

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10119

Première édition
1992-11-01

**Fibres de carbone — Détermination de la masse
volumique**

iTeh STANDARD PREVIEW
Carbon fibre — Determination of density
(standards.iteh.ai)

ISO 10119:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/938d23c9-c06e-4ad3-af32-43bcd5d7408/iso-10119-1992>



Numéro de référence
ISO 10119:1992(F)

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10119 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 13, *Composites et fibres de renforcement*.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Fibres de carbone — Détermination de la masse volumique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit trois méthodes pour la détermination de la masse volumique des fibres de carbone désensimées:

- Méthode A: Méthode par immersion
- Méthode B: Méthode par flottation
- Méthode C: Méthode utilisant une colonne à gradient de densité

La détermination de la masse volumique peut aussi être faite sur des fibres ensimées après accord entre fournisseur et client. Si le taux d'ensimage est faible (inférieur à 1 %), la masse volumique obtenue sur les fibres ensimées peut être considérée comme la masse volumique des fibres désensimées.

La méthode C est la méthode de référence.

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 1675:1985, *Plastiques — Résines liquides — Détermination de la masse volumique par la méthode du pycnomètre*.

ISO 1886:1990, *Fibres de renfort — Méthodes d'échantillonnage pour le contrôle de réception de lots*.

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

3.1 masse volumique: Masse par unité de volume d'un matériau à une température prescrite. Cette masse est exprimée comme suit: masse volumique à la température prescrite, en kilogrammes par mètre cube ou en grammes par centimètre cube. La température recommandée est 23 °C.

4 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément aux prescriptions de l'ISO 1886 afin de déterminer le nombre d'unités élémentaires (bobines, etc.) à échantillonner.

5 Conditionnement et conditions d'essai

Les éprouvettes doivent être conditionnées dans une atmosphère normale d'essai conforme aux prescriptions de l'ISO 291. Pendant l'essai, l'appareillage et les éprouvettes doivent être maintenus aux mêmes conditions que celles utilisées pour le conditionnement. Les conditions préférentielles sont 23 °C ± 2 °C et (50 ± 5) % d'humidité relative.

6 Nombre d'éprouvettes

Au moins trois éprouvettes doivent être prélevées dans chaque bobine.

7 Méthodes d'essai

7.1 Méthode A: Méthode par immersion

7.1.1 Principe

Une éprouvette est pesée dans l'air puis pesée dans un liquide qui la mouille parfaitement et qui a une masse volumique connue, inférieure d'au moins 0,2 g/cm³ à celle de l'éprouvette. La différence en

masse de l'éprouvette entre les deux milieux est due à la poussée d'Archimède. Cette différence de masse, divisée par la masse volumique du liquide, donne le volume de l'éprouvette. La masse de cette éprouvette dans l'air, divisée par son volume, donne la masse volumique de l'éprouvette.

7.1.2 Appareillage et produits

Matériel courant de laboratoire, et

7.1.2.1 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

7.1.2.2 Fil métallique de suspension, en acier inoxydable, de diamètre inférieur ou égal à 0,4 mm, ou **porte-échantillon** en verre ou acier inoxydable, muni de trous et pouvant s'immerger facilement dans le liquide (voir figure 1).

7.1.2.3 Pycnomètre ou **aréomètre**, précis à 0,001 g/cm³.

7.1.2.4 Bécher, en verre borosilicaté.

7.1.2.5 Dispositif de mesure adapté sur la balance (7.1.2.1) (voir figure 2).

7.1.2.6 Pompe à vide (éventuelle).

7.1.2.7 Dispositif à ultrasons (éventuel).

7.1.2.8 Dessiccateur.

7.1.2.9 Liquides d'immersion, par exemple:

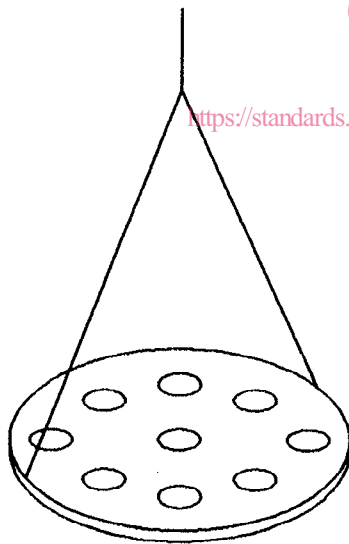
Éthanol	$\rho_{23} = 0,79 \text{ g/cm}^3$
Acétone	$\rho_{23} = 0,79 \text{ g/cm}^3$
Méthanol	$\rho_{23} = 0,80 \text{ g/cm}^3$
Dichloroéthane	$\rho_{23} = 1,25 \text{ g/cm}^3$
o-Dichlorobenzène	$\rho_{23} = 1,31 \text{ g/cm}^3$
Trichloroéthane	$\rho_{23} = 1,35 \text{ g/cm}^3$
Trichlorométhane	$\rho_{23} = 1,48 \text{ g/cm}^3$
Tétrachlorure de carbone	$\rho_{23} = 1,59 \text{ g/cm}^3$

AVERTISSEMENT — Prendre les précautions d'hygiène et de sécurité nécessaires pour l'utilisation des solvants.

