

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

RECOMMANDATION DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

IEC RECOMMENDATION

Publication 249-3

Première édition — First edition

1973

Matériaux de base à recouvrement métallique pour circuits imprimés
Troisième partie: Matériaux spéciaux utilisés en association avec les circuits imprimés

Metal-clad base materials for printed circuits
Part 3: Special materials used in connection with printed circuits



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, 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**
Publié trimestriellement
- **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.

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**
Published quarterly
- **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.

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

RECOMMANDATION DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

IEC RECOMMENDATION

Publication 249-3

Première édition — First edition

1973

Matériaux de base à recouvrement métallique pour circuits imprimés

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

Metal-clad base materials for printed circuits

Part 3: Special materials used in connection with printed circuits



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, rue de Varembe

Genève, Suisse

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
Articles	
1. Domaine d'application	6
2. Désignations	6
3. Tissu de verre	6
4. Epaisseur après pressage	8
5. Aspect	8
6. Propriété de la feuille de matériau agglomérant	8
7. Stabilité des propriétés	10
8. Emballage et marquage	10
9. Teneur en résine	12
10. Ecoulement de résine	12
11. Teneur en produits volatils	14
12. Temps de glutination	14
13. Temps de gélification	16
ANNEXE A — Exigences supplémentaires pour le matériau agglomérant fourni en rouleaux	18
FIGURES	20

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5

Clause

1. Scope	7
2. Designations	7
3. Glass fabric	7
4. Thickness, pressed	9
5. Appearance	9
6. Properties of the bonding sheet material	9
7. Permanence of properties	11
8. Packaging and marking	11
9. Resin content	13
10. Resin flow	13
11. Volatiles content	15
12. Tack time	15
13. Gel time	17

APPENDIX A — Additional requirements for bonding material when supplied in rolls	19
FIGURES	20

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**MATÉRIAUX DE BASE À RECOUVREMENT MÉTALLIQUE
POUR CIRCUITS IMPRIMÉS**

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

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.
- 4) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand il est déclaré qu'un matériel est conforme à l'une de ses recommandations.

PRÉFACE

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

Un premier projet, basé sur des propositions établies par le Comité national des Etats-Unis d'Amérique, fut discuté lors de la réunion tenue à Washington en 1970. A la suite de cette réunion, un projet définitif, document 52(Bureau Central)73, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en janvier 1971. A la suite de la réunion tenue à Londres en 1971, un projet révisé, document 52(Bureau Central)91, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Procédure des Deux Mois en août 1972.

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

Afrique du Sud (République d')	Italie
Allemagne	Pays-Bas
Australie	Portugal
Autriche	Royaume-Uni
Belgique	Suède
Canada	Suisse
Danemark	Turquie
Etats-Unis d'Amérique	Union des Républiques
Hongrie	Socialistes Soviétiques

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

METAL-CLAD BASE MATERIALS FOR PRINTED CIRCUITS

**Part 3: Special materials used in connection
with printed circuits**

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 recommendations and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.
- 4) The IEC has not laid down any procedure concerning marking as an indication of approval and has no responsibility when an item of equipment is declared to comply with one of its recommendations.

PREFACE

This recommendation has been prepared by IEC Technical Committee No. 52, Printed Circuits.

A first draft, based on proposals prepared by the U.S. National Committee, was discussed at the meeting held in Washington in 1970. As a result of this meeting, a final draft, document 52(Central Office)73, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in January 1971. After the meeting held in London in 1971, a revised draft, document 52(Central Office)91, was submitted to the National Committees for approval under the Two Months' Procedure in August 1972.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Australia	Portugal
Austria	South Africa (Republic of)
Belgium	Sweden
Canada	Switzerland
Denmark	Turkey
Germany	Union of Soviet
Hungary	Socialist Republics
Italy	United Kingdom
Netherlands	United States of America

MATÉRIAUX DE BASE À RECOUVREMENT MÉTALLIQUE POUR CIRCUITS IMPRIMÉS

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

SPÉCIFICATION N° 1: MATÉRIAU AGGLOMÉRANT EN FEUILLE DESTINÉ À LA FABRICATION DES CARTES DE CÂBLAGES IMPRIMÉS MULTICOUCHES

1. Domaine d'application

La présente recommandation énumère les exigences sur deux types de tissu de verre imprégné de résine époxyde semi-durcie, utilisés pour assembler des câblages imprimés afin d'obtenir des câblages imprimés multicouches.

2. Désignations

Type GF: Tissu de verre imprégné de résine époxyde résistant à la flamme.

Type GP: Tissu de verre imprégné de résine époxyde-phénolique pour usage général.

