule

$$d = \frac{\lambda/\pi}{1 + \lambda^2/4\pi^2} \quad \dots(1)$$

Pour $\lambda \leq 2$, $d \approx \lambda/\pi$.

3 Atmosphère d'essai

En l'absence d'un accord entre les parties intéressées, les essais doivent être effectués à $(50 \pm 5)\%$ d'humidité relative. Pour le contrôle des températures, voir 5.2.3.

1) Pour une description physique du comportement viscoélastique des polymères, voir *Plastiques — Terminologie particulière aux caractéristiques d'amortissement des polymères rigides*, document préparé par l'ISO/TC 61/GT 2 (septembre 1975) et disponible au secrétariat du TC 61 comme sujet 374.

4 Éprouvette

4.1 L'éprouvette doit être préparée et conditionnée conformément aux directives figurant dans les spécifications du matériau à soumettre à l'essai. En l'absence de telles directives, la méthode de préparation et conditionnement doit être définie par accord entre les parties intéressées.

4.2 Il est recommandé d'utiliser une éprouvette ayant les dimensions suivantes :

longueur (L) : 60 mm

largeur (b) : 10 mm

épaisseur (h) : 1 mm

4.3 D'autres dimensions sont admissibles suivant le type d'appareil (voir les notes ci-après).

Il n'est pas recommandé d'utiliser des éprouvettes d'épaisseur inférieure à 0,05 mm. La gamme des épaisseurs allant de 0,05 à 0,15 mm est acceptable lorsque le système oscillant est placé sous vide.

Les tolérances sur les dimensions des éprouvettes doivent être stipulées par accord entre les parties intéressées. Il n'est pas recommandé d'utiliser des éprouvettes de section rectangulaire dont l'épaisseur varie de plus de 3 % de l'épaisseur moyenne, suivant l'axe longitudinal.

NOTES

1 Différentes formes d'éprouvettes peuvent éventuellement être utilisées (cylindrique ou tubulaire); dans de tels cas, les dimensions et tolérances doivent être stipulées par un accord particulier entre les parties intéressées.

2 Dans le cas d'éprouvettes rectangulaires, dont les dimensions diffèrent de celles qui sont recommandées en 4.2, la préférence doit être donnée à celles dont les dimensions sont dans le rapport L/b et b/h de celles de l'éprouvette recommandée, b restant dans la gamme de 5 à 25 mm.

3 Les grandeurs mesurées par cette méthode (fréquence et amplitude) sont sensibles à l'uniformité dimensionnelle de l'éprouvette et à l'état physique de celle-ci (degré de cristallinité, contraintes internes, etc.), aussi bien qu'à leur température; cela doit être considéré au moment du choix des dimensions et tolérances, de la méthode de préparation et conditionnement, etc., pour un matériau donné.

5 Appareillage

5.1 Pendule de torsion

Deux types de pendule de torsion sont spécifiés dans la présente Norme internationale, à savoir :

- l'éprouvette supportant la pièce d'inertie (méthode A);
- l'éprouvette ne supportant pas la pièce d'inertie (méthode B).

5.2 Pendule de torsion pour la méthode A (voir figure 1)

5.2.1 Disque

Les dimensions de la masse du disque en métal léger (par exemple aluminium) doivent correspondre à un moment d'inertie I d'environ $30 \text{ kg} \cdot \text{mm}^2$ pour les éprouvettes de dimensions conformes à 4.2, à condition que les dimensions et la masse de l'axe inférieur et des mors n'influencent pas la valeur de I . La masse totale du disque, du mors inférieur et de l'axe inférieur doit être telle que la contrainte de traction sur l'éprouvette ne dépasse pas $0,1 \text{ MPa}^*$. Le moment d'inertie doit être choisi en fonction de la rigidité de l'éprouvette, aussi bien que de la masse totale du disque, du mors et de l'axe. Il doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

