

---

---

**Plastiques — Résines d'époxydes et de  
polyesters non saturés — Détermination  
du retrait global en volume**

*Plastics — Unsaturated polyester and epoxy resins — Determination of overall  
volume shrinkage*

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 3521:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d405d5c5-9404-413e-ab69-e27fedb2fced/iso-3521-1997)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d405d5c5-9404-413e-ab69-  
e27fedb2fced/iso-3521-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d405d5c5-9404-413e-ab69-e27fedb2fced/iso-3521-1997)



## 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 3521 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3521:1976), dont elle constitue une révision technique.

© 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

Imprimé en Suisse

# Plastiques — Résines d'époxydes et de polyesters non saturés — Détermination du retrait global en volume

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination du retrait global en volume des résines d'époxydes et de polyesters non saturés.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 2 Référence normative

La norme suivante contient 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, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 1675:1985, *Plastiques — Résines liquides — Détermination de la masse volumique par la méthode du pycnomètre.*

## 3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

**3.1 retrait global en volume:** Somme du retrait, pendant et après réticulation, d'une éprouvette coulée, mesuré après refroidissement à température ambiante.

## 4 Principe

Le retrait global en volume est calculé à partir de la masse volumique d'une éprouvette coulée avant et après réticulation.

Dans un premier temps, la masse volumique de la composition de résine est déterminée

- à la température initiale de mélange des constituants, en excluant les initiateurs normalement ajoutés aux polyesters non saturés (voir 6.1.3, note 1);
- à 23 °C après réticulation et conditionnement de l'éprouvette coulée.

Le retrait global en volume est ensuite calculé en pourcentage de variation de la masse volumique avant et après réticulation, comme suit:

$$\text{Retrait global en volume} = \frac{\text{Masse volumique avant réticulation} - \text{Masse volumique après réticulation}}{\text{Masse volumique avant réticulation}} \times 100$$

La masse volumique au moment du mélange est déterminée pour les constituants mélangés à intervalles de temps connus et les résultats sont extrapolés au temps zéro. Pour les constituants qui réagissent à température élevée, la masse volumique du mélange est déterminée par calcul d'après la masse volumique individuelle des constituants.

La masse volumique à 23 °C de l'éprouvette coulée après réticulation et conditionnement est déterminée par pesée dans de l'huile de silicone.

## 5 Appareillage

**5.1 Balance**, précise à 1 mg, équipée d'un dispositif pour le mesurage de la masse volumique (si possible, une balance à réponse rapide).

**5.2 Élément d'immersion**, pesant  $25 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$  et ayant des dimensions permettant d'éviter les effets de paroi. Son volume à la température de réticulation et son volume à  $23 \text{ °C} \pm 0,1 \text{ °C}$  doivent être connus.

**5.3 Bain thermostaté d'huile de silicone**, contenant de l'huile dont la masse volumique à la température de réticulation et à  $23 \text{ °C} \pm 0,1 \text{ °C}$  est connue.

**5.4 Tubes à essais**, ayant une longueur d'environ 180 mm et un diamètre de 20 mm.

**5.5 Chronomètre.**

**5.6 Dessiccateur.**

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Détermination de la masse volumique des compositions réticulant aux températures supérieures à l'ambiante

#### 6.1.1 Préparation de l'appareillage

Déterminer, avec une précision de  $\pm 10^{-3} \text{ ml}$ , le volume  $V_s$  de l'élément d'immersion à la température de réticulation de la composition. Peser l'élément d'immersion dans l'air à température ambiante (masse  $m_s$ ). Le peser ensuite, ainsi que le fil de suspension, dans l'huile de silicone maintenue à la température de réticulation de la composition (masse  $m_{s+w}$ ).

Déterminer la masse (masse  $m_w$ ) du fil de suspension dans l'air, à température ambiante.

Si la masse volumique de l'huile de silicone à la température de réticulation de la composition n'est pas connue, la déterminer conformément à l'ISO 1675 mais à la température de réticulation.

#### 6.1.2 Résines époxydes

Peser chaque constituant dans les proportions définies pour obtenir la composition voulue, en quantité suffisante pour effectuer la détermination décrite ci-après et pour couler l'éprouvette préparée en 6.3.

Chauffer chaque constituant séparément jusqu'à la température de réticulation. Mélanger les divers constituants en faisant démarrer le chronomètre immédiatement après avoir incorporé le dernier constituant. Cet instant constitue le temps zéro. Continuer à mélanger jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène, verser ensuite d'un seul coup dans un tube à essai. Suspendre l'élément d'immersion (préalablement chauffé jusqu'à la température de réticulation) dans le mélange et noter la masse totale ( $m_{s+w}$ ), c'est-à-dire la masse apparente de l'élément d'immersion et celle du fil de suspension après chaque série d'intervalles de temps égaux. La longueur de l'intervalle de temps et le nombre de lectures dépendent de la composition soumise à l'essai.

