

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

249-3-1

Deuxième édition
Second edition
1981-01

Matériaux de base pour circuits imprimés

Troisième partie:

**Matériaux spéciaux utilisés en association avec
les circuits imprimés**

Spécification N° 1: Feuille préimprégnée utilisée
comme matériau de collage dans la fabrication des
cartes imprimées multicouches

Base materials for printed circuits

Part 3:

**Special materials used in connection with
printed circuits**

Specification No. 1: Prepreg for use as bonding sheet
material in the fabrication of multilayer printed boards



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 249-3-1: 1981

Numéros des publications

Depuis le 1^{er} janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- «Site web» de la CEI*
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement (Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI)*.

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates (On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary (IEV)*.

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

249-3-1

Deuxième édition
Second edition
1981-01

Matériaux de base pour circuits imprimés

Troisième partie:

**Matériaux spéciaux utilisés en association avec
les circuits imprimés**

Spécification N° 1: Feuille préimprégnée utilisée
comme matériau de collage dans la fabrication des
cartes imprimées multicouches

Base materials for printed circuits

Part 3:

**Special materials used in connection with
printed circuits**

Specification No. 1: Prepreg for use as bonding sheet
material in the fabrication of multilayer printed boards

© IEC 1981 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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 photo-
copie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in
any form or by any means, electronic or mechanical,
including photocopying and microfilm, without permission in
writing from the publisher.

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembe Geneva, Switzerland
e-mail: inmail@iec.ch

IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

K

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
Articles	
1. Domaine d'application	6
2. Désignation	6
3. Matériaux et composition	6
3.1 Généralités	6
3.2 Tissu de verre	6
4. Feuille de matériau de collage	8
4.1 Epaisseur après stratification	8
4.2 Aspect	8
4.3 Propriétés de la feuille de matériau de collage	8
4.4 Emballage et marquage	10
4.5 Exigences supplémentaires pour le matériau de collage livré en rouleaux	10
5. Méthodes d'essai de la feuille de matériau de collage	12
5.1 Teneur en résine	12
5.2 Taux de fluage de la résine	14
5.3 Teneur en produits volatils	16
5.4 Temps de gélification	16
5.5 Epaisseur	18
FIGURE	20

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
Clause	
1. Scope	7
2. Designations	7
3. Materials and construction	7
3.1 General	7
3.2 Woven glass fabric	7
4. Bonding sheet material	9
4.1 Thickness, after laminating	9
4.2 Appearance	9
4.3 Properties of the bonding sheet material	9
4.4 Packaging and marking	11
4.5 Additional requirements for bonding sheet material when supplied in rolls	11
5. Methods of test for bonding sheet material	13
5.1 Resin content	13
5.2 Resin flow	15
5.3 Volatiles content	17
5.4 Gel time	17
5.5 Thickness	19
FIGURE	20

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MATÉRIAUX DE BASE POUR CIRCUITS IMPRIMÉS

Troisième partie: Matériaux spéciaux utilisés en association avec les circuits imprimés

**SPÉCIFICATION N° 1: FEUILLE PRÉIMPRÉGNÉE UTILISÉE COMME MATÉRIAU
DE COLLAGE DANS LA FABRICATION DES CARTES IMPRIMÉES MULTICOUCHES**

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La présente norme a été établie par le Comité d'Etudes N° 52 de la CEI: Circuits imprimés.

Elle constitue la deuxième édition de la Publication 249-3 de la CEI. La Publication 249-3A de la CEI (1976) reste valable; lors d'une prochaine révision, elle sera numérotée 249-3-2.

Un premier projet fut discuté lors de la réunion tenue à Baden-Baden en 1979. A la suite de cette réunion, un projet, document 52(Bureau Central)196, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en février 1980.

Les Comités nationaux des pays ci-après se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Afrique du Sud (République d')	Hongrie
Allemagne	Israël
Australie	Italie
Autriche	Japon
Belgique	Pays-Bas
Bulgarie	Roumanie
Chine	Royaume-Uni
Corée (République de)	Suède
Danemark	Suisse
Egypte	Turquie
Espagne	Union des Républiques
France	Socialistes Soviétiques

Autre publication de la CEI citée dans la présente norme:

Publication n° 249-1: Matériaux de base pour circuits imprimés, Première partie: Méthodes d'essai.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

BASE MATERIALS FOR PRINTED CIRCUITS

Part 3: Special materials used in connection with printed circuits

SPECIFICATION No. 1: PREPREG FOR USE AS BONDING SHEET MATERIAL
IN THE FABRICATION OF MULTILAYER PRINTED BOARDS

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This standard has been prepared by IEC Technical Committee No. 52: Printed Circuits.

It forms the second edition of IEC Publication 249-3. IEC Publication 249-3A (1976) is still valid, it will be renumbered as 249-3-2 when next revised.

