

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9396

Première édition
1989-12-15

**Plastiques — Résines phénoliques —
Détermination de la durée de gélification à une
température donnée sur appareils automatiques**

*Plastics — Phenolic resins — Determination of the gel time at a given temperature
using automatic apparatus*



Numéro de référence
ISO 9396 : 1989 (F)

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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9396 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. 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 phénoliques — Détermination de la durée de gélification à une température donnée sur appareils automatiques

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour la détermination de la durée de gélification en température, à l'aide d'un appareil automatique, dans des conditions données, en particulier en ce qui concerne la température. Les températures d'essai sont de 100 °C, 130 °C et 150 °C.

Les deux méthodes prescrites utilisant deux appareils automatiques différents, sont

- a) la méthode A (article 3) utilisant une baguette de verre animée d'un mouvement de rotation;
- b) la méthode B (article 4) utilisant un plongeur animé d'un mouvement vertical alternatif.

Ces méthodes s'appliquent aux résines phénoliques

- liquides du type résol (méthodes A et B);
- liquides du type novolaque en solution, contenant de l'hexaméthylène tétramine (HMTA); il faut que le point d'ébullition des solvants soit supérieur à la température d'essai (méthode A);
- solides du type résol à bas point de fusion (méthode B).

Les résines en poudre ayant une courte durée de gélification (par exemple des mélanges novolaques avec de l'hexaméthylène tétramine) pour lesquelles la réticulation commence dès que la fusion démarre, de telle sorte que la résine fondue est déjà trop visqueuse pour être apte à réagir de manière satisfaisante dans le tube à essai, ne peuvent pas faire l'objet d'une mesure. Il y a également difficulté pour effectuer des mesures sur des résines contenant une quantité importante de solvants à bas point d'ébullition parce qu'un processus d'ébullition et de distillation se produit en recouvrement avec le processus de durcissement.

Il peut être intéressant de déterminer la durée de gélification en présence d'un catalyseur. Celui-ci doit être ajouté dans des proportions bien définies. Le type de catalyseur et son traitement doivent être mentionnés dans le rapport d'essai.

2 Préparation des échantillons pour essai

2.1 Essayer les résols liquides tels quels (méthodes A ou B).

2.2 Essayer les résols solides tels quels (méthode B).

2.3 Dissoudre les résines en poudre (novolaques + HMTA) 1 : 1 (m/m) dans l'éther mono-éthylique de l'éthylène-glycol à une température inférieure à 60 °C. Ajuster la quantité d'éther mono-éthylique de l'éthylène-glycol si nécessaire pour obtenir une dissolution complète (méthode A).

NOTE — L'éther mono-éthylique de l'éthylène-glycol peut plastifier la résine et peut causer une durée de gélification plus longue.

2.4 Essayer telles quelles les solutions de novolaques dans des solvants à point d'ébullition élevé contenant de l'HMTA. Si la solution ne contient pas d'HMTA, ajouter 10 % de cette substance, par rapport à la teneur en novolaque de la solution (méthode A).

2.5 Dissoudre les novolaques solides dans l'éther mono-éthylique de l'éthylène-glycol et ajouter l'HMTA dans les proportions massiques suivantes :

10 parties de novolaque;

1 partie d'HMTA;

11 parties d'éther mono-éthylique de l'éthylène-glycol.

3 Méthode A : Appareil rotatif

3.1 Principe

Au cours de la polymérisation, les résines phénoliques passent par un point critique qui se traduit par une augmentation brusque de la viscosité.

L'appareil automatique utilisé permet de mesurer la durée nécessaire pour atteindre cet état.

Une baguette de verre (agitateur), placée dans un tube à essai contenant la préparation à analyser, est animée d'un mouvement rotatif de couple limité au moyen d'un moteur électrique.

Le point de gélification est atteint quand la viscosité de l'échantillon est telle qu'elle stoppe la rotation de l'agitateur, fermant ainsi un circuit électrique qui déclenche un signal sonore. La durée indiquée par la minuterie est définie comme la «durée de gélification à une température donnée» (méthode A).

3.2 Réactifs

3.2.1 Solvant: éther mono-éthylique de l'éthylène-glycol.

(Si le mesurage est effectué à 150 °C, on peut utiliser l'éthylène-glycol.)

3.2.2 Durcisseur: Hexaméthylène tétramine, finement broyée.

3.3 Appareillage

3.3.1 Appareil automatique de mesure de la durée de gélification (voir figure 1).

3.3.2 Bain thermorégularisé à la température retenue (le fluide étant, par exemple, de l'huile de silicone).

3.3.3 Tube à essai, ayant une masse de 10 g \pm 1 g et les dimensions suivantes: diamètre interne 16 mm \pm 0,2 mm, longueur 160 mm \pm 4 mm.

