

---

---

**Plastiques — Résines de polyesters non saturés — Mesurage du temps de gel à température ambiante**

*Plastics — Unsaturated-polyester resins — Measurement of gel time at ambient temperature*

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

[ISO 2535:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f535c61-1be1-451d-ab7b-ac6a975d2ce5/iso-2535-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f535c61-1be1-451d-ab7b-ac6a975d2ce5/iso-2535-2001>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 2535:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f535c61-1be1-451d-ab7b-ac6a975d2ce5/iso-2535-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f535c61-1be1-451d-ab7b-ac6a975d2ce5/iso-2535-2001>

© ISO 2001

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## Sommaire

Page

|  |    |
|--|----|
| Avant-propos.....  | iv |
| 1 <b>Domaine d'application</b> .....                         | 1  |
| 2 <b>Références normatives</b> .....                         | 1  |
| 3 <b>Termes et définitions</b> .....                         | 1  |
| 4 <b>Principe</b> .....                                      | 1  |
| 5 <b>Réactifs</b> .....                                      | 2  |
| 6 <b>Appareillage</b> .....                                  | 2  |
| 7 <b>Mode opératoire</b> .....                               | 3  |
| 8 <b>Expression des résultats</b> .....                      | 4  |
| 9 <b>Fidélité</b> .....                                      | 4  |
| 10 <b>Rapport d'essai</b> .....                              | 4  |
| <b>Annexe A (normative) Appareil à déclenchement</b> .....   | 5  |
| <b>Annexe B (normative) Appareil à mesure continue</b> ..... | 7  |

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 2535:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f535c61-1be1-451d-ab7b-ac6a975d2ce5/iso-2535-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f535c61-1be1-451d-ab7b-ac6a975d2ce5/iso-2535-2001>

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 2535 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 2535:1997), qui a fait l'objet d'une révision pour inclure quatre variantes de la méthode d'origine, des procédures de calibration pour l'appareil utilisé pour la détermination de la durée de gel (voir les articles A.2 et B.2) et des données de fidélité.

Les annexes A et B constituent des éléments normatifs de la présente Norme internationale.

# Plastiques — Résines de polyesters non saturés — Mesurage du temps de gel à température ambiante

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes de mesurage, dans des conditions définies, du temps de gel à température ambiante (dans l'intervalle 18 °C à 30 °C) des résines de polyesters non saturés.

Si nécessaire, la température de référence de l'essai est 25 °C.

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

[ISO 2535:2001](#)

ISO 472:1999, *Plastiques — Vocabulaire*, <https://www.iso.org/standards/catalog/standards/sist/6f535c61-1be1-451d-ab7b-ac6a975d2ce5/iso-2535-2001>

ISO 4619:1998, *Siccateurs pour peintures et vernis*.

ISO 15038:1999, *Plastiques — Agents de réticulation à base de peresters organiques pour matériaux thermodurcissables à base de polyesters non saturés — Détermination de la teneur en oxygène actif*.

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions contenus dans l'ISO 472, ainsi que le terme et la définition suivants s'appliquent.

### 3.1

#### temps de gel à température ambiante

temps écoulé entre la fin de l'addition d'un initiateur à une résine et le moment où la viscosité atteint 50 Pa·s

## 4 Principe

Mesurage du temps mis pour qu'un mélange défini (résine, accélérateur, initiateur) placé à température ambiante (dans l'intervalle 18 °C à 30 °C) atteigne une viscosité de 50 Pa·s (viscosité conventionnellement admise comme correspondant à l'état de gel).

Quatre méthodes sont spécifiées:

La méthode A1 utilise un appareil à déclenchement automatique (voir annexe A) dans lequel une tige de verre tourne dans un mélange de résine contenu dans un tube à essai, et la rotation de la tige de verre s'arrête automatiquement quand est atteinte la viscosité de 50 Pa·s.

La méthode A2 utilise un appareil à déclenchement automatique, mais le mélange de résine est contenu dans un bécher.

