
Norme internationale



7258

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

Tubes en polytétrafluoréthylène (PTFE) à usage aéronautique — Méthodes de détermination de la masse volumique et de la densité

Polytetrafluoroethylene (PTFE) tubing for aerospace applications — Methods for the determination of the density and relative density

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1984-06-15 **(standards.iteh.ai)**

[ISO 7258:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe8c1902-a276-4bbf-a81e-1008a7c4facb/iso-7258-1984>

CDU 621.643.29 : 629.7 : 531.75

Réf. n° : ISO 7258-1984 (F)

Descripteurs : industrie aéronautique, tube en matière plastique, essai, détermination, masse volumique.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 7258 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 20, *Aéronautique et espace*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Canada	Pays-Bas
Allemagne, R.F.	Chine	Roumanie
Australie	Égypte, Rép. arabe d'	Royaume-Uni
Autriche	Espagne	Suède
Belgique	France	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	USA

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Tubes en polytétrafluoréthylène (PTFE) à usage aéronautique — Méthodes de détermination de la masse volumique et de la densité

0 Introduction

La masse volumique et la densité sont fréquemment utilisées pour suivre les variations de structure physique des échantillons ou pour calculer la quantité de matière nécessaire pour remplir un volume donné. La masse volumique est la caractéristique principale liant la masse et le volume d'un objet, d'une éprouvette ou d'une matière. Ces caractéristiques peuvent aussi être utilisées pour déterminer l'homogénéité d'échantillons ou d'éprouvettes.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie trois méthodes permettant de déterminer la masse volumique et la densité des tubes en polytétrafluoréthylène (PTFE) utilisés pour la fabrication des assemblages de tuyaux flexibles en PTFE, à moyenne et à haute pressions et à haute température, pour usages aéronautiques :

Méthode A — Méthode du tube à gradient de densité sans cycle de préconditionnement au chauffage et au refroidissement.

Méthode B — Méthode par déplacement d'eau et détermination de la variation de poids.

Méthode C — Méthode du type à gradient de densité avec cycle de préconditionnement au chauffage et au refroidissement.

NOTE — L'industrie des tubes en PTFE utilise le terme «densité apparente» pour parler de la masse volumique ou de la densité déterminée par les méthodes A et B. De la même manière, elle utilise le terme «densité» pour les résultats obtenus par la méthode C.

2 Définitions

2.1 masse volumique : Masse par unité de volume d'une matière à t °C.

La masse volumique s'exprime comme suit :

masse volumique, t °C : ρ_t en grammes par centimètre cube ou en grammes par millilitre

Dans la présente Norme internationale, la température t est égale à 25 °C.

2.2 densité : Rapport de la masse dans l'air d'un volume donné de matière à la masse dans l'air d'un même volume de matière de référence à la même température.

La densité s'exprime comme suit :

densité, t/t °C : d'_t

Dans la présente Norme internationale, la température t est égale à 25 °C.

NOTES

1 Tout au long de la présente Norme internationale, le terme «densité» devrait être pris avec le sens de densité relative par rapport à l'eau. Dans ce contexte, les termes anglais «specific gravity» sont souvent utilisés pour «relative density» («densité» en français) lorsque la matière de référence (voir 2.2) est l'eau.

2 La masse volumique («density» en anglais) en grammes par centimètre cube peut être convertie en densité («relative density» en anglais) par rapport à l'eau de la manière suivante :

$$d = \frac{\rho_t}{\rho'_t}$$

où

d est la densité;

ρ_t est la masse volumique de l'échantillon à la température t ;

ρ'_t est la masse volumique de l'eau à la température t .

À la température de 25 °C, $\rho'_t = 0,997 1 \text{ g/cm}^3$.

3 Appareillage

3.1 Méthodes A et C

3.1.1 Tube à gradient de densité, gradué, fermé par un bouchon, de préférence en verre rodé.

3.1.2 Bain thermorégularisé, permettant de maintenir la température du liquide dans le tube à 25 ± 1 °C. Une chemise d'eau thermostatée entourant le tube est un moyen convenable et satisfaisant pour atteindre ce but.

