
Plastiques — Résines de polyesters non saturés — Détermination de la réactivité à 130 °C

Plastics — Unsaturated-polyester resins — Determination of reactivity at 130 °C

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14848:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4c1acab-3a5b-4065-b22f-3ee38ac09400/iso-14848-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4c1acab-3a5b-4065-b22f-3ee38ac09400/iso-14848-1998>



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.

La Norme internationale ISO 14848 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

ISO 14848:1998
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4c1acab-3a5b-4065-b22f-3ee38ac09400/iso-14848-1998>

© ISO 1998

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

Introduction

La mise en œuvre des résines de polyesters non saturés, ainsi que celle des produits formulés dont elles constituent la base, tels que les compositions de moulage en vrac (BMC) et les compositions de moulage en feuilles (SMC), dépend de leur réactivité, c'est-à-dire de l'aptitude qu'elles ont à polymériser sous l'action d'un initiateur et sous l'effet de la chaleur.

L'appréciation de la réactivité des résines peut se faire par différentes méthodes dont celle de la présente Norme internationale qui utilise la variation de température en fonction du temps.

L'emploi des conditions d'essai normalisées dans la présente Norme internationale permet de comparer entre elles des résines de polyesters non saturés, de types similaires.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14848:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4c1acab-3a5b-4065-b22f-3ee38ac09400/iso-14848-1998>

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

ISO 14848:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4c1acab-3a5b-4065-b22f-3ee38ac09400/iso-14848-1998>

Plastiques — Résines de polyesters non saturés — Détermination de la réactivité à 130 °C

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le mesurage

- du temps nécessaire pour que la température d'une solution de résine de polyester non saturé et d'initiateur, chauffé dans un bain thermostaté à 130 °C, s'élève
 - de 80 °C à 140 °C,
 - de 80 °C à la température maximale atteinte;
- la température maximale atteinte;
- la vitesse de réaction, déterminée en traçant la tangente au point d'inflexion de la courbe température en fonction du temps.

La présente Norme internationale est applicable aux résines de polyesters non saturés mises en œuvre à une température supérieure à 100 °C.

NOTE — Les résultats sont étroitement liés aux conditions opératoires. L'objet de la présente Norme internationale est de les définir aussi précisément que possible, en particulier celles qui suivent:

- a) quantité et forme de l'échantillon de résine à examiner (diamètre du tube à essais, hauteur de résine dans le tube);
- b) vitesse de chauffe de l'échantillon placé dans le bain thermorégularisé; par exemple l'emploi d'un liquide ayant une capacité thermique massique relativement basse (par exemple éthylène-glycol, huile de silicone) conduit à des échauffements plus lents;
- c) type de thermomètre utilisé; les thermomètres ayant une réponse moins rapide que celle d'un thermocouple et les sondes à résistance ayant un élément thermosensible de trop grande dimension ne conviennent pas;
- d) position de l'élément thermosensible dans la résine, en hauteur et selon l'axe du tube à essais contenant la résine;
- e) nature de l'initiateur.

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 3219:1993, *Plastiques — Polymères/résines à l'état liquide, en émulsion ou en dispersion — Détermination de la viscosité au moyen d'un viscosimètre rotatif à gradient de vitesse de cisaillement défini.*

ISO 15038:—¹⁾, *Plastiques — Agents de réticulation, de type perester organique, des matériaux thermodurcissables à base de résine de polyester non saturé — Détermination de la teneur en oxygène actif.*

EN 60584-2:1993, *Couples thermoélectriques — Partie 2: Tolérances.*

3 Principe

Les résines de polyesters non saturés sont réticulées à chaud en présence d'un initiateur de type perester.

Sur un mélange résine/initiateur (dans la proportion massique respective de 100 g pour 1 g) placé dans un tube à essais maintenu dans un bain thermorégulé à 130 °C est

- enregistrée l'élévation de température, correspondant à la réaction de réticulation, en fonction du temps;
- déterminée la tangente tracée au point de plus grande pente de la courbe d'enregistrement précédente, qui fournit une indication de la vitesse de réaction.

4 Réactifs

4.1 Initiateur: perbenzoate de butyle tertiaire, de pureté supérieure à 96 % (soit une teneur en oxygène actif supérieure à 7,9 % déterminée conformément à l'ISO 15038).

