

NORME
INTERNATIONALE

ISO
7822

Première édition
1990-09-01

**Plastiques renforcés de verre textile —
Détermination de la teneur en vide — Méthodes
par perte au feu, par désintégration mécanique
et par comptage statistique**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Textile glass reinforced plastics — Determination of void content — Loss on
ignition, mechanical desintegration and statistical counting methods*

ISO 7822:1990

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc4d9d8-08ce-444d-b98e-
b53d9ede2c3b/iso-7822-1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc4d9d8-08ce-444d-b98e-b53d9ede2c3b/iso-7822-1990)

INTERNATIONAL

ISO



Numéro de référence
ISO 7822 : 1990 (F)

Plastiques renforcés de verre textile — Détermination de la teneur en vide — Méthodes par perte au feu, par désintégration mécanique et par comptage statistique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit trois méthodes pour la détermination de la teneur en vide des plastiques ou composites renforcés de verre textile, dont les constituants sont de nature solide.

1.1 Méthode A — Perte au feu

La méthode est applicable aux composites pour lesquels les effets de la perte au feu sur les constituants sont connus. La plupart des résines matrices et des renforts en fibre de verre textile entrent dans cette catégorie.

La méthode n'est pas applicable aux composites pour lesquels les effets de la perte au feu sur les résines matrices, les renforts et les charges quelconques sont inconnus. Il peut s'agir de résines silicones qui ne brûlent pas complètement et de charges à base d'oxydes, de carbonates, etc., qui peuvent gagner ou perdre du poids. Noter que des essais de perte au feu séparés sur matériaux individuels, donneront généralement, mais pas nécessairement, le même résultat que des essais effectués quand tous les matériaux sont mélangés.

La précision de la méthode est $\pm 2,5$ % en volume.

1.2 Méthode B — Désintégration mécanique

La méthode est applicable lorsque le composite peut être broyé de telle sorte que tous les vides communiquent avec l'extérieur du composite. La méthode est destructive et d'application limitée si la matrice présente un comportement élastique sous compression, à moins qu'on ne puisse la rendre plus cassante par un procédé artificiel (par exemple par refroidissement).

La méthode est particulièrement adaptée quand les masses volumiques des matériaux constitutifs ne sont pas connues ou sont indéterminables.

La méthode ne tient pas compte de l'influence que peut avoir sur les résultats l'évaporation de composants volatils lors du broyage. En liaison avec cette possibilité, le conditionnement doit être choisi avec soin.

La méthode ne tient aucun compte des vides coupés ou exposés dans les surfaces d'échantillon.

La précision de la méthode est ± 1 % en volume.

1.3 Méthode C — Comptage statistique

La méthode est applicable aux composites dont la teneur en vide est inférieure ou égale à 1 % en volume.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 291:1977, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*

ISO 1172:1975, *Plastiques renforcés au verre textile — Détermination de la perte au feu.*

3 Principe

3.1 Méthode A — Perte au feu

Détermination des masses volumiques respectives de la résine, du renfort, de la (des) charge(s) (s'il y en a) et du composite. Détermination de la teneur en résine et calcul d'une masse volumique théorique du composite. Comparaison de celle-ci avec la masse volumique mesurée du composite. La différence entre les masses volumiques donne la teneur en vide.

NOTE — La masse volumique de la résine, dans cette méthode, est supposée identique dans le composite et lorsqu'elle est moulée en masse. Bien qu'on ne puisse pas réellement contredire cette supposition, elle n'est pas néanmoins rigoureusement correcte. Des différences de polymérisation, chauffage, pression et forces moléculaires provenant de la surface du renfort modifient la densité de la résine dans le composite par rapport à celle de la résine pure.

Les composites contenant des charges inorganiques ont besoin d'une attention particulière. Une détermination précise de la teneur en charge et de la masse volumique est nécessaire si la précision de cette méthode est à maintenir.

