

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION
IEC STANDARD

Publication 455-2
Première édition — First edition
1977

**Spécification relative aux composés résineux polymérisables sans solvant
utilisés comme isolants électriques**
Deuxième partie: Méthodes d'essai

**Specification for solventless polymerisable resinous compounds
used for electrical insulation**
Part 2: Methods of test



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale
1-3, rue de Varembe
Genève, Suisse

Révision de la présente publication

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

Les renseignements relatifs à ce travail de révision, à l'établissement des éditions révisées et aux mises à jour peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et en consultant les documents ci-dessous :

- **Bulletin de la CEI**
- **Rapport d'activité de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement

Terminologie utilisée dans la présente publication

Seuls sont définis ici les termes spéciaux se rapportant à la présente publication.

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la Publication 50 de la CEI: Vocabulaire Electrotechnique International (V.E.I.), qui est établie sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini, l'Index général étant publié séparément. Des détails complets sur le V.E.I. peuvent être obtenus sur demande.

Symboles graphiques et littéraux

Seuls les symboles graphiques et littéraux spéciaux sont inclus dans la présente publication.

Le recueil complet des symboles graphiques approuvés par la CEI fait l'objet de la Publication 117 de la CEI.

Les symboles littéraux et autres signes approuvés par la CEI font l'objet de la Publication 27 de la CEI.

Autres publications de la CEI établies par le même Comité d'Etudes

L'attention du lecteur est attirée sur la page 3 de la couverture, qui énumère les autres publications de la CEI préparées par le Comité d'Etudes qui a établi la présente publication.

Revision 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 on the work of revision, the issue of revised editions and amendment sheets may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **Report on IEC Activities**
Published yearly
- **Catalogue of IEC Publications**
Published yearly

Terminology used in this publication

Only special terms required for the purpose of this publication are defined herein.

For general terminology, readers are referred to IEC Publication 50: International Electrotechnical Vocabulary (I.E.V.), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field, the General Index being published as a separate booklet. Full details of the I.E.V. will be supplied on request.

Graphical and letter symbols

Only special graphical and letter symbols are included in this publication.

The complete series of graphical symbols approved by the IEC is given in IEC Publication 117.

Letter symbols and other signs approved by the IEC are contained in IEC Publication 27.

Other IEC publications prepared by the same Technical Committee

The attention of readers is drawn to the inside of the back cover, which lists other IEC publications issued by the Technical Committee which has prepared the present publication.

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION
IEC STANDARD

Publication 455-2

Première édition — First edition

1977

**Spécification relative aux composés résineux polymérisables sans solvant
utilisés comme isolants électriques**

Deuxième partie: Méthodes d'essai

**Specification for solventless polymerisable resinous compounds
used for electrical insulation**

Part 2: Methods of test



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 photocopie 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.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1-3, rue de Varembe
Genève, Suisse

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
INTRODUCTION	6
Articles	
1. Domaine d'application	6
2. Remarques générales concernant les essais	6
SECTION UN — ESSAIS SUR DES MATÉRIAUX À L'ÉTAT DE LIVRAISON	
3. Masse volumique	6
4. Viscosité	8
5. Pénétration de l'aiguille en fonction du temps	8
6. Température de ramollissement	10
7. Teneur en cendres	12
8. Teneur en charges	14
9. Indice d'acide des résines de polyester	14
10. Teneur en hydroxyles des résines de polyester	16
11. Détermination de la teneur en produits volatils aux températures élevées	16
12. Détermination des groupes « époxy » dans les résines époxydiques	16
13. Teneur en halogènes	18
14. Durée de vie en stock	18
15. Durée de vie en pot	18
16. Temps de gélification	18
17. Crête de température exothermique	20
18. Traitement des couches épaisses	20
19. Traitement des couches minces	22
20. Retrait total	24
21. Essais spéciaux pour les vernis sans solvants	24
SECTION DEUX — ESSAIS DES RÉSINES DURCIES	
22. Notes générales sur les éprouvettes	24
23. Densité	26
24. Résistance à la flexion	26
25. Résistance à la traction et allongement à la rupture	26
26. Résistance au choc	26
27. Pouvoir agglomérant	28
28. Dureté	28
29. Coefficient de dilatation thermique linéaire	28
30. Conductivité thermique	30
31. Choc thermique	30
32. Température de fléchissement sous charge	32
33. Inflammabilité	34
34. Absorption d'eau	34
35. Perméabilité à la vapeur d'eau	34
36. Résistivité superficielle et résistivité transversale	34
37. Facteur de dissipation et permittivité	34
38. Rigidité diélectrique	34
39. Corrosion électrolytique	36
40. Résistance au cheminement	36
41. Résistance à la décharge	36
42. Endurance thermique	36
FIGURES	38

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
INTRODUCTION	7
Clause	
1. Scope	7
2. General notes on tests	7
SECTION ONE — TESTS FOR MATERIALS BEFORE CURE	
3. Density	7
4. Viscosity	9
5. Needle penetration with respect to time	9
6. Softening temperature	11
7. Ash content	13
8. Filler content	15
9. Acid-value of polyester resins	15
10. Hydroxyl content of polyester resins	17
11. Determination of volatile content at elevated temperatures	17
12. Epoxy content of epoxy resins	17
13. Halogen content	19
14. Shelf-life	19
15. Pot-life	19
16. Gel-time	19
17. Exothermic temperature peak	21
18. Curing in thick layers	21
19. Curing in thin layers	23
20. Total shrinkage	25
21. Special tests for solventless varnishes	25
SECTION TWO — TESTS FOR MATERIALS IN THE CURED FORM	
22. General notes on test pieces	25
23. Density	27
24. Flexural strength	27
25. Tensile strength and elongation at break	27
26. Impact strength	27
27. Bond strength	29
28. Hardness	29
29. Coefficient of linear thermal expansion	29
30. Thermal conductivity	31
31. Thermal shock	31
32. Temperature of deflection under load	33
33. Flammability	35
34. Water absorption	35
35. Water vapour permeability	35
36. Surface resistivity and volume resistivity	35
37. Dissipation factor and permittivity	35
38. Electric strength	35
39. Electrolytic corrosion	37
40. Tracking resistance	37
41. Discharge resistance	37
42. Thermal endurance	37
FIGURES	38

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**SPÉCIFICATION RELATIVE
AUX COMPOSÉS RÉSINEUX POLYMÉRISABLES SANS SOLVANT
UTILISÉS COMME ISOLANTS ÉLECTRIQUES**

Deuxième partie: Méthodes d'essai

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 Sous-Comité 15C: Spécifications, du Comité d'Etudes N° 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Un premier projet fut discuté lors de la réunion tenue à Zurich en 1973. A la suite de cette réunion, le projet, document 15C(Bureau Central)43, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en mars 1975.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Afrique du Sud (République d')	Espagne	Pologne
Argentine	Etats-Unis d'Amérique	Roumanie
Australie	Finlande	Royaume-Uni
Autriche	France	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Bulgarie	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Japon	Turquie
Chine	Pays-Bas	Yougoslavie
Danemark		

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme:

- Publications n^{os} 93: Méthodes recommandées pour la mesure des résistivités transversales et superficielles d'un matériau isolant électrique.
- 112: Méthode recommandée pour déterminer l'indice de résistance au cheminement des matériaux isolants solides dans des conditions humides.
- 216-1: Guide pour la détermination des propriétés d'endurance thermique de matériaux isolants électriques, Première partie: Méthodes générales pour la détermination des propriétés d'endurance thermique, des indices de température et des profils d'endurance thermique.
- 216-2: Deuxième partie: Liste des matériaux et des essais existants.
- 243: Méthodes d'essai recommandées pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides aux fréquences industrielles.
- 249-3: Matériaux de base à recouvrement métallique pour circuits imprimés, Troisième partie: Matériaux spéciaux utilisés en association avec les circuits imprimés.
- 250: Méthodes recommandées pour la détermination de la permittivité et du facteur de dissipation des isolants électriques aux fréquences industrielles, audibles et radioélectriques (ondes métriques comprises).
- 343: Méthodes d'essai recommandées pour la détermination de la résistance relative des matériaux isolants à la rupture diélectrique par les décharges superficielles.
- 426: Méthodes d'essais pour la détermination de la corrosion électrolytique en présence de matériaux isolants.
- 464-2: Spécification relative aux vernis isolants contenant un solvant, Deuxième partie: Méthodes d'essai.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SPECIFICATION FOR SOLVENTLESS POLYMERISABLE RESINOUS
COMPOUNDS USED FOR ELECTRICAL INSULATION**

Part 2: Methods of test

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 Sub-Committee 15C, Specifications, of IEC Technical Committee No. 15, Insulating Materials.