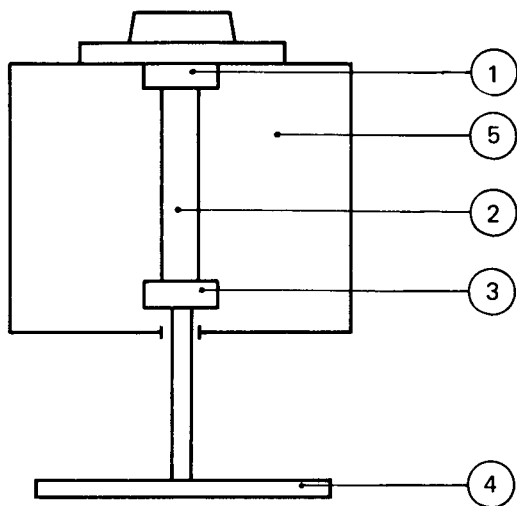
5.2.2 Mors

Les mors doivent assurer une fixation parfaite de l'éprouvette dans l'axe du système oscillant. Conformément à 5.2.1, le mors inférieur doit être léger et de moment d'inertie négligeable. Des mors autoserrants doivent être utilisés pour les essais à basses températures.

5.2.3 Enceinte thermostatée

L'éprouvette et les mors doivent être enfermés dans une enceinte thermostatée. Cette enceinte (espace entourant l'éprouvette) doit être remplie d'air ou d'un gaz inerte, suivant le but de l'essai. Lorsqu'on utilise un gaz inerte comme agent d'environnement, il doit être sous faible pression, c'est-à-dire que le courant gazeux doit circuler à un débit d'environ 1 200 ml/h .

L'axe du disque ne doit pas être en contact avec les parois de l'enceinte. L'espace situé entre l'axe et la paroi doit être juste suffisant pour permettre une libre rotation du système oscillant. Le mors supérieur et son axe fixe sont montés sur la paroi supérieure de l'enceinte, de sorte qu'il n'y ait aucune perte de gaz par l'ouverture. Il suffit d'une légère force pour tourner l'axe supérieur, lequel doit être immobile durant le cycle d'oscillation.



- ① Mors supérieur avec axe fixe
- ② Éprouvette
- ③ Mors inférieur, accouplé au disque par l'intermédiaire de l'axe
- ④ Disque
- ⑤ Enceinte thermostatée

Figure 1

* $1 \text{ MPa} = 1 \text{ N/mm}^2$

La température au voisinage de l'éprouvette doit rester constante sur toute la longueur de celle-ci. La température est mesurée à l'aide d'un thermocouple ou d'un autre élément sensible, et contrôlée de façon qu'en utilisant le mode opératoire à température constante (voir 6.2), les variations ne dépassent pas $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

L'enceinte doit être conçue pour une gamme de température allant de $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $+300\text{ }^{\circ}\text{C}$.

On doit prévoir l'équipement nécessaire pour la programmation de la température au cours du mesurage. Lorsqu'une élévation constante de température est demandée, la progression ne doit pas dépasser $50\text{ }^{\circ}\text{C/h}$, et la variation admise de température pendant cette progression doit être stipulée par un accord particulier entre les parties intéressées.

L'ensemble du système doit être conçu de façon que la température à proximité immédiate de l'éprouvette ne puisse pas varier de plus de $\pm 0,25\text{ }^{\circ}\text{C}$ au moment d'un mesurage individuel (série d'oscillations libres après un tour d'impulsion).