La méthode B1 utilise un appareil à mesure continue (voir annexe B) dans lequel une tige de verre est animée d'un mouvement oscillatoire horizontal dans un mélange de résine placé dans un tube à essai. La viscosité est mesurée en continu pour tracer une courbe de viscosité en fonction du temps.

La méthode B2 utilise également un appareil à mesure continue, mais le mélange de résine est contenu dans un bécher.

## 5 Réactifs

Au cours de l'essai, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

### 5.1 Toluène.

**5.2 Accélérateur de référence:** solution d'octoate de cobalt contenant 0,6 % par masse de Co.

Cette solution peut, par exemple, être préparée de la manière suivante:

Pipetter 5 ml d'une solution de base d'octoate de cobalt, contenant 6 % par masse de cobalt, dans un solvant inerte (un ester aliphatique par exemple) dans une fiole volumétrique à bouchon rodé. Diluer à 50 ml avec du toluène (5.1) et bien mélanger en agitant.

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

S'il est nécessaire de déterminer le taux de cobalt dans toute autre solution, ceci peut être fait selon l'ISO 4619.

**5.3 Initiateur de référence:** solution à 50 % par masse de peroxyde de méthyléthylcétone dans le diméthylphtalate titrant 9 % d'oxygène actif.

La détermination du taux d'oxygène actif est réalisée suivant l'ISO 15038.

Il est souhaitable de conserver la solution de peroxyde à basse température (5 °C), par exemple dans un réfrigérateur. Dans ce cas, maintenir la solution 24 h à température ambiante avant utilisation.

**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 non saturé.**

## 6 Appareillage

**6.1 Récipient de mesure,** capable de contenir la quantité de mélange nécessaire à la mesure:

- pour les méthodes A1 et B1, **tube à essai en verre borosilicaté**, longueur minimale 150 mm, diamètre intérieur; 18 mm;
- pour les méthodes A2 et B2, **bécher en polypropylène**, de 50 ml de capacité.

**6.2 Dispositif de mesurage de la viscosité du mélange:** tout appareil étalonnable susceptible de repérer une viscosité de 50 Pa·s ( $\pm 2$  Pa·s) en modifiant le moins possible les propriétés viscosimétriques du mélange; le taux de cisaillement doit être négligeable.

NOTE À titre d'exemple, il est possible de faire appel à des appareils à déclenchement ou à mesure continue décrits respectivement dans les annexes A et B.

**6.3 Bain d'eau,** thermorégulé à  $\pm 0,5$  °C de la température de l'essai (qui est dans l'intervalle 18 °C à 30 °C) et abrité de la lumière.

**6.4 Bêcher en verre,** de capacité 100 ml, pour la préparation du mélange de résine.

**6.5 Deux pipettes graduées** de capacité 1 ml, avec des graduations de 0,01 ml, ou **deux microburettes de précision** au moins équivalente.

**ATTENTION — Les pipettes (ou microburettes) seront clairement identifiées (accélérateur, initiateur) pour qu'il n'y ait pas de possibilité de les confondre.**

**6.6 Balance,** précise à au moins 0,01 g près.

**6.7 Spatule,** en acier inoxydable.

**6.8 Dispositif de mesurage du temps,** précis à la seconde.

**6.9 Thermomètre,** permettant de lire la température de l'essai dans l'intervalle 18 °C à 30 °C à  $\pm 0,5$  °C.

## 7 Mode opératoire

**7.1** L'essai est conduit à température ambiante (dans l'intervalle 18 °C à 30 °C). Dans le mode opératoire décrit de 7.2 à 7.9, l'essai, pour simplifier, est mené à la température de 25 °C (température de référence).

Pour obtenir la meilleure précision possible, le matériel et les réactifs utilisés lors de l'essai doivent être au préalable à une température proche de la température de l'essai.

Pour les résines préaccélérées, omettre 7.4.

**7.2** Peser 50 g  $\pm 0,1$  g de résine à analyser dans le bêcher (6.4).

**7.3** Placer le bêcher dans le bain (6.3) jusqu'à ce que la température de la résine soit de 25 °C  $\pm 0,5$  °C.

**7.4** Ajouter 0,5 ml de la solution d'octoate de cobalt (5.2) à l'aide d'une pipette ou d'une microburette (voir 6.5). Homogénéiser avec la spatule (6.7).