NOTE — Il est recommandé de ne pas stocker le perbenzoate de butyle tertiaire (point de fusion 8 °C) à une température

- inférieure à 10 °C (pour éviter tout risque de cristallisation),
- supérieure à 30 °C (pour ne pas altérer la qualité du produit).

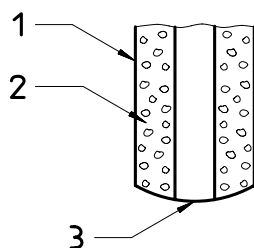
5 Appareillage

ISO 14848:1998
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4c1acab-3a5b-4065-b22f-3ee38ac09400/iso-14848-1998>

5.1 Bain thermorégulé, de capacité comprise entre 4 litres et 5 litres, contenant de l'huile silicone de viscosité 100 mPa·s à 500 mPa·s à 23 °C déterminée conformément à l'ISO 3219, maintenu à une température de 130 °C ± 1 °C et muni d'un thermostat, d'une pompe de circulation et d'un agitateur placé à 10 cm du tube (5.2). L'agitation doit être suffisante pour maintenir une température homogène dans le bain.

5.2 Tube à essais, en verre borosilicaté, de 18 mm de diamètre intérieur, d'au moins 180 mm de longueur et de 1,2 mm ± 0,2 mm d'épaisseur, adaptable au dispositif de centrage (5.5).

5.3 Thermocouple fer-constantan type J, blindage de 1,5 mm, constitué par des fils de 0,25 mm ± 0,01 mm d'épaisseur, leur soudure ayant un diamètre maximal de 0,54 mm (temps de réponse 0,28 s), inséré dans un guide métallique de 1,6 mm de diamètre et équipé d'une butée à 17 cm de l'extrémité, et relié à un enregistreur de température équipé d'un compensateur automatique de source froide (voir figure 1).



Légende

- 1 Blindage
- 2 Isolant
- 3 Soudure sur blindage

1) À publier.

5.4 Enregistreur, devant permettre la lecture de la température sur le graphique à 1 °C près et ayant une vitesse de déroulement de 60 mm/min, ou **système informatique d'acquisition de données**.

5.5 Dispositif de centrage, par exemple en PTFE, de $\left(18_{-0,04}^0\right)$ mm de diamètre extérieur, pour placer le thermocouple dans l'axe du tube à essais (voir figure 2).