A first draft was discussed at the meeting held in Zurich in 1973. As a result of this meeting, the draft, Document 15C(Central Office)43, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in March 1975.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Argentina	Finland	South Africa (Republic of)
Australia	France	Spain
Austria	Israel	Sweden
Belgium	Italy	Switzerland
Bulgaria	Japan	Turkey
Canada	Netherlands	United Kingdom
China	Poland	United States of America
Czechoslovakia	Romania	Yugoslavia
Denmark		

Other IEC publications quoted in this standard:

- Publications Nos. 93: Recommended Methods of Test for Volume and Surface Resistivities of Electrical Insulating Materials.
- 112: Recommended Method for Determining the Comparative Tracking Index of Solid Insulating Materials under Moist Conditions.
- 216-1: Guide for the Determination of Thermal Endurance Properties of Electrical Insulating Materials, Part 1: General Procedures for the Determination of Thermal Endurance Properties, Temperature Indices and Thermal Endurance Profiles.
- 216-2: Part 2: List of Materials and Available Tests.
- 243: Recommended Methods of Tests for Electric Strength of Solid Insulating Materials at Power Frequencies.
- 249-3: Metal-clad Base Materials for Printed Circuits, Part 3: Special Materials Used in Connection with Printed Circuits.
- 250: Recommended Methods for the Determination of the Permittivity and Dielectric Dissipation Factor of Electrical Insulating Materials at Power, Audio and Radio Frequencies, Including Metre Wavelengths.
- 343: Recommended Test Methods for Determining the Relative Resistance of Insulating Materials to Breakdown by Surface Discharges.
- 426: Test Methods for Determining Electrolytic Corrosion with Insulating Materials.
- 464-2: Specification for Insulating Varnishes Containing Solvent, Part 2: Test Methods.

SPÉCIFICATION RELATIVE AUX COMPOSÉS RÉSINEUX POLYMÉRISABLES SANS SOLVANT UTILISÉS COMME ISOLANTS ÉLECTRIQUES

Deuxième partie: Méthodes d'essai

INTRODUCTION

La présente norme fait partie d'une série traitant des composés résineux polymérisables sans solvant, utilisés comme isolants électriques. Cette série comportera les trois parties suivantes:

Première partie: Définitions et conditions générales.

Deuxième partie: Méthodes d'essai.

Troisième partie: Spécifications pour les matériaux particuliers (à l'étude).

1. Domaine d'application

Cette deuxième partie de la norme contient les méthodes d'essai à utiliser pour déterminer si les composés résineux polymérisables sans solvant, utilisés comme isolants électriques, satisfont aux exigences imposées dans les feuilles particulières de la troisième partie.

2. Remarques générales concernant les essais

- Sauf indication contraire, le nombre des essais sera de deux.
- Lors de l'exécution des essais des articles 3, 4, 5, 6, 7 et 8, il faut préciser clairement si la mesure est faite sur un composé résineux seul ou sur un mélange prêt à l'emploi; quand des mélanges prêts à l'emploi sont essayés, il faut prévoir qu'ils peuvent avoir une courte durée de vie en pot et il faut prendre des précautions pour maintenir le mélange à la température correcte et pour terminer la mesure dans un temps déterminé.

SECTION UN — ESSAIS SUR DES MATÉRIAUX À L'ÉTAT DE LIVRAISON

3. Masse volumique

Méthode du pycnomètre

La densité d'une résine liquide peut se déterminer par le pesage d'un échantillon de résine dans un pycnomètre à large ouverture, d'une capacité minimale de 25 cm³, à une température de 23 ± 2 °C. La mesure sera arrondie au plus proche multiple de 5 mg. Il suffira alors de diviser la masse de la résine par la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température.

Le résultat sera exprimé en g/cm³.

Pour les résines à viscosité plus élevée, on pourra appliquer d'autres méthodes plus pratiques.

Notes 1. — Une description plus détaillée de la méthode du pycnomètre figure dans la Norme ISO 1675.

2. — Au lieu de la méthode du pycnomètre, on peut également employer une méthode par mesure du liquide déplacé.

SPECIFICATION FOR SOLVENTLESS POLYMERISABLE RESINOUS COMPOUNDS USED FOR ELECTRICAL INSULATION

Part 2: Methods of test

INTRODUCTION

This standard is one of the series which deals with solventless polymerisable resinous compounds used for electrical insulation. The series will have the following three parts:

Part 1: Definitions and general requirements.

Part 2: Methods of test.

Part 3: Specifications for individual materials (under consideration).

1. Scope

This Part 2 of the standard contains the test methods to be used in testing solventless polymerisable resinous compounds used for electrical insulation to meet the requirements prescribed in the specification sheets of Part 3.

2. General notes on tests

- Unless otherwise specified, the number of tests shall be two.
- When performing tests according to Clauses 3, 4, 5, 6, 7 and 8, it shall be specified clearly whether the measurement is carried out on a resinous compound or on a mixture prepared for use. When mixtures prepared for use are tested, it should be borne in mind that these may have a short pot-life and precautions should be taken to maintain the mixture at the right temperature and to terminate the determination within a certain time.

SECTION ONE — TESTS FOR MATERIALS BEFORE CURE

3. Density

Pyknometer method

The density of a liquid resin can be determined by weighing a sample of the resin in a wide-mouth, 25 cm³ minimum-capacity pyknometer at 23 ± 2 °C to the nearest 5 mg and dividing the mass of the resin by the mass of an equal volume of distilled water at the same temperature.

Report the result in g/cm³.

For higher viscosity resins, other methods may be more convenient.

Notes 1. — A more detailed description of the pyknometer method is to be found in ISO Standard 1675.

2. — Instead of the pyknometer method, a displacement-of-liquid method may also be used.

4. Viscosité

La viscosité à $23 \pm 0,5$ °C sera établie à l'aide d'un viscosimètre adéquat. Si la troisième partie le spécifie, on pourra utiliser d'autres températures et d'autres tolérances de température. Le viscosimètre sera toujours étalonné, dans la gamme des valeurs atteintes par les résines liquides, au moyen d'huiles dont on connaît la viscosité absolue à 23 °C.

On aura recours à cet effet à une courbe d'étalonnage montrant le rapport entre la viscosité en valeurs absolues et l'indication correspondante fournie par l'appareil.

A titre d'exemple, on peut utiliser les viscosimètres du type rotatif ou à écoulement.

4.1 Viscosimètre rotatif

La mesure de la viscosité au moyen du viscosimètre de Brookfield fait l'objet d'une description dans la Norme ISO 2555. Cette méthode est également applicable aux liquides non newtoniens.

4.2 Viscosimètre du type à écoulement

En cas d'utilisation de coupes d'écoulement, le type et la méthode d'essai seront conformes à la Norme ISO 2431.

En cas de controverse, on utilisera des viscosimètres étalonnés pour donner des résultats exprimés en centipoises.

5. Pénétration de l'aiguille en fonction du temps

5.1 Appareillage d'essai

5.1.1 Aiguille de pénétration

Une aiguille en acier, comme illustrée à la figure 1, page 38, satisfaisant aux prescriptions suivantes : le diamètre sera compris entre 1,00 mm et 1,20 mm et l'aiguille sera usinée à une extrémité pour former un cône d'environ 6,35 mm de haut, avec un angle d'inclinaison se situant entre 8° 40' et 9° 40'. Après usinage, l'aiguille sera « émoussée » par meulage de manière à former un cône tronqué dont la plus petite base aura de 0,14 mm à 0,16 mm de diamètre. La longueur du tronc sera comprise entre 5 mm et 5,8 mm. L'aiguille ainsi préparée sera trempée et soigneusement polie; elle sera ensuite montée coaxialement et centralement dans une tige de laiton d'environ 3 mm de diamètre.

5.1.2 Pénétromètre

Tout pénétromètre convenable permettant de déplacer verticalement le porte-aiguille dans le guide, sans friction appréciable, et capable d'indiquer la profondeur de pénétration au dixième de millimètre près. Les côtés du guide seront verticaux. La masse mobile totale (l'aiguille, le porte-aiguille et la masse superposée) sera de $100 \pm 0,25$ g.

5.1.3 Récipient à éprouvettes

A fond plat, d'une capacité de 20 cm³, mesurant 25 mm de diamètre à la base, 37 mm de diamètre à l'ouverture et 32 mm de profondeur.

5.1.4 Minuterie

Le pénétromètre manuel doit être employé avec un compte-secondes sonore. Ce dispositif sera utilisé de telle sorte que le temps de pénétration soit de $5 \pm 0,2$ s.

4. Viscosity

The viscosity shall be determined with a suitable viscometer at 23 ± 0.5 °C. When specified in Part 3, other temperatures and other tolerances on the temperatures may be used. The viscometer shall be kept calibrated over the range of viscosity of the liquid resins to be tested by means of oils verified as to absolute viscosity at 23 °C.

A calibration curve showing the relation between viscosity in absolute units and corresponding instrument reading shall be used.

Examples of viscometers that can be used are rotating viscometers and efflux type viscometers.

