
Plastiques — Résines époxydes —

Partie 2:

**Préparation des éprouvettes et
détermination des propriétés des résines
époxydes réticulées**

*Plastics — Epoxy resins —
Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties of
crosslinked epoxy resins*

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

ISO 3673-2:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48b0a98c-ba2d-445f-b629-68d69f1ce054/iso-3673-2-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3673-2:2012
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48b0a98c-ba2d-445f-b629-68d69f1ce054/iso-3673-2-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire	Page
Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Préparation des éprouvettes	2
3.1 Généralités	2
3.2 Traitement préalable du matériau	2
3.3 Préparation des feuilles d'essai	3
3.4 Découpage des éprouvettes	4
3.5 Conditionnement des éprouvettes	5
4 Détermination des propriétés	5
Bibliographie	7

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3673-2:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48b0a98c-ba2d-445f-b629-68d69f1ce054/iso-3673-2-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48b0a98c-ba2d-445f-b629-68d69f1ce054/iso-3673-2-2012>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 3673-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3673-2:2007), qui a fait l'objet d'une révision afin de préciser qu'elle s'applique uniquement aux résines époxydes réticulées.

L'ISO 3673 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Résines époxydes*:

- *Partie 1: Désignation*
- *Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés des résines époxydes réticulées*

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3673-2:2012
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48b0a98c-ba2d-445f-b629-68d69f1ce054/iso-3673-2-2012>

Plastiques — Résines époxydes —

Partie 2:

Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés des résines époxydes réticulées

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3673 spécifie les méthodes de préparation des éprouvettes et les méthodes d'essai à appliquer pour déterminer les propriétés des résines époxydes réticulées. Les propriétés déterminées ont été choisies parmi les méthodes d'essai générales de l'ISO 10350-1:2007.

Les méthodes d'essai utilisées pour déterminer les propriétés des résines époxydes non réticulées ne sont pas comprises dans la présente partie de l'ISO 3673.

NOTE Les méthodes d'essai relatives aux résines époxydes non réticulées sont spécifiées dans l'ISO 18280.

Pour obtenir des résultats d'essai reproductibles et comparables, il est nécessaire d'utiliser les spécifications données ici en ce qui concerne les méthodes d'essai, la préparation et le conditionnement des échantillons, les éprouvettes et leurs dimensions. Les valeurs déterminées ne seront pas nécessairement identiques à celles obtenues en utilisant des éprouvettes ayant d'autres dimensions ou préparées selon d'autres modes opératoires.

Il existe d'autres normes relatives à la détermination des propriétés et à la préparation des éprouvettes de produits à base d'époxyde auxquelles il sera fait référence, si nécessaire.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 62, *Plastiques — Détermination de l'absorption d'eau*

ISO 75-2, *Plastiques — Détermination de la température de fléchissement sous charge — Partie 2: Plastiques et ébonite*

ISO 178, *Plastiques — Détermination des propriétés en flexion*

ISO 179-1, *Plastiques — Détermination des caractéristiques au choc Charpy — Partie 1: Essai de choc non instrumenté*

ISO 179-2, *Plastiques — Détermination des caractéristiques au choc Charpy — Partie 2: Essai de choc instrumenté*

ISO 527-2, *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 2: Conditions d'essai des plastiques pour moulage et extrusion*

ISO 2577, *Plastiques — Matières à mouler thermodurcissables — Détermination du retrait*

ISO 2818, *Plastiques — Préparation des éprouvettes par usinage*

ISO 3167, *Plastiques — Éprouvettes à usages multiples*

ISO 4589-2, *Plastiques — Détermination du comportement au feu au moyen de l'indice d'oxygène — Partie 2: Essai à la température ambiante*

ISO 10350-1:2007, *Plastiques — Acquisition et présentation de caractéristiques intrinsèques comparables — Partie 1: Matériaux pour moulage*

ISO 11357-2, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 2: Détermination de la température de transition vitreuse*