A first draft was discussed at the meeting held in Baden-Baden in 1979. As a result of this meeting, a draft, Document 52(Central Office)196, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in February 1980.

The National Committees of the following countries voted explicitly in favour of publication:

Australia	Japan
Austria	Korea (Republic of)
Belgium	Netherlands
Bulgaria	Romania
China	South Africa (Republic of)
Denmark	Spain
Egypt	Sweden
France	Switzerland
Germany	Turkey
Hungary	Union of Soviet
Israel	Socialist Republics
Italy	United Kingdom

Other IEC publication quoted in this standard:

Publication No. 249-1: Base Materials for Printed Circuits, Part 1: Test Methods.

MATÉRIAUX DE BASE POUR CIRCUITS IMPRIMÉS

Troisième partie: Matériaux spéciaux utilisés en association avec les circuits imprimés

SPÉCIFICATION N° 1: FEUILLE PRÉIMPRÉGNÉE UTILISÉE COMME MATÉRIAU DE COLLAGE DANS LA FABRICATION DES CARTES IMPRIMÉES MULTICOUCHES

1. Domaine d'application

La présente spécification énumère les propriétés exigées de deux types de tissu de verre imprégné de résine époxyde semi-polymérisée à l'état B utilisés pour assembler des circuits imprimés réalisés à partir de feuilles de stratifiés métallisés pour obtenir des cartes imprimées multicouches.

2. Désignation

Type G: tissu de verre imprégné de résine époxyde pour usage général;

Type GF: tissu de verre imprégné de résine époxyde à inflammabilité définie.

3. Matériaux et composition

3.1 Généralités

La feuille de collage est composée d'un tissu de verre imprégné de résine époxyde semi-polymérisée à l'état B. L'inflammabilité du matériau type GF doit être définie suivant les exigences du paragraphe 4.3.2.

3.2 Tissu de verre

3.2.1 Généralités

Le tissu de verre doit être un tissu uni, tissé avec des filaments continus filés à partir de verre de qualité électrique (ne contenant pas plus de 1% d'oxydes de métaux alcalins exprimés en Na_2O). Le tissu doit être apprêté avec un apprêt compatible avec la résine époxyde.

3.2.2 Propriétés

Les propriétés suivantes du tissu de verre avant imprégnation doivent être définies par le fabricant de la feuille de collage:

- épaisseur nominale;
- masse nominale par unité de surface;
- nombre nominal de fils (d'abord le nombre de fils de chaîne suivi du nombre de fils de trame).

Pour information, les propriétés de quelques-uns des tissus de verre les plus largement utilisés sont données dans le tableau suivant:

Propriétés de quelques tissus de verre avant imprégnation

Epaisseur nominale (μm)	Masse nominale par unité de surface (g/m^2)	Nombre nominal de fils (fils de chaîne et fils de trame) (fils au cm)
25	20	24 × 20
50	47	24 × 19
75	71	16 × 15
75	84	24 × 25
100	109	24 × 23

BASE MATERIALS FOR PRINTED CIRCUITS

Part 3: Special materials used in connection with printed circuits

SPECIFICATION No. 1: PREPREG FOR USE AS BONDING SHEET MATERIAL IN THE FABRICATION OF MULTILAYER PRINTED BOARDS

1. Scope

This specification gives the requirements for properties of two types of epoxide resin impregnated woven glass fabric with the resin cured to a B-stage. They are used for bonding together printed circuits formed from metal-clad epoxide glass laminates to produce multilayer printed boards.

2. Designations

Type G: general purpose epoxide resin impregnated glass fabric;
Type GF: epoxide resin impregnated glass fabric of defined flammability.

3. Materials and construction

3.1 General

The bonding sheet consists of woven glass fabric impregnated with epoxide resin cured to a B-stage. The flammability of Type GF material shall be defined in terms of the requirements of Sub-clause 4.3.2.

3.2 Woven glass fabric

3.2.1 General

The glass fabric shall be plain weave glass cloth, woven from continuous filament yarns made from electrical grade glass (containing not more than 1% alkali metal oxide expressed as Na_2O). The fabric shall be finished with a finishing material compatible with epoxide resins.

3.2.2 Properties

The following properties of the glass fabric before impregnation shall be stated by the manufacturer of the bonding sheet material:

- nominal thickness;
- nominal mass per unit area;
- nominal thread count (giving the warp count as the first number and the fill or weft count as the second number).

The properties of some of the most widely used glass fabrics are listed for information in the following table:

Properties of some glass fabrics before impregnation

Nominal thickness (μm)	Nominal mass per unit area (g/m^2)	Nominal thread count (warp ends and weft picks) (Threads per cm)
25	20	24 × 20
50	47	24 × 19
75	71	16 × 15
75	84	24 × 25
100	109	24 × 23

4. Feuille de matériau de collage

4.1 Épaisseur après stratification

Le fabricant de feuille de matériau de collage doit mentionner l'épaisseur moyenne par couche du tissu préimprégné après stratification et polymérisation selon ses recommandations. Une méthode normalisée pour déterminer l'épaisseur moyenne est donnée au paragraphe 5.5.