4.1 Rotating type viscometer

A description of the determination of viscosity by means of the Brookfield viscometer is given in ISO Standard 2555. This method is also applicable for non-newtonian liquids.

4.2 Efflux type viscometer

When flow cups are used, the type and the method of test shall be as specified in ISO Standard 2431.

All disputes shall be resolved using calibrated viscometers to measure the viscosity in centipoises.

5. Needle penetration with respect to time

5.1 Test apparatus

5.1.1 Penetration needle

A steel needle, as shown in Figure 1, page 38, complying with the following requirements: the diameter shall be 1.00 mm to 1.20 mm and the needle shall be symmetrically tapered at one end to a cone approximately 6.35 mm in height and of which the angle of inclination shall be within the range of $8^{\circ} 40'$ to $9^{\circ} 40'$. After tapering, the needle shall be "blunted" by grinding to form a truncated cone, the smaller base of which shall be from 0.14 mm to 0.16 mm in diameter. The length of the frustrum shall be 5.0 mm to 5.8 mm. The finished needle shall be hardened and highly polished; it shall be mounted coaxially and centrally in a brass shank approximately 3.0 mm in diameter.

5.1.2 Penetrometer

Any suitable penetrometer which permits the needle holder to move vertically in the guide without appreciable friction, and which is capable of indicating the depth of penetration to the nearest 0.1 mm. The sides of the guide shall be vertical. The total moving mass (needle, needle-holder and superimposed mass) shall be 100 ± 0.25 g.

5.1.3 Sample containers

Flat-bottomed, having a capacity of 20 cm³, a base of 25 mm diameter, a top of 37 mm diameter and a depth of 32 mm.

5.1.4 Timing device

An audible second-counter is required for use with a hand-operated penetrometer. The timing device shall be used in such a way that the time of penetration is 5.0 ± 0.2 s.

5.2 Méthode d'essai

Prendre une quantité de chacun des composants, dans les proportions recommandées par le fournisseur, telle que le mélange suffise à remplir le récipient. Laisser reposer chaque composant à 23 ± 5 °C pendant une heure. Noter le temps et mélanger soigneusement les deux parties, avec les mains gantées, conformément aux indications du fournisseur. Transvaser le mélange dans l'un des récipients, en prenant bien garde à ce que la masse de ce mélange ne présente aucun espace vide et que la surface soit bien plane.

Mesurer la pénétration 5 min après le début de l'opération de mélange, puis à intervalles réguliers jusqu'à ce que la pénétration atteigne 0,5 mm; chaque détermination sera effectuée à 4 mm au moins du bord du récipient et à 4 mm au moins de toute perforation antérieure.

Pour mesurer la pénétration, charger le porte-aiguille à l'aide de la masse requise pour que la masse mobile totale atteigne $100 \pm 0,25$ g.

Abaisser lentement l'aiguille jusqu'à ce que la pointe entre tout juste en contact avec la surface de l'éprouvette; noter l'indication du cadran du pénétromètre ou mettre celui-ci à zéro (selon le type de pénétromètre utilisé). Libérer rapidement le porte-aiguille et le laisser libre pendant $5 \pm 0,2$ s. Consigner la profondeur de pénétration en dixièmes de millimètre, d'après l'indication d'échelle. Au moment d'appliquer l'aiguille, observer le récipient: si un mouvement quelconque de celui-ci est apparent, cette détermination ne sera pas valable.

Reprendre la procédure sur deux autres éprouvettes fraîchement mélangées.

5.3 Résultat

Tracer un graphique de pénétration par rapport au temps pour chaque éprouvette.

6. Température de ramollissement

6.1 Méthode utilisant une plaque chauffante

6.1.1 Appareillage d'essai

Plaque chauffante selon Kofler (voir la figure 3, page 39). Cette plaque est chauffée de manière à produire un gradient de température d'un côté à l'autre. L'échelle s'étend généralement de la température ambiante à 250 °C ou 300 °C. Une échelle de température est disposée le long de la plaque chauffante. Cette échelle doit être étalonnée à l'aide de matériaux ayant un point de fusion connu. Un bouton de réglage permet de compenser les variations de température ambiante. Un pare-vent sera utilisé.

6.1.2 Eprouvette

Petite quantité de matériau à soumettre à l'essai, sous forme pulvérulente.

6.1.3 Méthode d'essai

Mettre en marche le dispositif de chauffage et laisser l'appareil atteindre un état d'équilibre thermique pendant une période de 40 min. Contrôler la température indiquée par l'appareil au moyen de matériaux à points de fusion connus. Choisir un matériau ayant un point de fusion voisin de celui des matériaux soumis à l'essai.

Rajuster si besoin l'échelle de température de l'appareil d'essai.

5.2 Test procedure

Take a sufficient amount of each resinous compound so that, when used in the proportions recommended by the supplier, the mixture is sufficient to fill the container. Allow each part to stand at 23 ± 5 °C for one hour. Note the time and mix the two parts thoroughly, with gloved hands, according to the directions of the supplier. Press the mixture into one of the containers, care being taken to ensure that the mass of resinous compound is void-free and that the top surface is level.

Measure the penetration 5 min after beginning the mixing operation and at intervals until the penetration is only 0.5 mm, making each determination at least 4 mm from the edge of the container and at least 4 mm from any previously-made hole.

To measure the penetration, load the needle-holder with the mass required to make a total moving mass of 100 ± 0.25 g.

Lower the needle slowly until the tip just makes contact with the surface of the sample; note the penetrometer dial reading or bring the pointer to zero (depending on the type of penetrometer used). Quickly release the needle-holder and leave free for 5 ± 0.2 s. Read and record the depth of penetration in tenths of a mm from the scale reading. Observe the container as the needle is applied: if any movement of the container is noted, ignore the determination.

Repeat the procedure on two further freshly mixed samples.

5.3 Result

Plot a graph of penetration against time for each sample.

6. Softening temperature

6.1 Method using a heating plate

6.1.1 Test apparatus

Heating plate according to Kofler (see Figure 3, page 39). The plate is heated in such a way that there is a temperature gradient from one side to the other, generally from room-temperature up to 250 °C — 300 °C. A temperature scale is placed along the heated plate; this temperature scale shall be calibrated by means of materials having known melting-points. Corrections for variations in room-temperature can be made by means of an adjustment knob. A draught screen shall be used.

6.1.2 Test specimen

Small amount of the material to be tested in powder form.

6.1.3 Test procedure

Switch on the heating for a period of 40 min to allow the apparatus to reach temperature equilibrium. Check the temperature indication of the apparatus by means of the materials with known melting-points, choosing one having a melting-point close to that of the material under test.

Readjust the temperature indicator of the test apparatus.

Épandre une petite quantité du matériau sur la plaque chauffante de l'appareil d'essai de telle manière qu'un ruban mince et fin de poudre couvre une plage de température d'environ 20 °C; le point de fusion prévu étant approximativement au milieu de cette plage. Après 1 min environ, brosser la poudre se trouvant sur la surface chauffée vers l'extrémité la moins chaude, par exemple, vers la droite. Un brossage vers l'autre extrémité (gauche) maculerait la surface chauffée. L'aiguille est ensuite dirigée vers la partie où subsistent des traces de poudre cuite. On obtient ainsi l'indication de la température de ramollissement.

Effectuer trois fois cette succession d'opérations.

6.1.4 *Résultat*

La valeur médiane de ces trois mesures donne le résultat. Consigner également les autres mesures.

6.2 *Autres méthodes*

On pourra éventuellement utiliser la méthode de l'anneau et de la bille, décrite dans la Norme ISO (en cours d'étude).

Note. — D'autres méthodes sont à l'étude.

7. **Teneur en cendres**

7.1 *Appareillage d'essai*

Creusets, four à moufle, balance de précision, dessiccateur (n'importe quel dessiccateur en verre contenant du CaCl_2 à l'état sec), pinces à creuset.

7.2 *Eprouvettes*

Trois éprouvettes de 10 g environ.

7.3 *Méthode d'essai*

On chauffe trois creusets numérotés, de volume suffisant pour contenir 10 g de matière-échantillon, dans un four à moufle pendant 1 h à 900 ± 25 °C. On les retire ensuite du four à l'aide des pinces à creuset pour les placer immédiatement dans un dessiccateur où on les laisse revenir à la température ambiante.

Immédiatement après avoir retiré le dessiccateur, on pèse les creusets sur une balance de précision. On note leur masse arrondie au milligramme près. On pèse environ 10 g de matière-échantillon dans chacun d'eux et on note la masse exacte. On recouvre alors les creusets et on les place dans le four à moufle préalablement chauffé à 220 °C-250 °C. La température est ensuite portée progressivement à 900 ± 25 °C et maintenue pendant 2 h à cette température. Au besoin, le couvercle du creuset peut être retiré en cours de chauffage et reposé avant la fin de la période de chauffage. A la fin de cette période de 2 h, on introduit les creusets dans le dessiccateur où on les laisse revenir à la température ambiante. On les pèse alors immédiatement et on arrondit les résultats au milligramme près.