3.2 Méthode B — Désintégration mécanique

Détermination, avant et après broyage, de la masse et du volume d'un échantillon de plastique renforcé afin d'obtenir la teneur en vide par différence de masses volumiques.

3.3 Méthode C — Comptage statistique

Superposition d'une grille carrée qui comporte de 20 points à 200 points, à une coupe micrographique effectuée sur le matériau à essayer. Statistiquement, la proportion de points de la grille qui sont superposés à des vides correspond à la proportion de vide dans le matériau. La méthode de comptage peut être manuelle, semi-automatique ou automatique, en utilisant des appareillages appropriés.

4 Appareillage

4.1 Méthode A

4.1.1 **Micromètre**, précis à $\pm 1 \mu\text{m}$.

4.1.2 **Balance**, précise à $\pm 0,1 \text{ mg}$.

4.1.3 **Four à moufle**, capable de maintenir une température de $625 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$.

4.2 Méthode B

4.2.1 **Désintégrateur**, soit (sous sa forme la plus simple) une presse avec laquelle le matériau à soumettre à l'essai est déchiré et écrasé jusqu'à ce que les vides communiquent avec l'extérieur du composite. Il est conseillé toutefois d'utiliser un outil de broyage en acier trempé qui soit fermé, comme illustré par la figure 1.

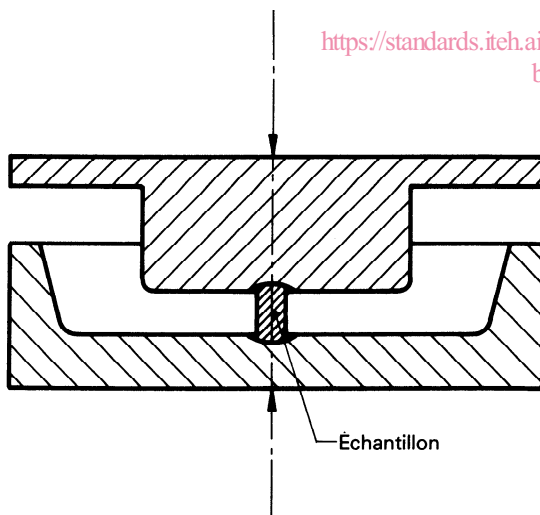


Figure 1 — Outil de broyage

4.2.2 **Pycnomètre à air ou à gaz**, capable de mesurer les volumes du matériau initial et du matériau broyé avec une précision meilleure que $\pm 0,1 \%$. (Voir, à la figure 2, le principe du pycnomètre à air.)

4.2.3 **Balance**, précise à $\pm 0,1 \text{ mg}$.

4.2.4 **Unité de refroidissement** (si besoin est), comme une boîte ou une bouteille isolées, reliées à du dioxyde de carbone solide ou à de l'azote liquide.

4.2.5 **Feuille d'aluminium**, de polyéthylène ou d'un autre matériau adapté.

4.3 Méthode C

4.3.1 **Microscope**, de grossissement pouvant atteindre $\times 400$, muni soit d'oculaires avec grille de comptage incorporée, soit d'un tube à dessin permettant la vision simultanée d'une éprouvette et d'une grille de comptage disposée sur la table à côté du microscope.

4.3.2 **Matériel pour préparation de coupes micrographiques**, comprenant

- une tronçonneuse;
- une polisseuse;
- un dispositif d'enrobage des échantillons dans la résine;
- un bac de nettoyage à ultrasons.

5 Préparation et nombre d'éprouvettes

5.1 Méthodes A et B

5.1.1 L'échantillon doit être représentatif du composite à examiner. La quantité et la forme de ces échantillons dépendent du pycnomètre et de la méthode de broyage utilisés. Lorsqu'on utilise un pycnomètre à air, chaque détermination nécessite environ 25 g ou $12\,000 \text{ mm}^3$ de matériau, de préférence sous forme de bandes d'environ 38 mm de longueur, d'environ 10 mm de largeur et de l'épaisseur du stratifié.