3.1.3 Jeu de flotteurs étalons en verre, couvrant la gamme des masses volumiques à étudier et répartis de façon à peu près régulière sur l'étendue de la gamme.

3.1.4 Pycnomètre, pour déterminer la masse volumique des flotteurs étalons.

3.1.5 Jeu d'aréomètres convenables, couvrant la gamme des masses volumiques à étudier. Ces aréomètres doivent être gradués tous les 0,001 g/cm³.

3.1.6 Balance analytique, ayant une sensibilité de 0,1 mg.

3.1.7 Siphon ou système de pipettes, pour le remplissage du tube à gradient de densité. Ce matériel doit être construit de manière à permettre une régularisation du débit de liquide à 10 ± 5 ml/min.

3.2 Méthode B

3.2.1 Balance analytique, ayant une sensibilité de 0,1 mg, une précision relative de 0,05 % (c'est-à-dire 0,05 % du poids de l'éprouvette dans l'air), et munie d'un support fixe pour maintenir le récipient d'immersion au-dessus du plateau de la balance.

3.2.2 Fil métallique, résistant à la corrosion pour suspendre l'éprouvette.

3.2.3 Récipient d'immersion : Bêcher ou autre récipient à large ouverture pour contenir l'eau et l'éprouvette immergée.

4 Liquides d'immersion

Le liquide (ou la solution) dans lequel (laquelle) l'éprouvette est immergée pendant le mesurage ne doit avoir aucun effet chimique ou de dissolution sur celle-ci et ne doit pas être absorbé(e) par elle en quantité appréciable.

4.1 Méthodes A et C

Mélanges de deux liquides choisis dans le tableau, adaptés à la préparation du gradient de densité requis.

Tableau — Liquides pour tubes à gradient de densité

Liquides	Échelle des masses volumiques g/ml
Tétrachloréthylène/tribromométhane	1,62 à 2,89
Bromobenzène/tribromométhane	1,50 à 2,89
Chlorobenzène/tribromométhane	1,11 à 2,89

4.2 Méthode B

Eau distillée ou déminéralisée et convenablement désaérée, contenant deux gouttes d'agent mouillant.

NOTE — On peut désaérer l'eau en la portant à ébullition, puis en la laissant refroidir ou en l'agitant sous vide dans une fiole à vide à parois épaisses.

5 Éprouvettes

5.1 Méthodes A et C

L'échantillon doit être représentatif de la dimension, de l'épaisseur et de la construction du tube à essayer. Les éprouvettes de résines artificielles de tétrafluoréthylène doivent être très petites, un périmètre de 9,5 mm à 16 mm étant approprié. Pour pouvoir différencier les éprouvettes, il est bon de découper l'échantillon en une variété de formes géométriques simples. Les cavités ou fissures peuvent emprisonner de l'air et former des bulles qui peuvent modifier la densité, et il faut donc les éviter. Les échantillons doivent également être découpés au rasoir ou avec un couteau bien affûté pour empêcher que les arêtes présentent des aspérités.

5.2 Méthode B

L'éprouvette doit être un morceau du matériau essayé, de taille et de forme permettant une préparation et un contrôle aisés. Son volume ne doit toutefois pas être inférieur à 1 cm³ et sa surface et ses arêtes doivent être lisses. L'épaisseur de l'éprouvette doit être d'au moins 1 mm par gramme de matière. On se contente généralement d'éprouvettes ayant une masse comprise entre 1 et 5 g, mais on peut également utiliser des éprouvettes ayant une masse d'environ 50 g. Le découpage des éprouvettes doit se faire soigneusement pour empêcher les modifications de masse volumique sous l'effet de contraintes de compression ou d'un échauffement par frottement.