3.3.4 Balance, précise à 0,1 g.

3.3.5 Baguette de verre, de 6 mm \pm 0,5 mm de diamètre et de 240 mm de longueur.

3.3.6 Mortier, ou broyeur de laboratoire.

3.4 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 5 g ou 10 g de la résine liquide ou de la solution préparée dans le tube à essai (3.3.3).

Introduire le tube à essai dans le bain thermorégularisé (3.3.2) (voir figure 1) à une température de 100 °C \pm 0,5 °C, ou 130 °C \pm 0,5 °C, ou 150 °C \pm 0,5 °C, selon le cas et en accord entre les parties concernées.

Adapter la baguette de verre (3.3.5) à une distance de 6 mm du fond du tube contenant la résine ou la solution à essayer. Le niveau de la résine dans le tube doit être situé à 10 mm au-dessous du niveau du bain thermorégularisé (voir figure 1).

Déclencher la minuterie de l'appareil automatique (3.3.1) dès l'introduction du tube dans le bain thermorégularisé, mettre ensuite le bouton de sonnerie en position «marche»: la minuterie s'arrête automatiquement, au moment du gel, et déclenche la sonnerie.

Mentionner la vitesse de rotation dans le rapport d'essai.

Sortir le tube du bain thermorégularisé et arrêter la sonnerie; relever l'indication du temps écoulé. Sortir la baguette de verre du tube et la nettoyer à l'aide d'un chiffon imbibé de méthanol ou d'acétone.

Effectuer deux mesures sur des prises d'essai différentes; dans le cas où l'écart entre les deux valeurs obtenues dépasse 5 %, refaire l'essai.

3.5 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- méthode utilisée (méthode A);
- identification complète de l'échantillon de résine essayée et son prétraitement;
- masse de la prise d'essai (5 g ou 10 g);
- durée de gélification, c'est-à-dire la moyenne arithmétique de deux déterminations relevées sur l'appareil, exprimée en minutes à 0,1 min près;
- température à laquelle les essais ont été effectués;
- vitesse de rotation utilisée.

4 Méthode B: Appareil à mouvement vertical alternatif

4.1 Principe

Un plongeur placé dans un tube à essai contenant la substance à analyser est agité d'un mouvement vertical alternatif. Le point de gélification est atteint quand la viscosité de l'échantillon est telle que le tube est relevé avec le plongeur, provoquant l'arrêt d'une minuterie.

4.2 Appareillage

4.2.1 Appareil automatique de mesure de la durée de gélification (voir figure 2). La fréquence du mouvement vertical doit être de 10 s⁻¹ ou selon convention entre les parties concernées. La fréquence doit être mentionnée dans le rapport d'essai.

4.2.2 Bain thermorégularisé, le maximum étant de 200 °C avec une tolérance de \pm 0,5 °C autour de la température choisie pour l'essai (voir 4.3). Masse volumique du bain liquide, par exemple huile de silicone, 1 g/cm³ \pm 0,1 g/cm³.

4.2.3 Tube à essai, ayant une masse de 10 g \pm 1 g et les dimensions suivantes: diamètre interne 16 mm \pm 0,2 mm, longueur 160 mm \pm 4 mm.

