
**Plastiques renforcés de fibres —
Compositions de moulage
thermodurcissables et préimprégnés —
Détermination des caractéristiques
de durcissement**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Fibre-reinforced plastics — Thermosetting moulding compounds
and prepregs — Determination of cure characteristics*
(standards.iteh.ai)

ISO 12114:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90d97cc9-5959-4ec0-a732-07e842150b3e/iso-12114-1997>



Sommaire

	Page
Introduction	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Définitions	2
4 Appareillage	2
5 Échantillonnage	3
6 Conditionnement et atmosphère d'essai	3
7 Éprouvettes	4
8 Mode opératoire	5
9 Expression des résultats	6
10 Fidélité	7
11 Rapport d'essai	7

© ISO 1997

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 central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

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 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.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
La norme internationale ISO 12114 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 13, *Composites et fibres de renforcement*.

[ISO 12114:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90d97cc9-5959-4ec0-a732-07e842150b3e/iso-12114-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90d97cc9-5959-4ec0-a732-07e842150b3e/iso-12114-1997>

Introduction

La description des caractéristiques des compositions de moulage thermodurcissables est plutôt complexe. Différents paramètres et propriétés tels que réactivité, température, pression et retrait sont intéressants pour l'utilisateur. Certains de ces paramètres sont interdépendants. Pour cette raison, il est nécessaire de disposer de plusieurs méthodes d'essai pour le contrôle de la qualité et pour déterminer l'influence de la variation de divers constituants de la formulation. Les caractéristiques déterminées sont valables pour comparer différentes compositions de moulage et préimprégnés et évaluer leur durée de vie.

Une importante caractéristique des compositions thermodurcissables est leur réactivité, c'est-à-dire leur aptitude à polymériser sous l'action d'un catalyseur et/ou de la chaleur. La détermination de la réactivité peut se faire par différentes méthodes. La présente Norme internationale en donne deux:

- la première est un mode opératoire simple qui se limite à la détermination de la réactivité et de la durée de vie en mesurant la variation de la température en fonction du temps dans les conditions habituelles de production;
- la seconde méthode est plus sophistiquée et donne des informations sur le comportement physique de la composition dans des conditions de moulage simulées.

Décrire le comportement pendant le durcissement d'une composition thermodurcissable n'est pas possible avec une seule valeur. Il est dépendant de plusieurs paramètres tels que la pression, la température et le retrait qui s'influencent mutuellement. Cette interdépendance doit aussi être décrite. Une telle description peut être faite par des fonctions mathématiques ou par un ensemble de courbes représentant les variations des différents paramètres comme c'est le cas dans la présente Norme internationale. Les courbes d'une composition particulière sont toutes montrées sur une même figure afin de mettre en évidence l'interdépendance des paramètres concernés.

Plastiques renforcés de fibres — Compositions de moulage thermodurcissables et préimprégnés — Détermination des caractéristiques de durcissement

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour la détermination des caractéristiques de durcissement des compositions de moulage thermodurcissables renforcées de fibres et des préimprégnés.

Les caractéristiques mesurées sont

- l'émission de chaleur due à l'exothermie de la réaction;
- la dilatation thermique du produit accompagnant l'augmentation de température;
- le retrait dû à la réaction de durcissement.

Les méthodes sont applicables à toutes les compositions à base de matrices thermodurcissables renforcées de fibres. Le principal domaine d'application porte sur les produits à base de résines polyester insaturés.

La méthode I est une méthode d'essai permettant de déterminer la réactivité d'une composition thermodurcissable selon un mode opératoire simple. Cette mesure se rapporte uniquement au comportement réactif de la matrice et à son état de stabilisation (facteur influant sur la durée de vie de la composition de moulage).

La méthode II est une méthode d'essai qui nécessite un équipement plus sophistiqué, prend plus de temps mais donne des indications détaillées supplémentaires sur le comportement physique de la composition dans des conditions de moulage habituelles simulées. Il en résulte une plaque qui pourra être utilisée ultérieurement pour déterminer certaines propriétés du produit moulé.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 472:1988, *Plastiques — Vocabulaire*.