Dimensions en millimètres

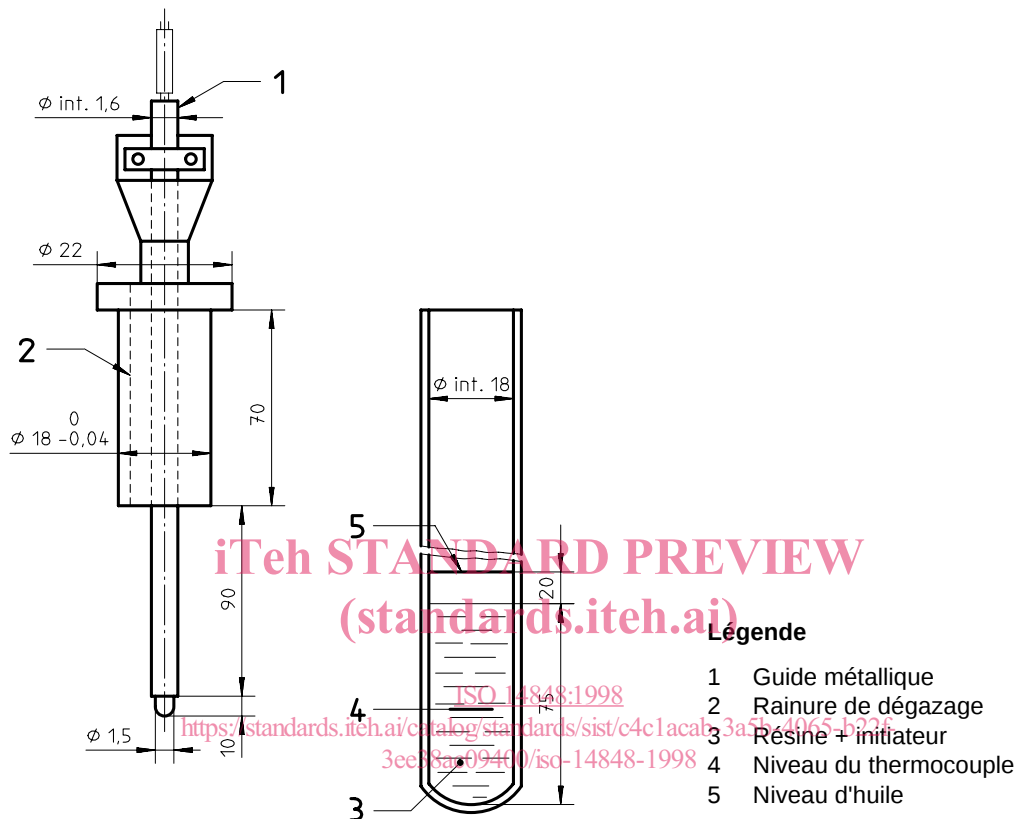


Figure 2 — Exemple de système de centrage

5.6 Balance, précise à 0,01 g.

5.7 Chronomètre.

5.8 Bécher, de 150 ml de capacité.

5.9 Verre de montre.

5.10 Baguette de verre.

6 Mode opératoire

6.1 Peser le bécher (5.8), puis ajouter 100 g $\pm$ 0,1 g de résine à une température de 23 °C $\pm$ 2 °C.

6.2 Ajouter une quantité d'initiateur (4.1) dans la proportion massique de 1 g d'initiateur pour 100 g de résine. Agiter à l'aide de la baguette de verre (5.10) pour bien homogénéiser.

6.3 Couvrir le bécher d'un verre de montre (5.9) et laisser 45 min $\pm$ 5 min.

Emplir le tube à essais (5.2) sur une hauteur de 7,5 cm $\pm$ 0,2 cm.

Mettre en place le dispositif de centrage (5.5) et introduire le thermocouple (5.3).

Plonger le tube à essais dans le bain (5.1), maintenu à 130 °C, de façon que la surface de la résine soit enfoncée de 2 cm au-dessous du niveau de l'huile silicone dans le bain.

Pour assurer une bonne reproductibilité de la détermination, vérifier les cotes du dispositif de centrage tous les 6 mois afin de constater qu'elles sont toujours dans les tolérances prescrites. Si elles ne le sont pas, remplacer le dispositif.

6.4 Enregistrer la température en fonction du temps pendant toute la durée de la réaction (voir figure 3).

6.5 Récupérer l'ensemble guide/thermocouple immédiatement après la fin de l'essai dès l'arrêt de l'enregistreur (voir figure 3) pour éviter l'adhérence de la résine sur le dispositif.

