

---

---

**Plastiques — Résines phénoliques —  
Détermination du temps de gélification  
des résols dans des conditions spécifiques  
sur appareils automatiques**

*Plastics — Phenolic resins — Determination of the gel time of resols under  
specific conditions using automatic apparatus*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 9396:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c618312d-6f15-4eca-adfd-697f2aaf0b4f/iso-9396-1997>



## 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 9396 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 9396:1989), dans laquelle la méthode A utilisant un agitateur rotatif a été supprimée et un article relatif à la fidélité a été ajouté.

© 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  
Internet central@iso.ch  
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

# Plastiques — Résines phénoliques — Détermination du temps de gélification des résols dans des conditions spécifiques sur appareils automatiques

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination du temps de gélification à une température donnée, à l'aide d'un appareil automatique, dans des conditions spécifiées. Les températures d'essai sont de 100 °C, 130 °C et 150 °C.

La méthode prescrite utilise un plongeur animé d'un mouvement vertical alternatif.

Cette méthode s'applique aux résines phénoliques

— liquides du type résol;

[ISO 9396:1997](#)

— solides du type résol à bas point de fusion.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c618312d-6f15-4eca-adfd-697f2aaf0b4f/iso-9396-1997>

Les résines en poudre ayant un court temps de gélification (par exemple des mélanges novolaques avec de l'hexaméthylène tétramine) pour lesquelles la réticulation commence dès que la fusion démarre, de sorte que la résine fondue et déjà trop visqueuse pour être apte à réagir de manière satisfaisante dans le tube à essais, ne peuvent pas faire l'objet d'un mesurage. Il y a également des difficultés pour effectuer des mesurages sur des résines contenant une quantité importante de solvants à bas points 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.

2.2 Essayer les résols solides tels quels.

### 3 Principe

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

### 4 Appareillage

**4.1 Appareil automatique de mesure du temps de gélification** (voir figure 1): La durée du cycle du plongeur doit être de 10 s ou selon convention entre les parties intéressées. La fréquence doit être mentionnée dans le rapport d'essai.

**4.2 Bain thermorégularisé**, la température maximale étant de 200 °C avec une tolérance de  $\pm 0,5$  °C autour de la température choisie pour l'essai (voir article 5). La masse volumique du bain liquide, par exemple huile de silicone, doit être de  $1 \text{ g/cm}^3 \pm 0,1 \text{ g/cm}^3$ .

**4.3 Plongeur**, constitué de fil métallique avec une hélice, d'environ 23 cm de longueur et d'environ 1 mm de diamètre. L'hélice à l'extrémité du fil doit avoir environ 5 mm de hauteur et 5 mm à 6 mm de diamètre.

**4.4 Tube à essais**, ayant une masse de  $10 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$  et les dimensions suivantes: diamètre interne  $16 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ , longueur  $160 \text{ mm} \pm 4 \text{ mm}$ .

**4.5 Masses annulaires en métal**, de 10 g ou 20 g, pour maintenir le tube à essais (4.4) dans le bain (4.2).

**4.6 Balance**, précise à 0,1 g.

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 9396:1997  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c618312d-6f15-4eca-adfd-697f2aaf0b4f/iso-9396-1997>

### 5 Mode opératoire

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

Peser  $5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  de résine dans le tube à essais (4.4). Placer une masse annulaire en métal (4.5) sur le tube à essais pour le maintenir vers le bas dans le bain thermorégularisé (4.2) 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 entre les parties intéressées.

Mettre en marche l'appareil automatique de mesure du temps de gélification (4.1) aussitôt après avoir placé le tube rempli avec la résine en essai dans le support. Dans le cas de résines liquides, la connexion 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 essais doit être enfoncé de 11 cm dans le liquide du bain, une partie du support du tube à essais étant elle-même immergée.

Le temps de gélification est atteint lorsque le tube à essais 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 le temps de gélification est atteint, l'appareil de mesure du temps s'arrête automatiquement.

## 6 Fidélité (erreur d'essai)

### 6.1 Répétabilité ( $r$ )

La valeur au-dessus de laquelle on peut s'attendre, avec une probabilité de 95 %, à ce que se situe la différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, chacun étant la moyenne de déterminations en double, obtenus sur un même matériau par un opérateur dans un laboratoire, dans un court intervalle de temps et en utilisant la méthode d'essai normalisée, est

2 % à 8 % (selon le type de résine)

