

61

NORME INTERNATIONALE

**ISO
10082**

Première édition
1991-05-15

Plastiques — Résines phénoliques — Définitions et méthodes d'essai

Plastics — Phenolic resins — Definitions and test methods

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10082:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c41f7be3-5f60-48f8-86f8-d83eca0ba965/iso-10082-1991>



Numéro de référence
ISO 10082:1991(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10082 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Elle reprend le contenu du Rapport technique ISO/TR 8244:1988.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c41f7be3-5f60-48f8-86f8-d83eca0ba965/iso-10082-1991>

© ISO 1991

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

Introduction

La présente Norme internationale donne une vue d'ensemble des différents types de résines phénoliques utilisés dans la fabrication des plastiques thermodurcissables (section 2) et un résumé des méthodes d'essais (section 3).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10082:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c41f7be3-5f60-48f8-86f8-d83eca0ba965/iso-10082-1991>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10082:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c41f7be3-5f60-48f8-86f8-d83eca0ba965/iso-10082-1991>

Plastiques — Résines phénoliques — Définitions et méthodes d'essai

Section 1: Généralités

1.1 Domaine d'application

La présente Norme internationale définit, dans la section 2¹⁾, des termes se rapportant à la structure chimique des résines phénoliques, leur état physique et leur degré de condensation ou de polycondensation.

Elle donne également, dans la section 3, un résumé des méthodes d'essai. Ces méthodes sont applicables à la détermination des propriétés qui sont généralement significatives dans le domaine technique pour la production, les procédés de fabrication et l'emploi des résines phénoliques décrites dans la section 2. L'utilisateur pourra sélectionner à partir des méthodes celles qui sont les mieux adaptées à l'emploi souhaité. Seule l'utilisation de la (des) norme(s) complète(s) correspondante(s) permet d'appliquer cette méthode.

1.2 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 472:1988, *Plastiques — Vocabulaire*.

1) Déjà publiée comme Rapport technique ISO/TR 8244:1988, *Plastiques — Résines phénoliques — Définitions pour classification*.

Section 2: Définitions

Cette section définit des termes se rapportant à la structure chimique des résines phénoliques, leur état physique et leur degré de condensation ou de polycondensation, dans la mesure où cela est nécessaires aux fins de classification dans la fabrication ou l'utilisation de ces résines.

Les définitions sont valables pour toutes les applications des résines phénoliques dans le domaine des plastiques (voir aussi les définitions y relatives dans l'ISO 472).

2.1 Généralités

2.1.1 Les résines phénoliques prises au sens de la présente Norme internationale sont

- a) les résines synthétiques ou les produits modifiés obtenus par condensation des phénols avec des aldéhydes, en particulier le formaldéhyde;
- b) les produits obtenus par l'addition de phénols à des produits chimiques comportant des liaisons insaturées (par exemple acétylène, terpènes et résines naturelles)²⁾.

NOTE 1 Ne sont pas considérées comme résines phénoliques, les résines modifiées dont les caractéristiques d'origine de la résine phénolique ont été transformées par cette modification (par exemple la colophane), de sorte que ces propriétés se rapprochent largement des caractéristiques de l'agent modifiant et se rangent ainsi dans une toute autre catégorie de résines.

2.1.2 Les résines phénoliques peuvent être différenciées de diverses manières, par exemple par

- a) le type de produit de départ (voir article 2.2);
- b) le type de résine fabriquée (voir article 2.3);
- c) le type d'agent modifiant (voir 2.3.2);
- d) la forme physique de produit commercial (voir article 2.4);
- e) le degré de condensation (voir article 2.5);
- f) le type de catalyseur (voir 2.6.1);
- g) le type d'agent de durcissement (voir 2.6.2).

2) Ces résines ne sont pas rigoureusement ce qu'il est convenu d'appeler des résines pour plastiques. Elles sont utilisées en particulier dans certains revêtements de surface.