3. Tissu de verre

3.1 Généralités

Le tissu de verre doit être un drap de verre d'armature toile ou armure carrée, tissé à partir de filaments continus, de verre de qualité électrique (ne contenant pas plus de 1 % d'oxydes de métaux alcalins exprimés sous forme de Na_2O). Le tissu de verre doit être fini avec un matériau d'apprêt, compatible avec les résines époxydes et/ou époxydes-phénoliques.

3.2 Propriétés

Les propriétés suivantes du tissu de verre, avant imprégnation, doivent être définies par le fabricant du stratifié:

- épaisseur nominale;
- poids nominal par unité de surface;
- nombre minimal de fils (donnant le nombre de fils pour la chaîne comme premier nombre et le nombre de fils pour la trame comme deuxième nombre).

A titre indicatif pour la sélection du type de tissu de verre à utiliser dans la fabrication de feuilles de matériau agglomérant, les types suivants sont généralement considérés comme répondant à la plupart des besoins.

Propriétés du tissu en fibre de verre tissé, avant imprégnation

Epaisseur nominale	Poids nominal/ Unité de surface *)	Nombre minimal de fils
25 μm (0,001 in)	19,6 g/m^2 (0,58 oz/yd ²)	24 $\times$ 20 par cm^2 (60 $\times$ 52 par in ²)
50 μm (0,002 in)	47,4 g/m^2 (1,4 oz/yd ²)	24 $\times$ 19 par cm^2 (60 $\times$ 47 par in ²)
75 μm (0,003 in)	71,2 g/m^2 (2,1 oz/yd ²)	16 $\times$ 15 par cm^2 (40 $\times$ 39 par in ²)
100 μm (0,004 in)	108,5 g/m^2 (3,2 oz/yd ²)	24 $\times$ 23 par cm^2 (60 $\times$ 58 par in ²)

*) Des valeurs nominales poids/unité de surface sont énoncées du fait qu'il n'existe pas d'informations valables sur les tolérances.

METAL-CLAD BASE MATERIALS FOR PRINTED CIRCUITS

Part 3: Special materials used in connection with printed circuits

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

1. Scope

This recommendation gives the requirements for properties of two types of epoxide resin impregnated woven glass fabric in the semi-cured stage. They are intended for bonding printed circuits to produce multilayer printed boards.

2. Designations

Type GF: Flame resistant epoxide resin impregnated glass fabric.

Type GP: General purpose epoxide-phenolic resin impregnated glass fabric.

3. Glass fabric

3.1 General

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

3.2 Properties

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

- nominal thickness;
- nominal weight per unit area;
- minimum yarn count (giving the warp count as the first number, and the fill or weft count as the second number).

As a guide to selection by the user of the type of glass fabric to be used in the manufacture of bonding sheet material, the following types have been generally found to fulfil most needs.

Properties of glass fabric as woven, before impregnation

Nominal thickness	Nominal weight/ unit area *)	Minimum yarn count
25 μm (0.001 in)	19.6 g/m^2 (0.58 oz/yd ²)	24 $\times$ 20 per cm^2 (60 $\times$ 52 per in^2)
50 μm (0.002 in)	47.4 g/m^2 (1.4 oz/yd ²)	24 $\times$ 19 per cm^2 (60 $\times$ 47 per in^2)
75 μm (0.003 in)	71.2 g/m^2 (2.1 oz/yd ²)	16 $\times$ 15 per cm^2 (40 $\times$ 39 per in^2)
100 μm (0.004 in)	108.5 g/m^2 (3.2 oz/yd ²)	24 $\times$ 23 per cm^2 (60 $\times$ 58 per in^2)

*) Values of nominal weight/unit area are shown because there is no reliable information about the tolerances.

4. **Épaisseur après pressage**

Le fabricant du stratifié doit mentionner l'épaisseur moyenne d'une seule couche du tissu imprégné après pressage et durcissement selon le procédé qu'il recommande.

5. **Aspect**

Il ne peut y avoir aucun corps étranger ou autres imperfections présentes qui seraient nuisibles à l'usage du stratifié.

Des craquelures dans la surface de la résine ne doivent pas être une cause de rejet s'il n'y a pas une présence excessive de résine en poudre. Il ne peut y avoir de cassures dans le tissu de verre.

