



Descriptif Technique

P-Reactech

*Réactivité conventionnelle des compounds
thermodurcissables*

**296, avenue Jean Moulin
Z.A. la Pyramide
F-30380 St CHRISTOL LEZ ALES
Tél : 33 (0)466 922 060
Fax : 33 (0)466 253 980
Site : www.mat-ing.com
Courriel : info@mat-ing.com**

*Sarl à capital variable de 7650 €
R.C.S. Alès 435 279 237 000
NAF : 7490B
TVA : FR 55 435 279 237*

R/D 0317/1

SOMMAIRE

Principe de la mesure

Caractéristiques des SMC/BMC
Principe de la mesure

Description

Utilisation

Réalisation d'une série d'essais
Exploitation des résultats
Quelques notions utiles
 Qu'est-ce qu'un temps de gel ?
 Qu'est-ce que la réactivité
 thermique

Caractéristiques techniques

Contacts

La réactivité est, avec la fluidité, la moulabilité (flow) et la densité, un des paramètres importants et caractéristiques d'un compound thermodurcissable, qu'il s'agisse de BMC (Bulk Molding Compound), de SMC (Sheet Molding Compound), ou d'une variante de l'un ou l'autre. Ces compounds étant transformés à chaud sous pression, il est apparu logique de les caractériser lorsqu'ils sont soumis à une température et une pression de référence.

Le **P-REACTECH** développé et distribué par **Matériau Ingénierie** correspond pleinement à la norme :

✓ **ISO 12114 (1997) - Plastiques renforcés de fibres - Compositions de moulage thermodurcissables et préimprégnés - Détermination des caractéristiques de durcissement.**

Cette norme s'applique tout particulièrement lors d'essais :

- de contrôle à réception,
- de vérification après stockage,
- de validation de lots en limite de péremption.

Ce test ne nécessite pas de formation particulièrement poussée, et s'intègre particulièrement bien dans un atelier de fabrication (« au pied » des presses).

Principe de la mesure

✓ Caractéristiques des SMC/BMC :

Les SMC/BMC sont des compounds thermodurcissables verre/résine (polyester insaturé le plus souvent) prêts à l'emploi. Ils sont donc stabilisés pour permettre un stockage pertinent et une durée de péremption la plus longue possible.

Le durcissement de ces matériaux (passage de l'état pâteux à l'état solide) est généralement obtenu en température et sous pression. Comme tout thermodurcissable, ce changement d'état s'accompagne d'une forte exothermie significative de l'« état » du matériau.

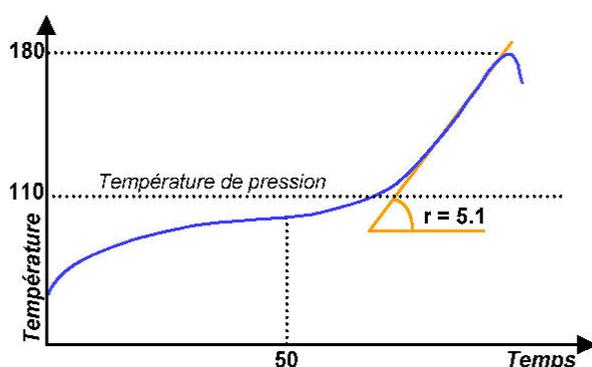


Figure 1 : matériau « sain »

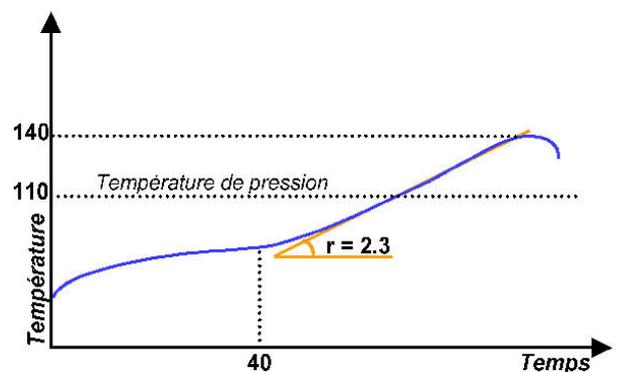


Figure 2 : même matériau vieilli

Un matériau vieilli verra :

- son temps de gel diminuer légèrement ,
- sa réactivité diminuer assez fortement,
- son pic exothermique décroître également.