ISO 11359-2, *Plastiques — Analyse thermomécanique (TMA) — Partie 2: Détermination du coefficient de dilatation thermique linéique et de la température de transition vitreuse*

CEI 60093, *Méthodes pour la mesure de la résistivité transversale et de la résistivité superficielle des matériaux isolants électriques solides*

CEI 60112, *Méthode de détermination des indices de résistance et de tenue au cheminement des matériaux isolants solides*

CEI 60243-1, *Rigidité diélectrique des matériaux isolants — Méthodes d'essai — Partie 1: Essais aux fréquences industrielles*

CEI 60250, *Méthodes recommandées pour la détermination de la permittivité et du facteur de dissipation des isolants électriques aux fréquences industrielles, audibles et radioélectriques (ondes métriques comprises)*

CEI 60296, *Fluides pour applications électrotechniques — Huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillages de connexion*

CEI 60695-11-10, *Essais relatifs aux risques du feu — Partie 11-10: Flammes d'essai — Méthodes d'essai horizontale et verticale à la flamme de 50 W*

CEI 60695-11-20, *Essais relatifs aux risques du feu — Partie 11-20: Flammes d'essai — Méthodes d'essai à la flamme de 500 W*

ITHE STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3673-2:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sls/3673-2012/iso-3673-2-2012-68d69f1ce054/iso-3673-2-2012

3 Préparation des éprouvettes

3.1 Généralités

Le présent mode opératoire est utilisé uniquement pour déterminer les propriétés des résines réticulées.

Il est essentiel que les éprouvettes soient toujours préparées suivant le même mode opératoire, en utilisant les mêmes conditions de mise en œuvre. Les éprouvettes à partir desquelles les propriétés sont mesurées, doivent être découpées dans des plaques de résines réticulées, fabriquées suivant un procédé par coulée. Étant donné les nombreux domaines d'application possibles des résines époxydes, il a été délibérément choisi de préparer les éprouvettes à partir de résines dépourvues de charges ou de renfort, afin d'obtenir les propriétés intrinsèques du polymère réticulé, dépourvu d'additifs de structure.

Des plaques de résine thermodurcissable de 2 mm, 3 mm et 4 mm d'épaisseur, selon les besoins, doivent être fabriquées pour les essais listés dans le Tableau 1. Un nombre suffisant de feuilles doit être fourni pour déterminer les propriétés requises.

3.2 Traitement préalable du matériau

Avant la mise en œuvre par coulée, aucun traitement de l'échantillon de résine époxyde n'est normalement nécessaire. Toutefois, si un traitement préalable est requis, il doit être conforme aux recommandations du fabricant.

3.3 Préparation des feuilles d'essai

3.3.1 Appareillage

3.3.1.1 Deux plaques de verre ou deux plaques polies en acier inoxydable, ayant une épaisseur de 6 mm et des dimensions approximatives de 300 mm × 350 mm.

D'autres matériaux, tels que le silicone, peuvent également être utilisés.

3.3.1.2 Cales, ayant une épaisseur de 2 mm, 3 mm et 4 mm.

3.3.1.3 Joint de silicone ou de latex, de 5 mm de diamètre.

3.3.1.4 Dispositif de serrage et de fixation des plaques.

3.3.1.5 Dispositif permettant d'éliminer les bulles d'air du mélange réactionnel (voir 3.3.3.4), de préférence une centrifugeuse ou un dessiccateur à vide permettant de mettre sous vide statique l'assemblage plaques/joint/cale.

3.3.1.6 Dispositif d'agitation, permettant de mélanger la résine et les agents de réticulation (par exemple une tige de verre).

3.3.1.7 Bécher en verre, de 500 ml de capacité.

3.3.1.8 Balance de laboratoire, ayant une exactitude de 0,1 g.

3.3.1.9 Étuve de laboratoire, réglée à la température choisie pour effectuer le post-traitement de la résine époxyde.