**7.5** Ajouter au mélange précédent 0,7 ml de la solution de peroxyde de méthyléthylcétone (5.3) à l'aide de la seconde pipette ou microburette (voir 6.5).

**7.6** Mettre en marche le dispositif de mesurage du temps (6.8) et homogénéiser à la spatule pendant 30 s.

**7.7** Verser le mélange dans le récipient de mesure (6.1) et mettre en place le dispositif de mesurage de la viscosité (6.2) de façon identique à celle décrite dans la procédure donnée dans l'annexe A ou l'annexe B.

**7.8** Enregistrer le temps nécessaire, en minutes et secondes, pour que la viscosité atteigne 50 Pa·s.

**7.9** Faire un deuxième essai dans les mêmes conditions. Les deux résultats obtenus ne doivent pas différer de plus de 10 %. Dans le cas contraire, poursuivre les essais jusqu'à ce que ces conditions soient remplies pour deux mesures consécutives.

## 8 Expression des résultats

Le temps de gel, à la température de l'essai (dans l'intervalle 18 °C à 30 °C) et exprimé en minutes et secondes, est la moyenne arithmétique de ces deux essais.

## 9 Fidélité

Les données de fidélité ont été établies à partir d'un essai interlaboratoires effectué l'année 2000 utilisant la méthode B2 et engageant huit laboratoires européens. Deux résines commerciales de polyesters non saturés ayant un temps de gel différent ont été soumises à l'expérience et les résultats ont été analysés conformément à l'ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*. Les données peuvent être obtenues auprès du Secrétariat de l'ISO/TC 61/SC 12 au siège de l'ASTM.

La répétabilité et la reproductibilité calculées à partir de l'essai interlaboratoires sont données dans le Tableau 1.

**Tableau 1 — Répétabilité et reproductibilité**

| Échantillon | Temps de gel<br>(moyenne)<br>$s$ | Répétabilité<br>$s_r$ | Reproductibilité<br>$s_R$ |
|-------------|----------------------------------|-----------------------|---------------------------|
| UP résine A | 667                              | 17                    | 34                        |
| UP résine B | 2 758                            | 73                    | 196                       |

où

$s_r$  est l'écart-type de la fidélité de mesure, au sein d'un laboratoire pour le niveau considéré, obtenu par un opérateur utilisant plusieurs fois dans un court intervalle de temps la méthode d'essai normalisée, dans un même laboratoire, avec du matériel identique et la même résine; [ISO 2535:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f535c61-1be1-451d-ab7b-66ca975d1ee5/iso-2535-2001)

$s_R$  est l'écart-type de la fidélité de mesure entre les laboratoires pour le niveau considéré, obtenu par plusieurs opérateurs utilisant la méthode d'essai normalisée, dans des laboratoires différents, avec du matériel comparable et la même résine.

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- une référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode utilisée (A1, A2, B1 ou B2) et les détails de l'appareil de mesure;
- la température de l'essai (dans l'intervalle 18 °C à 30 °C);
- le temps de gel;
- la date de l'essai.



