
**Plastiques renforcés de fibres —
Compositions de moulage
thermodurcissables et préimprégnés —
Détermination de la fluidité, de la
maturation et de la durée de vie**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Fibre-reinforced plastics — Thermosetting moulding compounds
and preregs — Determination of flowability and shelf life*
(standards.iteh.ai)

ISO 12115:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37a6e925-473e-4c45-bd16-dfd44e5ff5/iso-12115-1997>



Sommaire

Page

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

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12115:1997
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37a6e925-473e-4c45-bd16-df144e53185/iso-12115-1997>

© 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 12115 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 13, *Composites et fibres de renforcement*.

[ISO 12115:1997](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37a6e925-473e-4c45-bd16-dfd44e5ff5/iso-12115-1997>

Introduction

La fluidité d'une composition de moulage est la propriété qui décrit son aptitude à remplir la cavité d'un moule au cours du moulage.

La fluidité varie avec l'âge de la composition de moulage suite à un phénomène d'épaississement chimique. Ce procédé appelé procédé de maturation est normalement initié par un additif chimique, l'objectif étant d'éviter des séparations de phase de la composition de moulage, qu'elle ait une consistance suffisante pour être manipulée et qu'elle s'écoule afin de remplir la totalité de la cavité du moule.

Quand la fluidité de la composition de moulage a atteint une limite définie, on dit qu'elle est à son état de maturation. Cela signifie qu'elle peut être manipulée et moulée de façon satisfaisante dans des conditions opératoires définies.

La maturation et la durée de vie sont déterminées à partir des mesures de fluidité. La fluidité est mesurée à différents moments après la production et son évolution en fonction du temps est mise sous forme de graphe. La durée de vie de la composition de moulage est déterminée en évaluant les possibilités de manipulation et le comportement au moulage que donne la fluidité. L'expérience montre que, dans certains cas, la durée de vie peut également dépendre des caractéristiques de durcissement de la composition de moulage qui sont couvertes par l'ISO 12114.

La maturation et la durée de vie ne sont pas des paramètres déterminés en propre. Pour une composition de moulage particulière, la durée de vie, par exemple, peut être différente selon les conditions de moulage et selon l'application.

Plastiques renforcés de fibres — Compositions de moulage thermodurcissables et préimprégnés — Détermination de la fluidité, de la maturation et de la durée de vie

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour la détermination de la fluidité des compositions de moulage thermodurcissables renforcées de fibres et des préimprégnés. Les méthodes sont applicables à toutes les compositions de moulage thermodurcissables renforcées de fibres et varient selon les conditions expérimentales et l'appareillage requis.

Les méthodes peuvent être utilisées afin d'évaluer l'influence des divers constituants sur le comportement au moulage mesurant la fluidité de ces compositions. Elles sont aussi bien adaptées pour les besoins de contrôle de qualité que pour la mise au point de formulations de compositions de moulage.

Le principal domaine d'application concerne les compositions de moulage à base de résines de polyesters insaturés (UP).

La méthode I est un essai de fluidité réalisé à température ambiante. Dans ce cas, les résultats sont moins influencés par la variation de température de la composition de moulage pendant l'essai.

La méthode II est un essai de fluidité réalisé en utilisant les paramètres habituels de moulage. De plus, la plaque moulée produite peut être utilisée pour des essais ultérieurs.

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*.

ISO 12114:1997, *Plastiques renforcés de fibres — Compositions de moulage thermodurcissables et préimprégnés — Détermination des caractéristiques de durcissement*.

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 fluidité: Aptitude en fonction du temps d'une composition de moulage thermodurcissable à s'écouler et à remplir la cavité d'un moule donné dans des conditions définies.

3.2 maturation: Procédé d'épaississement chimique des compositions de moulage thermodurcissables permettant d'atteindre une fluidité ne donnant pas de séparation significative des constituants.

3.3 état de maturation: Niveau d'épaississement chimique auquel la fluidité d'une composition thermodurcissable est inférieure à une limite donnée telle qu'elle puisse être manipulée et moulée de façon satisfaisante dans des conditions opératoires définies.

3.4 durée de vie: Période après la production d'une composition thermodurcissable pendant laquelle elle conserve une fluidité permettant de la mouler sans qu'il soit nécessaire de modifier significativement les paramètres habituels de moulage.

3.5 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.

(standards.iteh.ai)

4 Généralités

ISO 12115:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37a6e925-473e-4c45-bd16-dfd44e5ff5/iso-12115-1997>

4.1 Méthode I

Cette méthode consiste à soumettre une éprouvette non contrainte à la charge constante d'un poinçon. L'éprouvette flue vers le bord, et le changement de hauteur du poinçon pendant son enfoncement est mesuré (voir figure 1).