La tolérance sur l'épaisseur du matériau stratifié et polymérisé doit être définie par accord entre acheteur et fournisseur.

Note. — Cette épaisseur est influencée par les conditions de stratification et ne peut être valable que pour les conditions recommandées.

4.2 Aspect

Il ne doit pas y avoir de cassures du tissu de verre, de matières étrangères ou d'autres imperfections qui seraient préjudiciables à l'usage prévu de la feuille de matériau de collage.

Les craquelures à la surface de la résine ne sont pas une cause de rejet à condition qu'il n'y ait pas de poudrage excessif.

4.3 Propriétés de la feuille de matériau de collage

La feuille de matériau de collage doit répondre aux exigences suivantes:

4.3.1 Propriétés à l'état B avant stratification

Propriétés	Unité	Méthode d'essais (paragraphe)	Exigences
Teneur en produits volatils	%	5.3	Pas plus de 0,75%
Teneur en résine	%	5.1	$X \pm 5$ pour toute éprouvette
Taux de fluage de la résine	%	5.2	$X \pm 3$ pour les valeurs nominales de $X \leq 20\%$ $X \pm 5$ pour les valeurs nominales de $X > 20\%$
Temps de gélification	s	5.4	$X \pm 15\%$ de la valeur nominale de X spécifiée

X = valeurs nominales respectives déterminées par accord entre acheteur et fournisseur.

4.3.2 Propriétés de la feuille de matériau de collage après stratification

Les propriétés d'un stratifié de 0,8 mm d'épaisseur nominale, fabriqué selon le procédé recommandé par le fournisseur, doivent être celles du tableau suivant. Si des matériaux très fins à haute teneur en résine et taux de fluage de résine important ne peuvent être stratifiés avec succès à l'épaisseur de 0,8 mm, l'épaisseur du stratifié et les exigences doivent être définies par accord entre acheteur et fournisseur.

4. Bonding sheet material

4.1 Thickness, after laminating

The manufacturer of the bonding sheet material shall state the average thickness per layer of the impregnated fabric after laminating and curing in accordance with his recommendations. A standard procedure for determining the average thickness is given in Sub-clause 5.5.

Permitted variations in thickness of laminated and cured material shall be subject to agreement between purchaser and supplier.

Note. — This thickness is influenced by laminating conditions and should not be assumed valid for conditions other than those recommended.

4.2 Appearance

There shall be no breaks in the glass fabric, foreign matter or other imperfections present which will be detrimental to the intended use of the bonding sheet material.

Cracks in the resin surface shall not be a cause for rejection provided there is no evidence of excessive powdering.

4.3 Properties of the bonding sheet material

The bonding sheet material shall meet the following requirements:

4.3.1 Properties in the B-stage, prior to laminating

Property	Units	Test method (Sub-clause)	Requirements
Volatiles content	%	5.3	Not greater than 0.75%
Resin content	%	5.1	$X \pm 5$ for any specimen
Resin flow	%	5.2	$X \pm 3$ for nominal values $X \leq 20\%$ $X \pm 5$ for nominal values $X > 20\%$
Gel time	s	5.4	$X \pm 15\%$ of the specified nominal value X

X = respective nominal values to be agreed between purchaser and supplier.

4.3.2 Properties of the bonding sheet material when laminated

Properties of a laminate of 0.8 mm nominal thickness when made in accordance with the supplier's recommended procedure shall be as specified in the following table. If very thin materials of high resin content and flow cannot reliably be pressed as a laminate as thick as 0.8 mm, the thickness of the laminate and the requirements shall be agreed between purchaser and supplier.

Propriétés	Méthode d'essai (paragraphe de la Publication 249-1 de la CEI)	Exigences
Inflammabilité	4.3.4	Temps de combustion avec flamme après chaque application de la flamme à chaque éprouvette ≤ 30 s Totalité du temps de combustion avec flamme pour les dix applications de la flamme pour chaque jeu de cinq éprouvettes ≤ 250 s Temps de combustion sans flamme après le deuxième retrait de la flamme ≤ 60 s Combustion avec ou sans flamme jusqu'à la pince de fixation Aucune Chute de particules enflammées mettant le feu au papier de soie Aucune
Choc thermique	3.7	Aucun cloquage ou décollement interlaminaire après 20 s
Permittivité après chaleur humide et reprise	2.7	5,5 max.
Facteur de dissipation après chaleur humide et reprise	2.7	0,035 max.
Rigidité diélectrique normale au plan de la feuille (facultatif)	2.8	10 kV/mm min.