La troisième partie spécifiera éventuellement des quantités, des temps et des températures différentes; par exemple: 5 g, 30 min à 600 °C.

Spread a small amount of material on the heated plate of the test apparatus in such a way that a small and thin ribbon of powder covers a temperature range of about 20 °C, the expected melting-point to be approximately in the middle of that range. After approximately 1 min, brush the powder off the heated strip towards the low-temperature end, for example, to the right. Brushing towards the higher temperature (to the left) will cause smudging of the hot strip. The pointer is set against the position which still shows traces of baked-on powder. This is the softening point.

Three determinations shall be made.

6.1.4 *Result*

The result is the central value of the three determinations. The other values are also reported.

6.2 *Other methods*

Alternatively, the ring-and-ball method as described in an ISO Standard (under consideration).

Note. — Alternative methods are under consideration.

7. **Ash content**

7.1 *Test apparatus*

Crucibles, muffle furnace, analytical balance, drying chamber (any typical glass desiccator containing dry CaCl₂), crucible tongs.

7.2 *Test specimens*

Three specimens of approximately 10 g.

7.3 *Test method*

Three numbered crucibles of sufficient size for 10 g of specimen are heated in a muffle furnace for 1 h at 900 ± 25 °C. They are removed from the furnace by means of crucible tongs and placed immediately in a drying chamber until cooled to ambient temperature.

After removal from the drying chamber, they are immediately weighed on an analytical balance. Their mass is recorded to the nearest milligram. Approximately 10 g of specimen material is weighed into each of them and the exact mass is recorded. The crucibles are covered and placed in the muffle furnace previously heated up to 220 °C-250 °C. The temperature is raised progressively to 900 ± 25 °C and kept at this value for 2 h. If necessary, the lid of the crucible may be removed during the heating and replaced before the end of the heating period. At the end of the two-hour period, the crucibles are removed and placed in the drying chamber until they are cooled to room-temperature. They are then immediately weighed to the nearest milligram.

Alternatively, other quantities, other times and other temperatures will be specified in Part 3, for example, 5 g, 30 min at 600 °C.

7.4 *Résultat*

La teneur en cendres se calcule comme suit:

$$\text{pourcentage de cendres} = 100 \frac{c - a}{b - a}$$

ou

a = masse du creuset vide

b = masse du creuset et de la résine avant chauffage

c = masse du creuset et de la résine après incinération

La valeur médiane de ces trois mesures donne le résultat. Consigner également les autres mesures.

8. Teneur en charges

8.1 *Détermination de la teneur en charges par chauffage*

La procédure pour déterminer la teneur en charges sera la même que pour la teneur en cendres (article 7). Cependant, le temps et la température de chauffage seront indiqués dans la feuille de spécification relative au matériau particulier.

8.2 *Détermination de la teneur en charges par extraction*

8.2.1 *Appareil d'essai*

- Flacon conique de 100 cm³.
- Creuset à filtre de verre.
- Dessiccateur contenant du CaCl₂ à l'état sec.
- Acétone, chlorure de méthylène ou autre solvant approprié.

8.2.2 *Méthode d'essai*

Une quantité d'environ 3 g du mélange à soumettre à l'essai (masse E , en grammes, avec une précision de 1 mg) est introduite dans le flacon conique. On ajoute 50 cm³ d'acétone, de chlorure de méthylène ou d'un autre solvant approprié pour dissoudre la matière soluble. La séparation entre la charge et la solution est obtenue par filtrage dans le creuset à filtre de verre.

Après lavage de la charge avec au moins 100 cm³ de solvant, la charge et le filtre sont séchés à 105 °C ou à une autre température convenant au solvant employé jusqu'à obtenir une masse constante. De cette dernière, on déduit la masse du creuset déterminée antérieurement après séchage à 105 °C. On obtient ainsi la masse de la charge, ou A en grammes.

8.2.3 *Résultat*

La teneur en charges se calcule comme suit:

$$\text{pourcentage de charges} = 100 \times \frac{A}{E}$$

9. Indice d'acide des résines de polyester

A déterminer selon la Norme ISO 2114.

Principe de la méthode

Dissolution d'une quantité pesée de résine dans un mélange de solvants. Neutralisation de la solution de résine au moyen d'une solution d'hydroxyde de potassium éthanolique, en utilisant un indicateur convenable. Calcul des milligrammes d'hydroxyde de potassium utilisés pour 1 g de résine.

7.4 Result

The ash content is calculated as follows:

$$\text{ash content in per cent} = 100 \frac{c - a}{b - a}$$

where:

a = the mass of the empty crucible

b = the mass of the crucible and resin before heating

c = the mass of the crucible and resin after ashing

The result is the central value of the three determinations. The other values are also reported.

8. Filler content

8.1 Determination of filler content by heating

The procedure to determine filler content by heating shall be the same as for ash content (Clause 7). However, the time and the temperature of heating shall be stated in the specification sheet of the particular material.

8.2 Determination of filler content by extraction

8.2.1 Test apparatus

- Conical flask of 100 cm³.
- Glass filter crucible.
- Desiccator containing dry CaCl₂.
- Acetone, methylene chloride or other suitable solvents.

8.2.2 Test method

About 3 g of the mixture to be tested (E grams of mass with an accuracy of 1 mg) is placed in the conical flask. By adding 50 cm³ acetone, methylene chloride or another suitable solvent and stirring, the soluble material is entirely dissolved. By filtering through the glass filter crucible, the filler is separated from the solution.

After the filler has been washed with 100 cm³ solvent, the filter together with the filler are dried to constant mass at 105 °C or another temperature suitable for the solvent used. Deduct from this mass, the mass of the crucible determined previously after having been dried at 105 °C. This results in the mass of the filler or A grams.

8.2.3 Result

The filler content is calculated as follows:

$$\text{filler content in per cent} = 100 \times \frac{A}{E}$$

9. Acid-value of polyester resins

To be determined according to ISO Standard 2114.

Principle of the method

Dissolving a weighed quantity of resin in a mixture of solvents. Neutralization of the resin solution with an ethanolic solution of potassium hydroxide, using a suitable indicator. Calculation of the number of milligrams of potassium hydroxide used for 1 g of resin.

10. Teneur en hydroxyles des résines de polyester

A déterminer conformément à la Norme ISO 2554.

Principe de la méthode

Dissolution de la résine dans de l'acétate d'éthyle. Acétylation des groupes hydroxyles avec de l'anhydride acétique, en présence d'acides sulfoniques toluène-p faisant fonction de catalyseur. Hydrolyse de l'excédent d'anhydride acétique au moyen d'un mélange de pyridine et d'eau, et enfin titrage de l'acide acétique à l'aide d'une solution d'hydroxyde de potassium méthanolique.

11. Détermination de la teneur en produits volatils aux températures élevées

11.1 Appareillage d'essai

Table de pesage, voir la figure 2, page 38.

11.2 Méthode d'essai

Sécher la table de pesage par chauffage à 110 °C pendant 15 min, puis la ramener à la température ambiante dans un dessiccateur.

Déposer environ 300 mg de résine sur le plateau inférieur et recouvrir ce dernier immédiatement avec le plateau supérieur.

Peser l'appareil fermé contenant la résine avec une précision de ± 1 mg. Séparer le plateau supérieur du plateau inférieur et le suspendre au crochet.

Introduire l'ensemble dans un four aéré et chauffé à 110 °C pendant 15 min. D'autres valeurs de température et de temps pourront être utilisées, si la troisième partie le spécifie. Remettre en place le plateau supérieur sur le plateau inférieur, ramener l'ensemble à la température ambiante dans un dessiccateur, puis le peser.

11.3 Résultat

Teneur en produits volatils en pourcentage: $100 \frac{b - c}{b - a}$

où:

a = masse de la table de pesage

b = masse de la table + résine avant chauffage

c = masse de la table + résine après chauffage

Note. — Pour les résines de polyester non saturées, on aura recours au chauffage pendant 15 min à 110 °C en vue d'obtenir la teneur en monostyrènes.

12. Détermination des groupes « époxy » dans les résines époxydiques

A déterminer conformément à la Norme ISO 3001.

Principe de la méthode

Réaction du groupe époxyde sur de l'hydrogène bromé naissant produit par la réaction d'une solution à 0,1 N d'acide chlorhydrique sur du tétraéthylammoniumbromide. Détermination du point terminal en utilisant un cristal violet comme indicateur. Pour les produits de couleur foncée le point terminal peut être déterminé par une méthode potentiométrique.

10. Hydroxyl content of polyester resins

To be determined according to ISO Standard 2554.