6.6 Effectuer au moins deux déterminations.

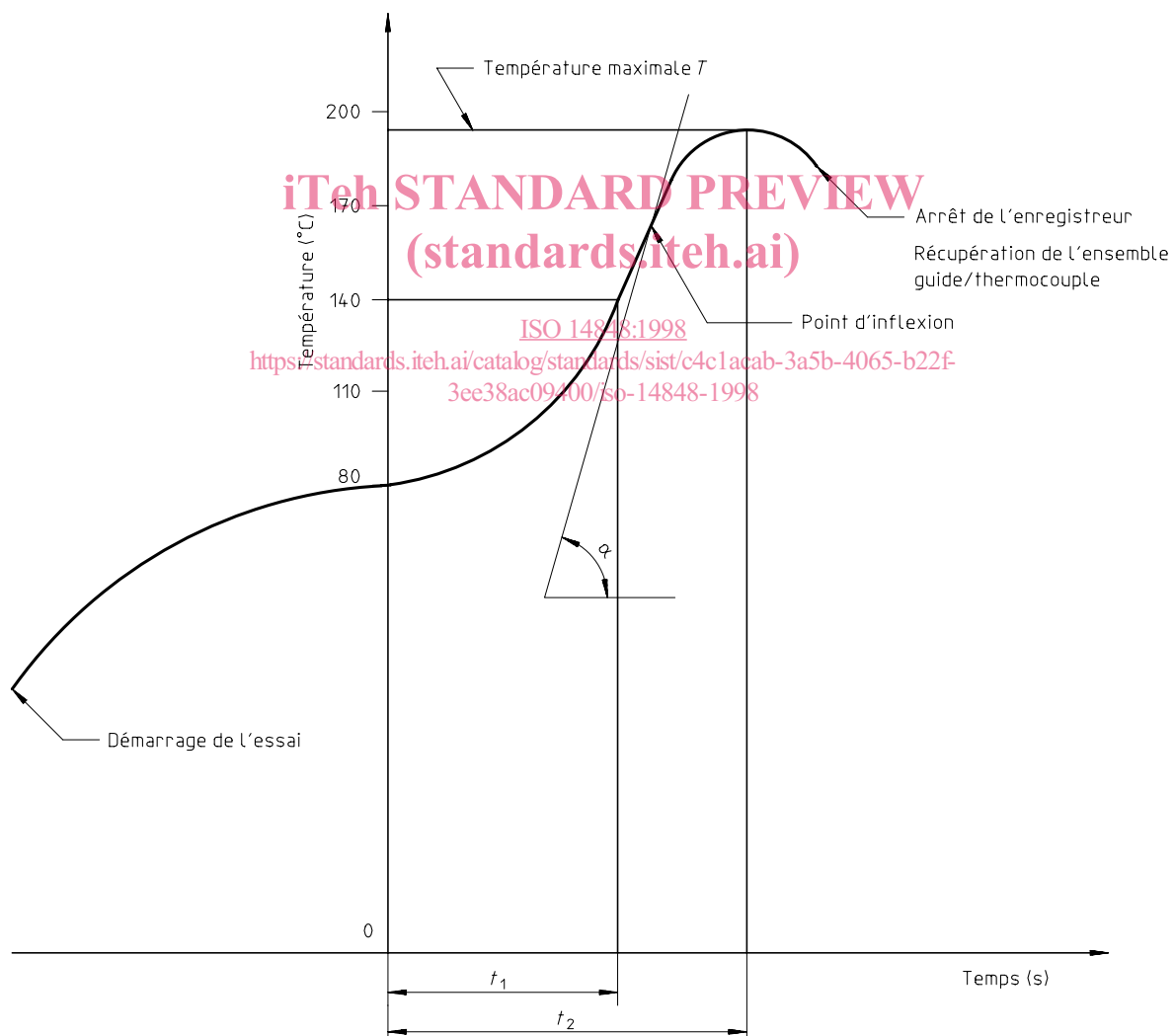


Figure 3 — Courbe type de réactivité

7 Expression des résultats

La réactivité de la résine est caractérisée par les paramètres suivants:

- température maximale T , en degrés Celsius, atteinte au cours de la réaction;
- temps t_1 , en secondes, à l'issue duquel la température s'est élevée de 80 °C à 140 °C;
- temps t_2 , en secondes, à l'issue duquel la température s'est élevée de 80 °C à la température maximale.

En outre, le gradient ($\tan \alpha$) de la tangente au point d'inflexion de la courbe enregistrée fournit une indication sur la vitesse de la réaction, exprimée en degrés Celsius par seconde (voir figure 3).

Mesurer les valeurs de ces paramètres pour chaque détermination et calculer la moyenne arithmétique dans chaque cas.

8 Fidélité

La fidélité de cette méthode a été calculée suite à un essai interlaboratoire réalisé en France en 1996 et est rapportée dans le tableau 1.

Tableau 1 — Données de fidélité

	$t_1 \leq 60$ s			$60 \text{ s} < t_1 \leq 120$ s		
	T	t_1	t_2	T	t_1	t_2
r	2 %	14 %	12 %	2 %	8 %	7,5 %
R	3 %	16 %	19 %	4 %	11 %	15 %
r = répétabilité R = reproductibilité Niveau de confiance 95 %						

ISO 14848:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4c1acab-3a5b-4065-b22f-3ee38ac09400/iso-14848-1998>

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon soumis à l'essai;
- c) température à laquelle la détermination a été effectuée, si elle est différente de 130 °C;
- d) type de thermocouple utilisé;
- e) résultats, exprimés conformément à l'article 7;
- f) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale et de tout incident susceptible d'avoir eu une répercussion sur les résultats;
- g) date et lieu où la détermination a été effectuée.