6 Modes opératoires

6.1 Méthode A

6.1.1 Préparation des flotteurs étalons en verre

Préparer les flotteurs en verre (3.1.3) par n'importe quelle méthode convenable, de façon qu'ils soient entièrement recuits, à peu près sphériques, d'un diamètre maximal inférieur au quart du diamètre intérieur du tube et qu'ils n'interfèrent pas avec les éprouvettes. Préparer une solution (400 à 600 ml) des liquides (4.1) à utiliser dans le tube à gradient de densité (3.1.1), de manière que la masse volumique de la solution soit à peu près égale à la plus faible masse volumique désirée. Une fois les flotteurs à température ambiante, les plonger avec précaution dans la solution. Mettre de côté les flotteurs qui s'enfoncent très lentement et rejeter ceux qui s'enfoncent vite ou les conserver pour un autre tube. Si cela s'avère nécessaire pour obtenir un échelonnement convenable des flotteurs, ajuster les flotteurs choisis à la masse volumique désirée en frottant la soudure du flotteur sur une plaque en verre saupoudrée d'une mince couche de carbure de silicium de granulométrie égale à 38 µm (400 mesh) au maximum, ou d'un autre abrasif approprié. L'opération peut être suivie en plongeant à intervalles réguliers les flotteurs dans la solution d'essai et en notant les variations de leur vitesse d'enfoncement.

6.1.2 Étalonnage des flotteurs étalons en verre

6.1.2.1 Placer un cylindre haut dans le bain thermorégularisé (3.1.2) à 25 ± 1 °C. Remplir le cylindre environ aux deux tiers

avec une solution de deux liquides appropriés dont les masses volumiques peuvent être modifiées dans la gamme désirée par rajout de l'un ou l'autre liquide dans le mélange. Une fois que le cylindre et la solution ont atteint l'équilibre thermique, placer le flotteur dans la solution. S'il s'enfonce, rajouter du liquide plus dense par un moyen approprié en agitant bien, jusqu'à ce que le flotteur remonte. Si le flotteur remonte trop, rajouter du liquide moins dense par un moyen approprié en agitant bien, jusqu'à ce que le flotteur inverse son sens de mouvement.

6.1.2.2 Dès qu'on observe le renversement du sens du mouvement, réduire la quantité de liquide ajouté à l'équivalent d'une masse volumique de 0,000 1 g/cm³. Si le rajout de l'équivalent d'une masse volumique de 0,000 1 g/cm³ provoque encore un déplacement ou si le flotteur demeure immobile pendant au moins 15 min, le flotteur et le liquide sont en équilibre convenable. Toute observation d'équilibre doit se faire avec le cylindre couvert, et la surface du liquide doit en outre se trouver au-dessous de la surface du liquide du bain thermorégularisé. Après une agitation vigoureuse, le liquide peut continuer à bouger pendant longtemps. Bien vérifier que le mouvement observé du flotteur n'est pas dû à celui du liquide et, pour cela, attendre au moins 15 min pour que le liquide soit de nouveau au repos avant de faire les observations.

6.1.2.3 Une fois l'équilibre atteint, remplir de solution le pycnomètre (3.1.4) convenablement nettoyé et sec et placer le tout dans le bain à 25 ± 1 °C, suffisamment longtemps pour que le verre atteigne l'équilibre thermique. Déterminer par les méthodes normales la masse volumique de la solution en faisant, à chaque pesée, les corrections «dans le vide». Noter cette masse volumique comme étant la masse volumique du flotteur. Répéter l'opération pour chaque flotteur.

6.1.3 Préparation du tube à gradient de densité (méthode par additions échelonnées)

6.1.3.1 À l'aide de deux liquides (voir 4.1) donnant la gamme de masses volumiques et la sensibilité (*S*) désirées, en grammes par centimètre cube par millimètre, préparer quatre solutions ou plus, de telle sorte que chacune diffère de la suivante de 80*S* g/cm³. Le nombre de solutions dépend de la gamme de masses volumiques désirée dans le tube et doit être déterminé comme suit :

Nombre de solutions pour préparer le tube à gradient de densité :

$$N = \frac{(1 + \rho_2 - \rho_1)}{80S}$$

où

ρ_1 est la limite inférieure des masses volumiques de la gamme souhaitée;

ρ_2 est la limite supérieure des masses volumiques de la gamme souhaitée;

S est la sensibilité en grammes par centimètre cube par millimètre.

NOTE — Arrondir la valeur de *N* au nombre entier le plus proche.