Procéder simultanément au coulage de l'éprouvette préparée en 6.3 en utilisant le reste de composition préparée.

Déterminer la masse ( $m_{s+w}$ ) de la composition au temps zéro par extrapolation.

### 6.1.3 Résines de polyesters non saturés

Peser chaque constituant de la composition, en excluant les initiateurs, dans les proportions utilisées pour former la composition, en veillant à obtenir une quantité suffisante pour effectuer l'essai décrit ci-après et pour couler l'éprouvette préparée en 6.3.

NOTE — Les initiateurs utilisés en vue de la réticulation des résines de polyesters non saturés sont normalement des peroxydes qui ne doivent pas être chauffés en raison du risque d'explosion (se reporter aux fiches de données de sécurité du fabricant). Dans la mesure où la quantité d'initiateur utilisée dans les résines de polyesters non saturés est généralement faible (1 % à 2 %), la masse volumique des autres constituants du mélange permet d'obtenir une précision suffisante.

Mélanger les constituants pesés.

Mettre de côté la quantité de mélange pour couler l'éprouvette (voir 6.3) et chauffer le reste du mélange jusqu'à la température de réticulation. Faire démarrer le chronomètre dès l'obtention de cette température (temps zéro).

Verser immédiatement le mélange dans un tube à essais. Suspendre l'élément d'immersion, préalablement chauffé jusqu'à la température de réticulation dans le mélange et noter la masse totale ( $m_{s+w}$ ), c'est-à-dire la masse apparente de l'élément d'immersion et celle du fil de suspension, après chaque série d'intervalles de temps égaux. La longueur de l'intervalle de temps et le nombre de lectures dépendent de la composition soumise à l'essai.

## 6.2 Détermination de la masse volumique des compositions réticulant à température ambiante

Étant donné qu'il est difficile d'effectuer les mesurages sur les compositions à base de résines qui réagissent à température ambiante, en raison de la nature très exothermique de la réaction, déterminer la masse volumique de chaque constituant de telles compositions séparément, conformément à l'ISO 1675, à  $23\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ .

## 6.3 Détermination de la masse volumique apparente de l'éprouvette coulée

### 6.3.1 Mesurages préliminaires

Si la masse volumique de l'huile de silicone à  $23\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$  n'est pas connue, la déterminer conformément à l'ISO 1675.

### 6.3.2 Mesurage de la masse et de la masse apparente de l'éprouvette coulée

Introduire  $25\text{ g} \pm 5\text{ g}$  de la composition mélangée dans un tube à essais.

Après réticulation complète du mélange, refroidir le tube contenant l'éprouvette coulée dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante. Les résultats de l'essai dépendent essentiellement des conditions de réticulation qui doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées. Pour une composition quelconque donnée, ces conditions sont le temps de réticulation et la température de réticulation.

Peser l'éprouvette dans l'air (masse  $m_c$ ).

Déterminer sa masse apparente ( $m_{c+w}$ ) dans l'huile de silicone à  $23\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ , puis peser le fil de suspension dans l'air ( $m_w$ ).

Effectuer rapidement les pesées dans l'air et dans l'huile de silicone afin d'éviter les effets dus à l'humidité. Lorsqu'on pèse l'éprouvette dans l'huile de silicone, laisser l'éprouvette et le bain atteindre l'équilibre thermique avant de lire la masse.

Au terme de la pesée, nettoyer soigneusement l'éprouvette en épongeant l'huile de silicone qui recouvre sa surface avec du papier filtre, la rincer dans de l'éther de pétrole et la soumettre à une post-réticulation pendant 1 h à la température de réticulation ou à la température de recuit, conformément aux spécifications relatives au matériau (utiliser une température de  $110\text{ °C}$  pour les compositions réticulant à température ambiante normale).

Laisser refroidir l'éprouvette dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante.

Peser à nouveau l'éprouvette dans l'air (masse  $m_c$ ).

Déterminer à nouveau sa masse apparente ( $m_{c+w}$ ) dans l'huile de silicone à  $23\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ .

Si la différence  $\Delta m$  entre la masse totale de l'éprouvette plus le fil de suspension dans l'air et la masse apparente totale dans l'huile de silicone après post-réticulation est inférieure à 0,2 % de la même différence avant post-réticulation, prendre la masse apparente après post-réticulation pour le calcul de la masse volumique.