ISO 8605:1989, *Plastiques renforcés au verre textile — Mats préimprégnés SMC — Base de spécification*.

ISO 8606:1990, *Plastiques — Préimprégnés — Mélange à mouler en masse BMC et DMC — Base de spécification*.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions données dans l'ISO 472, l'ISO 8605 et l'ISO 8606 s'appliquent, ainsi que les définitions suivantes:

3.1 réactivité: Conventionnellement, gradient maximal, exprimé en degrés Celsius par seconde, de la courbe de variation de température de la composition en fonction du temps pendant le durcissement.

3.2 comportement pendant le durcissement (d'un matériau thermodurcissable quand il est moulé dans les conditions habituelles de moulage): Comportement caractérisé par les paramètres suivants:

- temps de durcissement;
- dilatation thermique;
- retrait dû à la réaction de durcissement;
- retrait net (retrait réactionnel moins la dilatation thermique).

Les valeurs de ces paramètres dépendront des conditions de moulage utilisées.

3.3 unité élémentaire: La plus petite entité normalement commercialisable d'un produit donné. La description (forme, dimensions, masse, etc.) de l'unité élémentaire sera normalement donnée dans la spécification du produit. L'unité élémentaire peut se présenter, par exemple, sous forme d'enroulement ou de rouleau.

NOTE — Pour un produit donné, les dimensions, la masse ou le volume de l'unité élémentaire d'un produit donné peuvent évoluer avec les techniques de fabrication sans qu'il y ait nécessairement modification des propriétés de ce produit ou de la dispersion de ces mêmes propriétés au sein de l'unité élémentaire.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Appareillage

ISO 12114:1997
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90d97cc9-5959-4ec0-a732-07e842150b3e/iso-12114-1997>

4.1 Pour la méthode I

4.1.1 Moule métallique cylindrique, ayant un diamètre intérieur de 20 mm, équipé d'un élément chauffant, d'un système de régulation de température et d'un poinçon d'acier chauffé qui s'ajuste au diamètre intérieur du moule cylindrique (voir figure 1).

4.1.2 Système permettant d'appliquer une force de 15 daN sur le poinçon (voir figure 2).

4.1.3 Thermocouple isolé, de 1 mm de diamètre, centré au fond du moule et dépassant de 5 mm dans la cavité du moule. Le thermocouple doit être isolé du bloc d'acier chauffé par un isolant ayant une épaisseur supérieure à 2 mm.

4.1.4 Système d'enregistrement adapté, pour tracer la courbe de température en fonction du temps.

4.1.5 Dispositif pour la préparation des éprouvettes de la composition de moulage (voir un exemple à la figure 3).

4.1.6 Seringue, pour le mesurage des éprouvettes de pâtes.

4.1.7 Balance, précise à 0,1 g.

4.1.8 Brosse en laiton, pour le nettoyage du moule.

4.2 Pour la méthode II

4.2.1 Presse adaptée, à même d'exercer une pression de moulage jusqu'à 100 bar \pm 3 %.

4.2.2 Moule fermé à chambre de compression, ne permettant pas le fluage, monté sur la presse, n'ayant pas une surface de cavité inférieure à 200 cm² et pouvant être chauffé jusqu'à 200 °C avec une précision de \pm 1 % (voir figure 4). Le moule doit être équipé de capteurs de température et de pression montés en son centre. Pour les mesures de pression des capteurs piézo-électriques sont généralement utilisés.

Le capteur de température doit être isolé du moule pour mesurer l'évolution de la température à la surface de la composition de moulage avec une précision de \pm 1 %.

Les deux capteurs doivent être situés au ras de la surface de la cavité du moule. Un capteur de déplacement doit être fixé au moule pour mesurer une course de l'empreinte mobile d'environ 20 mm avec une résolution de 0,01 mm.

NOTE — Pour des raisons pratiques, il est recommandé que les capteurs soient montés à une distance maximale de 30 mm et qu'ils soient équidistants de l'axe de symétrie.