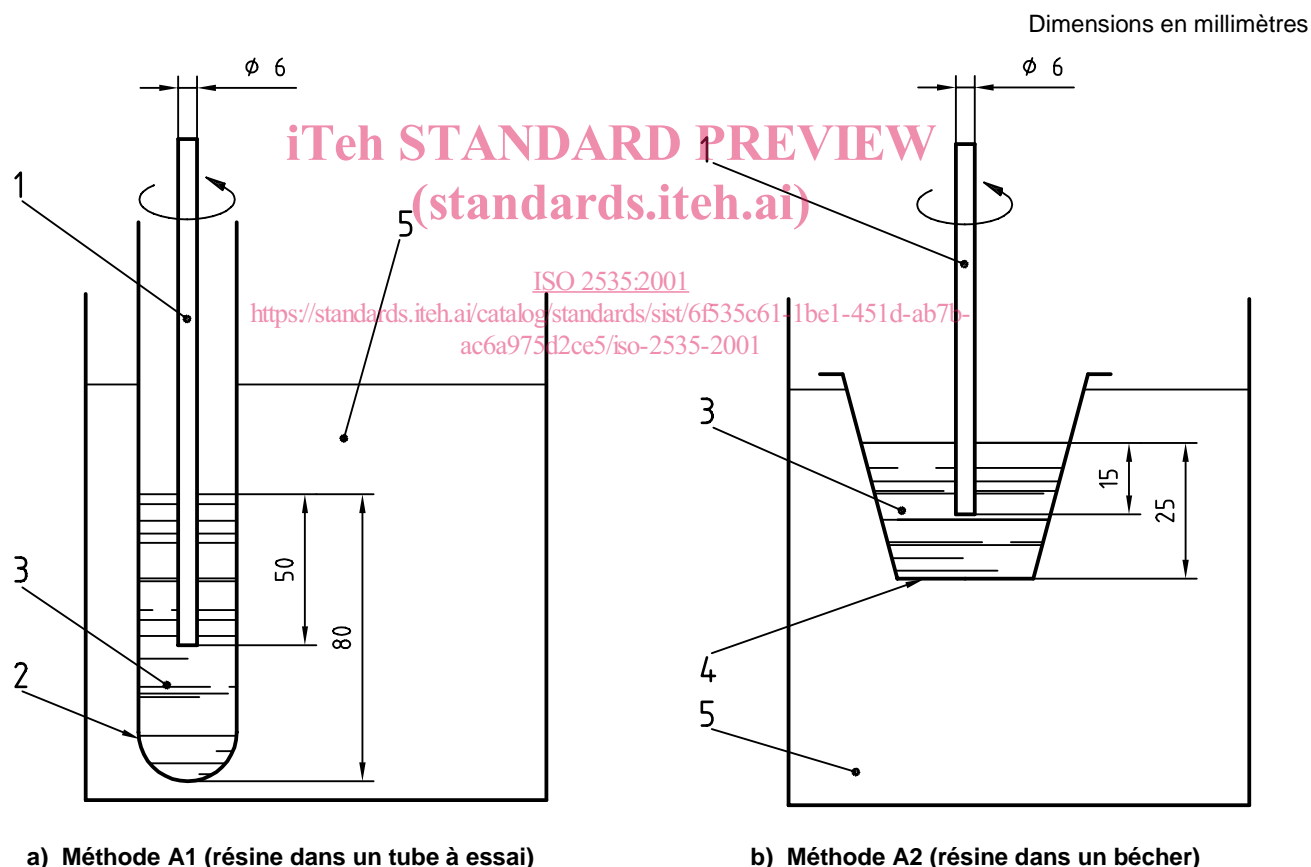
## Annexe A (normative)

### Appareil à déclenchement

#### A.1 Principes de base

Une tige de verre de 6 mm de diamètre et de longueur suffisante est immergée à une profondeur de 50 mm dans le mélange résine placé dans un tube à essai (méthode A1) ou à une profondeur de 15 mm dans le mélange placé dans un bécher (méthode A2) (voir Figures A.1).

La tige tourne autour de son axe à très faible vitesse (1 Hz à 2 Hz) par l'intermédiaire d'un fil de torsion en acier, lui-même relié à un moteur électrique. Lorsque le fil de torsion s'est tordu d'un angle correspondant à la viscosité de 50 Pa·s (voir la procédure de calibration décrite dans l'article A.2), le mesurage du temps de gel est terminé. Un déclenchement automatique arrête le moteur et enregistre le temps correspondant.



#### Légende

- 1 Tige de verre (diamètre 6 mm)
- 2 Tube à essai en verre borosilicaté
- 3 Mélange résine
- 4 Bécher en polypropylène
- 5 Bain d'eau thermorégulé

Figure A.1 — Dessin schématique d'un appareil à déclenchement