Les compositions de moulage renforcées de fibres montrent un chargement de fluidité au cours du processus d'écoulement dû à leur comportement non newtonien. Deux valeurs sont nécessaires pour exprimer la fluidité d'une composition, une valeur exprimant la fluidité instantanée et une autre le changement de fluidité résultant du comportement non newtonien de la composition de moulage.

L'enfoncement vertical du poinçon dépend de la fluidité de la composition de moulage et de la charge appliquée. Une composition de moulage est considérée comme testée convenablement si sa fluidité est telle que, après une période d'essai de 45 s, le poinçon a atteint un niveau compris entre 30 % et 70 % de l'épaisseur initiale de l'éprouvette. La charge d'essai doit être adaptée pour satisfaire ces conditions.

En faisant l'essai à intervalles réguliers après la production, le processus de maturation peut être analysé, en particulier le point où il atteint un palier et le point où la composition de moulage cesse d'être moulable sans modifications significatives des paramètres de moulage, la différence entre ces deux points étant la durée de vie.

NOTE — Pour une résine de polyester insaturé, la relation entre l'épaississement et la température n'est pas linéaire. Aussi, les résultats de la détermination à température ambiante peuvent ne pas refléter exactement le comportement des matériaux aux véritables conditions de moulage.

4.2 Méthode II

Cette méthode consiste à mouler une éprouvette dans un moule chauffé dans une presse dans des conditions habituelles de production. Cette méthode est destinée à déterminer la force nécessaire, pour une éprouvette, de fluer et de remplir le moule en un temps donné.

Une quantité donnée de composition de moulage en feuille coupée à la taille requise, ou de composition de moulage en masse, est introduite dans le centre de la cavité du moule. La composition est alors amenée à fluer et à durcir dans des conditions de pression et de température définies. La force de fermeture est choisie de façon que le temps de remplissage de la cavité du moule soit de $10 \text{ s} \pm 5 \text{ s}$.

Il est important que ce procédé de durcissement n'affecte pas la fluidité de la composition de moulage pendant le temps de remplissage du moule. Pour les compositions de moulage à durcissement rapide, un temps de remplissage de 10 s peut être trop long, il peut alors être nécessaire de remplir en 5 s.

Pendant le moulage, la force de fermeture, la pression sur la composition au centre et sur les bords de la cavité sont mesurées à l'aide de capteurs et enregistrées en fonction du temps (voir figure 2). Une évaluation de la fluidité (qu'elle soit acceptable ou non) est alors faite à partir de ces courbes.

La comparaison des mesures de fluidité, pour les différents essais, nécessite des conditions de moulage bien déterminées. Les résultats ne seront comparables que s'il n'y a aucune modification dans les conditions de moulage, excepté la force de fermeture.

NOTE — Le but de cette méthode est d'obtenir les plus amples informations possible sur la fluidité d'une composition de moulage pendant le remplissage de la cavité d'un moule. Cependant, il est aussi possible, en choisissant de sacrifier certaines informations, de réduire le nombre de capteurs utilisés. Les signaux des capteurs peuvent être enregistrés aussi bien par un enregistreur que par un ordinateur.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Appareillage

5.1 Pour la méthode I

ISO 12115:1997
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37a6e925-473e-4c45-bd16-dfd44e5ff5/iso-12115-1997>

5.1.1 Appareillage permettant d'appliquer une charge constante sur l'éprouvette (voir figure 3).

L'appareillage est constitué d'un support, d'un système de mise en charge et d'un levier permettant de transférer le poids de la charge à un poinçon agissant sur l'éprouvette. L'appareillage doit pouvoir se déplacer sans frottement et le poinçon ne doit avoir qu'un mouvement de translation vertical.

Le diamètre du poinçon doit être de 30 mm. Un plateau de 30 mm de diamètre et d'une hauteur de 3 mm doit être situé sous le poinçon. La force du poinçon seul (poids mort du poinçon) doit être de 11,0 N

L'appareillage doit permettre d'appliquer sur l'éprouvette des charges de 390 N, 1 000 N et 2 000 N et aussi permettre que la vitesse d'enfoncement du poinçon dans l'éprouvette au début de l'essai soit de $1,5 \text{ mm/s} \pm 0,2 \text{ mm/s}$.

5.1.2 Appareil de mesure de déplacement, ayant une précision de $\pm 0,1 \text{ mm}$ ou mieux, réglé pour indiquer la distance entre le poinçon et le plateau quand l'éprouvette est sous charge.

5.1.3 Chronomètre, ou tout autre appareil à même de mesurer le temps.

5.1.4 Accessoire de poinçon, pour la préparation des éprouvettes de composition de moulage en masse.

Un accessoire permettant d'agrandir la surface du poinçon peut être installé sur l'appareillage (voir figure 4). La composition de moulage est couverte par une feuille d'aluminium, introduite dans le fond de l'accessoire, comprimée et compactée, par le poinçon, jusqu'à une certaine épaisseur. Si cet accessoire est utilisé, le mouvement du poinçon doit être limité avec précision. Il est préférable d'utiliser un dispositif d'arrêt mécanique du système de levier ou du poinçon.