4.2.3 Système d'enregistrement, connecté aux capteurs du moule pour tracer, en fonction du temps, les variations

- de la pression (de 0 à 150 bar);
- du déplacement (de 0 à 20 mm);
- de la température (de 0 à 200 °C).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.2.4 Jauge d'épaisseur, pour le mesurage de l'épaisseur de l'éprouvette moulée.

[ISO 12114:1997](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90d97cc9-5959-4ec0-a732-07e842150b3e/iso-12114-1997>

5 Échantillonnage

Pour une composition de moulage en feuille, prélever un échantillon pour laboratoire sur toute la largeur du rouleau. Éliminer 5 cm de chaque côté afin d'éviter les effets de bord.

Pour une composition de moulage en masse, prélever un échantillon pour laboratoire au centre d'une unité élémentaire.

Lors du prélèvement de l'échantillon pour laboratoire, n'enlever aucune feuille protectrice et le placer immédiatement dans un sac approprié pour éviter les variations du taux de matières volatiles et l'absorption d'humidité.

L'échantillon pour laboratoire doit avoir une taille suffisante pour permettre de préparer le nombre d'éprouvettes requises (voir 7.1).

6 Conditionnement et atmosphère d'essai

6.1 Conditionnement

Conditionner l'échantillon pour laboratoire pendant un temps suffisamment long pour obtenir l'équilibre thermique.

La température de l'échantillon pour laboratoire immédiatement avant l'essai ne doit pas être inférieure à 18 °C.

6.2 Atmosphère d'essai

L'atmosphère d'essai doit être la même que celle utilisée pour le conditionnement.

7 Éprouvettes

7.1 Généralités

Pour l'une ou l'autre méthode, prélever trois éprouvettes dans l'échantillon pour laboratoire conditionné.

NOTE— La spécification du produit ou la personne qui demande les analyses peut exiger que cette analyse soit réalisée sur plus d'éprouvettes ou à des endroits précis de l'unité élémentaire ou de l'échantillon pour laboratoire.

7.2 Méthode I

Pour chaque éprouvette, prélever $6 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$ de la composition de moulage, donnant une hauteur d'éprouvette de 1,75 cm à 2,10 cm. Ce volume peut être obtenu directement par dosage volumétrique pour les pâtes et les résines. Pour les autres compositions de moulage, il est plus facile de peser une masse calculée à partir de la masse volumique de la composition de moulage.

7.2.1 Éprouvettes de composition de moulage en feuille

Découper le nombre de flans nécessaires à l'aide d'un emporte-pièce de $19 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ de diamètre. Tous les flans doivent être découpés dans la même feuille à des intervalles d'environ 10 cm. Enlever les feuilles protectrices et empiler les flans pour former l'éprouvette.

7.2.2 Éprouvettes de composition de moulage en masse

Préformer la composition de moulage à l'aide du dispositif adapté (4.1.5).

7.2.3 Pâtes

Prélever $6 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$ de pâte ou de résine à l'aide de la seringue (4.1.6).

7.3 Méthode II

Il est recommandé que l'épaisseur de la plaque moulée soit équivalente à l'épaisseur des pièces de production industrielle qu'elles sont censées représenter. Cependant, l'épaisseur de l'éprouvette moulée est fonction du nombre de flans de la composition de moulage en feuille et de leur épaisseur propre, ou dans le cas des compositions de moulage en masse, de la masse volumique de la composition en essai.

Il ne sera donc pas toujours possible avec une composition de montage en feuille d'obtenir une éprouvette moulée ayant la même épaisseur que la pièce industrielle.

7.3.1 Éprouvettes de composition de moulage en feuille

Empiler le nombre nécessaire de flans complets. Pour les moules rectangulaires, l'éprouvette doit couvrir la totalité de la largeur du moule. Sa longueur minimale doit être la longueur du moule moins 20 mm (ou moins 10 % avec un minimum de 20 mm).

7.3.2 Éprouvettes de composition de moulage en masse

Disperser la masse nécessaire du matériau de façon aussi uniforme et homogène que possible dans la cavité du moule.