6. **Propriétés de la feuille de matériau agglomérant**

La feuille de matériau agglomérant doit répondre aux exigences suivantes:

6.1 *Propriétés au stade semi-durci, avant stratification*

<i>Propriété</i>	<i>Méthode d'essai (Article de la présente recommandation)</i>	<i>Exigences</i>
Teneur en résine		
Type GF	9	Comme convenu entre acheteur et vendeur, mais avec un écart sur la teneur en résine ne dépassant pas $\pm 5\%$ de la teneur nominale convenue
Type GP	9	Comme pour le type GF mais avec un écart maximal de $\pm 8\%$
Écoulement de la résine		
Pour écoulement nominal de 20 % ou moins	10	Comme convenu entre acheteur et vendeur avec un écart maximal de $\pm 3\%$
Pour écoulement nominal supérieur à 20 %	10	Comme convenu entre acheteur et vendeur avec un écart maximal de $\pm 5\%$
Teneur en produits volatils		
Type GF	11	Pas plus de 0,75 %
Type GP	11	Comme convenu entre acheteur et vendeur
Temps de glutination	12	Comme convenu entre acheteur et vendeur
Temps de gélification*)	13	Comme convenu entre acheteur et vendeur

6.2 *Propriétés du matériau agglomérant en feuille, après stratification*

Les propriétés d'un stratifié, d'une épaisseur nominale de 0,8 mm (0,031 in), fabriqué selon les recommandations du fournisseur doivent être les suivantes:

*) En remplacement du temps de glutination.

4. **Thickness, pressed**

The manufacturer of the bonding sheet material shall state the average thickness of a single layer of the impregnated fabric after pressing and curing it according to his recommended procedure.

5. **Appearance**

There shall be no foreign matter or other imperfections present which would be detrimental to the intended use of the bonding sheet material.

Cracks in the resin surface shall not be a cause for rejection provided there is no evidence of excessive resin powder. There shall be no breaks in the glass fabric.

6. **Properties of the bonding sheet material**

The bonding sheet material shall meet the following requirements:

6.1 *Properties in the semi-cured stage, prior to laminating*

<i>Property</i>	<i>Test method (Clause of this recommendation)</i>	<i>Requirements</i>
Resin content		
Type GF	9	As agreed upon by purchaser and vendor, but with the deviation in resin content not more than $\pm 5\%$ from the nominal value agreed upon
Type GP	9	As for type GF, except that the maximum deviation shall be $\pm 8\%$
Resin flow		
For nominal flow of 20% or less	10	As agreed upon by purchaser and vendor with maximum deviation $\pm 3\%$
For nominal flow greater than 20%	10	As agreed upon by purchaser and vendor with maximum deviation $\pm 5\%$
Volatiles content		
Type GF	11	Not greater than 0.75%
Type GP	11	As agreed upon by purchaser and vendor
Tack time	12	As agreed upon by purchaser and vendor
Gel time*)	13	As agreed upon by purchaser and vendor

6.2 *Properties of the bonding sheet material when laminated*

Properties of a laminate of 0.8 mm (0.031 in) nominal thickness when made according to the supplier's recommended procedure shall be as follows:

*) Alternative to tack time.

<i>Propriété</i>	<i>Méthode d'essai</i> (Paragraphe de la Publication 249-1 de la CEI)	<i>Exigences</i>
Inflammabilité Type GF seulement	4.3	Durée maximale de combustion 15 s. Sans combustion après la ligne des 25 mm
Choc thermique (pour éprouvettes non gravées)	3.7	Après 20 s, il ne peut y avoir de délamination ou de décollement du matériau assemblé
Constante diélectrique relative en volume Dans les conditions de réception	2.7	5,5 max.
Facteur de dissipation diélectrique en volume Dans les conditions de réception	2.7	0,035 max.
Rigidité diélectrique*) Dans les conditions de réception, 40 Hz à 62 Hz, essai dans l'huile, essai de courte durée	Publication 243**) de la CEI, électrode selon paragraphe 6.1.1	10 kV/mm (250 V/mil) min. (Valeur efficace pour tension approximativement sinusoïdale)
Charge de rupture à la flexion	Recommandation ISO R 178***) (voir aussi Publication 249-1 de la CEI, paragraphe 4.1)	30 000 N/cm ² (43 500 lbf/in ²) min.

7. Stabilité des propriétés

Certaines propriétés du stratifié, à convenir entre acheteur et vendeur, doivent se conserver dans les limites de la présente recommandation pour une durée de 90 jours au minimum à partir de la date d'expédition quand le matériau est entreposé selon les recommandations de magasinage du fabricant, eu égard aux conditions de température et d'humidité relative, absence de lumière ou autre élément catalyseur.