Principle of the method

Dissolution of the resin in ethylacetate. Acetylation of the hydroxyl groups with acetic anhydride, in the presence of p-toluene sulphonic acid as a catalyst. Hydrolysis of the excess acetic anhydride with a pyridine/water mixture and titration of the acetic acid with methanolic potassium hydroxide solution.

11. Determination of volatile content at elevated temperatures

11.1 *Test apparatus*

Weighing chair, Figure 2, page 38.

11.2 *Test procedure*

The weighing chair is dried by heating at 110 °C for 15 min and cooled to room-temperature in a desiccator.

About 300 mg resin is placed on the lower plate and immediately covered with the upper plate.

The closed device with the resin is weighed with an accuracy of ± 1 mg. The upper plate is separated from the lower one and hung on the bent rod.

The assembly is placed in a ventilated oven and heated at 110 °C for 15 min. Other temperatures and times may be employed when specified in Part 3. The upper plate is replaced on the lower one and the assembly is cooled in a desiccator to room-temperature and subsequently weighed.

11.3 *Result*

$$\text{Volatile content in per cent} = 100 \frac{b - c}{b - a}$$

where:

a = mass of weighing chair

b = mass of chair + resin before heating

c = mass of chair + resin after heating

Note. — For unsaturated polyester resins, heating for 15 min at 110 °C is performed to obtain the monostyrene content.

12. Epoxy content of epoxy resins

To be determined in accordance with ISO Standard 3001.

Principle of the method

Reaction of the epoxy groups with nascent hydrogen bromide produced by the action of a standard 0.1 N solution of perchloric acid on tetraethylammoniumbromide. Determination of the end-point using crystal violet as indicator. For dark-coloured products, the end-point should be determined by a potentiometric method.

13. Teneur en halogènes

A déterminer conformément à la méthode A de la Recommandation ISO/R 1158.

Principe de la méthode A

Dans une bombe à combustible, l'éprouvette est oxydée par du peroxyde de sodium et de l'acide nitrique. L'halogène, qu'il faut considérer comme étant chimiquement lié en tant que chlorure de sodium, est déterminé dans une solution aqueuse par l'intermédiaire d'un titrage effectué à l'aide d'une solution de nitrate d'argent. La méthode est généralement applicable à la détermination de l'halogène dans les polymères.

14. Durée de vie en stock

Définition

La durée de vie en stock est la période au cours de laquelle un mélange ou un composant individuel, entreposé dans des conditions de température déterminées, conserve des propriétés spécifiées.

La durée de vie en stock sera établie d'après le changement d'une propriété caractéristique spécifiée, comme par exemple la viscosité. La caractéristique et le changement admissible seront exposés dans la troisième partie.

15. Durée de vie en pot

Définition

La durée de vie en pot est la période au cours de laquelle la viscosité ou la pénétration de l'aiguille d'un matériau prêt à l'emploi demeure en dessous d'un maximum spécifié et déterminé par l'application.

Pour estimer la durée de vie en pot, on procède à la détermination de la viscosité ou de la pénétration sur une quantité de matériau à une température donnée et pour un point final donné. La quantité de matériau, la température et le point final font l'objet d'un accord entre l'utilisateur et le fournisseur. Pour la détermination de la viscosité, voir l'article 4; pour la détermination de la pénétration de l'aiguille, voir l'article 5.

16. Temps de gélification

Définition

Le temps de gélification est le temps requis pour que le mélange prêt à l'emploi se trouve à l'état de gel.

En principe, le temps de gélification sera déterminé comme suit: le mélange prêt à l'emploi est introduit dans un tube à essai qui est plongé dans un bain; celui-ci est maintenu par thermostat à la température prescrite par la feuille de spécification appropriée de la troisième partie.

Une tige, une latte ou un autre dispositif est amené à tourner ou est animé d'un mouvement alternatif vertical dans le mélange, de telle sorte qu'il ne se produise pas de bulles d'air. L'appareil d'agitation est entraîné par un moteur, par l'intermédiaire d'un dispositif conçu pour provoquer l'arrêt du moteur lorsque le mélange se gélifie.

Un exemple d'une telle méthode est fourni dans la Norme ISO 2535.

13. Halogen content

To be determined according to Method A of ISO Recommendation R 1158.

Principle of Method A

In a combustion bomb, the test piece is oxidized by means of sodium peroxide and nitric acid. The halogen, to be considered chemically bound as sodium chloride, is determined in aqueous solution by means of titration with silver nitrate solution. The method is generally applicable for the determination of halogen in polymers.

14. Shelf-life

Definition

Shelf-life is the period for which a compound (mixture) and/or individual component, when stored under specified conditions of temperature, retains specified properties.

The shelf-life shall be established by change of a specified characteristic property, for example viscosity. The characteristic and the permissible change will be stated in Part 3.

15. Pot-life

Definition

Pot-life is the period of time for which the viscosity or the needle penetration of a mixture when prepared for use remains below a specified maximum value determined by the application.

To assess pot-life, the change of viscosity or of penetration is determined on a quantity of material at the temperature and with an end-point, all subject to agreement between user and supplier. For the determination of viscosity, see Clause 4; for the determination of needle penetration, see Clause 5.

16. Gel-time

Definition

Gel-time is the time required for the mixture ready for use to assume the gel-state.

In principle, the gel-time is determined as follows: the resin-hardened mixture is placed in a test tube which is immersed in a bath, thermostatically controlled at the temperature laid down in the relevant specification sheet of Part 3.

A rod or strip or other device is rotated or given an alternating vertical movement in a mixture in such a way that no air-bubbles occur. The stirring device is driven by a motor, through a device which is designed to stop the motor when the mixture gels.

An example of such a method is to be found in ISO Standard 2535.

Une autre méthode est très employée pour les matériaux résineux polymérisables à usage de stratifiés recouverts de cuivre pour circuits imprimés.

Cette méthode est décrite dans la Publication 249-3 de la CEI: Matériaux de base à recouvrement métallique pour circuits imprimés, Troisième partie: Matériaux spéciaux utilisés en association avec les circuits imprimés, et son Premier complément: Spécification n° 2: Spécification pour feuille de cuivre utilisée pour la fabrication de matériaux de base plaqués cuivre.

La description exacte de cette méthode pour la détermination du temps de gélification sera donnée dans la troisième partie de cette norme, le cas échéant.

17. Crête de température exothermique

En principe, la crête de température exothermique sera déterminée conformément à la Recommandation ISO/R 584.

Un tube à essai contenant le mélange prêt à l'emploi est plongé dans un bain sous contrôle thermostatique. La température à l'intérieur de la masse est enregistrée en fonction du temps. La crête de température et le temps nécessaire pour atteindre celle-ci sont consignés.

Conformément à la Norme ISO 584 concernant les types courants de systèmes de résine de polyester, la température du bain sera de $80 \pm 0,5$ °C. Pour les autres types de systèmes de résines, la température du bain sera prescrite dans la troisième partie. Contrairement à la Norme ISO 584, les composants seront portés à la température prescrite pour le bain avant d'être mélangés.

Si le système résineux ne révèle qu'une petite quantité de chaleur ou une réaction insuffisante, on pourra utiliser une plus grande quantité de mélange de résine. Dans ce cas, il conviendra d'utiliser un flacon à col long et à fond arrondi, d'une contenance de 250 cm³, rempli jusqu'à la naissance du col.

18. Traitement des couches épaisses

18.1 Détermination de la dureté

Un mélange est réputé traité quand la dureté déterminée selon l'article 28 a atteint la valeur indiquée dans la feuille de spécification de la troisième partie.

18.2 Détermination de la température de fléchissement sous charge

Pour déterminer le durcissement d'un mélange, la température de fléchissement sous charge, établie selon l'article 32, devra atteindre la valeur spécifiée dans la feuille de spécification de la troisième partie.

18.3 Détermination de la quantité de matériau soluble

Pour déterminer si un mélange est durci, on le réduit en poudre par meulage; sur cette poudre, on prélève une quantité par passage à travers un tamis à mailles de $0,420 \pm 0,015$ mm et par retenue sur un tamis à mailles de $0,250 \pm 0,012$ mm. Cette quantité de poudre est extraite par un solvant dans lequel les matières à faible masse moléculaire sont solubles et dans lequel la résine durcie n'est pas ou pratiquement pas soluble. Il convient de suivre la procédure décrite à l'article 19, celle-ci étant adaptée à la forme pulvérulente. Le taux maximal admissible de solubilité sera indiqué à la troisième partie.

An alternative method is widely used for polymerisable resinous compounds applied for metal-clad base materials for printed circuits.

This method is described in IEC Publication 249-3, Metal-clad Base Materials for Printed Circuits, Part 3: Special Materials Used in Connection with Printed Circuits, and First supplement: Specification No. 2: Specification for Copper Foil for Use in the Manufacture of Copper-clad Base Materials.

The exact wording for this alternative test method for “gel-time” will be given in the respective Part 3 of this standard, if it is applicable.

