
Plastiques — Résines de polyesters non saturés — Mesurage du temps de gélification à 25 °C

Plastics — Unsaturated polyester resins — Measurement of gel time at 25 °C

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2535:1997](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc4acb77-f6c8-42ac-8230-e1a26417164b/iso-2535-1997>



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 2535 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 2535:1974), dont elle constitue une révision mineure (rédactionnelle).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 2535:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc4acb77-f6c8-42ac-8230-e1a26417164b/iso-2535-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc4acb77-f6c8-42ac-8230-e1a26417164b/iso-2535-1997>

© 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 de polyesters non saturés – Mesurage du temps de gélification à 25 °C

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le mesurage, dans des conditions définies, du temps de gélification à 25 °C des résines de polyesters non saturés.

La méthode est applicable à toutes les résines, mais elle est plus particulièrement destinée aux résines durcissant à froid.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constitue des provisions 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* (standards.iteh.ai)

3 Définition

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc4acb77-f6c8-42ac-8230-e1a26417164b/iso-2535-1997>

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

3.1 temps de gélification: Temps nécessaire à une matière liquide pour former un gel dans des conditions spécifiées de température. [ISO 472]

4 Principe

Un mélange de résine, d'accélérateur et d'initiateur, définis quant à leur nature et à leurs proportions, est préparé à 25 °C.

Ce mélange est placé dans un tube à essais, de dimensions définies, plongé dans un bain thermorégularisé à 25 °C.

Un dispositif, qui doit modifier le moins possible les propriétés viscosimétriques du mélange, permet de repérer le moment où la viscosité du mélange atteint 50 Pa·s (500 P) (viscosité conventionnellement admise comme correspondant au début de l'état de gel). Le temps écoulé entre la fin de l'addition de l'initiateur et de l'accélérateur et le moment où la viscosité atteint 50 Pa·s est appelé conventionnellement «temps de gélification à 25 °C».

NOTE 1 La nature et les proportions d'accélérateur et d'initiateur, ainsi que la température d'essai indiquées dans la présente Norme internationale, correspondent aux conditions de référence.

Dans certains cas particuliers néanmoins, d'autres conditions peuvent avoir fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées (voir 7.2).

5 Réactifs

5.1 Acétone, de pureté $\geq 99\%$.

5.2 Toluène, de pureté $\geq 99\%$.

5.3 Accélérateur de référence: solution d'octoate de cobalt dans le toluène.

Peser, dans un bécher, $5\text{ g} \pm 0,01\text{ g}$ d'une solution de base d'octoate de cobalt contenant 6 % de cobalt métal dans un solvant inerte. Transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml munie d'un bouchon en verre rodé. Compléter à 50 ml avec du toluène (5.2).

1 ml de cette solution correspond à 0,100 g de la solution de base d'octoate de cobalt contenant 6 % de cobalt métal.

5.4 Initiateur de référence: solution de peroxyde de méthyléthylcétone à 50 % (*m/m*) dans le diméthylphtalate, titrant 9 % d'oxygène actif.

Conserver cette solution au réfrigérateur et l'utiliser dans le mois qui suit sa préparation ou sa réception.

NOTE 2 Le peroxyde de méthyléthylcétone commercial est un mélange de plusieurs isomères en proportions variables et deux produits commerciaux de même titre en oxygène actif risquent de donner des résultats différents (voir article 10).

AVERTISSEMENT — Ne jamais mélanger la solution de peroxyde de méthyléthylcétone et la solution d'octoate de cobalt sous peine de constituer un mélange explosif. Mélanger chaque constituant séparément à la résine de polyester.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Appareillage

6.1 Tube à essais, en verre borosilicaté, de 18 mm de diamètre intérieur, 180 mm de longueur et 1,2 mm $\pm 0,2\text{ mm}$ d'épaisseur de paroi, muni d'un bouchon, destiné à contenir le mélange en essai.

6.2 Dispositif de mesurage de la viscosité du mélange à l'intérieur du tube à essais.

Le dispositif doit être tel qu'il modifie le moins possible les propriétés rhéologiques du mélange.

NOTE 3 Il est possible d'utiliser un appareil tel que le suivant (voir figure 1), donné à titre d'exemple.

Une tige en verre, de 6 mm de diamètre et d'une longueur suffisante, est immergée de 50 mm dans le mélange. La tige tourne autour de son axe à faible vitesse (1 r/min à 2 r/min) par l'intermédiaire d'un fil de torsion mû lui-même par un moteur électrique à réducteur.

Lorsque le fil de torsion s'est tordu d'un angle correspondant à une viscosité d'environ 50 Pa·s (500 P), le mesurage est terminé. Un dispositif automatique peut aussi être utilisé pour arrêter le moteur ainsi que le chronomètre et signaler la fin de l'essai.