8. Emballage et marquage

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

Chaque paquet doit être convenablement marqué du nom du fabricant, du numéro de la présente recommandation, de la désignation du type, du numéro du lot, de la date d'expédition, de la teneur nominale en résine, de l'écoulement nominal de la résine, du temps nominal de glutination ou de gélification, de la teneur en produits volatils et des conditions de stockage recommandées.

Note. — Des exigences supplémentaires pour les matériaux livrés en rouleaux sont spécifiées dans l'annexe A.

*) Essai facultatif.

**) Méthodes d'essai recommandées pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides aux fréquences industrielles.

***) La Recommandation ISO R 178 est également applicable au matériau d'épaisseur nominale de 0,8 mm.

<i>Property</i>	<i>Test method</i> (Sub-clause of IEC Publication 249-1)	<i>Requirements</i>
Flammability Type GF only	4.3	Not more than 15 s. No burning beyond the 25 mm line shall occur
Heat shock (for unetched specimens)	3.7	After 20 s, there shall be no delamination or unsticking of bonded material
Volume relative permittivity As-received condition	2.7	5.5 max.
Volume dielectric dissipation factor As-received condition	2.7	0.035 max.
Electric strength*) As-received condition, 40 Hz to 62 Hz, test in oil, short-time test	IEC Publication 243**), electrode as per Sub-clause 6.1.1	10 kV/mm (250 V/mil) min. (r.m.s. for approximate sine wave form)
Flexural strength	ISO Recommendation R 178***) (see also IEC Publication 249-1, Sub-clause 4.1)	30 000 N/cm ² (43 500 lbf/in ²) min.

7. Permanence of properties

Certain properties of the bonding sheet material to be agreed upon by purchaser and vendor shall remain within the limits of this recommendation for a minimum of 90 days from date of despatch, when the material is kept under the manufacturer's recommended storage conditions of temperature and relative humidity, in the absence of light or other catalytic influence.

8. Packaging and marking

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

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

Note. — Additional requirements for materials supplied in rolls are specified in Appendix A.

*) Optional test.

**) Recommended methods of test for electric strength of solid insulating materials at power frequencies.

***) ISO Recommendation R 178 is also applicable to material with a nominal thickness of 0.8 mm.

9. Teneur en résine

9.1 Epreuves

Trois éprouvettes carrées de 100 ± 1 mm ($4 \pm 0,04$ in) de côté doivent être prélevées du matériau avec leurs diagonales perpendiculaires et parallèles à la chaîne du tissu. Les éprouvettes doivent être coupées à des positions situées le long d'une ligne perpendiculaire à la chaîne du tissu, l'une prise à égale distance de chaque bord, et les deux autres de chaque côté de la première, mais pas à moins de 25 mm (1 in) d'un bord ou d'une lisière (voir figure 1, page 20). Toute poussière ou effilure doit être enlevée des éprouvettes.

9.2 Procédure

Un creuset de taille suffisante pour contenir les trois éprouvettes doit être chauffé dans un four à moufle à $550 \pm 20^\circ\text{C}$ pendant 15 min, puis refroidi jusqu'à la température ambiante dans un dessiccateur et pesé à 0,1 g près (M_1).

Les éprouvettes d'essais, coupées à la taille convenable, doivent alors être pesées dans le creuset (M_2) et chauffées dans un four à moufle à $550 \pm 20^\circ\text{C}$ pendant une heure, puis refroidies jusqu'à la température ambiante dans un dessiccateur et pesées à nouveau à 0,1 g près (M_3). Chauffage, refroidissement et pesée doivent être répétés jusqu'à ce que deux pesées successives soient égales à 0,05 g près.

La teneur en résine doit être calculée comme suit.

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

10. Ecoulement de résine

10.1 Epreuves

Une quantité suffisante d'éprouvettes, sous la forme de carrés de 100 ± 1 mm ($4 \pm 0,04$ in), doit être prise pour former une masse de 20 g à 30 g. Les éprouvettes doivent être coupées à des positions situées le long de lignes perpendiculaires à la chaîne du tissu de verre avec les diagonales des carrés parallèles et perpendiculaires aux fils de la chaîne. Aucune éprouvette ne doit être prélevée à moins de 25 mm (1 in) d'un bord ou d'une lisière, et le nombre requis d'éprouvettes doit être prélevé en des endroits uniformément répartis de la feuille ou du rouleau de matériau (voir figure 1). Toute poussière ou effilure doit être enlevée des éprouvettes.