### 6.2 Reproductibilité ( $R$ )

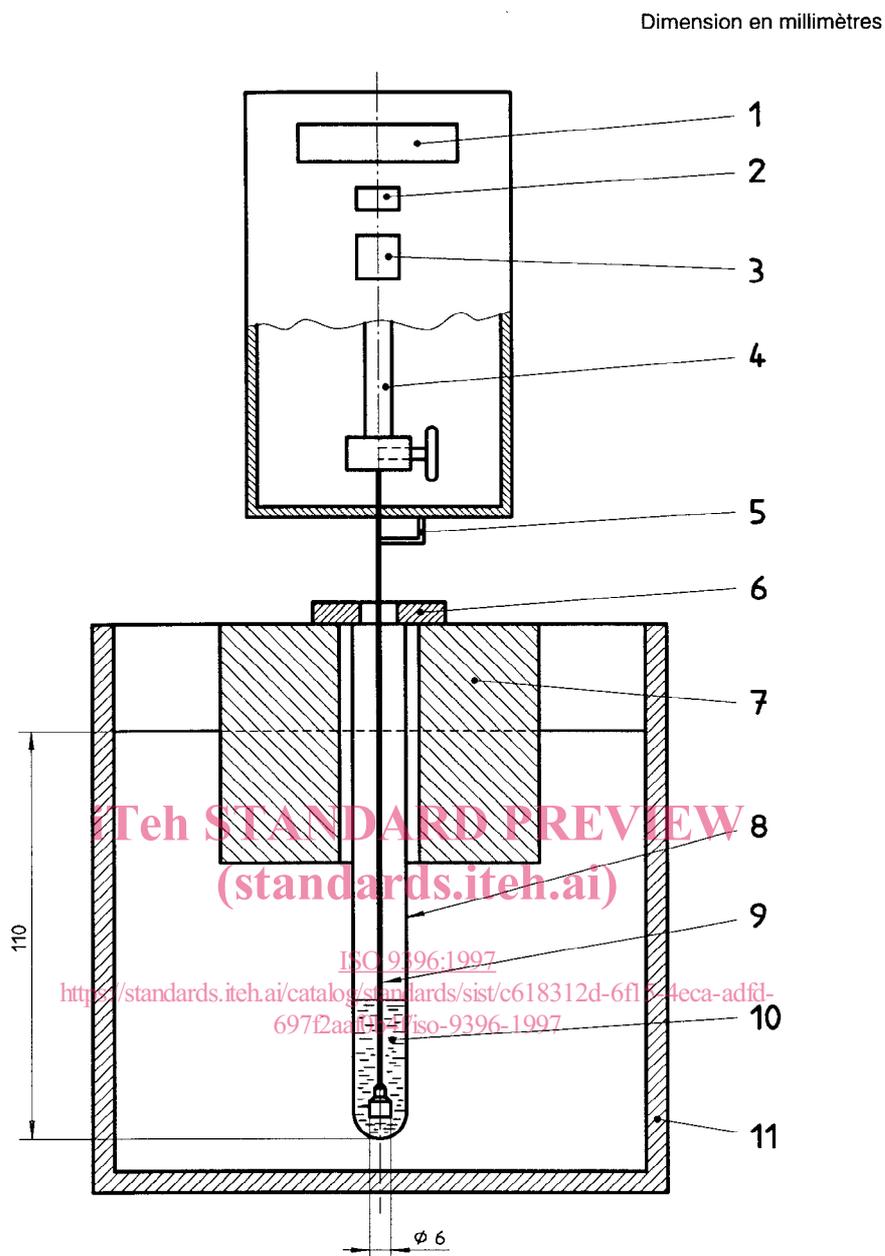
La valeur au-dessous de laquelle on peut s'attendre, avec une probabilité de 95 %, à ce que se situe la différence absolue entre deux résultats d'essai, chacun étant la moyenne de déterminations en double, obtenus sur un même matériau par différents opérateurs dans des laboratoires différents, en utilisant la méthode d'essai normalisée, est

20 %

## 7 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 complète de l'échantillon de résine essayé;
- c) temps de gélification, c'est-à-dire la moyenne arithmétique de deux déterminations relevées sur l'appareil, exprimée en minutes à 0,1 min près;
- d) température à laquelle les essais ont été effectués;
- e) fréquence du mouvement vertical du plongeur.



#### Légende

- 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 essais
- 8 Tube à essais
- 9 Plongeur d'essai (non en aluminium)
- 10 Résine phénolique
- 11 Bain thermorégularisé contenant un liquide résistant à la température la plus élevée employée

Figure 1 — Appareil à plongeur à mouvement vertical alternatif pour la détermination du temps de gélification

Page blanche

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

ISO 9396:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c618312d-6f15-4eca-adfd-697f2aaf0b4f/iso-9396-1997>

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

ISO 9396:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c618312d-6f15-4eca-adfd-697f2aaf0b4f/iso-9396-1997>

---

---

**ICS 83.080.10**

**Descripteurs:** plastique, résine thermodurcissable, phénoplaste, essai, détermination, gélification, durée, matériel d'essai.

Prix basé sur 4 pages

---

---