2.2 Produits de départ

2.2.1 Phénols

À part les phénols non substitués, on peut également utiliser les dérivés pour la fabrication des résines phénoliques, tels que les crésols, les xylnols et autres alkylphénols (par exemple *p-tert*-butylphénol, *p-tert*-octylphénol et *p-tert*-nonylphénol), les arylphénols (par exemple bisphénol et naphthols), et les corps possédant deux fonctions phénoliques [par exemple résorcinol et dioxy-4,4' diphenyl-2,2 propane (bisphénol A)].

2.2.2 Aldéhydes

La composante aldéhyde la plus importante est le formaldéhyde qui est utilisé sous des formes variées, incluant une solution aqueuse et un paraformaldéhyde solide, et aussi comme les composés qui engendrent le formaldéhyde. D'autres aldéhydes (par exemple acétaldéhyde, acroléine, benzaldéhyde et furfural), ainsi que les cétones, sont utilisés dans des proportions inférieures.

2.3 Types de résines phénoliques

2.3.1 Résines phénoliques non modifiées

Les résines phénoliques non modifiées résultent des réactions de condensation des phénols avec des aldéhydes. Selon les facteurs tels que les rapports volumiques et molaires des matières de départ, les conditions de réaction et les catalyseurs employés, deux classes de produits différents sont obtenues: novolaques et résols.

2.3.1.1 Novolaques (deux stades)

Les novolaques sont des résines phénoliques non autodurcissables, demeurant stables lorsqu'elles sont stockées, dans lesquelles les molécules de phénol sont liées principalement par des ponts méthylène. Les novolaques, par l'apport d'agent de durcissement (voir 2.6.2), peuvent être amenées à réagir et à réticuler; pour ce faire, le chauffage est généralement requis.

Voir aussi *novolaque* dans l'ISO 472.

2.3.1.2 Résols (un stade)

Les résols sont des résines phénoliques solubles et fusibles qui, à l'inverse des novolaques, contiennent des groupes méthylol réactifs et des ponts méthylène-éther et parfois des ponts méthylène-amine. Les résols réticulent et donnent des produits insolubles sans apport d'autres composants réactifs; ils sont donc autodurcissables par apport de chaleur et/ou de catalyseurs. Les résols sont périssables et ne peuvent être conservés que pour une durée limitée.

Voir aussi *résol* dans l'ISO 472.

2.3.2 Résines phénoliques modifiées

La modification des résines phénoliques peut être obtenue par la transformation chimique du groupe méthylol, éventuellement de l'hydroxyle phénolique et/ou par l'ajout physique des agents modifiants. Ces résines phénoliques modifiées peuvent être, de par leur constitution, autodurcissables ou non.

2.3.3 Résines obtenues par addition sur les phénols

Des résines phénoliques, par exemple les résines phénol-acétylène et terpène phénolique (qui ne sont pas toujours autodurcissables), peuvent également résulter de la transformation du phénol avec les hydrocarbures insaturés sans qu'il y ait condensation sur le formaldéhyde.

2.4 Formes de produits commerciaux

Les résines phénoliques sont fabriquées et utilisées sous des formes diverses, telles que

- liquides;
- solides, comme pastilles, écailles, granulés ou produits finement divisés;
- solutions ou dispersions dans l'eau et/ou solvants organiques.

Une résine phénolique dite «en solution aqueuse» (ce n'est pas à proprement parler une solution aqueuse) a une teneur en eau de plus de

5 % (*m/m*) et une teneur en solvant organique de moins de 5 % (*m/m*). (Le phénol libre n'est pas considéré comme solvant organique.)

Une résine phénolique en solution avec solvants a plus de 5 % (*m/m*) de solvants organiques.

2.5 Degré de condensation

Par l'utilisation de la chaleur et/ou d'agents de durcissement et/ou de catalyseurs, les résines phénoliques peuvent être réticulées. Elles passent par les stades transitionnels de condensation suivants:

stade A: état initial (résol ou novolaque); fluide ou fusible, et soluble dans l'alcool et l'acétone;

stade B: état intermédiaire (résitol); non fusible, mais encore formable à la chaleur et capable de gonflement dans l'alcool ou l'acétone;

stade C: état final (résite); non fusible et insoluble dans l'alcool et l'acétone.