3.3.2 Réactifs

3.3.2.1 Agent de réticulation, particulier pour résines époxydes (par exemple anhydride méthyltétrahydrophthalique) (voir l'avertissement en 3.3.3.5).

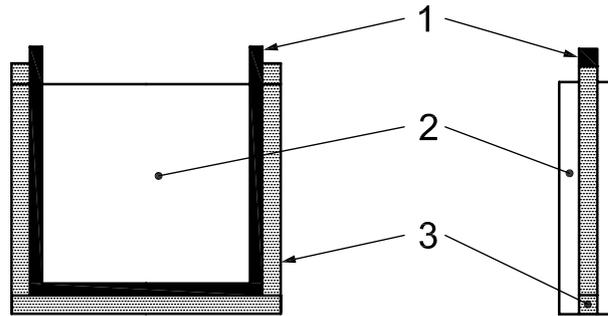
3.3.2.2 Accélérateur de réticulation, par exemple 2,4,6-tris(diméthylaminométhyl)phénol ou *N,N*-diméthylbenzylamine.

3.3.2.3 Agent de démoulage externe, ne modifiant pas les propriétés de la résine réticulée.

3.3.3 Mode opératoire

3.3.3.1 Enduire les plaques (3.3.1.1) d'une mince couche d'agent de démoulage (3.3.2.3). Les frotter jusqu'à ce qu'elles brillent pour que la feuille de résine réticulée que l'on souhaite obtenir par la suite ait une qualité élevée de finition de surface.

3.3.3.2 Placer le joint de silicone ou de latex (3.3.1.3) ainsi que la cale choisie (2 mm, 3 mm ou 4 mm) (3.3.1.2) entre les deux plaques comme illustré à la Figure 1. Serrer l'assemblage au moyen du dispositif conçu à cet effet (3.3.1.4) et mettre en position verticale.



Légende

- 1 joint
- 2 plaques de verre ou en acier
- 3 cales

Figure 1 — Appareillage pour la préparation des feuilles d'essai

3.3.3.3 Au moyen d'une balance de laboratoire (3.3.1.8), peser les réactifs suivants dans le bécher en verre (3.3.1.7):

- 100 g de résine époxyde;
 - anhydride méthyltétrahydrophthalique dans un rapport d'équivalence anhydride/résine époxyde de 0,9/1;
 - 0,5 partie (rapport de masse basé sur la résine époxyde) de 2,4,6-tris(diméthylaminométhyl)phénol,
- ou
- 2 parties (rapport de masse basé sur la résine époxyde) de *N,N*-diméthylbenzylamine.

À l'aide du dispositif d'agitation (3.3.1.6), mélanger jusqu'à obtention d'un mélange homogène en évitant autant que possible l'introduction de bulles d'air.

3.3.3.4 Éliminer toute bulle d'air du mélange en utilisant la centrifugeuse (voir 3.3.1.5), puis verser doucement le mélange dans l'assemblage plaques/joint/cale en évitant de piéger des bulles d'air dans la résine. Si l'on ne dispose pas d'une centrifugeuse, placer l'assemblage rempli avec les réactifs verticalement dans un dessiccateur à vide (voir 3.3.1.5) et appliquer un vide statique pendant la durée nécessaire pour éliminer les bulles d'air.

Lorsque la viscosité du mélange est élevée, les bulles d'air peuvent être éliminées à haute température (par exemple 100 °C). Dans ce cas, il faut diminuer la quantité d'accélérateur. Par exemple, utiliser 0,25 partie de 2,4,6-tris(diméthylaminométhyl)phénol ou 1 partie de *N,N*-diméthylbenzylamine.

3.3.3.5 Maintenir l'assemblage en position verticale pendant la réticulation dans l'étuve de laboratoire (3.3.1.9). Si l'on utilise de l'anhydride méthyltétrahydrophthalique et du 2,4,6-tris(diméthylaminométhyl)phénol ou de la *N,N*-diméthylbenzylamine pour la réticulation, effectuer le traitement thermique pendant 2 h à 100 °C, suivies de 15 h à 150 °C.