5.2 Pour la méthode II

5.2.1 Presse hydraulique, ayant une vitesse de fermeture de 3,5 mm/s et à même d'exercer une force de 310 kN. La force de fermeture doit être mesurée par un capteur et la valeur à l'état stable doit être ajustable avec une précision de $\pm 3\%$ et le temps pour l'atteindre doit être de $0,6 \text{ s} \pm 0,1 \text{ s}$.

5.2.2 Moule fermé à chambre de compression, ne permettant pas le fluage, chauffé (voir figures 5 et 6), monté sur la presse, de 200 mm de largeur et d'au moins 590 mm de longueur. Le moule doit être équipé de trois capteurs de pression, un au milieu et un sur chaque bord de la cavité du moule. Les capteurs doivent être parfaitement ajustés et de niveau avec la surface.

Un capteur de déplacement doit être monté à l'extérieur du moule pour mesurer les mouvements verticaux du moule jusqu'à 20 mm.

Les mesures de déplacement doivent indiquer l'épaisseur exacte du matériau dans la cavité du moule. La chambre de compression doit être ajustée à environ 0,05 mm.

Pour les mesures de pression, des capteurs piézo-électriques sont généralement utilisés.

Ce moule peut aussi être utilisé pour établir le comportement des compositions de moulage thermodurcissables conformément à la méthode II de l'ISO 12114. Dans ce cas, un capteur de température doit être monté près du centre du moule et le capteur de pression central doit être déplacé comme prescrit dans l'ISO 12114.

5.2.3 Système d'enregistrement, connecté aux capteurs du moule pour enregistrer

- la force de fermeture;
- la pression au centre de la composition de moulage et sur les deux côtés de la cavité du moule;
- le mouvement de la partie haute du moule.

NOTE — Il est recommandé de mesurer la force de fermeture en mesurant la pression hydraulique.

Les capteurs et le système d'enregistrement doivent être capables d'opérer dans les gammes suivantes:

- pression hydraulique (force de fermeture): 0 à 280 bar;
- pression dans la cavité du moule: 0 à 150 bar;
- déplacement de la partie haute du moule: 0 à 20 mm.

6 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 de 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 8.1).

7 Conditionnement

Conditionner l'échantillon pour laboratoire pendant 1 h à une température de $23\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.

8 Éprouvettes

8.1 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.

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

8.2 Méthode I

8.2.1 Éprouvettes de composition de moulage en feuille

Pour chaque éprouvette, découper un flan de l'échantillon pour laboratoire de composition de moulage en feuille, de 45 mm de diamètre ou de 50 mm de côté. Enlever la feuille protectrice et couvrir immédiatement l'éprouvette d'une feuille d'aluminium.

Prélever une éprouvette dans les parties centrale, droite et gauche de l'échantillon pour laboratoire afin de tenir compte des variations dues à la machine de production.

8.2.2 Éprouvettes de composition de moulage en masse

Placer environ 20 g de composition de moulage en masse entre deux feuilles d'aluminium et les répartir le plus régulièrement possible en une surface circulaire d'environ 40 mm de diamètre. Compresser alors l'éprouvette uniformément jusqu'à une épaisseur de 3 mm. La surface de l'éprouvette compressée doit avoir un diamètre de 45 mm ou plus. L'épaisseur de la feuille protectrice d'aluminium ne doit pas être supérieure à 20 μm .

8.3 Méthode II

8.3.1 Éprouvettes de composition de moulage en feuille

Enlever les feuilles protectrices et empiler tous les flans. Découper l'ensemble à une largeur de 200 mm et une longueur de $140\text{ mm} \pm 10\text{ mm}$ ou de $280\text{ mm} \pm 10\text{ mm}$, la tolérance de $\pm 10\text{ mm}$ permettant d'avoir une masse identique pour toutes les éprouvettes. La longueur et l'épaisseur de chaque éprouvette doivent être telles qu'à la fin du moulage, l'épaisseur de la plaque produite soit d'environ 4 mm. Choisir la longueur (140 mm ou 280 mm) et le nombre de flans en conséquence.

8.3.2 Éprouvettes de composition de moulage en masse

Façonner à la main une quantité suffisante de composition de moulage en masse pour avoir une éprouvette mesurant $200\text{ mm} \times 140\text{ mm}$ ou $200\text{ mm} \times 280\text{ mm}$. Peser chaque éprouvette afin d'avoir une épaisseur de la plaque moulée d'environ 4 mm.