8 Mode opératoire

Si les conditions d'essai sont prescrites dans la spécification du matériau, ces conditions doivent être utilisées quand cela est possible.

8.1 Méthode I

Mettre en route le chauffage du moule (4.1.1) et le système d'enregistrement (4.1.4).

Laisser l'appareillage en chauffe jusqu'à ce que le thermocouple (4.1.3) indique une température stable (cela prend normalement environ 2 h).

Pendant ce temps, laisser le poinçon à l'intérieur de la cavité du moule. Pour un essai habituel, la température de la paroi interne du moule doit être de $140\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Cependant, dans certains cas, d'autres températures peuvent être nécessaires. Elles doivent alors faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées et doivent être consignées dans le rapport d'essai.

Préparer une éprouvette conformément à l'article 7 et la placer immédiatement dans le moule, le fermer et le mettre sous une charge de 15 daN, ou plus si nécessaire. (Dans la plupart des cas, une force de 15 daN est suffisante pour compacter la composition du moulage. Si celle-ci n'est pas suffisamment compactée, il apparaît des zones de porosités ou des alvéoles et la force doit alors être augmentée.) La force utilisée doit être consignée dans le rapport d'essai.

Arrêter le système d'enregistrement quand la courbe de température a atteint son maximum et que la température commence à diminuer.

Ouvrir le moule et enlever l'éprouvette moulée.

Nettoyer la cavité et le poinçon, fermer le moule et attendre que la température ne varie pas de plus de 2 °C avant de mouler la prochaine éprouvette.

8.2 Méthode II

ISO 12114:1997
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90d97cc9-5959-4ec0-a732-07e842150b3e/iso-12114-1997>

Fixer et noter les conditions d'essai.

Ajuster les réglages de l'appareillage en conséquence.

Préparer une éprouvette conformément à l'article 7.

Mettre en route le système d'enregistrement (4.2.3) et introduire l'éprouvette dans la cavité du moule (4.2.2) et le fermer en moins de 10 s.

NOTE — Il est recommandé de cintrer l'éprouvette d'une composition de moulage en feuille dans sa largeur en un petit arc pour faciliter le changement.

Enregistrer les signaux de chaque capteur. Quand les lectures de tous les capteurs sont de nouveau stables, arrêter le système d'enregistrement, ouvrir le moule et enlever l'éprouvette moulée.

Si l'examen de l'éprouvette moulée montre des porosités, réduire la longueur de la charge et refaire l'essai afin d'éliminer les porosités.

NOTE — Le mode opératoire décrit ne permet d'obtenir qu'un fluage limité de la composition de moulage (voir 7.3.1). Ce mode opératoire a été choisi pour minimiser l'influence du frottement pendant le moulage, le frottement causant habituellement une élévation indéterminée de la température de la composition de moulage. En conséquence, il peut arriver que le dégazage ne soit pas aussi complet que dans les conditions habituelles de moulage. Il faut donc garder cela à l'esprit si des éprouvettes sont prélevées pour des essais ultérieurs dans la plaque moulée selon ce mode opératoire.

9 Expression des résultats

9.1 Méthode I

Déterminer, à partir de la courbe enregistrée (voir figure 5), les paramètres suivants:

- La réactivité, qui correspond à la valeur maximale du gradient de température, exprimée en degrés Celsius par seconde; elle est donnée par la tangente au second point d'inflexion de la courbe.
- Le temps de début de polymérisation, qui est le temps entre le début du mesurage (moment où la température atteint 50 °C) et le moment de début de polymérisation indiqué par le premier point d'inflexion de la courbe (t_1 sur la figure 5).
- La température de début de polymérisation, qui est la température correspondant au premier point d'inflexion (T_1 sur la figure 5).
- Le temps de température maximale, qui est le temps entre le début du mesurage et le moment où la température atteint sa valeur maximale (t_2 sur la figure 5).
- La température maximale (T_2 sur la figure 5).

