

NORME INTERNATIONALE 2535

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Matières ^PPlastiques — Résines de polyesters non saturés — Mesurage de la durée de gélification à 25 °C

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

Première édition — 1974-06-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2535:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/374dd5a6-aa3e-430e-801b-d3c1dd616d05/iso-2535-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/374dd5a6-aa3e-430e-801b-d3c1dd616d05/iso-2535-1974>

CDU 678.674 : 541.64

Réf. N° : ISO 2535-1974 (F)

Descripteurs : matière plastique, polyester, chaîne non saturée, essai, gélification, durée, détermination, mesurage du temps.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

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.

La Norme Internationale ISO 2535 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 61, ~~Matières plastiques~~, et soumise aux Comités Membres en septembre 1971.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Australie	Israël	Suède
Belgique	Japon	Tchécoslovaquie
Brésil	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Pologne	U.R.S.S.
France	Portugal	U.S.A.

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Canada
Italie
Suisse

Matières plastiques — Résines de polyesters non saturés — Mesurage de la durée de gélification à 25 °C

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de mesurage dans des conditions définies, de la durée de gélification à 25 °C des résines de polyesters non saturés.

Cette méthode est applicable à toutes les résines, mais plus particulièrement aux résines destinées à être utilisées à la température ambiante.

2 PRINCIPE

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

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

Un dispositif, qui doit modifier le moins possible les propriétés viscosimétriques du mélange, permet de repérer le moment où la viscosité atteint 50 Pa·s (500 P) (viscosité conventionnellement admise comme correspondant à l'état de gel).

Le temps écoulé entre la fin de l'addition de l'initiateur et le moment où la viscosité atteint 50 Pa·s est appelé conventionnellement «Durée de gélification à 25 °C».

NOTE — 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, d'autres conditions peuvent être décidées par accord entre les parties intéressées (voir chapitre 7).

3 RÉACTIFS

3.1 Acétone.

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

Peser dans un bécher 5 ± 0,01 g d'une solution de base d'octoate de cobalt dans un dispersant inerte, contenant 6 % de cobalt métal. Transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml à bouchon rodé. Diluer à 50 ml avec du toluène.

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

3.3 Initiateur de référence : solution à 50 % (m/m) de peroxyde de méthyléthylcétone dans le diméthylphthalate titrant 9 % d'oxygène actif.

Cette solution doit être conservée au réfrigérateur et sa préparation ou sa réception doit dater de moins de 1 mois.

NOTES

1 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 chapitre 8).

2 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.

4 APPAREILLAGE

4.1 Tube à essais, en verre, de 120 mm de longueur au moins et de 18 mm de diamètre intérieur, bouchable, destiné à contenir le mélange en essai.

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

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

NOTE — On peut faire appel à un appareil tel que le suivant (voir la figure), donné à titre d'exemple.

Une tige en verre de 6 mm de diamètre d'une longueur suffisante est immergée de 50 mm dans le mélange. Cette tige tourne autour de son axe à très faible vitesse (1 à 2 tr/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 la viscosité d'environ 50 Pa·s (500 P), le mesurage est terminé. Un dispositif automatique peut arrêter le moteur ainsi que le chronomètre et signaler la fin de l'essai.

4.3 Bain, thermostatisable à 25 ± 0,5 °C, abrité de la lumière.

4.4 Bécher, capacité 100 ml.

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

4.6 Balance, précise à 0,1 g près.

4.7 Spatule, en acier inoxydable.

4.8 Chronomètre, précis à 1 s.

5 MODE OPÉRATOIRE

Nettoyer à l'acétone (3.1) le tube à essais (4.1), le sécher, le boucher et l'immerger sur 80 mm de longueur au moins dans le bain (4.3) réglé à 25 °C.

Peser $50 \pm 0,1$ g de résine dans le bécher (4.4), placer celui-ci dans le bain à 25 °C et attendre un temps suffisant pour que le bécher et son contenu soient à cette température.

Mesurer à la pipette (4.5) 0,50 ml de la solution d'octoate de cobalt (3.2), l'ajouter à la résine et homogénéiser à la spatule (4.7).

Mesurer avec une seconde pipette 0,70 ml de la solution de peroxyde de méthyléthylcétone (3.3), l'ajouter au mélange précédent, mettre en marche le chronomètre (4.8) 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 (4.2) qui doit se trouver dans le tube, y aura été introduite.

Replacer le tube à essais dans le bain (4.3) à 25 °C de façon que le niveau du mélange dans le tube soit au-dessous du niveau du bain.

Installer le dispositif de mesurage de la viscosité (4.2).

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

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

NOTE — Si l'on a utilisé un appareil tel que celui décrit dans la note de 4.2 et illustré par la figure, on pourra tenir compte, lors du mode opératoire, des précisions suivantes :

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. L'extrémité de la tige, placée dans le tube à essais, étant à 30 mm du fond, 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.

Replacer, comme indiqué, ce tube à essais dans le bain. Fixer le tube verticalement et introduire la tige en verre dans le mélange de telle 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.

Faire un deuxième essai dans les mêmes conditions. Le même tube à essais peut être utilisé, pourvu qu'il ait été soigneusement nettoyé à l'acétone, mais il est préférable d'utiliser un tube neuf.

Si les deux résultats obtenus diffèrent entre eux de plus de 10 %, continuer des essais jusqu'à ce que deux essais consécutifs ne diffèrent pas de plus de 10 %.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer la moyenne arithmétique de ces deux essais et arrondir le résultat à 0,1 min près.