17. Exothermic temperature peak

In principle, the exothermic temperature peak shall be determined according to ISO Recommendation R 584.

A test tube containing a mixture of resin and catalyst is placed in a thermostatically controlled bath. The temperature in the mass is registered with respect to time. The peak temperature and the time to reach this temperature are noted.

According to ISO Standard 584, for general types of polyester resin systems the bath temperature should be 80 ± 0.5 °C. For other types of resin systems, the bath temperature will be laid down in Part 3. Contrary to ISO Standard 584, the components shall be brought to the prescribed bath temperature before being mixed.

In cases where the resin system shows only a small amount of heat or reaction, a larger quantity of resin mixture may be used. In this case, a long-necked round-bottomed flask of 250 cm³ filled up to the beginning of the neck should be used.

18. Curing in thick layers

18.1 Determination of hardness

To establish that a mixture is cured, the hardness, determined, according to Clause 28, shall have reached the value specified in the specification sheet of Part 3.

18.2 Determination of the temperature of deflection under load

To establish that a mixture is cured, the temperature of deflection under load, determined according to Clause 32, shall have reached the value specified in the specification sheet of Part 3.

18.3 Determination of amount of soluble material

To establish that a mixture is cured, it is ground to a powder; from this powder, the fraction is taken which passes through a sieve with apertures of $0.420 \text{ mm} \pm 0.015 \text{ mm}$ and is retained by a sieve with apertures of $0.250 \text{ mm} \pm 0.012 \text{ mm}$. This fraction is extracted by a solvent in which the low molecular weight materials are soluble and in which the cured resin is not soluble or hardly soluble. The method as described in Clause 19 adapted to the powder form is to be followed. The maximum allowable per cent of solubility is to be found in Part 3.

19. Traitement des couches minces

La solubilité du mélange résineux pris en masse dans un solvant donné sert à déterminer le degré de traitement.

19.1 Appareillage d'essai

- Une balance de précision exacte à ± 1 mg.
- Un appareil d'extraction de Soxhlet.
- Une étuve ventilée à température constante.
- De l'acétone ou tout autre solvant à spécifier dans la troisième partie.
- Trois morceaux d'un support convenable mesurant 50 mm \times 150 mm. Si du tissu de verre est utilisé, les préférences iront vers le type suivant:
 - verre dégraissé à chaud, sans alcali, teneur en oxydes d'alcali $< 0,8\%$;
 - masse: 55 g/m² à 75 g/m²;
 - armure carrée: 19 fils/cm à 24 fils/cm.

19.2 Méthode d'essai

Sécher les pièces de tissu de verre pendant 1 h à 110 °C. Les placer dans un dessiccateur pour les ramener à la température ambiante. Après une demi-heure au moins, peser les pièces de tissu de verre au milligramme près (m_3) et les tremper dans le mélange résineux à essayer. Laisser le tissu dans la résine pendant 5 min environ et le remuer de temps en temps pour assurer une bonne imprégnation et favoriser l'échappement des bulles d'air.

Retirer ensuite les éprouvettes et les suspendre pour permettre l'écoulement de l'excédent de résine. Suspendre les trois bandes de tissu dans l'étuve et faire durcir la résine à la température et pendant le temps prescrits par le fournisseur.

Après durcissement, placer les éprouvettes dans un dessiccateur et les laisser revenir à la température ambiante. Mesurer l'épaisseur d'une bande de tissu en trois endroits à l'aide d'un micromètre à vis et peser chaque bande au milligramme près (m_1).

Placer chacune des trois bandes dans un flacon contenant 50 cm³ d'acétone. Faire bouillir l'acétone sous reflux pendant 1 h. Ensuite, retirer l'éprouvette du flacon et la suspendre pour séchage pendant 2 h à 80 °C.

Après retour à la température ambiante dans un dessiccateur, l'éprouvette est de nouveau pesée au milligramme près (m_2).

19.3 Résultat

$$\text{Quantité soluble dans l'acétone en pourcentage} = 100 \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3}$$

m_1 = masse de l'éprouvette après traitement

m_2 = masse de l'éprouvette après extraction

m_3 = masse du tissu de verre

Consigner l'épaisseur mesurée.

Le pourcentage maximal admissible de solubilité sera indiqué dans les feuilles de spécifications de la troisième partie.

19. Curing in thin layers

The solubility of the cured resin mixture in a certain solvent is used to establish curing.

19.1 Test apparatus

- An analytical balance with an accuracy of ± 1 mg.
- A Soxhlet extraction apparatus.
- A constant temperature oven with ventilation.
- Acetone or any solvent to be specified in Part 3.
- Three pieces of a suitable inert substrate with the dimensions $50 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$. When glass fabric is used, the following type is recommended:
 - heat-cleaned alkali-free glass, content of alkali oxides $< 0.8\%$;
 - mass: 55 g/m^2 to 75 g/m^2 ;
 - square weave: 19 threads/cm to 24 threads/cm.

19.2 Test procedure

The pieces of glass fabric are dried for 1 h at 110°C . The pieces are placed in a desiccator to cool to room-temperature. After at least half an hour, the pieces of glass fabric are weighed to the nearest milligram (m_3) and dipped in the resin mixture under test. The fabric is left in the resin for about 5 min and moved from time to time to ensure a good wetting and escape of air.

The test pieces are then taken out and kept in a hanging position to enable the excess resin to drip off. The three strips are hung in the oven and cured at the temperature and for the time prescribed by the supplier.

After curing, the test pieces are cooled down to room temperature in a desiccator. The thickness of a strip is measured at three places with a screw-micrometer and each strip is weighed to the nearest milligram (m_1).

Each of the three strips is placed in a flask containing 50 cm^3 acetone. The acetone is boiled under reflux for 1 h. Subsequently the test piece is taken out of the flask and dried in a hanging position for 2 h at 80°C .

After cooling to room temperature in a desiccator, the test piece is again weighed to the nearest milligram (m_2).

19.3 Results

$$\text{Amount of acetone-soluble matter in per cent} = 100 \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3}$$

m_1 = mass of test piece after curing

m_2 = mass of test piece after extraction

m_3 = mass of glass cloth

Report the measured thickness.

The maximum allowable percentage of solubility will be given in the specification sheets of Part 3.

20. Retrait total

20.1 Définition

Retrait que l'on peut calculer d'après le volume du moule et le volume de l'éprouvette durcie, tous deux à température ambiante.

20.2 Méthode

A l'étude.

21. Essais spéciaux pour les vernis sans solvants

Pour procéder à des essais sur ces matériaux, un choix pourra être fait dans la Publication 464-2 de la CEI: Spécification relative aux vernis isolants contenant un solvant, Deuxième partie: Méthodes d'essai.

SECTION DEUX — ESSAIS DES RÉSINES DURCIES

22. Notes générales sur les éprouvettes

Nombre d'éprouvettes

Sauf spécification contraire, le nombre d'éprouvettes est de deux.

Préparation des éprouvettes

Les conditions de préparation des éprouvettes en vue d'en déterminer les propriétés doivent être stipulées dans les spécifications relatives aux divers composés polymérisables. Les conditions suivantes doivent être spécifiées:

- pour le moulage (température de moulage, conditions de vide);
- pour le traitement (température, temps ou programme température-temps);
- pour le démoulage (matériaux utilisés);
- pour le recuit et le refroidissement.

Il en est de même pour la question de savoir si les éprouvettes doivent être moulées directement aux dimensions déterminées, ou si elles doivent être préparées à partir de feuilles moulées. Toutes indications à ce propos seront fournies dans le rapport d'essai.

Les éprouvettes ou les feuilles d'après lesquelles les éprouvettes doivent être préparées seront exemptes de soufflures et de bulles. Après démoulage, les bavures seront éliminées des éprouvettes. Les surfaces coupées seront absolument exemptes de creux et de rayures à angle droit par rapport au sens de la coupe. Les éprouvettes ne remplissant pas ces conditions et celles dont les surfaces ne donnent pas satisfaction doivent être exclues des essais.

Prescriptions

- a) Pour le moulage des composés époxydes polymérisables, on utilise généralement des moules en acier. Ceux-ci doivent être munis d'un revêtement destiné à favoriser le démoulage.

20. Total shrinkage

20.1 Definition

The total shrinkage is the shrinkage that can be calculated from the volume of the mould and the volume of the cured test sample, both at room temperature.

20.2 Method

Under consideration.

21. Special tests for solventless varnishes

Tests on these materials may be selected from IEC Publication 464-2, Specification for Insulating Varnishes Containing Solvent, Part 2: Methods of Test.

SECTION TWO — TESTS FOR MATERIALS IN THE CURED FORM

22. General notes on test pieces

Number of test pieces

Unless otherwise specified, the number of test pieces shall be two.