4.2.4 Masses annulaires en métal, de 10 g ou 20 g, pour maintenir le tube à essai (4.2.3).

4.2.5 Balance, précise à 0,1 g.

Dimensions en millimètres

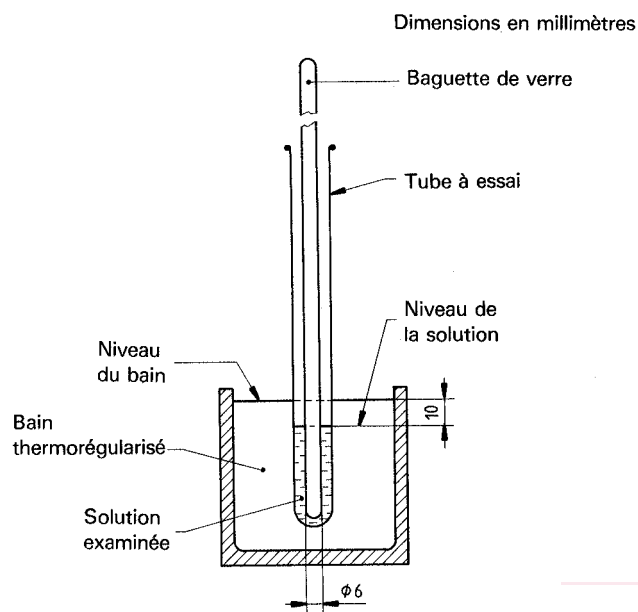
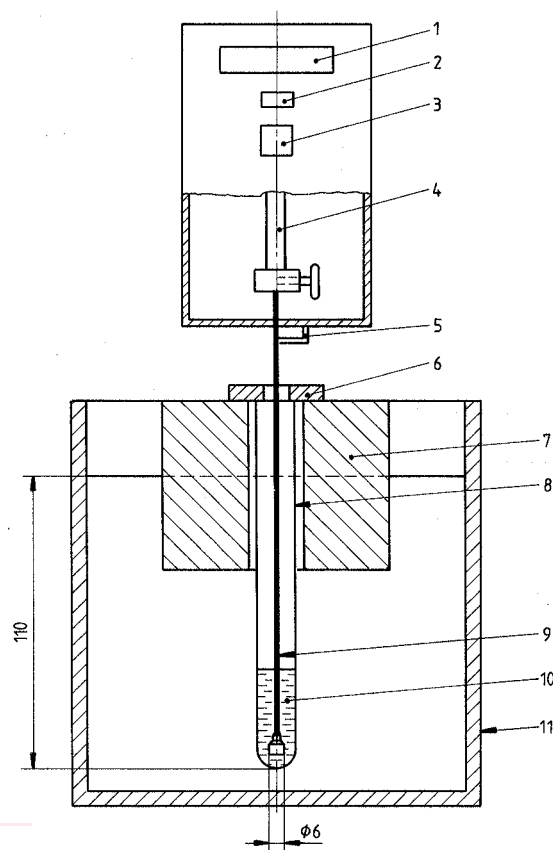


Figure 1 — Schéma d'un appareil de détermination de la durée de gélification à système rotatif



- 1 Minuterie électrique
- 2 Bouton de mise à zéro de la minuterie
- 3 Bouton de mise en marche de la minuterie et du moteur du plongeur d'essai
- 4 Moteur du mouvement du plongeur
- 5 Levier d'interruption de la minuterie et du mouvement du plongeur d'essai
- 6 Masse annulaire en métal
- 7 Support du tube à essai
- 8 Tube à essai
- 9 Plongeur d'essai (non en aluminium)
- 10 Résine phénolique
- 11 Bain thermostatique avec liquide résistant à la température la plus élevée

Figure 2 — Schéma d'un appareil de détermination de la durée de gélification à système à mouvement vertical alternatif

4.3 Mode opératoire

Mener l'essai en double ou en plus grand nombre si cela a fait l'objet d'un accord entre les parties concernées.

Peser $5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ de résine phénolique dans le tube à essai (4.2.3). Placer une masse annulaire en métal (4.2.4) sur le tube à essai pour le maintenir vers le bas dans le bain thermorégulé (4.2.2) et pour prévenir une remontée prématurée de l'appareillage lorsque des viscosités plus fortes sont obtenues avant le point de gélification. La masse à employer est de

10 g pour les résines liquides,

et

20 g pour les résines solides ou en poudre.

Choisir une température d'essai de 100 °C, 130 °C ou 150 °C, selon les accords intervenus.

Mettre en marche l'appareil automatique de mesure de la durée de gélification (4.2.1) aussitôt après avoir placé le tube rempli avec la résine phénolique en essai dans le support. Dans le cas de résines liquides, la connection avec le plongeur d'essai doit être faite directement; dans le cas de résines solides, il est nécessaire d'attendre que la résine soit fondue. Lors de l'essai,

le tube à essai doit être enfoncé de 11 cm dans le récipient du bain liquide, une partie du support du tube à essai étant elle-même immergée.

La durée de gélification est atteinte lorsque le tube à essai suit les mouvements de va-et-vient du plongeur d'essai, c'est-à-dire lorsqu'il se met en mouvement dans le support. Lorsque la durée de gélification est atteinte, le dispositif de mesure du temps s'arrête automatiquement.

4.4 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) méthode utilisée (méthode B);
- c) identification complète de l'échantillon de résine essayée;
- d) durée de gélification, c'est-à-dire la moyenne arithmétique de deux déterminations relevées sur l'appareil, exprimée en minutes à 0,1 min près;
- e) température à laquelle les essais ont été effectués;
- f) fréquence du mouvement vertical.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9396:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63bea9bd-9671-4f3b-b491-808df0b59dcd/iso-9396-1989>