5.1.2 Prélever au moins cinq bandes de dimensions et masse appropriées dans l'échantillon à examiner. Les pièces doivent être propres et sèches.

5.2 Méthode C

5.2.1 Les éprouvettes doivent avoir la forme d'un parallélépipède de $40 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$, l'épaisseur étant fonction de celle de la structure dans laquelle ont été faits les prélèvements, avec une valeur de 15 mm maximum. Le nombre d'éprouvettes à prélever est fonction du nombre de coupes à effectuer et de la nature de la structure du matériau à évaluer; de plus, chaque éprouvette peut donner lieu à plusieurs coupes.

5.2.2 Préparer au total au moins cinq coupes à répartir sur l'ensemble des éprouvettes. Les opérations de polissage et d'enrobage à l'aide de résine polymérisant à froid, doivent être effectuées suivant les procédures déjà bien connues et utilisées en micrographie. (Voir annexe A.)

6 Atmosphère pour le conditionnement et l'essai

6.1 Conditionnement du matériau

Les éprouvettes à soumettre à l'essai doivent être conditionnées dans l'une des atmosphères définies dans l'ISO 291 durant au moins 16 h, sauf autre prescription.

6.2 Conditions d'essai

L'essai doit être effectué dans l'atmosphère choisie pour le conditionnement (voir 6.1).

7 Mode opératoire

7.1 Méthode A

7.1.1 Généralités

Les masses volumiques calculées à partir des mesures de masse et de volume ne sont valables que si les éprouvettes sont polies, uniformes et de forme telle que le volume puisse être calculé avec précision à partir de ses dimensions.

7.1.2 Masse volumique du composite

7.1.2.1 Le volume de chaque éprouvette ne doit pas être inférieur à 2 cm³. Effectuer les mesurages des dimensions à l'aide du micromètre (4.1.1) sur tous les côtés (12 en tout, pour un bloc rectangulaire de six faces). Utiliser les moyennes de chaque dimension pour calculer le volume.

7.1.2.2 La tolérance sur la précision des mesures au micromètre doit être de $\pm 1 \mu\text{m}$. Avec une tolérance maximale sur une petite éprouvette, on peut obtenir une erreur de 0,6 % sur le volume calculé. Pour de grandes éprouvettes, compte tenu des erreurs de mesure sur le grand et le petit côté, l'erreur sur le volume calculé ne devrait pas dépasser 0,2 %.

7.1.2.3 Calculer la masse volumique de chaque éprouvette en divisant la masse par le volume; l'exprimer en grammes par centimètre cube.

7.1.3 Masse volumique du renfort verre

La plupart des types de renfort verre utilisés sont les suivants et ont des masses volumiques approximatives indiquées, exprimées en grammes par centimètre cube :

Verre E :	2,47 à 2,75
Verre C :	2,49
Verre A :	2,50
Verre S :	2,49
Verre D :	2,16
Verre R :	2,58

Il faut faire attention à utiliser la masse volumique exacte.

7.1.4 Masse volumique de la résine

Les mesures de masse volumique données par le fabricant de résine sont utilisables si elles sont certifiées pour chaque lot.

7.1.5 Teneur en résine du composite

Déterminer la teneur en résine du composite conformément à l'ISO 1172. La perte au feu dans cette méthode est la teneur en résine de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse.

7.2 Méthode B

Déterminer le volume V_1 des bandes à examiner à l'aide du pycnomètre (4.2.2) et leur masse m_1 à l'aide de la balance (4.2.3). Placer alors les bandes dans le sens de la largeur entre les plateaux de la presse (4.2.1) et procéder à leur écrasement et à leur déchirement. Si le composite contient une matrice en matériau trop élastique pour être broyée à température ambiante, placer les bandes d'essai dans l'unité de refroidissement (4.2.4) et les y maintenir durant quelques minutes avec du dioxyde de carbone solide ou de l'azote liquide selon le matériau à examiner. Emballer ou enfermer les bandes dans la feuille (4.2.5) pour éviter de perdre du matériau. Le matériau broyé est estimé comme tel visuellement, et si nécessaire il faudra poursuivre le broyage jusqu'à obtention d'un matériau complètement écrasé et broyé. Après conditionnement, déterminer le volume V_2 et la masse m_2 .