Si le matériau vieillit plus, son temps de gel sera allongé :

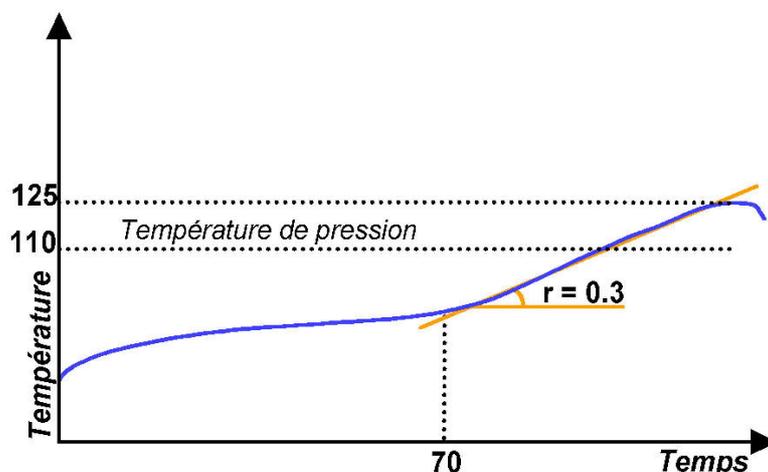


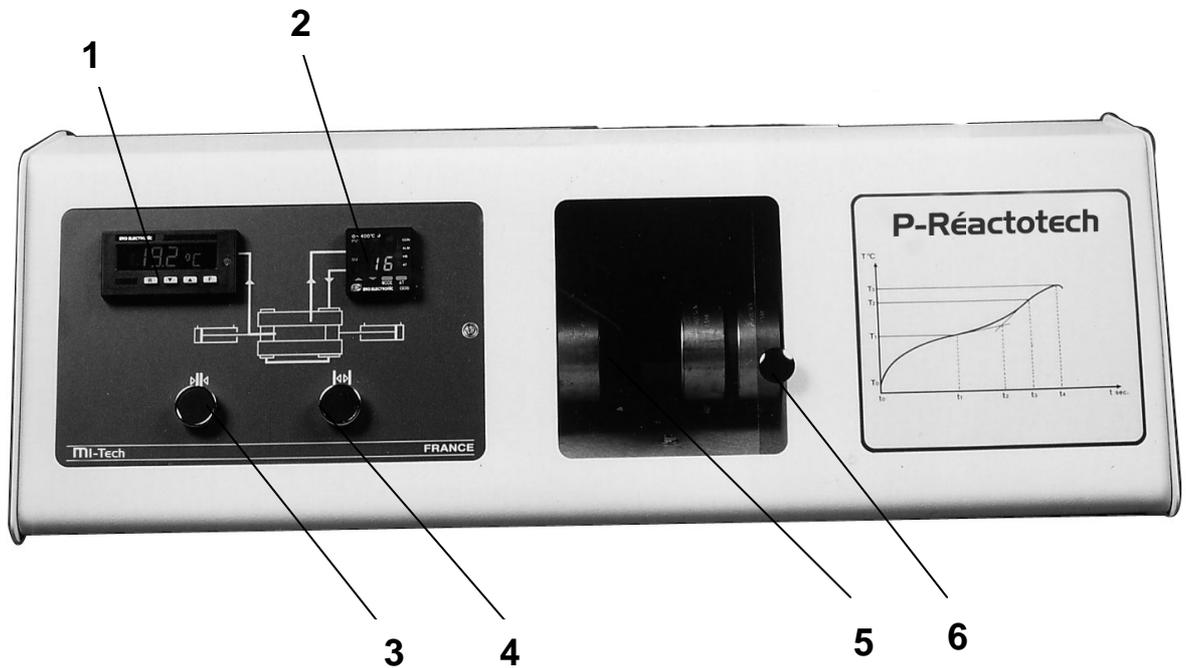
Figure 3 : caractéristiques d'un matériau après un long temps de vieillissement

✓ **Le principe de la mesure est donc simple :**

Il s'agit de mesurer en continu, dans des conditions opératoires définies, l'élévation de température se produisant dans un échantillon de 6 cm³ chauffé à une température donnée (généralement 140°C) et soumis à une pression de 10 bars. Un logiciel spécifique assure l'acquisition des points, trace la courbe et calcule les points remarquables, permettant des calculs statistiques sur différents échantillons d'un même lot.