Les méthodes d'essai auxquelles il est fait référence dans ce paragraphe comprennent la préparation des éprouvettes par élimination de la feuille de stratifié métallisé. Cette étape doit être omise pour les essais de la feuille de collage après stratification.

4.3.3 Stabilité des propriétés

Les valeurs de teneur en produits volatils, de taux de fluage de résine et de temps de gélification, définies par accord entre acheteur et fournisseur, doivent rester dans les limites de cette spécification pendant un délai minimal de 90 jours à partir de la date d'expédition, quand le matériau est stocké suivant les recommandations de température et d'humidité relative de stockage données par le fournisseur et en absence de lumière et de tout autre élément catalyseur.

4.4 Emballage et marquage

Toutes les feuilles de matériau de collage d'un même paquet doivent être empilées dans le même sens par rapport à la chaîne de tissu de verre, et cette direction doit être convenablement indiquée.

Si la livraison est faite en rouleaux, les extrémités des rouleaux doivent être correctement protégées.

Chaque paquet doit être convenablement marqué du nom du fabricant, du numéro de cette spécification, de la désignation du type, du numéro du lot, de la date d'expédition, de la teneur nominale en résine, de la valeur du taux de fluage de la résine, du temps nominal de gélification et des conditions de stockage recommandées.

4.5 Exigences supplémentaires pour le matériau de collage livré en rouleaux

4.5.1 La tolérance sur la largeur des rouleaux de plus de 800 mm de large ne doit pas être supérieure à ± 25 mm.

Property	Test method (Sub-clause of IEC Publication 249-1)	Requirements
Flammability	4.3.4	Flaming combustion time after each application of the test flame for each test specimen ≤ 30 s Total flaming combustion time for the ten flame applications for each set of five specimens ≤ 250 s Glowing combustion time after the second removal of the test flame ≤ 60 s Flaming or glowing combustion up to the holding clamp None Dripping flaming particles that ignite the tissue paper None
Heat shock	3.7	No blistering or delamination after 20 s
Permittivity after damp heat, steady state	2.7	5.5 max.
Dissipation factor after damp heat, steady state	2.7	0.035 max.
Electrical strength normal to plane of sheet (optional)	2.8	10 kV/mm min.

The test methods referred to in this sub-clause include the preparation of test specimens by removing foil from samples of metal-clad laminate. This stage shall be omitted for the testing of bonding sheet material when laminated.

4.3.3 *Permanence of properties*

The values for volatile content, resin flow and gel time agreed between purchaser and supplier shall remain within the limits of this specification for a minimum of 90 days from the date of despatch, when the material is kept under the manufacturer's recommended storage conditions of temperature and relative humidity, in the absence of light or other catalytic influence.

4.4 *Packaging and marking*

All the sheets of bonding sheet material in a package shall be laid in the same direction with respect to the warp of the glass fabric, and that direction shall be suitably indicated.

If supplied in rolls, the ends of the rolls shall be suitably protected.

Each package of bonding sheet material shall be suitably marked with the manufacturer's name, the number of this specification, the type designation, the lot number, the date of despatch, the nominal resin content, the nominal resin flow, the nominal gel time and recommended storage conditions.

4.5 *Additional requirements for bonding sheet material when supplied in rolls*

4.5.1 The deviation from the nominal width of rolls more than 800 mm wide shall not exceed ± 25 mm.

- 4.5.2 La tolérance sur la largeur des rouleaux coupés à une largeur spécifiée ne doit pas être supérieure à ± 3 mm.
- 4.5.3 La tolérance sur la longueur des rouleaux doit être inférieure à 1 m.
- 4.5.4 Il ne doit pas y avoir plus de deux coupes par 100 m de matériau commandé en grande largeur ou cinq coupes par 100 m de matériau coupé à la largeur spécifiée.
- 4.5.5 Les surfaces qui sont prélevées par le service du contrôle de la qualité du fournisseur, pour vérifier le matériau, peuvent être prises dans toute la largeur, mais la surface totale prélevée ne doit pas dépasser 2% de la surface totale du rouleau.

Note. — Les paragraphes 4.5.4 et 4.5.5 ci-dessus peuvent nécessiter une explication. Pour contrôler la qualité du matériau de collage qui est fabriqué en continu, il convient que le fournisseur prélève régulièrement des échantillons pour vérifier la teneur en résine, la teneur en produits volatils, le temps de gélification et le taux de fluage de la résine. Si le matériau est vendu en rouleaux, la surface totale des échantillons prélevés peut aboutir à une coupe complète du rouleau et les longueurs résultantes peuvent être aboutées dans le rouleau conformément aux exigences du paragraphe 4.5.4. Cette méthode permet des essais à intervalles de 50 m.