9.2 Méthode II

Déterminer, à partir des courbes enregistrées (voir figure 6), les paramètres suivants:

- Le point de départ de l'axe des temps (temps «zéro»), qui est le moment où la pression dans la cavité du moule a atteint 10 bar.
- Le temps de durcissement (CT) à partir de la courbe de température, qui est le temps nécessaire pour que l'éprouvette atteigne sa température maximale (point 1 de la courbe de température en fonction du temps sur la figure 6), temps pris par rapport au point de départ de l'axe des temps.
- La température de moulage, qui est la température de l'éprouvette tendant à s'équilibrer avec la température du moule (zone 2 de la courbe de température en fonction du temps sur la figure 6) après avoir passé par un maximum (point 1).
- Le début de la dilatation thermique (DS 3), qui est le point le plus bas de la course de l'empreinte mobile (point 3 de la courbe de déplacement en fonction du temps sur la figure 6) indiquant le moment où l'éprouvette a flué pour remplir le moule totalement et qu'elle commence à se dilater en épaisseur. Noter les valeurs de déplacement et de temps à ce point.

NOTE — La dilatation et le retrait décrits dans la présente Norme internationale sont des déplacements dans la direction de l'épaisseur de l'éprouvette. Il convient de ne pas les confondre avec la dilatation et le retrait dans le plan de l'éprouvette.

- La dilatation maximale (DS 4), qui est le maximum de la courbe de déplacement en fonction du temps (point 4 sur la figure 6) indiquant la fin de la dilatation, c'est-à-dire le point où le retrait devient le facteur prépondérant. Noter les valeurs de déplacement et de temps à ce point.
- La dilatation thermique spécifique (phase liquide) (STE), exprimée en pourcentage, qui est calculée à l'aide de l'équation

$$STE = \frac{DS 4 - DS 3}{DS 3} \times 100$$

où

DS 3 est le point le plus bas de la course de l'empreinte mobile;

DS 4 est la dilatation maximale.

g) La fin du retrait (DS 5), qui est le déplacement de l'empreinte mobile atteignant une valeur constante à la fin du durcissement (zone 5 de la courbe de déplacement en fonction du temps sur la figure 6). Noter cette valeur, qui correspond à l'épaisseur finale de l'éprouvette moulée.

h) Le retrait réactionnel (RS), exprimé en pourcentage, qui est calculé à l'aide de l'équation

$$RS = \frac{DS 4 - DS 5}{DS 5} \times 100$$

où

DS 4 est la dilatation maximale;

DS 5 est l'épaisseur finale de l'éprouvette moulée.

i) Le retrait net (NS), qui inclut le retrait réactionnel dû à la réaction de durcissement diminué de la dilatation thermique, est exprimé en pourcentage et calculé à l'aide de l'équation

$$NS = \frac{DS 3 - DS 5}{DS 5} \times 100$$

où DS 3 et DS 5 ont les mêmes significations que précédemment.

j) La pression de moulage (MP), qui correspond au début de la courbe de pression en fonction du temps indiquant une phase de pression constante (zone 6 de la courbe sur la figure 6).

k) Le temps de durcissement (CP) à partir de la courbe de pression, qui est le temps nécessaire pour que, pendant le durcissement, la pression locale dans la cavité, donnée par la courbe de pression en fonction du temps, présente un minimum ou une constante valeur faible due aux effets de retrait local (point 7 de la courbe de pression en fonction du temps sur la figure 6).

ISO 12114:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90d97cc9-5959-4ec0-a732-07e842150b3e/iso-12114-1997>

10 Fidélité

La fidélité de cette méthode n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Dès que des données interlaboratoires auront été obtenues, une déclaration de fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) tous renseignements nécessaires à l'identification de la composition de moulage ou du préimprégné soumis(e) à l'essai;
- b) description complète du mode opératoire utilisé pour l'échantillonnage et pour la préparation des éprouvettes;
- c) conditions expérimentales utilisées;
- d) résultats individuels, moyenne et écart-type:
 - 1) pour la méthode I
 - (i) réactivité, en degrés Celsius par seconde,
 - (ii) temps de début de polymérisation, en secondes,
 - (iii) température de début de polymérisation, en degrés Celsius,