10.2 Procédure

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

On en fera ensuite un ensemble laminé en pressant la pile entre deux plaques d'acier inoxydable ou de tout autre métal adéquat d'au moins 125 mm (5 in) de côté et de $1,6 \pm 0,8$ mm ($0,062 \pm 0,031$ in) d'épaisseur minimale, prétraitées à l'aide d'un produit anticollant adéquat. Les plateaux de la presse doivent avoir été préchauffés à une température de:

- a) $170 \pm 3^\circ\text{C}$ pour le type GF;
- b) $130 \pm 3^\circ\text{C}$ pour le type GP.

9. Resin content

9.1 Specimens

Three specimens 100 ± 1 mm (4 ± 0.04 in) square shall be cut from the material, with the diagonals of the squares parallel and normal to the warp yarn. The specimens shall be cut from positions along a line normal to the warp of the fabric, one from a position equidistant from the edges, and the other two from positions on opposite sides of the first, but not closer than 25 mm (1 in) from an edge or selvage (see Figure 1, page 20). All loose particles and projecting fibres shall be removed from the specimens.

9.2 Procedure

A crucible of size suitable for holding the three specimens shall be heated in a muffle furnace at $550 \pm 20^\circ\text{C}$ for 15 min, then allowed to cool to room temperature in a desiccator and weighed to the nearest 0.1 g (M_1).

The test specimens, cut to convenient size, shall then be weighed in the crucible (M_2) and heated in a muffle furnace at $550 \pm 20^\circ\text{C}$ for one hour, then allowed to cool to room temperature in a desiccator and weighed again to the nearest 0.1 g (M_3). The heating, cooling and weighing shall be repeated until two successive weighings agree within 0.05 g.

The resin content shall be calculated as follows:

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

10. Resin flow

10.1 Specimens

Enough test specimens in the form of squares 100 ± 1 mm (4 ± 0.04 in) on a side shall be taken to aggregate a mass of 20 g to 30 g. The specimens shall be cut from positions along lines normal to the warp of the glass fabric with the diagonals of the squares parallel and normal to the warp yarns. No specimen shall be cut from a position closer than 25 mm (1 in) from an edge or selvage, and the required number of specimens shall be taken from positions distributed uniformly across the sheet or roll of material (see Figure 1). All loose particles and projecting fibres shall be removed from the specimens.

10.2 Procedure

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

The stack of specimens shall then be made into a laminate by pressing between stainless steel or other suitable metal plates not less than 125 mm (5 in) square and not less than 1.6 ± 0.8 mm (0.062 ± 0.031 in) thick, prepared with a suitable release agent. The plates of the press shall have been preheated to a temperature of:

- a) $170 \pm 3^\circ\text{C}$ for type GF;
- b) $130 \pm 3^\circ\text{C}$ for type GP.

La presse doit être fermée sur la pile d'éprouvettes et une pression de $150 \pm 15 \text{ N/cm}^2$ ($220 \pm 22 \text{ lbf/in}^2$) doit être appliquée dans un délai de 5 s au maximum. Cette pression doit être maintenue jusqu'à ce qu'il n'y ait plus aucun écoulement de résine, mais pendant 10 min au moins.

Quand le stratifié est durci, la presse doit être ouverte; l'éprouvette retirée est mise à refroidir jusqu'à la température ambiante. Un morceau de 50 cm^2 (8 in^2 pour l'éprouvette de 4 in de côté) doit être prélevé du centre du stratifié sous forme d'un carré de $70,7 \pm 0,7 \text{ mm}$ ($2,828 \pm 0,01 \text{ in}$) de côté ou d'un disque de $79,8 \pm 0,3 \text{ mm}$ ($3,192 \pm 0,01 \text{ in}$) de diamètre et pesé à 0,01 g près (M_2).

L'écoulement de résine doit être calculé comme suit:

$$\text{écoulement de résine (en pour-cent)} = \frac{100 (M_1 - 2M_2)}{M_1}$$

11. Teneur en produits volatils

11.1 Eprouvettes

Trois éprouvettes carrées de $100 \pm 1 \text{ mm}$ ($4 \pm 0,04 \text{ in}$) de côté doivent être prélevées du matériau avec les diagonales des carrés parallèles et perpendiculaires aux fils de la chaîne du tissu. Les éprouvettes doivent être coupées à des positions situées le long d'une ligne perpendiculaire au sens de la chaîne du tissu, la première à égale distance des bords, les deux autres de chaque côté de la première, mais pas à moins de 25 mm (1 in) d'un bord ou d'une lisière (voir figure 1, page 20). Toute poussière ou effilure doit être enlevée des éprouvettes. Un petit trou peut être percé près d'un coin de chaque éprouvette, trou par lequel l'éprouvette peut être suspendue à un crochet placé dans un four pour l'essai.