Dans certains cas, cette fréquence d'essai n'est pas suffisante; aussi le paragraphe 4.5.5 permet-il le prélèvement d'échantillons supplémentaires sans créer de nouvelles coupes. Quand le matériel est vendu au rouleau recoupé à une certaine largeur, celle-ci peut être plus petite que celle qui est nécessaire aux échantillons d'essai. En conséquence, la surface nécessaire aux échantillons d'essai est généralement prélevée avant le refendage puis la longueur restante est aboutée dans le rouleau conformément aux exigences du paragraphe 4.5.4.

5. Méthodes d'essai de la feuille de matériau de collage

5.1 Teneur en résine

5.1.1 Éprouvettes d'essai

Trois éprouvettes carrées de 100 ± 10 mm ($4 \pm 0,4$ in) de côté doivent être prélevées à des endroits situés le long d'une ligne perpendiculaire à la chaîne du tissu, leurs diagonales étant parallèles et perpendiculaires à la trame et à la chaîne. Une éprouvette doit être prélevée à une position équidistante des bords et les deux autres de chaque côté de la première mais pas à moins de 50 ± 25 mm (2 ± 1 in) d'un bord ou d'une lisière (voir figure 1, page 20).

Toute poussière ou effilure doit être enlevée de l'éprouvette.

Des éprouvettes supplémentaires peuvent être prises à travers la largeur du tissu pourvu qu'aucune partie de l'éprouvette ne se trouve à moins de 25 mm d'un bord ou d'une lisière.

5.1.2 Méthode

Détermination de la teneur en résine d'une éprouvette.

Un creuset de taille convenable est chauffé dans un four à moufle à 550 ± 20 °C pendant 15 min, puis est refroidi à la température ambiante dans un dessiccateur et pesé ensuite à 1 mg près (M_1).

L'éprouvette d'essai, coupée à la taille convenable, est pesée dans ce creuset (M_2), chauffée dans un four à moufle à 550 °C pendant 1 h, puis refroidie à la température ambiante dans un dessiccateur et pesée ensuite à 1 mg près. Le chauffage, le refroidissement et la pesée doivent être répétés jusqu'à ce que deux pesées successives (M_3) soient égales à 2 mg près.

La teneur en résine est calculée d'après la formule suivante:

$$\text{teneur en résine (\%)} = \frac{100 (M_2 - M_3)}{M_2 - M_1} - \text{teneur en produits volatils (\%)}$$

La teneur en résine des éprouvettes restantes est déterminée de la même manière.

4.5.2 The deviation from the nominal width of rolls slit to a specified width shall not exceed ± 3 mm.

4.5.3 The deviation in length of rolls shall be less than 1 m.

4.5.4 There shall be no more than two splices in any 100 m of material supplied in full width or five in any 100 m of material slit to specified width.

4.5.5 For the supplier's quality control, areas may have been removed over the entire width from the material supplied, but the total area removed shall not exceed 2% of the total area in the roll.

Note. — Sub-clauses 4.5.4 and 4.5.5 above may require an explanation. In order for the supplier to control the quality of bonding sheet material which is produced in a continuous process, he should periodically cut from the material samples to test specimens for resin content, volatile content, gel time and flow.

If the material is to be supplied in rolls, some of the areas from which test samples have been removed may be completely cut out, and the resulting lengths may then be spliced into a roll, subject to the requirements of Sub-clause 4.5.4. This procedure will permit tests at intervals of 50 m.

In some instances, this frequency of testing is not sufficient, so Sub-clause 4.5.5 permits removal of additional test samples without creating splices. When the material is to be supplied as slit widths in rolls, the width may be less than the area required for test samples. Consequently, removal of areas for test samples will usually require that the areas for test samples be cut out before slitting and the remaining lengths then spliced into a roll, subject to the requirements of Sub-clause 4.5.4.

5. Methods of test for bonding sheet material

5.1 Resin content

5.1.1 Test specimens

Three specimens 100 ± 10 mm (4 ± 0.4 in) square shall be taken from positions along a line normal to the warp of the fabric, with the diagonals of the specimens parallel to the warp and weft threads. One shall be taken from a position equidistant from the edges, and the other two from positions on opposite sides of the first with their outer extremities 50 ± 25 mm (2 ± 1 in) from each edge or selvage (see Figure 1, page 20).

All loose particles and projecting fibres shall be removed from the specimens.

Additional specimens may be taken from any position across the width of the fabric provided that no part of the specimen shall be less than 25 mm from an edge or selvage.

5.1.2 Procedure

Determination of resin content of one specimen.

A crucible of suitable size shall be heated in a muffle furnace at 550 ± 20 °C for 15 min, allowed to cool to room temperature in a desiccator and weighed to the nearest 1 mg (M_1).