Si les valeurs de la différence  $\Delta m$  diffèrent de plus de 0,2 %, nettoyer l'éprouvette et répéter la post-réticulation, en utilisant les conditions définies ci-dessus, autant de fois que nécessaire pour obtenir des valeurs  $\Delta m$  lors de deux post-réticulations successives différant de moins de 0,2 %. Prendre la masse apparente après la dernière post-réticulation pour le calcul de la masse volumique.

(standards.iteh.ai)

## 7 Expression des résultats

ISO 3521:1997

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d405d5c5-9404-413e-ab69-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d405d5c5-9404-413e-ab69-e27fedb2fced/iso-3521-1997)

[e27fedb2fced/iso-3521-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d405d5c5-9404-413e-ab69-e27fedb2fced/iso-3521-1997)

### 7.1 Compositions réticulant aux températures supérieures à l'ambiante (voir 6.1)

La masse volumique de la composition au temps zéro,  $\rho_0$ , en grammes par millilitre, est donnée par l'équation

$$\rho_0 = \frac{m_s + m_w - m_{s+w}}{V_s}$$

où

$m_s$  est la masse, en grammes, de l'élément d'immersion dans l'air;

$m_w$  est la masse, en grammes, du fil de suspension dans l'air;

$m_{s+w}$  est la masse apparente, en grammes, de l'élément d'immersion et du fil de suspension dans la composition au temps zéro;

$V_s$  est le volume, en millilitres, de l'élément d'immersion, calculé à l'aide de l'équation

$$V_s = \frac{m_s + m_w - m'_{s+w}}{\rho'_{Si}}$$

$m'_{s+w}$  étant la masse apparente, en grammes, de l'élément d'immersion et du fil de suspension dans l'huile de silicone, à la température de réticulation de la composition;

$\rho'_{Si}$  étant la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'huile de silicone à la température de la composition;

$m_s$  et  $m_w$  ayant les mêmes significations que ci-dessus.

## 7.2 Compositions réticulant à température ambiante (voir 6.2)

La masse volumique de la composition au temps zéro,  $\rho_0$ , en grammes par millilitre, est donnée par l'équation

$$\rho_0 = \frac{(m_A + m_B) \times \rho_A \times \rho_B}{m_A \times \rho_B + m_B \times \rho_A}$$

où

- $m_A$  est la masse, en grammes, du constituant A utilisé pour préparer l'éprouvette coulée;
- $m_B$  est la masse, en grammes, du constituant B utilisé pour préparer l'éprouvette coulée;
- $\rho_A$  est la masse volumique, en grammes par millilitre, du constituant A;
- $\rho_B$  est la masse volumique, en grammes par millilitre, du constituant B.

## 7.3 Masse volumique apparente de l'éprouvette coulée (voir 6.3)

La masse volumique de l'éprouvette à  $23 \text{ °C} \pm 0,1 \text{ °C}$ ,  $\rho_c$ , en grammes par millilitre, est donnée par l'équation

$$\rho_c = \frac{m_c \times \rho_{Si}}{m_c + m_w - m_{c+w}}$$

où

- $m_c$  est la masse, en grammes, de l'éprouvette dans l'air;
- $m_w$  est la masse, en grammes, du fil de suspension dans l'air;
- $m_{c+w}$  est la masse apparente, en grammes, de l'éprouvette et du fil de suspension dans l'huile de silicone;
- $\rho_{Si}$  est la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'huile de silicone à  $23 \text{ °C} \pm 0,1 \text{ °C}$ .

## 7.4 Retrait global en volume

Le retrait global en volume, en pourcentage, est donné par la formule

$$\frac{\rho_c - \rho_0}{\rho_0} \times 100$$

où  $\rho_0$  et  $\rho_c$  sont telles que calculées ci-dessus.

## 8 Fidélité

La fidélité de cette méthode d'essai 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.

## 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 du produit soumis à l'essai;
- c) retrait global en volume, exprimé en pourcentage;
- d) tout écart par rapport au mode opératoire prescrit dans la présente Norme internationale, ainsi que tout incident inhabituel observé au cours de la détermination.

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

[ISO 3521:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d405d5c5-9404-413e-ab69-e27fedb2fced/iso-3521-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d405d5c5-9404-413e-ab69-e27fedb2fced/iso-3521-1997>

---

---

**ICS 83.080.10**

**Descripteurs:** plastique, polyester, résine époxy, pièce coulée, essai, essai mécanique, détermination, retrait.

Prix basé sur 5 pages

---

---