11.2 Procédure

Chaque éprouvette doit être pesée à 0,001 g près (M_1) puis chauffée dans un four à circulation d'air à $163 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant $15 \text{ min} \pm 15 \text{ s}$. À l'expiration de ce temps, l'éprouvette doit être retirée, placée dans un dessiccateur au chlorure de calcium et refroidie jusqu'à la température ambiante. Les éprouvettes refroidies doivent être pesées à 0,001 g près (M_2). Pour minimiser l'absorption d'humidité de l'atmosphère qui causerait une mesure inexacte de la teneur en produits volatils, la seconde pesée doit être faite dans un minimum de temps après la sortie du dessiccateur.

La teneur en produits volatils doit être calculée comme suit:

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

12. Temps de glutination

12.1 Eprouvettes

Quatre éprouvettes de 25 mm (1 in) de large sur 250 mm (10 in) de long doivent être coupées de la feuille du matériau agglomérant à des positions choisies au hasard, mais aucune partie des éprouvettes ne doit être prise à moins de 25 mm (1 in) d'un bord ou d'une lisière.

12.2 Procédure

Toute la longueur de l'éprouvette doit être enroulée autour d'une extrémité d'un abaisse-langue en bois, de taille normal (approximativement 20 mm (0,8 in) de large, 150 mm (6 in) de long et 1,5 mm (0,06 in) d'épaisseur avec les extrémités arrondies). Le second abaisse-langue doit être placé en coïncidence sur le premier et les deux maintenus ensemble par une agrafe ordinaire (voir figure 2, page 21).

The press shall be closed on the specimen stack and a pressure of $150 \pm 15 \text{ N/cm}^2$ ($220 \pm 22 \text{ lbf/in}^2$) shall be applied within a maximum of 5 s elapsed time. This pressure shall be held until there is no further flow of resin, but for a minimum of 10 min.

When the laminate is cured, the press shall be opened and the specimen removed and allowed to cool to room temperature. A piece having an area of 50 cm^2 (8 in^2 for the 4 in specimen) shall be removed from the central area of the laminate in the form of a square whose sides are $70.7 \pm 0.7 \text{ mm}$ ($2.828 \pm 0.01 \text{ in}$) or a disk $79.8 \pm 0.3 \text{ mm}$ ($3.192 \pm 0.01 \text{ in}$) in diameter and weighed to the nearest 0.01 g (M_2).

The resin flow shall be calculated as follows:

$$\text{resin flow (in per cent)} = \frac{100 (M_1 - 2M_2)}{M_1}.$$

11. Volatiles content

11.1 Specimens

Three specimens $100 \pm 1 \text{ mm}$ ($4 \pm 0.04 \text{ in}$) square shall be cut from the material, with the diagonals of the squares parallel and normal to the warp yarn. The specimens shall be cut from positions along a line normal to the warp of the fabric, one from a position equidistant from the edges, and the other two from positions on opposite sides of the first, but no closer than 25 mm (1 in) from an edge or selvage (see Figure 1, page 20). All loose particles and projecting fibres shall be removed from the specimens. A small hole may be punched near one corner of each specimen, through which it may be suspended on a hook in an oven for the test.

11.2 Procedure

Each specimen shall be weighed to the nearest 0.001 g (M_1), then heated in a circulating-air oven at $163 \pm 2^\circ\text{C}$ for $15 \text{ min} \pm 15 \text{ s}$. At the end of this time, the specimen shall be removed to a desiccator with calcium chloride and allowed to cool to room temperature. The specimens when cool shall then be weighed to the nearest 0.001 g (M_2). To minimize regain of moisture from the atmosphere, which will give a spurious measure of volatiles content, the second weighing shall be made in the minimum possible time following removal from the desiccator.

The volatiles content shall be calculated as follows:

$$\text{volatiles content (in per cent)} = \frac{100 (M_1 - M_2)}{M_1}.$$

12. Tack time

12.1 Specimens

Four specimens 25 mm (1 in) wide by 250 mm (10 in) long shall be cut from the bonding sheet material from such positions as will give a random sample, but with no part of any specimen closer than 25 mm (1 in) from an edge or selvage.

12.2 Procedure

Each specimen shall be wrapped for its full length around one end of a wooden tongue depressor of standard size (approximately 20 mm (0.8 in) wide by 150 mm (6 in) long by 1.5 mm (0.06 in) thick, with the ends rounded). A second tongue depressor shall be positioned on the first in registry and the two fastened together with an ordinary paper clip (see Figure 2, page 21).