Voir aussi dans l'ISO 472: *état A; état B; état C; résite; résitol.*

2.6 Catalyseurs et agents de durcissement

2.6.1 Catalyseurs (agents accélérateurs de durcissement)

Les catalyseurs provoquent une accélération de la réaction de réticulation. Dans ce but, des composés acides ou basiques peuvent convenir.

2.6.2 Agents de durcissement (agents de réticulation)

Le formaldéhyde ou les composés pouvant libérer le formaldéhyde, par exemple l'hexaméthylènetétramine, peuvent être utilisés comme agents de durcissement. Les résols et les isocyanates peuvent également être utilisés comme agents de durcissement. Les agents de durcissement sont en général uniquement ajoutés aux résines phénoliques non autodurcissables et amènent au durcissement par réaction chimique (réticulation tridimensionnelle).

Section 3: Méthodes d'essai

3.1 Liste numérique

ISO 60:1977, *Plastiques — Détermination de la masse volumique apparente des matières susceptibles de s'écouler à travers un entonnoir donné.*

ISO 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 760:1978, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale).*

ISO 2555:1989, *Plastiques — Résines à l'état liquide ou en émulsions ou dispersions — Détermination de la viscosité apparente selon le Procédé Brookfield.*

ISO 2811:1974, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique.*

ISO 3146:1985, *Plastiques — Détermination du comportement à la fusion (température de fusion ou plage de température de fusion) des polymères semi-cristallins.*

ISO 3219:1977, *Plastiques — Polymères à l'état liquide ou en émulsion ou dispersion — Détermination de la viscosité au moyen d'un viscosimètre rotatif à gradient de vitesse de cisaillement défini.*

ISO 3451-1:1981, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 1: Méthodes générales.*

ISO 3675:1976, *Pétroles bruts et produits pétroliers liquides — Détermination en laboratoire de la masse volumique ou de la densité relative — Méthode à l'aréomètre.*

ISO 8618:1987, *Plastiques — Résines phénoliques liquides — Détermination de l'extrait sec conventionnel.*

ISO 8619:1988, *Plastiques — Résines phénoliques en poudre — Détermination de l'écoulement à l'état fondu sur une plaque de verre.*

ISO 8620:1986, *Plastiques — Résines phénoliques en poudre — Analyse granulométrique sur tamiseuse à dépression d'air.*

ISO 8974:1988, *Plastiques — Résines phénoliques — Dosage du phénol résiduel par chromatographie en phase gazeuse.*

ISO 8975:1989, *Plastiques — Résines phénoliques — Détermination du pH.*

ISO 8987:1988, *Plastiques — Résines phénoliques — Méthode d'évaluation de la réactivité sur plaque d'essai de transformation au stade B.*

ISO 8988:1989, *Plastiques — Résines phénoliques — Dosage de l'hexaméthylènetétramine.*

ISO 8989:1988, *Plastiques — Résines phénoliques liquides — Détermination de la tolérance à l'eau.*

ISO 9371:1990, *Plastiques — Résines phénoliques liquides ou en solution — Détermination de la viscosité.*

ISO 9396:1989, *Plastiques — Résines phénoliques — Détermination de la durée de gélification à une température donnée sur appareils automatiques.*

ISO 9397:1989, *Plastiques — Résines phénoliques — Dosage du formaldéhyde libre.*

ISO 9771:1989, *Plastiques — Résines phénoliques — Détermination de la réactivité des résols dans des conditions acides.*

ISO 9944:1990, *Plastiques — Résines phénoliques — Détermination de la conductivité électrique des extraits de résine.*

3.2 Liste alphabétique

Norme ISO	Paragraphe
3451-1	3.3.2.9
3146	3.3.1.1
9944	3.3.1.7
760	3.3.2.8
8619	3.3.2.1
8618	3.3.2.4
9397	3.3.2.6
9396	3.3.2.2.2
8620	3.3.1.2
8988	3.3.2.7
2811	3.3.1.4