7.3 Méthode C

7.3.1 Détermination des éléments nécessaires au mesurage

7.3.1.1 Déterminer un ordre de grandeur de la teneur en vide ϕ_v par une première observation rapide au microscope (4.3.1) à l'aide de trois applications (trois «champs») d'une des grilles sur l'une des coupes.

7.3.1.2 Choisir l'erreur relative tolérée e_v et déterminer le nombre total de points à observer P au moyen des courbes de la figure 3. Dans le cas d'un comptage manuel, choisir l'erreur relative tolérée de façon à ce que le nombre de points à compter $P\phi_v$ soit inférieur à 100.

7.3.1.3 Choisir une grille en tenant compte du fait que plus la teneur en vide sera faible, plus le nombre de points de la grille devra être important.

7.3.1.4 Calculer

a) le nombre total de champs :

$$N_2 = \frac{P}{N}$$

où N est le nombre de points de la grille choisie;

b) le nombre de champs par coupe :

$$N_3 = \frac{\text{aire de la coupe}}{\text{aire couverte par la grille}}$$

c) le nombre de coupes n à effectuer :

$$n = \frac{N_2}{N_3}$$

7.3.2 Mesurage de la teneur en vide

Compter le nombre total N_1 de points de la grille qui se trouvent face à un vide, ceci pour les N_2 champs répartis sur les n coupes micrographiques.

Les champs répartis sur une même coupe ne doivent pas se chevaucher.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode A

Calculer la teneur en vide φ_v , exprimée en pourcentage en volume, à l'aide de l'équation

$$\varphi_v = \frac{100 (\varrho_c - \varrho_{mc})}{\varrho_c}$$

où

ϱ_{mc} est la masse volumique mesurée, en grammes par centimètre cube, du composite;

ϱ_c est la masse volumique théorique, en grammes par centimètre cube, du composite, donnée par l'équation

$$\varrho_c = \frac{100}{\frac{w_r}{\varrho_r} + \frac{w_f}{\varrho_f}}$$

w_f étant la teneur en fibre de verre textile, exprimée en pourcentage en masse, du composite;

w_r étant la teneur en résine, exprimée en pourcentage en masse, du composite;

ϱ_f étant la masse volumique, en grammes par centimètre cube, de la fibre de verre textile;

ϱ_r étant la masse volumique, en grammes par centimètre cube, de la résine.

8.2 Méthode B

Calculer la teneur en vide φ_v , exprimée en pourcentage en volume, à l'aide de l'équation

$$\varphi_v = 100 \left(1 - \frac{\varrho_1}{\varrho_2} \right)$$

où

ϱ_1 est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du composite, à 0,001 g/cm³ près, donnée par l'équation

$$\varrho_1 = \frac{m_1}{V_1}$$

ϱ_2 est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du matériau broyé, à 0,001 g/cm³ près, donnée par l'équation

$$\varrho_2 = \frac{m_2}{V_2}$$

8.3 Méthode C

Calculer la teneur en vide φ_v , exprimée en pourcentage en volume, à l'aide de l'équation

$$\varphi_v = \frac{N_1}{P}$$

où

N_1 est le nombre total de points en vide comptés;

P est le nombre total de points observés.