Preparation of test pieces

The conditions for the preparation of test pieces from which the properties are to be determined should be laid down in the respective specifications for the different polymerisable compounds. The following conditions shall be specified:

- for casting (casting temperature, vacuum);
- for curing (temperature, time, respective temperature-time programme);
- for removal from the mould (release materials);
- for annealing and cooling.

It also applies to the question as to whether the test pieces should be cast in the proper shape according to the given test piece dimensions or should be prepared from cast sheets; statements in this connection shall be included in the test report.

The test pieces or untreated sheets from which the test pieces are to be prepared, must be free from blisters and bubbles. Flash must be removed from test pieces after casting. Cut surfaces shall be completely free of nicks and scratches at right angles to the direction of cutting. Test pieces not fulfilling this condition and whose surfaces do not appear to be satisfactory shall be excluded from testing.

Requirements

- a) Steel casting moulds are usually employed when casting epoxy polymerisable compounds. These casting moulds shall be provided with a suitable coating to allow satisfactory removal of the moulded materials from the mould.

- b) Pour le moulage de composés de résine de polyester non saturés, les moules en verre et l'utilisation d'une solution de soyalécithine à 1% ou 2% comme agent de démoulage ont donné des résultats satisfaisants.
- c) Pour le moulage des composés polymérisables contenant une charge, il faut tenir compte de la possibilité d'un tassement résultant de l'épaisseur et de la position (horizontale ou verticale) de l'éprouvette. Ce tassement peut influencer les résultats.
- d) Pendant l'usinage, il faudra éviter autant que possible tout chauffage excessif des surfaces coupées (par exemple par refroidissement avec de l'eau). Des outils à pointe en diamant ou en métal dur sont recommandés pour les opérations d'usinage.

Lorsque les éprouvettes sont usinées, il faut veiller à ne pas les endommager et à ne pas polluer leur surface.

Conditionnement

Avant l'essai les éprouvettes seront conditionnées à 23 ± 2 °C et 50 ± 5 % d'humidité relative, pendant le temps prescrit dans les feuilles de spécifications correspondantes.

23. Densité

On déterminera la densité d'une éprouvette de résine durcie par déplacement de liquide à 23 ± 2 °C.

24. Résistance à la flexion

A déterminer conformément à la Norme ISO 178.

La largeur et l'épaisseur de l'éprouvette seront mesurées à 0,01 mm près.

Prendre garde à bien disposer l'éprouvette symétriquement sur les supports de la machine d'essai, avec toujours la même surface en contact avec ceux-ci, particulièrement si les éprouvettes sont usinées.

Augmenter progressivement la charge, à une vitesse telle que l'éprouvette se brise dans un temps compris entre 15 s et 45 s.

25. Résistance à la traction et allongement à la rupture

25.1 *Méthode pour les matériaux rigides*

A déterminer conformément à la Recommandation ISO/R 527. Des éprouvettes conformes à la figure 1 de cette recommandation seront utilisées avec une épaisseur de 3 mm à 4 mm.

25.2 *Méthode pour les matériaux élastomères*

A déterminer conformément à la Norme ISO 37. Des éprouvettes du type « haltères » comme décrit au paragraphe 4.16 de cette norme seront utilisées.

26. Résistance au choc

A déterminer conformément à la Recommandation ISO/R 179. La barre d'essai standard doit être utilisée.

- b) Glass casting moulds and the use of a 1% to 2% soya lecithin solution as a release agent have proved suitable when casting unsaturated polyester resin compounds.
- c) When casting polymerisable compounds containing filler, the possibility of settlement needs to be taken into account in relation to the thickness and position (horizontal or vertical) of the specimen. This settlement could affect results.
- d) During machining, any excessive heating of the cut surfaces should be avoided as far as possible (e.g. by cooling with water). Diamond- or hard-metal-tipped tools are recommended for machining.

When test pieces are prepared by machining, care should be taken to avoid damage of the test pieces and contamination of their surfaces.

Conditioning

Before testing, the test pieces shall be conditioned at 23 ± 2 °C and 50 ± 5 % relative humidity for a period of time defined in the relevant specification sheets.

23. Density

The density of a test piece of cured resin shall be determined by displacement of liquid at 23 ± 2 °C.

24. Flexural strength

To be determined according to ISO Standard 178.

The width and the thickness of the test piece shall be measured to the nearest 0.01 mm.

Take care that the test piece is laid symmetrically across the supports of the testing machine with the same face in contact with them, particularly if the test pieces are machined.

Increase the load steadily and at such a rate that the test piece fractures in 15 s to 45 s.

25. Tensile strength and elongation at break

25.1 *Method for rigid materials*

To be determined in accordance with ISO Recommendation R 527. Test pieces according to Figure 1 of that recommendation to be used with a thickness of 3 mm to 4 mm.

25.2 *Method for elastomeric materials*

To be determined in accordance with ISO Standard 37. The dumb-bell test piece as described in Sub-clause 4.16 of that standard shall be used.

26. Impact strength

To be determined according to ISO Recommendation R 179. The standard test bar shall be used.

27. Pouvoir agglomérant

27.1 Essai de bobinage hélicoïdal

A l'étude.

27.2 Essai de faisceau

A l'étude.

28. Dureté

A déterminer conformément à l'une des méthodes suivantes.

28.1 Pour matériaux rigides

28.1.1 Conformément à la Recommandation ISO/R 868. On utilise un appareil à dispositif conique. Le rapport mentionnera s'il a été fait usage d'un duromètre de type A ou de type D.

28.1.2 Conformément à la Norme ISO 2039. Les résultats seront exprimés en N/mm².

28.2 Pour matériaux élastomères

Les trois méthodes font appel à une sphère d'enfoncement. Les résultats sont exprimés sous forme D.I.D.C. (détermination de la dureté par résistance à l'enfoncement exprimée en degrés internationaux de dureté du caoutchouc).

28.2.1 Conformément à la Norme ISO 1400.

28.2.2 Conformément à la Norme ISO 48.

28.2.3 Conformément à la Norme ISO 1818.

29. Coefficient de dilatation thermique linéaire

29.1 Appareillage d'essai

Dilatomètre

Tout appareil généralement agréé, capable de mesurer le coefficient de dilatation thermique linéaire à $\pm 10\%$, peut être employé.

La précision de l'appareil utilisé sera de nature à permettre la mesure de la modification de la longueur dans l'intervalle de température envisagé, à 2% près.

Le dispositif destiné à mesurer la dilatation n'exercera pas une force supérieure à 0,7 N sur l'éprouvette.

29.2. Eprouvettes.

Les éprouvettes devront préalablement être recuites pour éviter tout retrait éventuel. La température de recuit sera la température maximale au cours de la mesure; le temps de recuit sera indiqué dans la troisième partie.

27. Bond strength

27.1 Helical coil test

Under consideration.

27.2 Bundle test

Under consideration

28. Hardness

To be determined according to one of the following methods.

28.1 For rigid materials

28.1.1 According to ISO Recommendation R 868. A conical indenter is used. The report shall state if the Type A or Type D durometer has been used.

28.1.2 According to ISO Standard 2039. Results expressed in N/mm².

28.2 For elastomeric materials

All three methods use a spherical indenter. The results are expressed as I.R.H.D. (determination of hardness by use of a spherical indenter, expressed in international rubber hardness degrees).

28.2.1 According to ISO Standard 1400.

28.2.2 According to ISO Standard 48.

28.2.3 According to ISO Standard 1818.

29. Coefficient of linear thermal expansion

29.1 Test apparatus

Dilatometer

Any generally accepted apparatus that will measure the coefficient of linear thermal expansion with an accuracy of $\pm 10\%$ may be used.

The accuracy of the apparatus used shall be such that it measures the change in length over the temperature interval under consideration within $\pm 2\%$.

The device that measures the expansion shall not exert a force of more than 0.7 N on the test piece.

29.2 Test pieces

The test pieces have to be post-cured to make sure no shrinkage occurs. The temperature of the post-curing shall be the maximum temperature used in the measurement; the time of post-curing to be given in Part 3.

La forme et les dimensions des éprouvettes sont tributaires de l'appareillage utilisé. Généralement on pourra employer des barres à section circulaire ou carrée ayant une longueur de 50 mm et un diamètre ou une largeur de 4 mm.

Les éprouvettes seront au nombre de trois.

29.3 *Méthode d'essai*

Placer l'éprouvette dans un dilatomètre. Lorsque l'un et l'autre ont atteint la température la plus basse de la gamme au sein de laquelle la détermination doit être effectuée, procéder à une augmentation progressive de la température à raison de 2 °C par min. Lire ou enregistrer le changement de longueur en fonction de la température.

29.4 *Résultats*

Le coefficient moyen de dilatation thermique linéaire dans l'intervalle de température envisagé est déterminé par :

$$\alpha = \Delta L / L \Delta \theta$$

où :

L = longueur de l'éprouvette à la température ambiante

$\Delta \theta$ = intervalle de température au cours duquel est déterminé le coefficient moyen

ΔL = augmentation de longueur au cours de cet intervalle de température

Sur la courbe montrant le changement de longueur en fonction de la température, deux points sont pris pour le calcul de ΔL et $\Delta \theta$.