Pour préparer les solutions, procéder comme suit :

À l'aide des aréomètres (3.1.5), mélanger les deux liquides dans les proportions nécessaires pour obtenir les solutions désirées. Éliminer l'air dissous dans les solutions en les chauffant doucement ou en les mettant sous vide. Vérifier la masse volumique des solutions à 25 ± 1 °C à l'aide des aréomètres et rajouter, si nécessaire, la quantité voulue de liquide désaéré pour obtenir la masse volumique désirée.

NOTE — Pour obtenir dans le tube un gradient linéaire, il est très important que les solutions soient homogènes et à la même température quand on détermine leur masse volumique. Il est également important que la différence de masse volumique entre les solutions successivement introduites dans le tube soit égale.

6.1.3.2 À l'aide du siphon ou des pipettes (3.1.7), remplir le tube à gradient de densité d'un volume égal de chaque liquide en commençant par le plus lourd et en prenant toutes les précautions nécessaires pour ne pas dissoudre de l'air dans le liquide. Après ajout du liquide le plus lourd, verser très soigneusement et très lentement un volume égal du deuxième liquide, dans l'ordre de densité, en inclinant le siphon ou la pipette légèrement par rapport au tube pour faire couler le liquide contre la paroi. Éviter les remous et turbulences. Continuer ainsi le remplissage du tube.

NOTE — Les gradients de densité peuvent également être préparés par une procédure inverse de celle décrite en 6.1.3.1 et 6.1.3.2. On verse d'abord dans le tube la solution la plus légère, puis très soigneusement et très doucement on «place» la solution suivante dans l'ordre de légèreté dans le fond du tube, à l'aide d'une pipette ou d'un siphon débouchant dans le fond. Et l'on continue ainsi le remplissage du tube.

6.1.3.3 Si le tube n'est pas déjà dans un bain thermorégularisé, l'y placer à une température de 25 ± 1 °C. Le niveau du bain doit être à peu près égal à celui de la solution dans le tube et des mesures doivent être prises pour assurer un montage sans vibration du tube.

6.1.3.4 Pour chaque longueur de tube de 250 mm, plonger un minimum de cinq flotteurs propres étalonnés, couvrant le domaine effectif de la colonne, dans le solvant le moins dense utilisé pour la préparation du tube à gradient de densité et les ajouter au tube. À l'aide d'un agitateur (petit fil en spirale ou dispositif analogue approprié), mélanger doucement les différentes couches en agitant horizontalement jusqu'à ce que, du flotteur le moins dense au flotteur le plus dense, chacun couvre l'étendue requise dans le tube. Si à ce moment les flotteurs semblent se regrouper et ne pas se répartir de façon égale dans le tube, jeter la solution et recommencer toute l'opération. Boucher ensuite le tube et le laisser dans le bain thermorégulé pendant au moins 24 h.

6.1.3.5 Une fois ce temps écoulé, vérifier la hauteur des flotteurs dans le tube en fonction de leur masse volumique pour voir si l'on obtient ou non une courbe raisonnablement lisse et rectiligne. Quelques petites irrégularités sont admises, mais très légères. Si la courbe obtenue est irrégulière, la solution est à jeter et la préparation doit être reprise.

NOTE — Les tubes à gradient de densité peuvent demeurer stables pendant plusieurs mois. Un contrôle quotidien de l'étalonnage d'origine permettra de déterminer le moment où ils commencent à devenir instables.

6.1.4 Détermination de la masse volumique

6.1.4.1 Mouiller trois éprouvettes représentatives à l'aide du moins dense des deux liquides utilisés dans le tube et les placer avec précaution dans ledit tube. Laisser le tube et les éprouvettes atteindre l'équilibre, ce qui peut demander 10 min et plus.

6.1.4.2 Si l'on utilise un tube gradué, relever la position des flotteurs et des éprouvettes en se basant sur une ligne passant par leur centre de gravité. Si l'on utilise un cathétomètre, relever la position des flotteurs et des éprouvettes à partir d'un niveau arbitraire jusqu'à une ligne passant par leur centre de gravité. Si l'on n'obtient pas l'équilibre, il se peut que l'éprouvette soit en train de s'imbiber de liquide.