L'éprouvette sur son support doit être placée à plat sur un plateau chauffé ou sur une plaque chauffante maintenue en surface à une température de $170 \pm 2^\circ\text{C}$ dans une aire d'essai exempte de courants d'air froid. Un chronomètre à déclat ou autre appareil convenable qui puisse mesurer des intervalles d'une seconde doit être mis en route dès le premier contact de l'éprouvette avec la plaque chauffante.

Périodiquement, comme défini ci-dessous, l'éprouvette doit être levée de la plaque chauffante en la saisissant d'un côté et l'état de la résine doit être observé. Lorsque la résine forme des filaments entre la plaque chauffante et l'éprouvette, le point final a été atteint et l'essai est terminé. Le chronomètre est arrêté à ce point et le temps écoulé représente le temps de glutination.

La fréquence de levée de l'éprouvette de la plaque chauffante dépend de la durée du temps de glutination. Si ce temps est supérieur à 100 s, l'intervalle entre chaque levée doit être de 15 s pendant les premières 90 s ou jusqu'à ce que le point final soit imminent. Pour les dernières 15 s à 20 s, des intervalles plus courts doivent être appliqués.

Pour les temps de glutination inférieurs à 30 s, les intervalles doivent être de 5 s jusqu'à ce que le point final soit imminent, puis des intervalles plus courts doivent être appliqués jusqu'au point final. Les opérations d'enlèvement, d'examen et de remplacement sur la plaque chauffante doivent se faire le plus rapidement possible.

Le point final du filage est atteint quand les filaments se forment sur toute la surface en contact avec la plaque chauffante et pas seulement sur le contour de l'éprouvette.

13. Temps de gélification

13.1 Eprouvette

L'éprouvette d'essai doit consister en un nombre de carrés de 100 mm (4 in) de côté qui pèseront ensemble environ 15 g. Les carrés doivent être coupés de la feuille de matériau agglomérant avec leurs diagonales parallèles et perpendiculaires aux fils de la chaîne du tissu de verre et uniformément répartis à travers toute la largeur de la feuille, les surfaces à moins de 25 mm (1 in) de chaque bord ou lisière étant exclues (voir figure 1, page 20).

Les carrés en nombre requis sont empilés ensemble avec leurs bords soigneusement alignés et maintenus ensemble avec une agrafe ou tout autre moyen adéquat.

13.2 Procédure

Soit comme décrit dans les deux premiers alinéas du paragraphe 10.2, soit sans utiliser de plaques intermédiaires, mais avec les plateaux de la presse prétraités avec un produit anticollant convenable, la pile de carrés coupés est pressée entre les plateaux d'une presse préchauffée à $170 \pm 3^\circ\text{C}$, une pression de $150 \pm 15 \text{ N/cm}^2$ ($220 \pm 22 \text{ lbf/in}^2$) est appliquée pendant 5 s au maximum. A l'expiration des 10 s après la fermeture initiale de la presse, la presse est ouverte rapidement et le stratifié non durci est détaché du plateau inférieur. Si l'essai est réalisé en une opération en même temps que l'essai pour l'écoulement de la résine, la presse reste fermée.

Le décompte du temps est poursuivi à partir de la première fermeture de la presse, et avant qu'un total de 25 s ne se soit écoulé, la résine, qui a exsudé du stratifié, est rassemblée en une flaque à l'aide d'une spatule en bois (par exemple un abaisse-langue).

En poursuivant le décompte du temps, la résine est étalée sur la plaque en la maintenant dans un espace d'environ 25 mm (1 in) de diamètre. Le temps de gélification est le temps écoulé au moment où la résine durcie n'est plus fluide et ne peut plus être étalée sous une légère poussée. Le temps de gélification est exprimé en secondes.

The specimen on its holder shall be placed flatwise in contact with a heated plate or hot plate held at a surface temperature of $170 \pm 2^\circ\text{C}$ in a test area free from chilling currents of air. A stop-watch or other suitable timer which can be read to one second intervals shall be started with the first contact of the specimen with the hot plate.

Periodically, as defined below, the specimen shall be lifted from the hot plate by hinging on one side, and the condition of the resin shall be observed. When the resin forms strings between the hot plate and the specimen, the end-point has been reached and the test is concluded. The timer is stopped at this point and the elapsed time is taken to be tack time.

The frequency of lifting the specimen from the hot plate depends upon the magnitude of the tack time. If the tack time is greater than 100 s, the interval shall be 15 s for the first 90 s, or until the end-point is imminent. For the last 15 s or 20 s, shorter intervals shall be used.

For short tack times less than 30 s, the intervals shall be 5 s until the end-point is imminent, then shorter intervals shall be used to the end-point. The cycle of removing the specimen for observation, examining for resin strings and replacement on the hot plate shall be as short as possible.

