

81

NORME INTERNATIONALE

ISO
4895

Première édition
1987-05-01



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

Plastiques — Résines époxydes liquides — Détermination de la tendance à la cristallisation

Plastics — Liquid epoxide resins — Determination of tendency to crystallize

Numéro de référence
ISO 4895 : 1987 (F)

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 normalement 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.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4895 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Plastiques — Résines époxydes liquides — Détermination de la tendance à la cristallisation

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la tendance à la cristallisation des résines époxydes liquides du type bisphénol-A au cours de leur stockage.

NOTE — La cristallisation d'une résine dépend de la température ambiante, de sa pureté (homogénéité et inclusion), de son taux d'humidité et d'autres facteurs.

2 Référence

ISO 3001, *Plastiques — Compositions époxydiques — Détermination de l'équivalent époxyde.*

3 Principe

Dilution d'un échantillon de résine époxyde avec du *n*-butylglycidyl éther (NBGE), puis ensemencement avec des cristaux de diglycidyl éther de diphenyl-2,2 propane (DGE chimiquement pur). Refroidissement à 10 ± 1 °C et examen à intervalles réguliers jusqu'à ce que la résine cristallise.

4 Réactifs

4.1 Diglycidyl éther de diphenyl-2,2 propane (DGE), pur, cristallisé et finement broyé pour passer au tamis de 250 μ m d'ouverture de maille.

NOTES

1 Le DGE pur peut être obtenu par précipitation de résine époxyde du commerce renfermant une grande proportion de l'isomère 4,4' du DGE. Ceci pourrait être fait de la façon suivante :

- Placer 250 g de résine époxyde dans un cristalliseur de 1 000 ml et ajouter 200 à 250 ml d'un mélange solvant comportant 1 partie en volume de butanone-2 (MEC) et 4 parties en volume de méthanol. Remuer le mélange, et laisser séparer la phase cristalline.
- Centrifuger la phase cristalline et séparer le reste de la solution mère par décantation.
- Laver les cristaux quatre fois dans un cristalliseur avec, à chaque fois, 200 à 250 ml de méthanol, et agiter durant 1 min. Laisser le mélange reposer, puis séparer les cristaux par décantation.
- Ajouter aux cristaux 100 ml de méthanol, mélanger durant 1 min et filtrer sous vide sur un entonnoir de Buchner au travers d'un papier filtre.

e) Sécher les cristaux sous vide de 1,33 kPa à 23 °C durant 4 à 6 h.

- Contrôler la pureté du DGE en déterminant
 - l'indice de réfraction (n_D à 65 °C) : $1,554 \pm 0,004$;
 - l'équivalent époxyde, selon l'ISO 3001 : 170 ± 2 ;
 - le point de fusion : 44 ± 1 °C.

Si le produit ne répond pas à ces conditions, laver à nouveau les cristaux et sécher comme décrit en c), d) et e), puis contrôler à nouveau la pureté comme décrit en f).

2 Il est préférable d'utiliser le diglycidyl éther destiné à amorcer la cristallisation, préparé comme indiqué en 4.1.

Cependant, il est évident que tout autre procédé pour obtenir un DGEBA de cristallinité et de pureté équivalentes, peut être utilisé.

4.2 *n*-Butylglycidyl éther (NBGE), de qualité technique.

AVERTISSEMENT — Le NBGE est toxique. Éviter l'inhalation de vapeur et tout contact avec la peau et les yeux. Travailler sous une hotte ou dans un local aéré. Seuil de toxicité : 50 mg/m³.

5 Appareillage

5.1 Réfrigérateur ou chambre froide, maintenue à 10 ± 1 °C.

5.2 Tubes à essais, ayant approximativement un diamètre de 18 mm et une longueur de 180 mm, munis d'un col rodé et d'un bouchon rodé.

6 Mode opératoire

6.1 Mélanger la résine époxyde liquide à essayer avec du *n*-butylglycidyl éther (4.2) dans les proportions suivantes :

- 90 % (*m/m*) de résine époxyde liquide à essayer;
- 10 % (*m/m*) de *n*-butylglycidyl éther.

NOTE — Il n'est pas nécessaire d'ajouter du *n*-butylglycidyl éther quand on a affaire à une résine déjà diluée avec un mono- ou polydiglycidyl éther peu visqueux.

6.2 Remplir à moitié l'un des tubes à essais (5.2), le refermer avec son bouchon rodé, le placer dans une étuve et l'y maintenir durant 16 h à 60 °C. Après cette période, retirer le tube à essais de l'étuve et le refroidir à 23 ± 1 °C.