6.3 Bain, thermorégularisable à $25\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ et abrité de la lumière.

6.4 Bécher, de 100 ml de capacité.

6.5 Deux pipettes graduées, de 1 ml de capacité, graduées en 0,01 ml et **clairement repérées pour qu'il n'y ait pas de confusion entre elles**.

6.6 Balance, précise à 0,1 g.

6.7 Spatule, en acier inoxydable.

6.8 Chronomètre, précis à 1 s.

Dimensions en millimètres

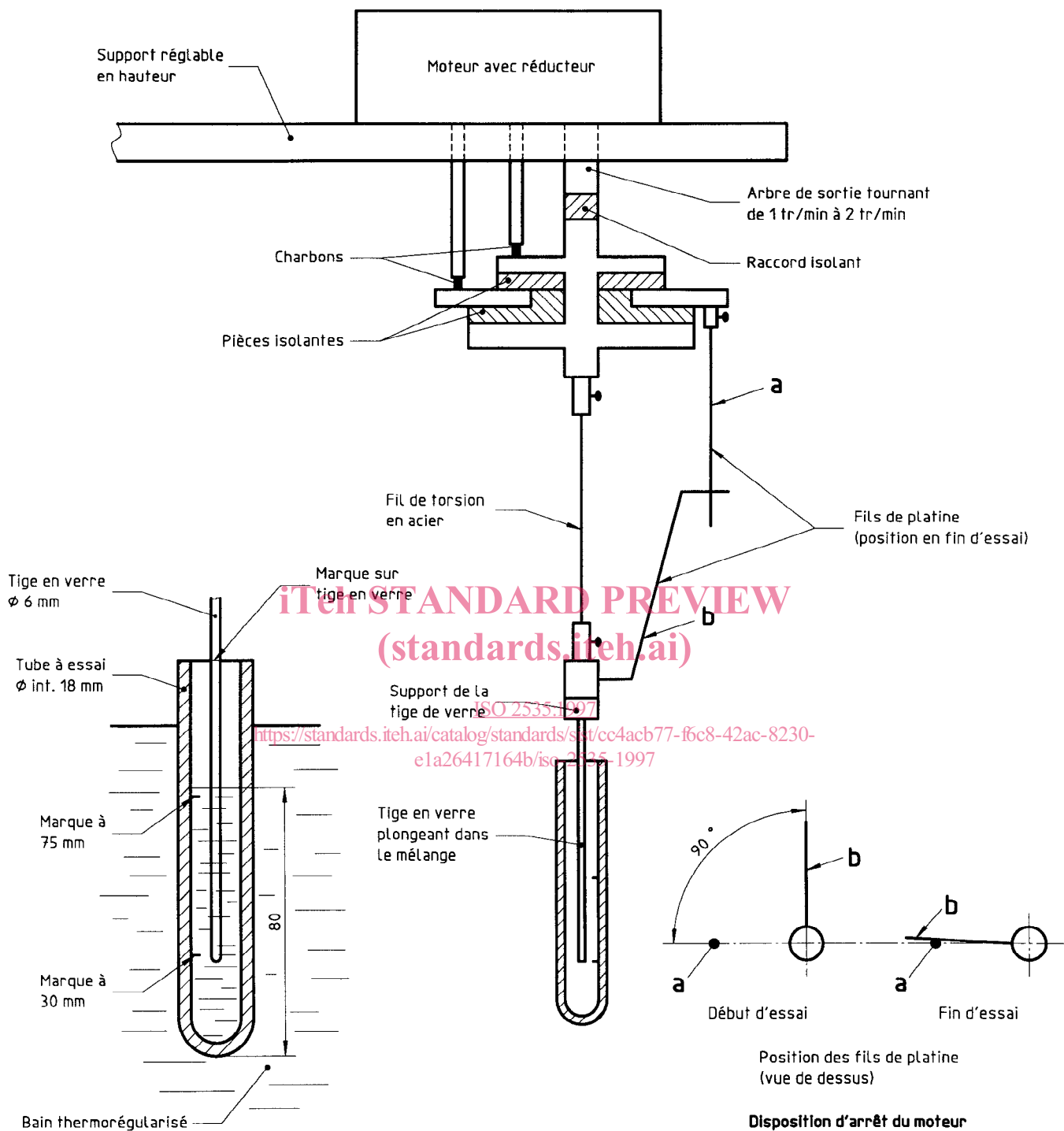


Figure 1 — Appareil de repérage de la prise en gel par tige tournante en verre, donné à titre d'exemple

7 Mode opératoire

7.1 Détermination

Nettoyer à l'acétone (5.1) le tube à essais (6.1), le sécher, le boucher et l'immerger sur environ 80 mm de longueur dans le bain (6.3) réglé à 25 °C.

Peser $50 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ de résine dans le bécher (6.4), placer celui-ci dans le bain à $25 \text{ }^\circ\text{C}$ et attendre un temps suffisant pour que le bécher et son contenu aient atteint cette température.