La durée de gélification à 25 °C, exprimée à 0,1 min près, est la moyenne calculée ci-dessus.

7 REMARQUE SUR LE MODE OPÉRATOIRE

La température de 25 °C et les concentrations de 0,1 % d'octoate de cobalt (à 6 % Co) et de 1,4 % de peroxyde de méthyléthylcétone (à 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 utilisations, il peut être intéressant, exceptionnellement

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

Ces conditions différentes doivent être définies normalement par accord entre les parties intéressées.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) l'identification de l'échantillon;
- b) la durée de gélification à 25 °C;
- c) l'origine commerciale du peroxyde de méthyléthylcétone employé (voir note 1 de 3.3);
- d) 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.

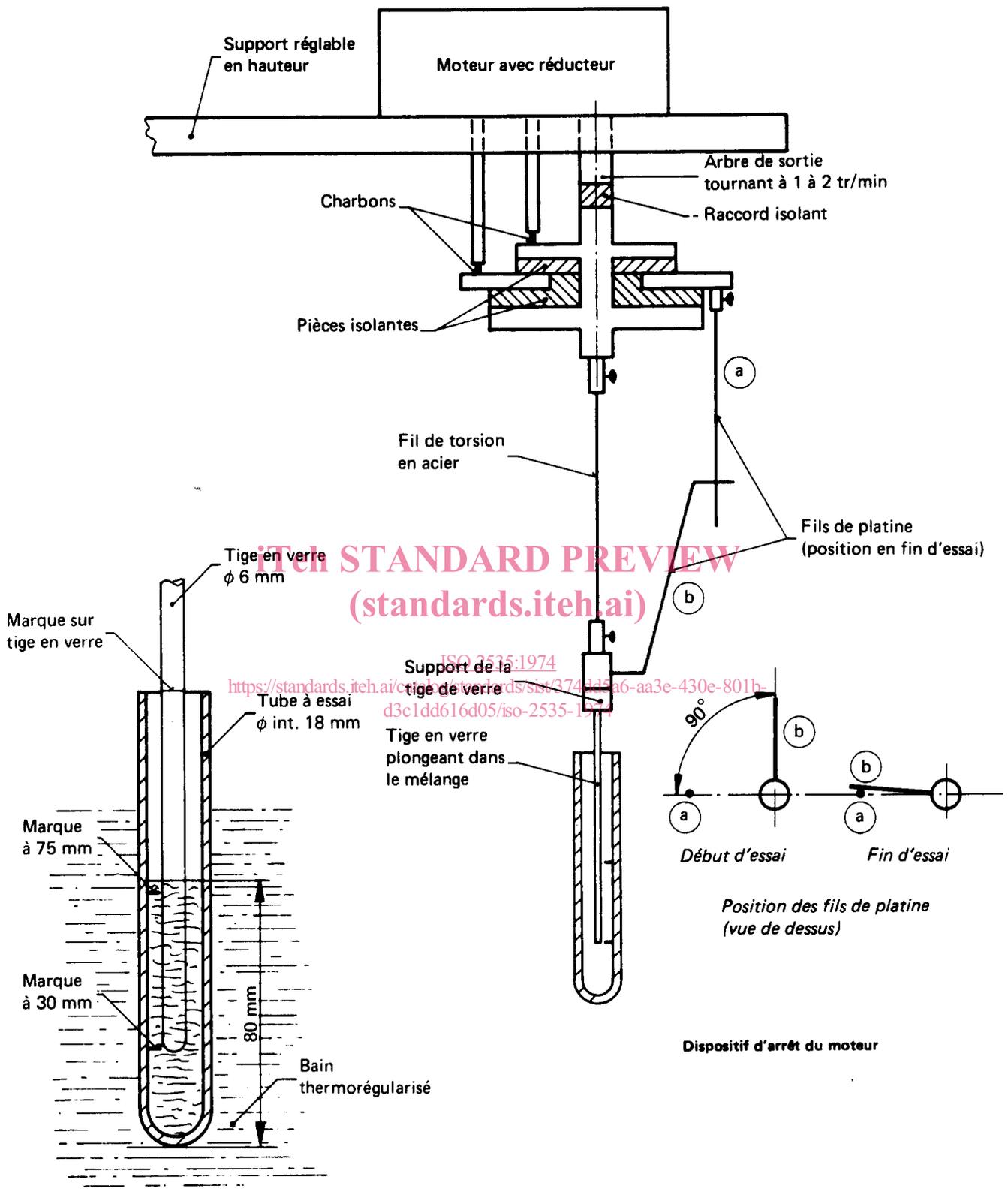


FIGURE — Appareil de repérage de la prise en gel par tige tournante en verre, donné à titre d'exemple

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2535:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/374dd5a6-aa3e-430e-801b-d3c1dd616d05/iso-2535-1974>



NORME INTERNATIONALE ISO 2535-1974 (F)/ERRATUM

Publié 1980-11-15

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION · МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ · ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Matières plastiques — Résines de polyesters non saturés — Mesurage de la durée de gélification à 25 °C

ERRATUM

iTeh STANDARD PREVIEW

Page de couverture extérieure et page 1

(standards.iteh.ai)

Remplacer le premier élément du titre par :

«**Plastiques**».

[ISO 2535:1974](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/374dd5a6-aa3e-430e-801b-d3c1dd616d05/iso-2535-1974>

Page de couverture intérieure

Remplacer le titre du comité technique ISO/TC 61 par :

«**Plastiques**».

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2535:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/374dd5a6-aa3e-430e-801b-d3c1dd616d05/iso-2535-1974>