9 Fidélité

La fidélité de ces méthodes d'essai n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Ces méthodes peuvent ne pas être appropriées pour être utilisées dans des spécifications ou en cas de contestation des résultats tant que des données interlaboratoires ne sont pas disponibles.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence à la présente Norme internationale et méthode (A, B ou C) utilisée;
- identification et description du matériau examiné;
- description de l'échantillonnage;
- nombre de déterminations;
- résultats de chaque détermination individuelle et teneur moyenne en vide, en pourcentage en volume;
- toute observation complémentaire;
- en fonction de la méthode utilisée :

1) méthode A

- masse volumique de chaque éprouvette,
- pourcentages en masse de résine et de renforcement de fibre de verre textile, ainsi que la masse volumique théorique;

2) méthode B

- type de pycnomètre utilisé,
- description complète de la méthode de conditionnement choisie si le refroidissement a été nécessaire;

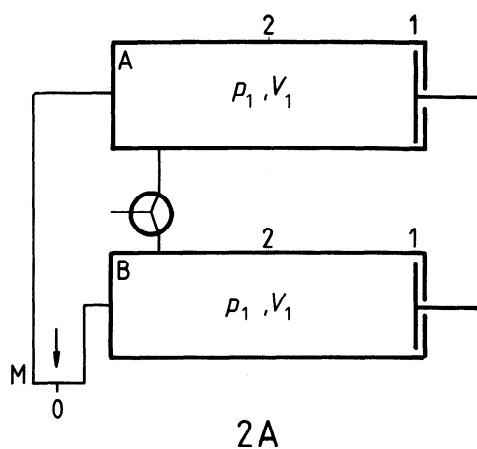
3) méthode C

- nombre de coupes effectuées et leurs positions par rapport aux éprouvettes,
- paramètres du mesurage (e_v et P).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

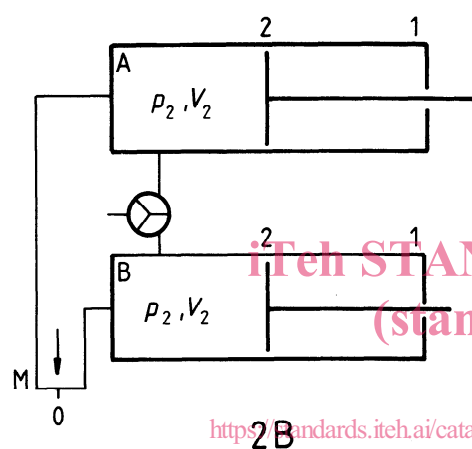
ISO 7822:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4614918-08-c74141-108-b53d7ede2c3b/iso-7822-1990>

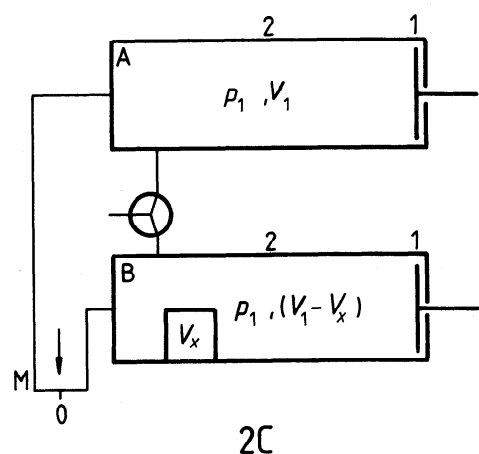


2A L'appareil se compose essentiellement de deux chambres identiques; à l'intérieur de chacune d'elles se trouve un piston mobile.

La pression de départ p_1 est la pression atmosphérique.



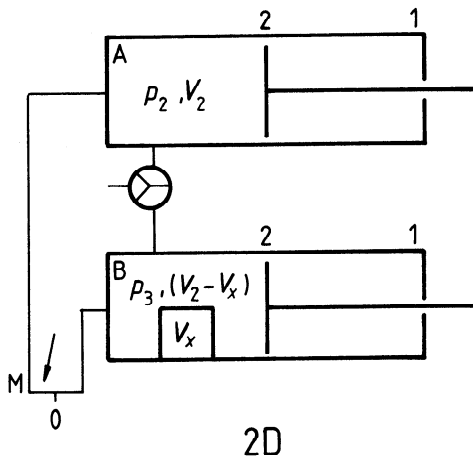
2B Les chambres étant fermées, on déplace le piston A de la position 1 à la position 2; pour équilibrer les pressions (manomètre différentiel M à 0), il faut également déplacer le piston B de la position 1 à la position 2.