Description de l'appareillage

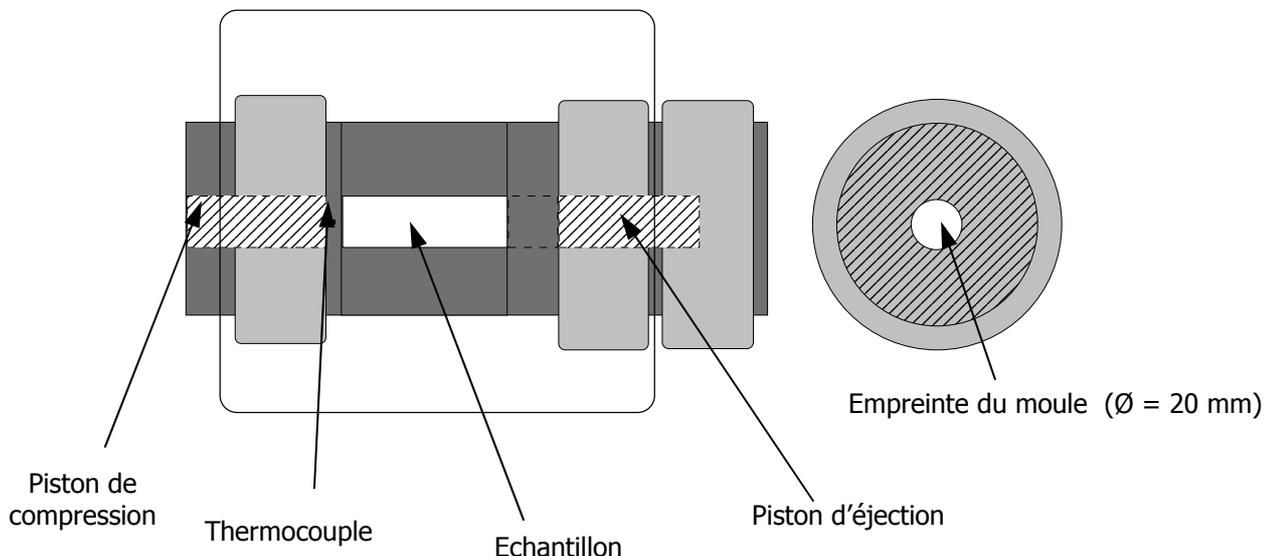
Figure 4 : vue d'ensemble du P-REACTECH.



- ① Affichage de la température dans l'échantillon
- ② Régulateur PID
- ③ Bouton de départ de cycle
- ④ Bouton d'arrêt de cycle
- ⑤ Moule chauffé
- ⑥ Porte de protection

Le moule est un cylindre d'acier traité percé selon son axe longitudinal d'un orifice cylindrique de diamètre 20 mm. Ce moule est chauffé par des colliers régulés par un système PID. Il est fermé à son extrémité droite par un piston d'éjection.

Figure 5 : gros plan sur le moule.



A la gauche du moule se trouve le piston de compression, muni d'un thermocouple J (point chaud à la masse) dépassant de 5 mm, et capable d'appliquer une pression minimale de 10 bars sur l'échantillon. Les deux pistons sont commandés par un système pneumatique automatique interne.

Utilisation

✓ Réalisation d'une série d'essais

Le **P-REACTECH** est mis en chauffe et stabilisé à la température désirée (habituellement $140 \pm 2^\circ\text{C}$), ce qui prend environ 30 minutes.

Un échantillon de $6 \pm 0.5 \text{ cm}^3$ est préparé, soit par prélèvement (BMC), soit par découpe (SMC).