5.3 Pendule de torsion pour la méthode B (voir figure 2)

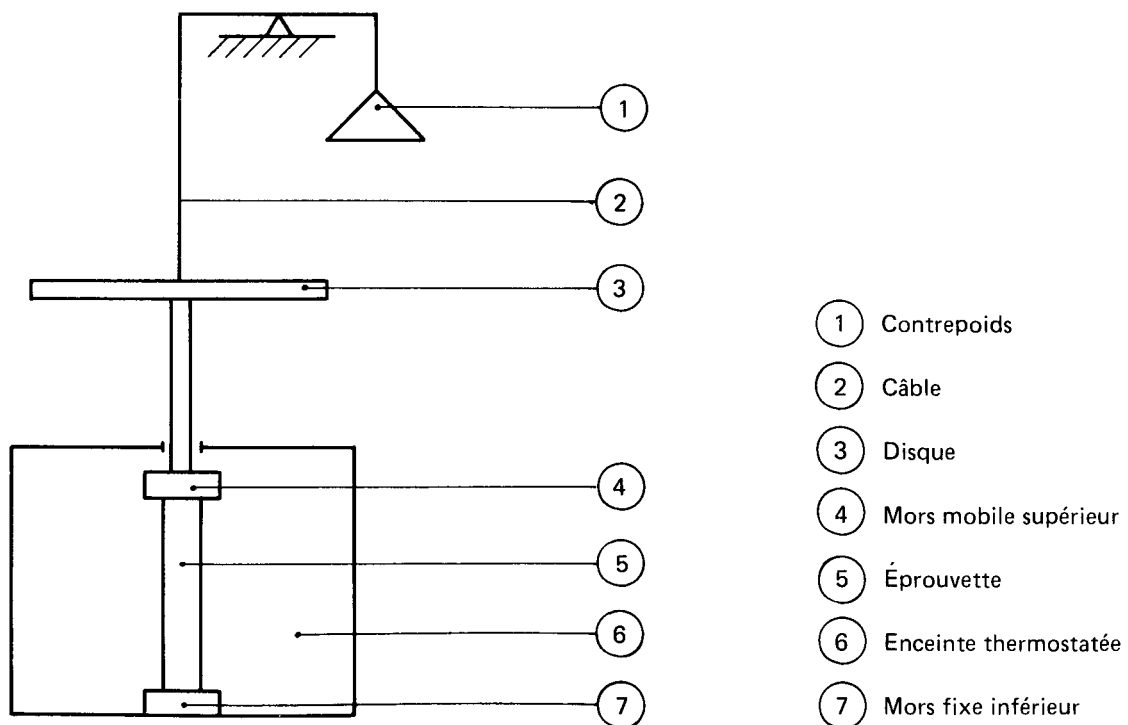


Figure 2

* $1\text{ MPa} = 1\text{ N/mm}^2$

5.3.1 Disque

On peut utiliser des disques présentant une vaste gamme de moments d'inertie. La masse et les dimensions du disque doivent être basées sur le but de l'essai.

5.3.2 Contrepoids

Le contrepoids doit équilibrer le système de façon à limiter les contraintes de traction sur l'éprouvette à $0,1\text{ MPa}^*$.

5.3.3 Mors

Les mors doivent être conçus pour empêcher tout déplacement de la partie de l'éprouvette qu'il saisissent; ils doivent être auto-centrants pour maintenir en coïncidence l'axe de l'éprouvette et l'axe de rotation, et autoserrants pour permettre la contraction de l'éprouvette lors d'essais à basses températures. Lorsque le moment d'inertie du mors supérieur n'est pas négligeable, le moment d'inertie du système «disque, axe et mors supérieurs» doit être déterminé expérimentalement.

5.3.4 Enceinte thermostatée

Voir 5.2.3. La différence avec la méthode A est que le mors inférieur est fixe et que l'ouverture pour l'axe du disque est située dans la paroi supérieure de l'enceinte.

5.4 Appareil d'enregistrement des oscillations

Des dispositifs enregistreurs optiques, électriques ou autres peuvent être utilisés, s'ils n'exercent aucun effet d'amortissement supplémentaire. Si l'on utilise des enregistreurs, la vitesse de la bande enregistreuse ne doit pas varier de plus de $\pm 1\%$.