The test specimen, cut to convenient size, shall be weighed in the crucible (M_2), heated in a muffle furnace at 550 °C for 1 h, allowed to cool to room temperature in a desiccator and weighed again to the nearest 1 mg. The heating, cooling and weighing shall be repeated until two consecutive weighings (M_3) agree within 2 mg.

The resin content shall be calculated as follows:

$$\text{resin content (\%)} = \frac{100 (M_2 - M_3)}{M_2 - M_1} - \text{volatiles content (\%)}$$

The resin content of the remaining specimens shall be determined in the same manner.

La teneur en produits volatils utilisée dans ce calcul doit être déterminée sur le même lot de matériau par la méthode du paragraphe 5.3.

Note. — Pour les contrôles de suivi de la qualité pendant la fabrication, il est courant de comparer la masse des éprouvettes imprégnées avec des éprouvettes non imprégnées de mêmes dimensions prélevées dans des positions identiques dans le même rouleau de tissu de verre. Le calcul de la teneur en résine est aussi effectué suivant le paragraphe 5.1.2 sauf qu'aucune pesée avec un creuset n'est nécessaire et que le poids des produits d'apprêt doit être soustrait. Ce poids doit être déterminé sur du matériau non imprégné, par la méthode décrite au paragraphe 5.1.2.

5.2 Taux de fluage de la résine

5.2.1 Eprouvettes d'essai

Entre huit et vingt éprouvettes carrées de 100 ± 1 mm ($4 \pm 0,04$ in) de côté doivent être prélevées pour former une masse de 10 g à 30 g à des endroits situés le long d'une ligne perpendiculaire à la chaîne du tissu, leurs diagonales étant parallèles et perpendiculaires à la trame et à la chaîne.

Aucune éprouvette ne doit être prélevée à moins de 25 mm (1 in) d'un bord ou d'une lisière et le nombre d'éprouvettes nécessaires doit être prélevé en des endroits uniformément répartis dans la largeur de la feuille ou du rouleau du matériau (voir figure 1, page 20). Toute poussière ou effilure doit être enlevée du matériau.

Note. — L'empilage des éprouvettes est défini à la fois par le nombre d'éprouvettes et par la masse agglomérée pour tenir compte de la grande variété de matériau possible. Il est recommandé d'utiliser au moins huit éprouvettes conformes pour obtenir des résultats satisfaisants et il n'est pas recommandé d'utiliser plus de vingt éprouvettes de matériau ayant une teneur en résine et un taux de fluage élevés à cause des difficultés de réalisation de l'essai. Ces restrictions, combinées avec celle de la masse agglomérée, définissent un empilage satisfaisant pour la plupart des matériaux.

5.2.2 Méthode

Les éprouvettes doivent être empilées en alignant soigneusement leurs bords. Elles peuvent être assemblées avec une agrafe ou tout autre moyen approprié. La pile d'éprouvettes doit être pesée à 0,01 g près (M_1).

Placer la pile d'éprouvettes au centre de deux plaques carrées en acier inoxydable ou en tout autre métal approprié, d'au moins 125 mm de côté et de $1,6 \pm 0,8$ mm ($0,06 \pm 0,03$ in) d'épaisseur, enduites d'un agent de démoulage adéquat. Placer l'assemblage plaques et éprouvettes dans la presse, les plateaux chauffants de la presse étant préchauffés à une température de 170 ± 3 °C.

La presse est fermée sur la pile d'éprouvettes et une pression de $1,5 \pm 0,15$ MPa (220 ± 22 lbf/in²) est appliquée dans un délai de 5 s. Trois minutes après la fermeture de la presse, la température à l'interface entre les plaques et l'empilage d'éprouvettes ne doit pas être inférieure à 165 °C. La pression est maintenue jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de fluage de résine ou au moins pendant 10 min. Quand le stratifié est polymérisé, la presse est ouverte: l'éprouvette est retirée et mise à refroidir à la température ambiante. Un morceau de 5000 mm² (7,8 in²) est prélevé au centre du stratifié sous forme d'un carré de $70,7 \pm 0,4$ mm ($2,78 \pm 0,016$ in) de côté ou d'un disque de $79,8 \pm 0,4$ mm ($3,14 \pm 0,016$ in) de diamètre et pesé à 0,01 g près (M_2).

Le taux de fluage est calculé et exprimé à 1 % près:

$$\text{taux de fluage (\%)} = \frac{100 (M_1 - 2 M_2)}{M_1}$$

Note. — Si des éprouvettes de dimensions différentes sont utilisées pour information, celles-ci ne donneront pas les mêmes résultats numériques et ne pourront pas être utilisées pour déterminer la conformité à cette spécification.

The volatile content used in these calculations shall be determined on the same batch of material by the method of Sub-clause 5.3.