Note :

Le volume d'échantillon n'étant pas facile à mesurer, il est plus pratique, connaissant la densité du matériau, de peser l'échantillon.

exemple : si $d_{\text{matériau}} = 1.8$ et si $M_{\text{échantillon}} = 11 \text{ g}$, alors $V_{\text{échantillon}} = 6.11 \text{ cm}^3$.

Le logiciel, simple et convivial, est renseigné (nom du fournisseur, numéro de lot...).

Il est possible de faire 10 essais par série, et 676 séries par lot de matière.

Figure 6 : exemple de fenêtre de saisie du programme v4.03

L'échantillon est placé dans le moule, la mise en pression est lancée grâce à un bouton « départ cycle » placé en face avant du **P-REACTECH**. Cette action lance l'acquisition de la température. Cette acquisition s'arrête automatiquement lorsque la température repasse 5°C en dessous du pic exothermique.

L'ouverture de la porte centrale provoque l'ouverture du moule et l'éjection de l'éprouvette polymérisée.

✓ Exploitation des résultats

Des points remarquables sont calculés, conformément à la norme ISO 12-114 :

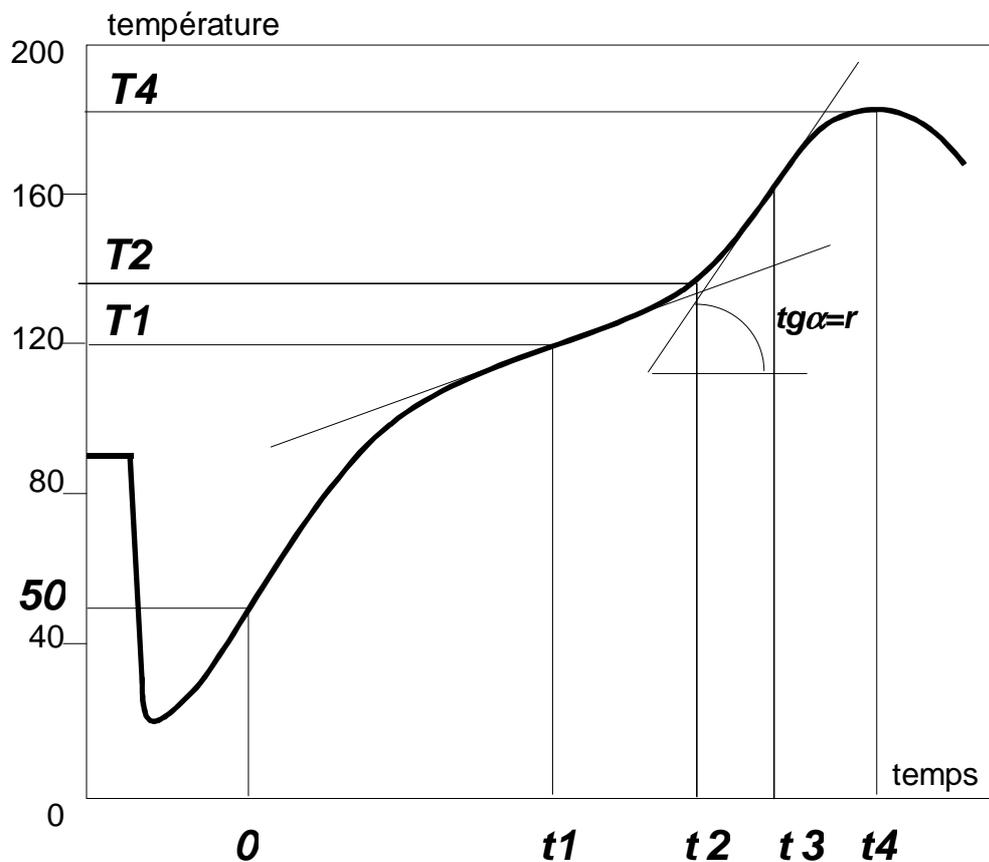


Figure 7 : un exemple type de courbe obtenue avec le **P-REACTECH**, ainsi que les points remarquables que l'on obtient.