Ajouter, à l'aide de l'une des pipettes (6.5), $0,50 \text{ ml}$ de la solution d'octoate de cobalt (5.3) à la résine et homogénéiser à la spatule (6.7).

Ajouter, à l'aide de l'autre pipette, $0,70 \text{ ml}$ de la solution de peroxyde de méthyléthylcétone (5.4) au mélange obtenu, mettre en marche le chronomètre (6.8) et homogénéiser à la spatule durant 30 s .

Sortir le tube à essais du bain, le déboucher et y verser le mélange, en évitant de le faire couler sur les bords, en quantité telle que le niveau de la résine soit à 80 mm du fond lorsque la partie du dispositif de mesurage de la viscosité (6.2), qui doit se trouver dans le tube, y aura été introduite.

Immerger à nouveau le tube à essais dans le bain à $25 \text{ }^\circ\text{C}$ de façon que le niveau du mélange dans le tube soit 2 cm au-dessous du niveau du liquide dans le bain.

Installer le dispositif de mesurage de la viscosité.

Arrêter le chronomètre lorsque la viscosité atteint environ $50 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (500 P). Noter la durée indiquée par le chronomètre, en l'arrondissant à $0,1 \text{ min}$.

Sortir du tube à essais le dispositif de mesurage de la viscosité, nettoyer soigneusement l'ensemble à l'acétone et sécher.

Effectuer une deuxième détermination dans les mêmes conditions avec un tube neuf.

Si les deux résultats obtenus diffèrent entre eux de plus de 10% , effectuer d'autres déterminations jusqu'à ce que deux résultats consécutifs ne diffèrent pas de plus de 10% .

ISO 2535:1997

Si l'on a utilisé un appareil tel que celui décrit dans la note 3 de 6.2 et illustré par la figure 1, procéder de la façon suivante:

Après nettoyage du tube à essais, faire à l'extérieur du tube deux marques au crayon gras à 30 mm et 75 mm du fond du tube, le boucher et le mettre dans le bain.

Nettoyer la tige en verre à l'acétone et la sécher. Placer la tige dans le tube à essais de façon que son extrémité soit à 30 mm du fond du tube, et faire une marque au crayon gras sur la tige au niveau de l'extrémité supérieure du tube à essais.

Après préparation du mélange dans le bécher, en verser dans le tube à essais jusqu'à la marque à 75 mm .

Immerger, comme indiqué plus haut, le tube à essais dans le bain. Fixer le tube verticalement et introduire la tige en verre dans le mélange de façon que la marque sur la tige affleure le bord supérieur du tube à essais. Ajuster la position du tube pour que la tige en verre se trouve rigoureusement dans l'axe du tube. Mettre le moteur en marche. Lorsque la viscosité du mélange atteint la valeur fixée, arrêter moteur et chronomètre et continuer comme indiqué plus haut.

7.2 Remarque sur le mode opératoire

La température de $25 \text{ }^\circ\text{C}$ et les concentrations de $0,1 \%$ d'octoate de cobalt (contenant 6% de Co) et de $1,4 \%$ de peroxyde de méthyléthylcétone (titrant 9% d'oxygène actif), qui sont indiquées dans la présente Norme internationale, correspondent aux conditions les plus courantes dans la pratique et constituent les conditions de référence.

Cependant, pour certaines résines et/ou pour certaines applications, il peut parfois être intéressant

- d'effectuer la détermination à 20 °C ou 30 °C;
- d'utiliser des concentrations différentes, plus faibles ou plus élevées des réactifs ci-dessus;
- d'utiliser d'autres systèmes d'accélérateur et/ou d'initiateur.

Ces conditions différentes feront normalement l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

8 Expression des résultats

Calculer la moyenne arithmétique des deux résultats obtenus et l'arrondir à 0,1 min près. Cette valeur moyenne ainsi arrondie est le temps de gélification à 25 °C.

9 Fidélité

La fidélité de cette méthode 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.

10 Rapport d'essai

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale; [ISO 2535:1997](#)
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon; [77-f6c8-42ac-8230-e1a26417164b/iso-2535-1997](#)
- c) temps de gélification à 25 °C;
- d) origine commerciale du peroxyde de méthyléthylcétone employé (voir note 2 de 5.4);
- e) toute modification des conditions de référence et, en particulier, l'utilisation d'accélérateur et/ou d'initiateur, de nature et/ou de proportions différentes, l'emploi d'une température autre que 25 °C, etc.;
- f) date de l'essai;
- g) toute autre information utile.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2535:1997](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc4acb77-f6c8-42ac-8230-e1a26417164b/iso-2535-1997>

ICS 83.080.10

Descripteurs: plastique, résine thermodurcissable, polyester, essai, essai physique, détermination, gélification.

Prix basé sur 5 pages