Note. — For purposes of routine quality control during manufacture, it is usual to compare the mass of impregnated specimens with that of specimens of the same size taken from corresponding positions across an unimpregnated sample of the same roll of glass fabric. The calculation of resin content is still made as in Sub-clause 5.1.2 above, except that no weighings with a crucible are involved and that the amount of finish has to be subtracted too. This amount shall be determined on the unimpregnated material by the procedure given in Sub-clause 5.1.2.

5.2 Resin flow

5.2.1 Test specimens

Between eight and 20 specimens each 100 ± 1 mm (4 ± 0.04 in) square shall be taken to aggregate a mass of 10 g to 30 g. The specimens shall be cut from positions along a line normal to the warp of the fabric, with the diagonals of the specimens parallel to the warp and weft threads.

No specimen shall be cut from a position within 25 mm (1 in) of an edge or selvage, and the required number of specimens shall be taken from positions distributed uniformly across the width of the sheet or roll of material (see Figure 1, page 20). All loose particles and projecting fibres shall be removed from the material.

Note. — The stack of specimens is defined in terms of both number and aggregate mass in order to accommodate the wide range of possible materials. It is advisable to use at least eight specimens in order to get a satisfactory result, and it is inadvisable to use more than 20 specimens of materials having very high resin content and flow because of difficulties in carrying out the test. These restrictions combined with those for aggregate mass define a satisfactory stack for most materials.

5.2.2 Procedure

The specimens shall be stacked together with their edges in careful alignment. They may be fastened together with a staple or by other suitable means. The stack of specimens shall then be weighed to the nearest 0.01 g (M_1).

Place the stack of specimens centrally between plates of stainless steel or other suitable metal 1.6 ± 0.8 mm (0.06 ± 0.03 in) thick and not less than 125 mm square, prepared with a suitable release agent. Insert the assembly of plates and test specimens in a press. The heating plates of the press shall have been preheated to a temperature of 170 ± 3 °C.

The press shall be closed on the specimen stack and a pressure of 1.5 ± 0.15 MPa (220 ± 22 lbf/in²) shall be applied within a maximum of 5 s elapsed time. Within 3 min of the closure of the press the temperature at the interface between the stack and the metal plates shall be not less than 165 °C. The pressure shall be held until there is no further flow of resin, or for 10 min, whichever is longer. When the laminate is cured, the press shall be opened and the specimen removed and allowed to cool to room temperature. A piece having an area of 5000 mm² (7.8 in²) shall be removed from the central area of the laminate in the form of a square whose sides are 70.7 ± 0.4 mm (2.78 ± 0.016 in) or a circular disk 79.8 ± 0.4 mm (3.14 ± 0.016 in) in diameter, and weighed to the nearest 0.01 g (M_2).

The resin flow shall be calculated and reported as follows to the nearest 1%.

$$\text{resin flow (\%)} = \frac{100 (M_1 - 2 M_2)}{M_1}$$

Note. — If other specimen sizes are used for information they will not give the same numerical results and may not be used to determine compliance with this specification.

5.3 Teneur en produits volatils

5.3.1 Éprouvettes d'essai

Trois éprouvettes carrées de 100 ± 10 mm ($4 \pm 0,4$ in) de côté doivent être prélevées dans le matériau, les diagonales des carrés étant parallèles et perpendiculaires aux fils de chaîne du tissu. Les éprouvettes doivent être coupées à des positions situées le long d'une ligne perpendiculaire à la chaîne du tissu, la première à égale distance des bords et les deux autres de chaque côté de la première, mais pas à moins de 25 mm (1 in) d'un bord ou d'une lisière (voir figure 1, page 20).

Toute poussière ou effilure doit être enlevée des éprouvettes. Un petit trou doit être percé près d'un coin sur chaque éprouvette, trou par lequel l'éprouvette peut être suspendue à un crochet dans une étuve pour l'essai.

5.3.2 Méthode

Les trois éprouvettes sont pesées ensemble à 1 mg près (M_1), chauffées dans une étuve ventilée à 163 ± 3 °C pendant $15 \text{ min} \pm 15 \text{ s}$, refroidies à la température ambiante dans un dessiccateur et repesées ensemble à 1 mg près (M_2). Pour réduire la reprise d'humidité de l'atmosphère la seconde pesée doit être faite aussi vite que possible après la sortie du dessiccateur.

La teneur en produits volatils est calculée et exprimée suivant la formule:

$$\text{teneur en produits volatils (\%)} = \frac{100 (M_1 - M_2)}{M_1}$$

5.4 Temps de gélification

Des pièces carrées de 100 mm (4 in) de côté ou d'autres dimensions appropriées sont découpées en suivant une répartition uniforme sur toute la largeur de la feuille ou bande, mais en excluant les parties situées à moins de 25 mm (1 in) de chaque bord ou lisière.