Légende :

- 50°C** Point de départ de la mesure (fixé par la norme) à partir duquel seront calculés les différents autres points.
- t1(s), T1(°C)** Temps d'initiation de la décomposition.
- r(°C.s⁻¹)** Réactivité conventionnelle, c'est l'élévation maximale de la température.
- t2(s)** Temps de gel (voir ci-après).
- t3(s), T3(°C)** Réactivité maximale.
- t4(s), T4(°C)** Pic d'exothermie.

Notes :

1- Le point (t4,T4) est noté (t2,T2) par la norme.

2- Les points rajoutés (t2,T2) et t3 n'ont pas été requis par la norme mais restent néanmoins intéressants pour une meilleure connaissance du matériau.

Pour chaque série de points, un tableau de résultats est édité, et les valeurs moyennes et les écarts types sont calculés :

Numéro	Initiation		Réactivité				Pic	
	t1	T1	t2	T2	t3	r	t4	T4
1	112	85	122	131	164	3.6	187	165
2	113	87	121	133	163	3.5	185	164
3	111	86	124	130	167	3.7	188	166
4	114	84	123	133	166	3.6	185	164
5	115	89	120	132	163	3.6	184	167
6	113	86	125	132	167	3.4	187	167
7	112	88	124	134	166	3.5	185	169
8	115	87	127	131	168	3.5	189	168
9	125	90	130	140	195	3.9	195	175
Moyenne	113.1	86.5	123.25	132	165.5	3.55	186.25	166.25
Ecart type	1.45	1.6	1.75	1.12	1.62	0.09	1.75	1.83
	s	°C	s	°C	s	°C/s	s	°C

Figure 8 : exemple de tableau statistique obtenu avec le logiciel **P-REACTECH** v4.03.

✓ **Quelques notions utiles.**

Qu'est-ce qu'un temps de gel ?

Le temps de gel (noté « tg ») n'a pas une définition très figée, même s'il correspond à une transition bien définie : le passage de l'état liquide à l'état solide.

Il devient donc nécessaire, tout comme la viscosité, de bien décrire la méthodologie utilisée pour la détermination des temps de gel.

Selon la « loupe » et l'orientation, avec lesquelles nous allons étudier cette transformation liquide → solide irréversible, nous ne trouverons pas du tout les mêmes temps de gel.

De la même manière, il est difficile d'utiliser les mêmes méthodes pour des matériaux très réactifs (polyester insaturé par exemple) ou « peu » réactifs (polyuréthane par exemple), des matériaux chargés ou non, etc.

Voici quelques exemples de définitions de temps de gel rencontrés :

- ☞ Théorique : temps d'apparition du premier réseau tridimensionnel couvrant tout l'espace. Cette définition théorique est difficilement instrumentable !
- ☞ Scientifique : temps d'apparition des premiers insolubles. Cette définition repose sur le fait qu'un thermodurcissable est réticulé et qu'il ne peut donc pas être mis en solution. Là encore, il est difficile de bien mettre en œuvre des essais (prélèvement continu + mise en solution + G.P.C.* par exemple !)
- ☞ Usuels :
 - Temps de doublement ou triplement de la viscosité initiale ou minimale (mastics, résines chargées, etc.) – cf. figure 9
 - Méthode des tangentes sur l'évolution de la consistance (résines réactives) – cf. figure 10
 - Passage à 50 Pa.s (polyesters insaturés)
 - Passage à une valeur déterminée de consistance. **Ces deux dernières méthodes sont empiriques et donc à éviter.**
- ☞ Particuliers :
 - t_2 de la réactivité thermique (polyesters insaturés, S.M.C., B.M.C., etc.)
 - $tg \delta = 1$ (viscoélasticité).

De nombreuses autres définitions coexistent, mais elles ne sont pas représentatives de tous les matériaux.