2C Mêmes conditions qu'en 2A.

On introduit en B l'échantillon de volume inconnu V_x .

Figure 2 — Principe du pycnomètre à air utilisé pour le mesurage du volume vrai de matériaux à porosité ouverte



2D Les chambres étant fermées, on déplace le piston A de la position 1 à la position 2; compte tenu de la présence de V_x , si on déplace le piston B de 1 à 2, on n'équilibre plus les pressions.

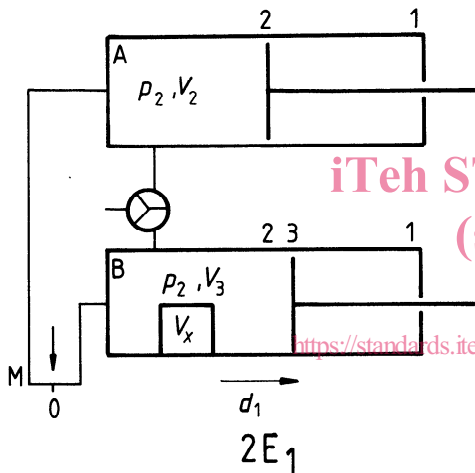
La pression p_3 en B est supérieure à p_2 .

$$p_1(V_1 - V_x) = p_3(V_2 - V_x)$$

$$p_3 = \frac{p_1(V_1 - V_x)}{V_2 - V_x} = \frac{p_1V_1 - p_1V_x}{\frac{p_1V_1 - p_2V_x}{p_2}} = p_2 \frac{p_1V_1 - p_1V_x}{p_1V_1 - p_2V_x}$$

$$p_1V_x < p_2V_x$$

$$p_3 > p_2$$



2E On peut équilibrer les pressions

— au niveau p_2 , en reculant le piston 2 à la position 3; le déplacement d_1 est proportionnel à V_x (voir 2E₁);

— au niveau p_3 , en introduisant dans le chambre A un volume calibré équivalent à V_x ; le déplacement d_2 est proportionnel à V_x (voir 2E₂).

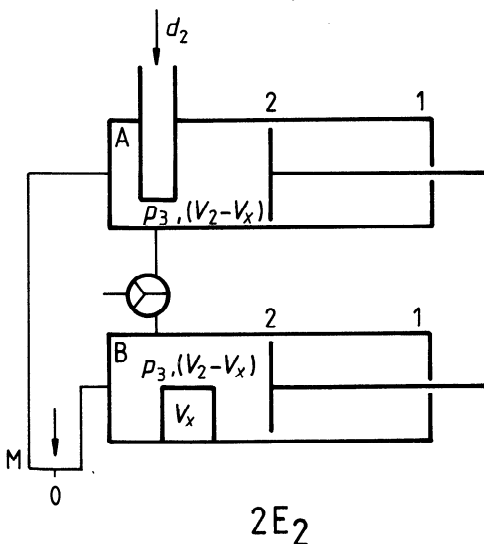
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7822:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc4d9d8-08ce-444d-b98e-b53d9ede2c5b/iso-7822-1990>