AVERTISSEMENT — Les vapeurs causées par l'agent de réticulation (anhydride méthyltétrahydrophthalique) irritent le système respiratoire et la peau. Utiliser un système de ventilation et porter des masques, gants et lunettes de protection.

3.4 Découpage des éprouvettes

Découper les éprouvettes dans les feuilles préparées (épaisseur de 2 mm, 3 mm ou 4 mm), conformément à l'ISO 2818.

3.5 Conditionnement des éprouvettes

Sauf spécification contraire, conditionner les éprouvettes pendant au moins 16 h à 23 °C ± 2 °C et à 50 % ± 5 % d'humidité relative, avant de déterminer les propriétés listées dans le Tableau 1.

4 Détermination des propriétés

4.1 Les propriétés sont présentées dans le Tableau 1.

4.2 Lors de la détermination des propriétés intrinsèques, la présentation des résultats, les normes et les instructions supplémentaires ainsi que les notes données dans l'ISO 10350-1:2007 doivent être appliquées. La totalité des essais doit être réalisée à 23 °C ± 2 °C avec une humidité relative de 50 % ± 5 %, sauf spécification contraire indiquée dans le Tableau 1. Le Tableau 1 est extrait de l'ISO 10350-1:2007 et les propriétés énumérées sont celles appropriées aux produits à base d'époxyde. Ces propriétés sont considérées comme étant celles qui permettent de comparer les données obtenues avec les différents thermodurs et thermoplastiques.

Tableau 1 — Propriétés intrinsèques et conditions d'essai

	Propriété	Symbole	Norme	Type d'éprouvette (dimensions en mm)	Unité	Conditions d'essai et instructions supplémentaires	
1	Propriétés rhéologiques						
1.1	Retrait au moulage des polymères thermodurcissables	S_{Mp}	ISO 2577	Voir l'ISO 2577	%	Parallèle	
1.2		S_{Mn}				Normale	
2	Propriétés mécaniques						
2.1	Module en traction	E_t	ISO 3673-2:2012		MPa	Vitesse d'essai 1 mm/min	
2.2	Contrainte à la rupture	σ_B			MPa	Rupture sans seuil	
2.3	Déformation à la rupture	ε_B	ISO 527-2	ISO 3167, type A	%	$\varepsilon_B \leq 10\%$: vitesse d'essai 5 mm/min $\varepsilon_B > 10\%$: vitesse d'essai 50 mm/min	
2.4	Module en flexion	E_f	ISO 178	80 × 10 × 4	MPa	Vitesse d'essai de 2 mm/min Information supplémentaire facultative pour les matériaux fragiles	
2.5	Résistance à la flexion	σ_{fM}					
2.6	Résistance au choc Charpy	a_{cU}	ISO 179-1 ou ISO 179-2	80 × 10 × 4	kJ/m ²	Impact sur chant Enregistrer aussi le type de rupture	
2.7	Résistance au choc Charpy sur éprouvette entaillée	a_{cA}		Entaille usinée en V de type A, $r = 0,25$			
3	Propriétés thermiques						
3.1	Température de transition vitreuse	T_g	ISO 11357-2	Composition de moulage	°C	Enregistrer la température médiane Utiliser 10 °C/min	
3.2	Température de fléchissement sous charge	$T_f 1,8$	ISO 75-2	80 × 10 × 4	°C	1,80	Contrainte superficielle maximale (MPa)
3.3		$T_f 8,0$				8,0	
3.4	Coefficient de dilatation thermique linéique	α_p	ISO 11359-2	Préparée à partir de l'ISO 3167	°C ⁻¹	Parallèle	Enregistrer la valeur sécante sur la gamme de températures 23 °C à 55 °C
		α_n				À la normale du flux	