

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°s 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 $23 \pm 5^\circ\text{C}$ 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 $100 \pm 0.25\text{ g}$.

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 $5 \pm 0.2\text{ s}$. 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 *Éprouvettes*

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.