The end-point of stringing occurs when strings form over the entire heated area of the specimen in contact with the hot plate, and not merely about the periphery of the specimen.

13. Gel time

13.1 Specimen

The test specimen shall consist of a number of squares, 100 mm (4 in) on a side, to aggregate approximately 15 g. The squares shall be cut from the bonding sheet material with their diagonals parallel and normal to the warp yarns, and uniformly distributed across the width of the sheet, excluding the area within 25 mm (1 in) of each edge (see Figure 1, page 20).

The required number of squares are stacked together with their edges in good alignment and fastened together with a staple or by other suitable means.

13.2 Procedure

Either as described in the first two paragraphs of Sub-clause 10.2 or without caul plates, but with the plates of the press prepared with a suitable release agent, the stack of cut pieces is pressed in a press preheated to $170 \pm 3^\circ\text{C}$, with pressure of $150 \pm 15 \text{ N/cm}^2$ ($220 \pm 22 \text{ lbf/in}^2$) applied within a maximum time of 5 s. At the end of 10 s from the initial closing of the press, the press can be opened quickly and the uncured laminate is pushed off the lower plate. If the test is carried out in one operation together with the test for resin flow, the press remains closed.

Timing is continued from the first closing of the press, and before a total of 25 s has elapsed, the resin which has exuded from the laminate is gathered together in one pool, using a wooden probe (e.g. a tongue depressor).

The timing being continued, the resin in the pool is stroked on the hot plate, being kept in an area of about 25 mm (1 in) diameter. The gel time is the total elapsed time when the resin has cured to the point at which it is no longer fluid and cannot be moved by the stroking. The gel time is reported in seconds.

ANNEXE A

EXIGENCES SUPPLÉMENTAIRES POUR LE MATÉRIAU AGGLOMÉRANT FOURNI EN ROULEAUX

- A1. L'écart sur la largeur de la feuille du matériau agglomérant, fourni en rouleaux de plus de 80 cm (31,5 in) de large, doit être inférieur à 25 mm (1 in).
- A2. L'écart sur la longueur du matériau agglomérant, fourni en rouleaux, sera inférieur à 1 m (ou 1 yd).
- A3. Si les matériaux agglomérants sont commandés en rouleaux coupés à une largeur spécifiée, l'écart sur la largeur sera inférieur à 1,5 mm (0,062 in).
- A4. Il ne doit pas y avoir plus de deux épissures par 100 m (ou 100 yd) de longueur enroulée, sauf en cas de stratifié coupé à une largeur spécifiée où il ne doit pas y avoir plus de cinq épissures par 100 m (ou 100 yd).
- A5. A l'exception des rouleaux coupés à une largeur spécifiée, les morceaux enlevés pour les contrôles de qualité, faits par le fournisseur, seront permis à des intervalles n'excédant pas 50 m (ou 50 yd). L'ensemble des morceaux enlevés ne doit pas excéder 2 % de la surface totale du rouleau.

Note. — Les articles A4 et A5 peuvent nécessiter une explication. Pour que le fabricant puisse contrôler la qualité du matériau agglomérant en feuille qui est produit de façon ininterrompue, il doit périodiquement couper dans le matériau des échantillons à utiliser comme éprouvettes d'essai pour contrôler la teneur en résine, la teneur en produits volatils, et pour contrôler le temps de glutination, le temps de gélification et le temps d'écoulement.

Si le matériau est fourni en feuilles, objet principal de la recommandation, les aires du rouleau d'origine, qui ont été enlevées pour servir d'éprouvettes d'essai, peuvent être écartées.

Si le matériau doit être fourni en rouleaux, certaines aires dans lesquelles des éprouvettes d'essai ont été prélevées peuvent être complètement coupées et éliminées, les longueurs qui en résultent peuvent être réunies par une épissure pour former un rouleau soumis aux exigences de l'article A4. Cette procédure permettra des essais à des intervalles de 50 m (ou 50 yd).

Dans certains cas, la fréquence d'essais est insuffisante. L'article A5 permet l'enlèvement d'éprouvettes d'essai supplémentaires sans créer d'épissures.

Lorsque le matériau doit être fourni coupé en rouleaux de largeurs spécifiées, la largeur pourrait être inférieure à celle requise pour les éprouvettes d'essai. Par conséquent, l'enlèvement de morceaux pour éprouvettes d'essai exigera que les surfaces pour éprouvettes soient découpées d'abord et que les longueurs restantes soient ensuite réunies par épissures en un seul rouleau soumis aux exigences de l'article A4.