5.5 Dispositifs de mesurage des dimensions des éprouvettes

Les dispositifs utilisés pour le mesurage des dimensions d'éprouvettes rectangulaires doivent pouvoir mesurer l'épaisseur à $\pm 0,003$ mm, la largeur à $\pm 0,05$ mm et la longueur entre mors à $\pm 0,1$ mm. L'éprouvette ne doit pas être déformée lors des mesurages. La précision d'un dispositif de mesurage des dimensions d'éprouvettes ayant d'autres formes doit faire l'objet d'un accord particulier entre les parties intéressées.

NOTE — Afin de garantir que le dispositif fonctionne d'une manière satisfaisante, il peut être contrôlé en examinant un échantillon de référence (par exemple un fil de piano ayant un diamètre de 0,5 mm) dont le module de torsion est déjà connu (voir 7.2).

6 Mode opératoire

6.1 Mesurage de la section droite de l'éprouvette rectangulaire

Mesurer l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette en au moins cinq endroits répartis sur sa longueur. Toute éprouvette présentant des défauts visibles, ou une variation d'épaisseur supérieure à 3 % de la valeur moyenne arithmétique, doit être exclue de l'essai. Il n'est pas recommandé d'utiliser des éprouvettes dont la largeur varie de plus de 0,2 mm.

Les méthodes de mesurage des dimensions d'éprouvettes ayant d'autres formes doivent être définies par un accord particulier entre les parties intéressées.

6.2 Fixation et montage de l'éprouvette

Fixer l'éprouvette entre les mors inférieur et supérieur. Son axe longitudinal doit coïncider avec l'axe de rotation du système oscillant. Toute excentration serait cause d'oscillations latérales et fausserait le processus normal d'oscillation.

Après fixation de l'éprouvette, mesurer la distance entre mors (la longueur) à $\pm 0,1$ mm. L'éprouvette ne doit pas être soumise à des contraintes lors du montage du système mobile dans l'enceinte.

Après avoir contrôlé le montage central du système oscillant, mettre en marche le chauffage. On peut mesurer à une température s'élevant continuellement (voir 5.2.3) ou à une température constante. Dans le cas où la température est constante, la dépendance des caractéristiques mécaniques dynamiques vis-à-vis de la température est établie au moyen de déterminations à diverses températures.

6.3 Essai d'oscillation en torsion

Suivant le type d'appareil, amener le système mobile dans les conditions d'oscillations libres :

- soit par torsion de l'axe supérieur (méthode A);
- soit par torsion du disque (méthode B).

L'angle de torsion ne doit pas dépasser 3° dans l'une ou l'autre direction. Mesurer la fréquence et l'amplitude.

7 Expression des résultats

7.1 Décrément logarithmique λ

7.1.1 Méthode A

Le décrément logarithmique de l'amortissement λ doit être calculé à l'aide de l'équation

$$\lambda = \ln \frac{A_1}{A_2} \quad \dots(2)$$

ou, de façon générale,

$$\lambda = \ln \frac{A_n}{A_{n+1}} \quad \dots(3)$$

où $A_1, A_2, \dots, A_n, A_{n+1}$ sont les amplitudes des oscillations successives dans la même direction.

Pour le calcul de λ , on peut utiliser les amplitudes de deux oscillations quelconques dans la même direction. Une équation appropriée est alors

$$\lambda = \frac{1}{n-m} \ln \frac{A_m}{A_n} \quad \dots(4)$$

où

A_m est la m ème amplitude;

A_n est la n ème amplitude;

$n > m$.

NOTE — L'équation suivante peut être utilisée pour le calcul du décrément logarithmique dans le cas où les amplitudes ne peuvent pas être enregistrées avec précision à l'égard du centre de la sinusoïde amortie :

$$\lambda = \ln \frac{A_1^*}{A_2^*} = \frac{1}{q} \ln \frac{A_p^*}{A_{p+q}^*}$$

où $A_1^*, A_2^*, \dots, A_p^*, \dots, A_{p+q}^*$ sont les distances entre les sommets successifs des amplitudes positives et négatives des oscillations.