STANDARD PREVIEW

standards.iteh.ai

ISO 10082:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11f7be3-560-488-868-003ccabba765/iso-10082-1991>

Masse volumique apparente	60	3.3.1.3
Masse volumique ou densité relative, méthode à l'aréomètre	3675	3.3.1.4
pH, détermination du	8975	3.3.1.6
Phénol résiduel par chromatographie en phase gazeuse	8974	3.3.2.5
Réactivité aux acides des résols phénoliques	9771	3.3.2.3
Réactivité sur plaque chaude	8987	3.3.2.2.1
Tamis de contrôle, dimensions nominales des ouvertures	565	3.3.1.2
Tolérance à l'eau, détermination de la	8989	3.3.1.8
Viscosité apparente selon le Procédé Brookfield	2555	3.3.1.5
Viscosité au moyen d'un viscosimètre rotatif	3219	3.3.1.5
Viscosité des résines phénoliques liquides ou en solution	9371	3.3.1.5

cises de ces «points» pour une interprétation univoque effectuée par différents opérateurs.

La répétabilité de la méthode est assez bonne, mais sa reproductibilité peut être mauvaise. D'où la nécessité de se mettre d'accord sur les définitions de ces points.

La plage de fusion est l'intervalle de température entre le «point de vitrification» et l'«état fondu».

Le point de vitrification est la température à laquelle la première modification structurelle de la résine en poudre est observée.

L'état fondu est la température à laquelle la masse de la résine commence à être complètement liquide ou (à l'opposé du point de fusion de substances partiellement cristallines) à laquelle la masse vitrifiée ou frittée de la résine commence à être translucide (non transparente) et/ou le processus de séparation de la paroi du capillaire commence.

Le taux d'humidité de la résine en poudre a une influence sur la détermination de la plage de fusion. Comme la plage de fusion doit être déterminée sur des produits tels qu'ils sont à la livraison, il est donc normalement exclu de faire subir à la résine un processus de séchage avant essai. Cependant, pour les besoins d'essais comparatifs, il peut être jugé intéressant de tenir compte du taux d'humidité. Dans un tel cas, il est possible de sécher la résine en poudre jusqu'à l'obtention d'une masse constante ou au moins durant 48 h en employant du pentaoxyde de diphosphore ou un agent desséchant similaire.

Préparation de l'échantillon:

Prélever l'échantillon de la résine sous forme de poudre selon les règles habituelles de l'échantillonnage.

Lorsqu'il s'agit de résines en bloc ou en écailles, il y a lieu d'effectuer un broyage au mortier, le résultat du broyage étant tamisé sur tamis de 250 µm d'ouverture de mailles. Prélever l'échantillon de la partie de la résine passant au tamis de 250 µm.

3.3.1.2 Analyse granulométrique sur tamiseuse à dépression d'air

L'essai doit être effectué conformément à l'ISO 8620.

Principe de l'ISO 8620:

Une prise d'essai de résine en poudre est placée sur un tamis dans une enceinte close et est soumise d'une part à un souffle d'air dégagé par une buse tournant au-dessous du tamis et d'autre part à une aspiration au travers du tamis. Les résultats de l'essai dépendent de la maille du tamis utilisé, ainsi

3.3 Vue d'ensemble des méthodes d'essai

3.3.1 Propriétés physiques

3.3.1.1 Détermination de la plage de fusion par la méthode du tube capillaire

L'essai doit être effectué conformément à l'ISO 3146, méthode A.

Principe de l'ISO 3146, méthode A:

Un échantillon est chauffé sous contrôle dans un tube capillaire et la modification structurelle est observée.

Note pour l'utilisation de la résine phénolique:

Les résines phénoliques ne sont pas des substances chimiquement unitaires, mais des mélanges ou des alliages de polymères. Ceci se traduit dans leur comportement à la fusion par le fait que le processus ne se limite pas à une température déterminée, mais s'étend sur une plage de températures.

Les limites de cette plage de fusion sont constituées par le point de vitrification et l'état fondu. La difficulté réside dans l'établissement de définitions pré-