6.1.4.3 Les éprouvettes anciennes peuvent être retirées sans détruire le gradient en relevant doucement un petit panier en toile métallique attaché à un long fil métallique et mû par un mouvement d'horlogerie. Après avoir retiré le panier du fond du tube et l'avoir nettoyé, on le remet en place au fond du tube. Il est essentiel d'effectuer cette opération à vitesse suffisamment faible (30 min environ pour un tube de 300 mm de longueur) pour ne pas perturber le gradient de densité.

6.1.5 Expression des résultats

Les masses volumiques des éprouvettes peuvent se déterminer graphiquement ou par calcul en fonction du niveau où les échantillons se stabilisent, selon l'une des deux méthodes suivantes.

6.1.5.1 Détermination graphique

Reporter la position du flotteur en fonction de sa masse volumique sur un graphique d'échelle assez grande pour être lisible avec une précision de ± 1 mm, avec la fidélité requise pour la masse volumique. Pointer les positions des éprouvettes non connues sur le graphique et lire les masses volumiques correspondantes.

6.1.5.2 Calcul numérique

Calculer la masse volumique par interpolation, comme suit :

$$\text{masse volumique à la hauteur } h = \rho_A + [(h - h_A)(\rho_B - \rho_A)/(h_B - h_A)]$$

où

ρ_A et ρ_B sont les masses volumiques de deux flotteurs étalons;

h_A et h_B sont les hauteurs respectives des deux flotteurs étalons A et B encadrant l'éprouvette inconnue, mesurées à partir d'un niveau arbitraire;

h est la hauteur de l'éprouvette inconnue au-dessus de ce même niveau arbitraire.

6.1.5.3 Conversion en densité

Lorsque cela est nécessaire, la densité doit être calculée à partir de la valeur de la masse volumique obtenue en 6.1.5.1 ou 6.1.5.2, en utilisant la formule donnée dans la note 2 de 2.2.

6.2 Méthode B

6.2.1 Conditionnement

Conditionner les éprouvettes à 25 ± 1 °C et à 50 ± 5 % d'humidité relative, pendant au moins 1 h avant l'essai.

6.2.2 Détermination de la densité

6.2.2.1 Peser, à l'aide de la balance (3.2.1), l'éprouvette dans l'air à 0,1 mg près ou à ± 0,5 % en valeur relative, selon ce qui donne la plus grande précision.

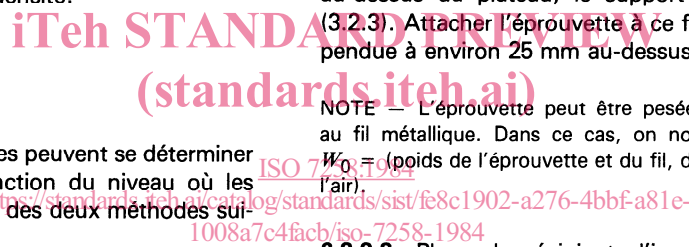
6.2.2.2 Attacher à la balance un fil métallique fin (3.2.2) de longueur suffisante pour atteindre, à partir du crochet situé au-dessus du plateau, le support du récipient d'immersion (3.2.3). Attacher l'éprouvette à ce fil de façon qu'elle soit suspendue à environ 25 mm au-dessus du support.

NOTE — L'éprouvette peut être pesée dans l'air après suspension au fil métallique. Dans ce cas, on notera comme poids apparent, $W_0 = (\text{poids de l'éprouvette et du fil, dans l'air}) - (\text{poids du fil dans l'air})$.

6.2.2.3 Placer le récipient d'immersion sur le support et immerger complètement l'éprouvette suspendue dans l'eau (voir 4.2) à une température de 25 ± 1 °C. Le récipient ne doit toucher ni le fil ni l'éprouvette. Éliminer les bulles d'air collant à l'éprouvette ou au fil en veillant tout particulièrement aux cavités que peut renfermer l'éprouvette. En général, les bulles s'éliminent à l'aide d'un autre fil métallique. Si ce n'est pas possible ou si d'autres bulles se forment en continu (venant de gaz dissous), il est recommandé de procéder sous vide (voir la note). Peser l'éprouvette suspendue avec la fidélité requise (voir 6.2.2.1). (Il peut être nécessaire de changer le réglage de sensibilité de la balance pour combattre l'effet d'amortissement de l'éprouvette immergée). Noter le poids apparent, $W_1 = \text{poids de l'éprouvette complètement immergée et du fil partiellement immergé dans le liquide}$.