Dans le rapport concernant le coefficient moyen de dilatation thermique linéaire, il sera fait mention de la plage de températures couvertes.

Note. — La présentation graphique des résultats indiquera s'il se produit un changement du coefficient de dilatation thermique linéaire dans la gamme des températures d'essai. Les résultats ne seront pas extrapolés à travers un point d'inflexion quelconque.

30. **Conductivité thermique**

A déterminer conformément au projet de Norme ISO 2582.

31. **Choc thermique**

31.1 *Appareillage d'essai*

Une étuve électrique du type pour analyses en laboratoire maintenue à la plus élevée des températures prescrites.

Un bain composé d'alcool et de glace carbonique ou tout autre milieu maintenu à la plus basse des températures prescrites et ayant une capacité calorifique suffisante pour que la température reste dans les limites spécifiées, tout au long de l'immersion des éprouvettes. Le milieu de refroidissement devra être inerte par rapport au matériau soumis à l'essai.

31.2 *Éprouvettes*

On pourra utiliser deux types d'éprouvettes comportant un type de « prisonnier » différent.

Note. — Divers modèles de « prisonniers » sont à l'étude, surtout pour l'essai des matériaux destinés à être utilisés dans des conditions climatiques extrêmes.

The shape and dimensions of the test pieces are governed by the apparatus used. Generally, bars with a round or square cross-section, a length of 50 mm and a diameter or width of 4 mm can be used.

The number of test pieces shall be three.

29.3 Test procedure

Mount the specimen in the dilatometer. When both the dilatometer and specimen have reached the lower temperature of the temperature range over which the determination is to be made, the temperature is progressively raised at a rate of 2 °C per min. The change in length is read or recorded with respect to temperature.

29.4 Results

The average coefficient of linear thermal expansion in the temperature interval under consideration is determined as:

$$x = \Delta L / L \Delta \theta$$

where:

L = length of the test piece at room temperature

$\Delta \theta$ = temperature interval over which the average coefficient is determined

ΔL = increase in length over that temperature interval

On the curve showing the change in length with respect to temperature, two points are taken for assessing ΔL and $\Delta \theta$.

When reporting the average coefficient of linear thermal expansion, the temperature range covered shall be stated.

Note. — The graphical presentation of results will indicate if a change of coefficient of linear thermal expansion occurs within the test temperature range. The results must not be extrapolated through any inflection point.

30. Thermal conductivity

To be determined according to Draft ISO Standard 2582.

31. Thermal shock

31.1 Test apparatus

An analytical type, electrically-heated oven held at the highest prescribed temperature.

A dry ice-alcohol bath or another medium kept at the lowest prescribed temperature and having sufficient thermal capacity so that the temperature remains within the specified range while the test pieces are immersed. The cooling medium shall be inert with regard to the material tested.

31.2 Test pieces

Two types of test pieces with different inserts can be used.

Note. — Alternative designs of inserts are under consideration, particularly for testing materials for use under extreme climatic conditions.

31.2.1 *Utilisation du « prisonnier » selon la figure 4, page 39*

Cinq éprouvettes seront coulées dans les moules en feuille d'aluminium intacte de 58 mm. Ces moules auront un fond plat d'environ 45 mm de diamètre.

On usinera des « prisonniers » en acier doux, ayant la forme illustrée à la figure 4. Ces pièces seront ensuite soigneusement dégraissées (de préférence dans un appareil à vapeur de trichloréthylène), puis elles seront préchauffées, ainsi que le moule, à la température de coulage sauf spécification contraire. La température de coulage sera spécifiée dans la troisième partie. Le « prisonnier » sera ensuite approximativement centré sur le fond plat du plateau. On versera alors dans le moule de la résine soigneusement mélangée et dégazée et préalablement chauffée jusqu'à la température de coulage. La coulée s'effectuera tout d'abord par l'ouverture pratiquée dans le « prisonnier », pour favoriser l'évacuation de l'air. Le niveau de la résine sera aligné sur le dessus des quatre colonnettes supérieures du « prisonnier ».

Après la coulée, les éprouvettes seront durcies à la température prescrite par la feuille de spécification appropriée de la troisième partie.

Après la prise en masse, retirer la feuille d'aluminium; cette opération peut être effectuée lorsque l'éprouvette est encore chaude.

31.2.2 *Utilisation d'un boulon et d'un écrou en guise de « prisonnier »*

Pour faire fonction de « prisonnier », on utilise un boulon M12 conforme à la Recommandation ISO R 272, de 40 mm de long, portant un écrou engagé totalement à son extrémité. L'écrou et la vis seront polis et soigneusement dégraissés.

On suivra, pour autant qu'elles soient applicables, les instructions figurant au paragraphe 31.2.1. Cinq éprouvettes cylindriques de 40 mm de diamètre et de 60 mm de long sont moulées avec le « prisonnier » suspendu au milieu.

31.3 *Méthode d'essai*

Après écoulement du temps indiqué dans la troisième partie, entre le traitement thermique et l'essai, placer les éprouvettes dans l'étuve prévue pour l'essai pendant une demi-heure, puis les plonger immédiatement dans le bain froid où elles séjourneront pendant 10 min. La température de l'étuve et celle du bain froid seront indiquées dans la troisième partie.

Après chaque cycle d'essai, essuyer rapidement l'agent réfrigérant adhérent aux éprouvettes et rechercher sur ces dernières les criques éventuelles. Si l'examen ne révèle aucune crique, procéder immédiatement à l'exécution du cycle suivant. Ces opérations seront répétées jusqu'au moment où un défaut est constaté, ou pendant dix cycles. On considère l'essai comme réussi si quatre éprouvettes sur cinq subissent les dix cycles d'opérations sans dommage.

Il pourra ne pas être tenu compte des criques se produisant éventuellement sur les quatre supports triangulaires du « prisonnier » réalisés conformément à la figure 4, à condition que ces criques ne s'étendent pas au-delà des valeurs qui seront spécifiées à la troisième partie.

31.4 *Résultats*

Consigner pour chaque éprouvette le nombre de cycles supportés sans craquelure, en indiquant le type de prisonnier utilisé.

32. *Température de fléchissement sous charge*

A déterminer conformément à la Norme ISO 75. La méthode A sera utilisée.

Les feuilles de spécifications pour les matériaux très rigides peuvent parfois faire état de charges plus élevées que celles indiquées dans la Norme ISO 75.

31.2.1 *Using inserts according to Figure 4, page 39*

Five test pieces shall be cast in undamaged 58-mm aluminium foil weighing dishes. These dishes shall have a flat bottom area approximately 45 mm in diameter.

Inserts shall be machined from mild steel to the shape shown in Figure 4. They shall then be thoroughly degreased (preferably in a trichloroethylene vapour degreaser). The mould and the insert are to be preheated to the casting temperature, unless otherwise specified. The casting temperature is to be specified in Part 3. The insert shall then be roughly centred on the flat bottom of the dish. Thoroughly mixed and degassed resin which has been preheated to the casting temperature shall then be poured into the mould, first through the hole in the insert so as to avoid trapping air. The level of the resin shall be brought equal with the top of the four upper posts of the insert.

After pouring, the test pieces shall be cured at the temperature prescribed in the relevant specification sheet of Part 3.

After curing, the foil shall be removed; this may be done while the test piece is hot.

31.2.2 *Using a bolt and nut as insert*

As an insert, a bolt M12, according to ISO Recommendation R 272, 40 mm long with a nut fully engaged shall be used. The nut and bolt shall be finished bright unplated and thoroughly degreased.

Following, as far as applicable, the instructions given in Sub-clause 31.2.1, five cylindrical test specimens 40 mm in diameter and 60 mm long are cast with the insert suspended in the middle.

31.3 *Test method*

After the time between curing and testing has elapsed, as specified in Part 3, the specimens shall be placed in the test oven for half an hour and then immediately plunged into the cold bath and left for 10 min. The temperature of the oven and of the cold bath will be specified in Part 3.

After each cycle, the cooling medium on the specimens shall be quickly wiped off, and the test pieces examined for evidence of cracking. If no cracks are found, the next cycle shall be immediately started. Cycling shall be repeated until the specimen cracks or until ten cycles have passed. The test shall be considered as satisfactory if four out of five test pieces withstand ten cycles without damage.

Cracks at the four triangular supports for the insert according to Figure 4, may be ignored provided their length does not exceed the value to be specified in Part 3.

31.4 *Results*

Report the number of cycles applied without cracking for each test piece and report the insert used.

32. **Temperature of deflection under load**

To be determined according to ISO Standard 75. Method A is to be used.

The specification sheets for strong materials may specify higher loads than those included in ISO Standard 75.