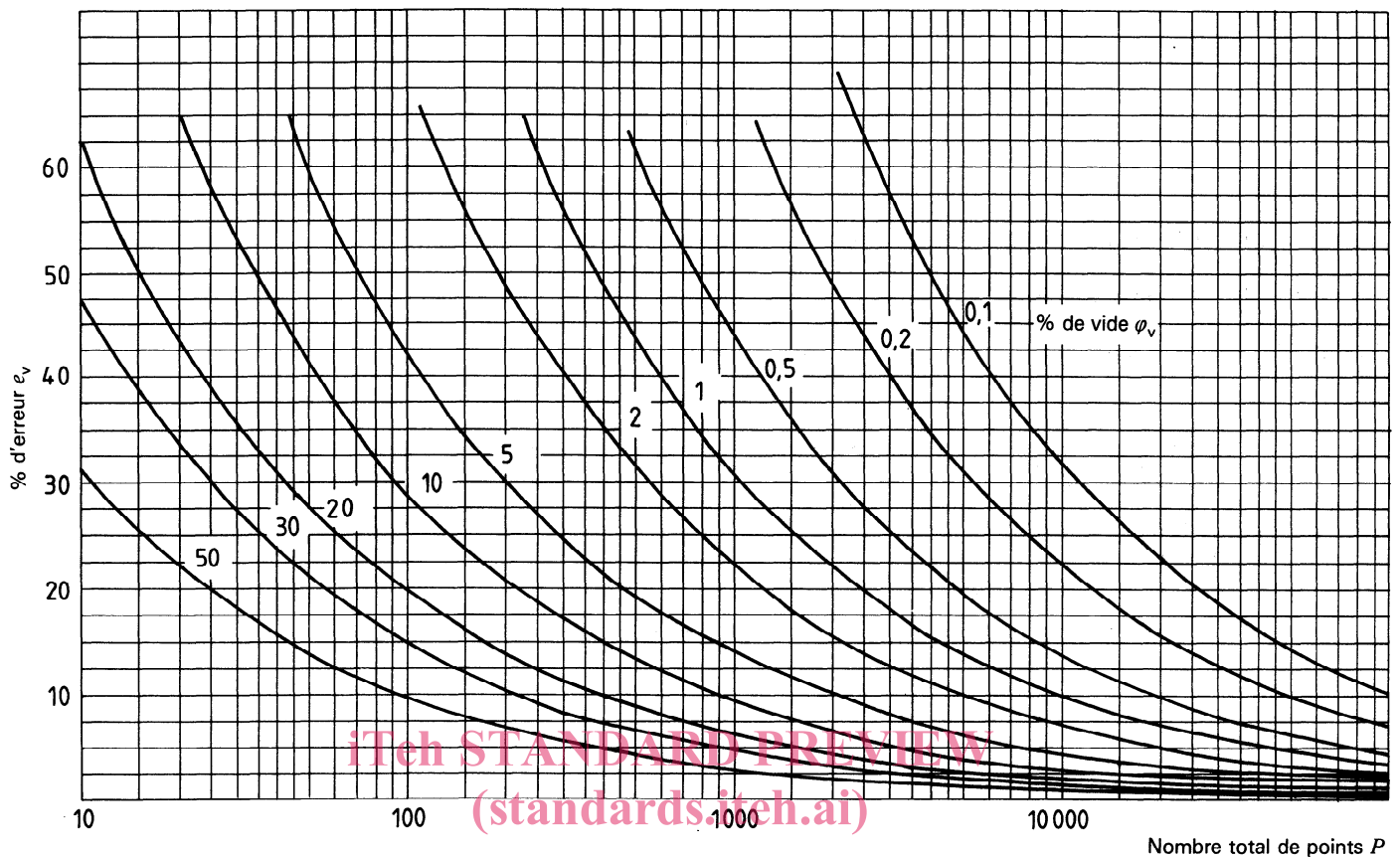
Le volume d'échantillon est en pratique de l'ordre de 20 cm³.

La précision qu'on peut atteindre avec les divers instruments disponibles varie entre 0,001 cm³ et 0,05 cm³.



A = Chambre A	0 = Position d'équilibre (M)
B = Chambre B	1 = Position 1 du piston
M = Manomètre	2 = Position 2 du piston
p = Pression	3 = Position 3 du piston
V = Volume	d_1 = Déplacement du piston
x = Inconnu	d_2 = Déplacement du volume calibré

Figure 2 (fin)



$$e_v = 100 \times \sqrt{\frac{1 - \phi_v}{P + \phi_v}}$$

ISO 7822:1990
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc4d9d8-08ce-444d-b98e-b53d9ede2c3b/iso-7822-1990>

Figure 3 – Erreur de mesure en fonction du nombre total de points appliqués et de la teneur en vide