NOTE — Certaines éprouvettes peuvent renfermer des gaz absorbés ou dissous ou présenter des discontinuités qui peuvent renfermer des bulles d'air. Tous les phénomènes ont une influence sur les valeurs de masse volumique obtenues. Dans ce cas, on peut avant pesée mettre l'éprouvette à immerger sous vide dans un récipient séparé, jusqu'à ce que la formation de bulles ait pratiquement cessé. Il reste à démontrer que cette technique donne des résultats ayant la fidélité requise.

6.2.2.4 Peser le fil dans l'eau en l'immergeant à la même profondeur qu'à l'étape précédente. Il est pratique de repérer le niveau d'immersion par une légère entaille à la lime du fil métallique. Plus le fil est fin et plus la tolérance admise pour le réglage du niveau d'immersion entre les pesées est grande. Avec des fils SWG n° 40 ou plus fins, on peut négliger complètement le fait que le fil est immergé et prendre comme poids du



fil son poids apparent dans l'air, W' . Si le fil reste attaché au bas de la balance pendant plusieurs déterminations, le poids apparent W_0 peut être déterminé à l'aide d'une tare placée sur l'autre bras. Dans ce cas, on doit vérifier soigneusement que la variation de poids du fil (due par exemple à une variation du niveau d'eau visible) entre les relevés ne dépasse pas la tolérance de fidélité admise. Noter ce poids comme étant le poids apparent, $W =$ poids du fil dans le liquide.

6.2.3 Calcul

Calculer la densité du plastique de la manière suivante :

$$d_{25\text{ }^{\circ}\text{C}}^{25\text{ }^{\circ}\text{C}} = \frac{W_0}{W_0 + W - W_1}$$

où

W_0 est le poids apparent de l'éprouvette, sans le fil, dans l'air;

W est le poids apparent du fil partiellement immergé dans le liquide;

W_1 est le poids apparent de l'éprouvette complètement immergée et du fil partiellement immergé dans le liquide.

6.2.4 Fidélité

Avec cette méthode, le critère utilisé pour juger de l'acceptabilité des résultats avec un niveau de confiance de 95 % est la répétabilité : deux résultats (correspondant chacun à la moyenne de deux mesures en double) obtenus par le même opérateur sont considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus de 0,1 % en valeur relative.

6.3 Méthode C

6.3.1 Préconditionnement

6.3.1.1 Préchauffer un four à circulation d'air à 380 ± 3 °C. Placer les éprouvettes dans le four et les maintenir à 380 ± 3 °C pendant 30^{+5} min. La température de l'air dans le four doit remonter à 380°C dans les 5 min suivant l'introduction des éprouvettes.

ATTENTION — Bien que les résines fluorocarbonées de PTFE puissent être utilisées continuellement à des températures de 260 °C, ou par intermittence jusqu'à 327 °C, elles dégagent en réalité de petites quantités de produits gazeux lorsqu'elles sont chauffées au-dessus de 204 °C. Certains de ces gaz sont dangereux. Par conséquent, une ventilation par aspiration devrait être utilisée chaque fois que ces matières sont chauffées au-dessus de cette température.

6.3.1.2 Faire refroidir ensuite les éprouvettes dans le four à une vitesse de $1,25 \pm 0,06$ °C par minute jusqu'à 300_{-6}°C , pendant une durée minimale de 63^{+5}_0 min.

Les écarts de température du four ne doivent pas dépasser ± 3 °C par rapport à la température moyenne indiquée sur la courbe de la température en fonction du temps, dans le cycle réel de refroidissement indiqué à la figure. Enlever ensuite les éprouvettes du four et les laisser refroidir à température ambiante.