7.1.2 Méthode B

Le décrément logarithmique λ doit être calculé à l'aide de l'équation donnée en 7.1.1.

Pour la méthode B, le décrement logarithmique λ_s de l'éprouvette doit être calculé à l'aide de l'équation

$$\lambda_s = \lambda \frac{f^2}{f^2 - f_0^2}$$

où

λ est le décrement logarithmique de l'amortissement (du système avec l'éprouvette);

f est la fréquence des oscillations du système avec l'éprouvette;

f_0 est la fréquence des oscillations du système sans l'éprouvette.

7.2 Module de cisaillement

Le module de cisaillement pour une section droite rectangulaire de l'éprouvette doit être calculé à l'aide de l'équation (5) ou (6), selon le cas (voir notes 1 et 2 ci-après) :

a) Méthode A

$$G = I f^2 \left(\underbrace{\frac{12 \pi^2 L}{b h^3 C}}_{F_{gA}} \right) - \left(\underbrace{\frac{m_A g b}{4 h^3 C}}_{S_{EA}} \right) \quad \dots(5)$$

b) Method B

$$G = (4 \pi^2 I f^2 - K) \left(\underbrace{\frac{3 L}{b h^3 C}}_{F_{gB}} \right) - \left(\underbrace{\frac{m_B g b}{4 h^3 C}}_{S_{EB}} \right) \quad \dots(6)$$

où

G est le module de cisaillement, en newtons par millimètre carré;

I est le moment d'inertie du disque, en kilogrammes millimètres carrés (voir note 3 ci-après);

f est la fréquence des oscillations du système avec l'éprouvette, en hertz;

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

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

L est la distance entre mors (longueur de l'éprouvette), en millimètres;

m_A est la masse du disque, y compris celui du mors inférieur et de l'axe inférieur (lesquels fournissent la tension), en kilogrammes;

m_B est la masse du contrepoids, moins la masse du disque y compris le mors supérieur et l'axe supérieur, en kilogrammes;

g est l'accélération due à la pesanteur, en millimètres par seconde carrée;

C est un facteur de correction (voir note 4 ci-après);

K est la constante de torsion du câble de suspension de la pièce d'inertie, en newtons millimètres ($= 4 \pi^2 I f_0^2$) (voir note 5 ci-après), f_0 étant la fréquence des oscillations du système sans l'éprouvette, en hertz.

NOTES

1 Lorsque $\lambda > 1,0$, F_{gA} doit être multiplié par le facteur F_d ,

où

$$F_d = 1 + \frac{\lambda^2}{4 \pi^2} \quad \dots(7)$$

2 Pour les éprouvettes dont la section droite est autre que rectangulaire (voir note 1 en 4.3), des équations appropriées à utiliser à la place des équations (5) et (6) peuvent être obtenues dans la littérature.

3 Dans le cas d'une détermination séparée du moment d'inertie du système «disque, mors et axe» mentionné en 5.3.3, I est le moment d'inertie de ce système.

4 $C = 3 \mu / 16$, où μ est le facteur de forme défini par le rapport b/h . Les valeurs de μ sont à calculer à l'aide de l'équation

$$\mu = 5,33 - 3,36 \frac{h}{b} \left(1 - \frac{h^4}{12 b^4} \right) \quad \dots(8)$$

Si $h/b > 0,4$, $C = 1 - (0,632 h/b)$.

5 Dans le cas de la méthode B, K doit être ignoré si $4 \pi^2 I f^2 > 100 K$.

8 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) désignation du matériau;
- c) méthode d'essai (A ou B);
- d) préparation de l'éprouvette;
- e) conditionnement de l'éprouvette;
- f) dimensions de l'éprouvette;
- g) valeurs de λ et G , si l'essai a été effectué à une seule température ou à quelques températures;
- h) représentation graphique de λ et G en fonction de la température;
- j) les fréquences auxquelles les valeurs individuelles de λ et G ont été mesurées.