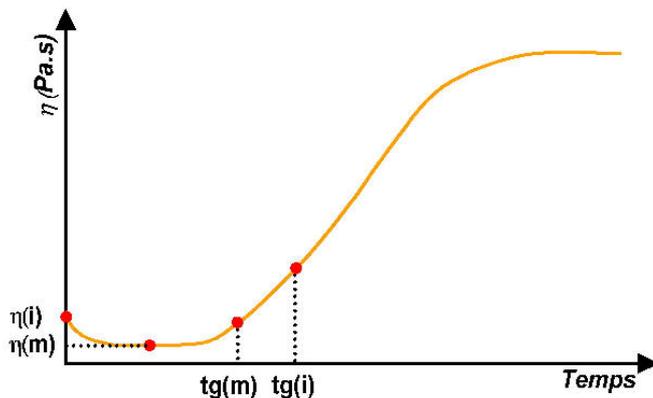


Figure 9 : Viscosité x2 ou x3 (ou x n)

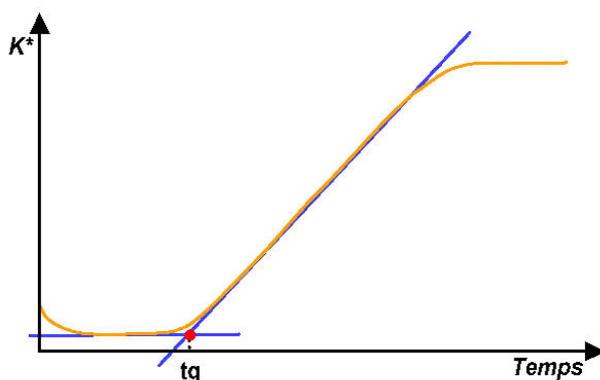


Figure 10 : K^* représente la viscosité à l'état liquide, la consistance à l'état « pâteux » et sa rigidité à l'état solide.

Qu'est-ce que la réactivité thermique ?

Il existe deux types de réactivité :

- la réactivité conventionnelle, notée R_c , thermique – Augmentation du nombre de degrés par unité de temps ($^{\circ}C.s^{-1}$).

- la réactivité physique, notée R_p – Augmentation du nombre de nœuds « chimiques » (liens) par unité de temps.

Quand R_c ou R_p augmentent fortement, le système est dit « plus réactif » et en règle générale cela s'accompagne d'un abaissement du temps de gel (pas systématiquement) et surtout d'une augmentation du retrait et des contraintes internes dans la pièce.

A l'inverse, si R_c ou R_p sont faibles, les cadences de moulage seront faibles et à l'extrême le système peut ne pas avoir assez d'exothermie pour « auto amorcer » etc. entretenir une bonne réticulation du matériau.

* **G.P.C.** → Chromatographie en Phase Gazeuse.

Caractéristiques

✓ Dimensions

- Encombrement (prof. x larg. x haut.) : 230 x 800 x 270 mm.
- Masse : 22 Kg

✓ Connexions

- Electrique : Monophasée 220V, +/-10%, 50 Hz.
- Pneumatique : Air sec, non lubrifié.
- Pression de fonctionnement : P= 10 bars minimum.
- Informatiques : PC 286 minimum + imprimante

✓ Caractéristiques métrologiques

- Température de chauffe :
 - Consigne : 0 à 200 ° C maximum.
 - Régulation automatique : de type P.I.D., ± 2 ° C.
 - Résolution : 1 ° C.
- Température de mesure de l'échantillon :
 - Thermocouple : type J, \varnothing 1mm.
 - Point chaud à la masse.
 - Plage de mesure : 0 à 250° C.
- Visualisation de la température :
 - Indicateur : numérique à 4 digits.
 - Résolution : ± 1 ° C.
- Dimensions des éprouvettes :
 - Longueur : 16 à 25 mm.
 - Diamètre : 20 mm.
 - Volume : $6 \pm 0.5 \text{ cm}^3$.

Les caractéristiques techniques de nos appareils sont données à titre indicatif et peuvent être changées sans préavis afin d'en améliorer les performances.

Contacts

✓ Comment nous contacter :

296, avenue Jean Moulin
Z.A. la Pyramide
F-30380 St CHRISTOL LEZ ALES

Tél. : +33 (0)4 66 92 20 60
Fax : +33 (0)4 66 25 39 80

Courriel : info@mat-ing.com

Un seul portail Internet : **www.mat-ing.com**