6.3.2 Mode opératoire

La détermination de la masse volumique des éprouvettes préconditionnées se fait selon les indications de la méthode A (voir 6.1).

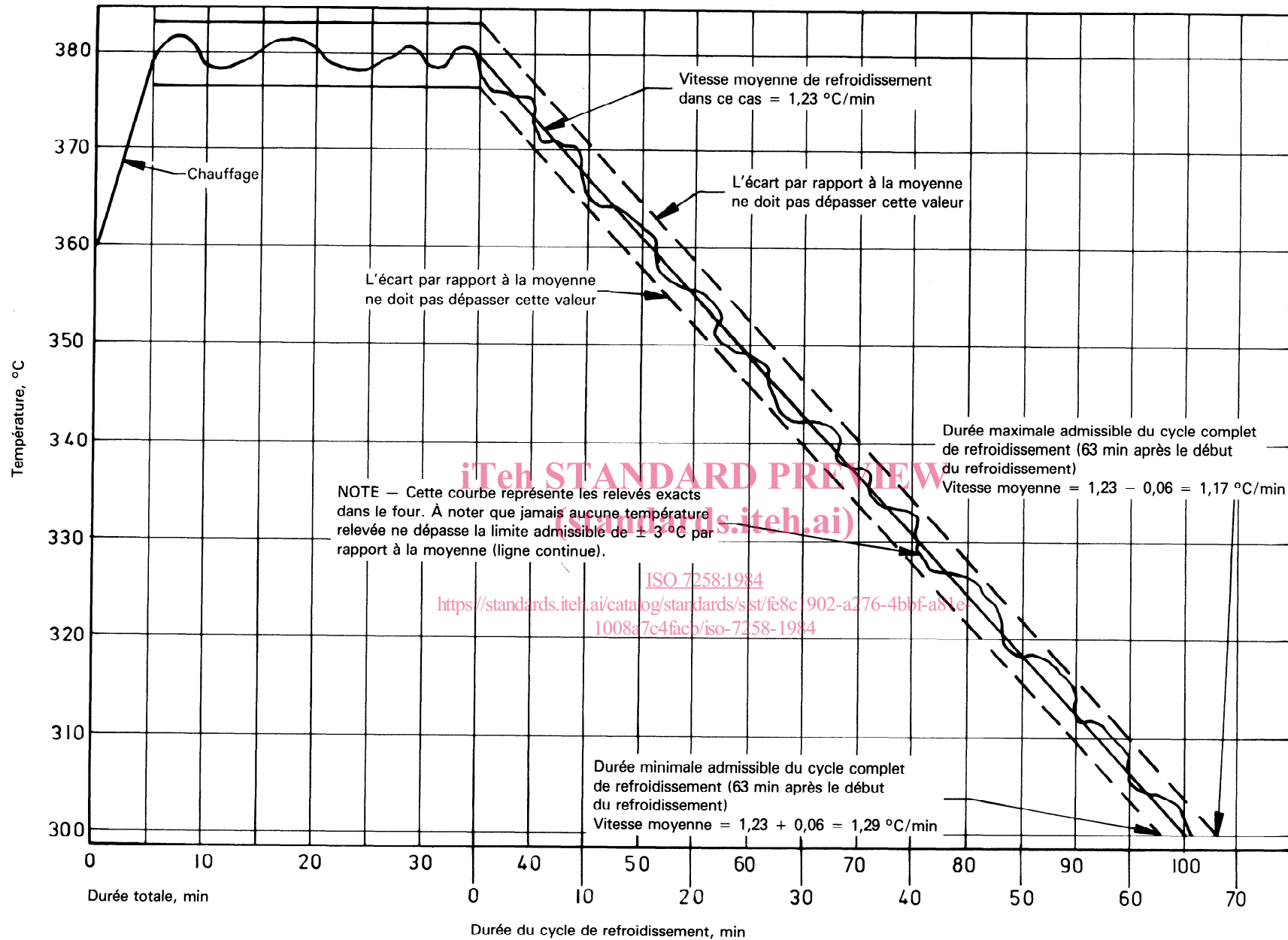


Figure — Cycle de preconditionnement pour la méthode C