En pliant ou en chiffonnant ces pièces, on détache si possible de la résine sèche du matériau, qui sera recueillie sur une surface lisse et propre. Les quelques fibres de verre présentes doivent être éliminées par tamisage. Prendre 200 mg à 300 mg de cette résine, les recueillir avec une cuiller de mesure pour constituer l'éprouvette d'essai et les verser en forme de petit cône sur une plaque chauffante dont la surface est maintenue à la température de 170 ± 2 °C. Une méthode appropriée pour mesurer la température consiste à observer sur la surface des sels dont le point de fusion se situe dans la plage de 168 °C à 172 °C.

En variante, s'il ne se détache pas de résine en chiffonnant des matériaux trop souples, la résine nécessaire peut être obtenue en pressant le tas de matériau plié sur la plaque chauffante et en exprimant la résine fondue.

Un chronomètre est déclenché au moment où la résine vient en contact avec la plaque chauffante, quelle que soit la méthode utilisée.

Dès que la résine a fondu et que 75% du temps spécifié s'est écoulé, la résine est remuée avec un bâtonnet de bois d'environ 3 mm (0,12 in) de diamètre, en le maintenant aussi vertical que possible et en mélangeant le centre aussi bien que le bord de la résine en fusion. Pendant l'agitation, le diamètre du bain de résine fondue ne doit pas être supérieur à 25 mm. A l'approche du point de gélification, la résine devient collante et forme des filaments; le point de gélification est atteint quand il n'y a plus formation de filaments et que la résine n'est plus collante mais encore élastique. A cet instant, le chronomètre est arrêté et le temps écoulé est mesuré en secondes et pris comme temps de gélification.

Note. — La détermination du temps de gélification peut aussi être réalisée avec un échantillon de résine contenu dans un viscomètre rotatif; dans ce cas, des informations supplémentaires sur les caractéristiques d'écoulement de la résine peuvent être obtenues. Si cette méthode est employée, la valeur de la viscosité correspondant au point de gélification doit être définie par corrélation avec l'essai décrit ci-dessus.

5.3 Volatiles content

5.3.1 Test specimens

Three specimens 100 ± 10 mm (4 ± 0.4 in) square shall be cut from the material, with the diagonals of the square parallel and normal to the warp threads. The specimens shall be cut from positions along a line normal to the warp of the fabric, one from a position equidistant from the edges, and the other two from positions on opposite sides of the first, but not within 25 mm (1 in) of an edge or selvage (see Figure 1, page 20).

All loose particles and projecting fibres shall be removed from the specimens. A small hole may be punched near one corner of each specimen, through which it may be suspended on a hook in an oven for the test.

5.3.2 Procedure

The three specimens shall be weighed together to the nearest 1 mg (M_1), heated in a circulating-air oven at 163 ± 3 °C for $15 \text{ min} \pm 15 \text{ s}$, cooled to room temperature in a desiccator and re-weighed together to the nearest 1 mg (M_2). To minimize regain of moisture from the atmosphere, the second weighing shall be made as soon as possible following removal from the desiccator.

The volatiles content shall be calculated and reported as follows:

$$\text{volatiles content (\%)} = \frac{100 (M_1 - M_2)}{M_1}$$

5.4 Gel time

A number of pieces approximately 100 mm (4 in) square or of another convenient size shall be cut from areas uniformly distributed across the width of the sheet or web, but excluding the area within 25 mm (1 in) of each edge or selvage.

By folding or crushing these pieces, dry resin shall be detached from the material if possible and collected on a smooth clean surface. Any glass fibre present shall be removed by sieving. From this resin, between 200 mg and 300 mg shall be taken with a measuring spoon to form the test specimen, and poured in the form of a small cone on to one spot of a hot plate maintained at a surface temperature of 170 ± 2 °C. A suitable method of temperature measurement is the observation on the surface of a series of crystals with melting points in the range of 168 °C to 172 °C.

Alternatively, in the case of materials too soft to detach dry resin by crushing, the resin required may be obtained by pressing the folded stack of material in contact with the hot plate and squeezing out the melted resin.

A timer shall be started at the moment the resin comes into contact with the hot plate, whichever method is used.

After the resin has melted and when 75% of the specified gel time has elapsed, the resin shall be stirred using a wooden stick approximately 3 mm (0.12 in) in diameter, holding the stick as near vertical as possible and mixing the centre as well as the edges of the melted resin. While stirring, the diameter of the pool of melted resin shall not exceed 25 mm. Approaching the gel point the resin becomes tacky and forms strings: the gel point is reached when it no longer forms strings and is no longer tacky but is still elastic. At this point, the timer is stopped and the elapsed time measured in seconds is taken as the gel time.

Note. — The determination of gel time may also be carried out using a sample of the resin contained in a rotational viscometer, in which case more information about the flow characteristics of the resin may be obtained. If this method is used, the viscosity value corresponding to the gel point shall be defined by correlation with the test described above.