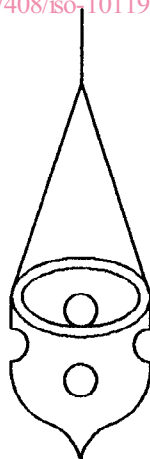
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10119:1992

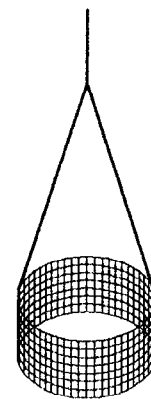
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/938d23c9-c06e-4ad3-af32-43bcbd5d7408/iso-10119-1992>



Plaque d'acier Inoxydable munie de trous



Support en verre muni de trous



Support en grillage d'acier inoxydable

Figure 1 — Exemples de porte-échantillons

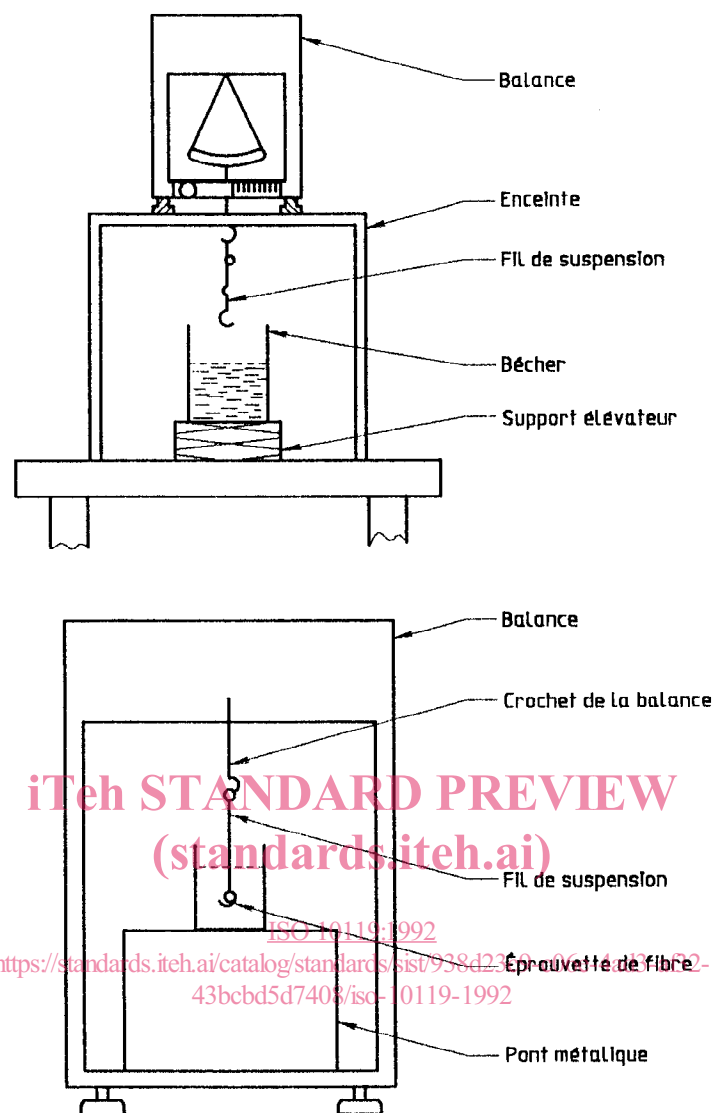


Figure 2 — Exemples de dispositif de mesure pour la détermination de la masse volumique par la méthode par immersion

7.1.3 Éprouvettes

Pour chaque éprouvette, prélever une longueur continue de fibre de carbone, désensimée selon une méthode ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées¹⁾, correspondant à une masse au moins égale à 0,2 g et la mettre sous une forme adaptée, par exemple boucle ou nœud.

7.1.4 Mode opératoire

Effectuer les pesées à l'aide de la balance analytique (7.1.2.1)

7.1.4.1 Déterminer la masse volumique exacte du liquide d'immersion à la température d'essai en utilisant un pycnomètre (7.1.2.3), conformément aux prescriptions de l'ISO 1675, ou un aréomètre (7.1.2.3).

7.1.4.2 Peser à 0,1 mg près le fil de suspension ou la nacelle (7.1.2.2) dans l'air, soit m_1 .

1) Une Norme internationale prescrivant la méthode à utiliser pour déterminer le taux d'ensimage sera publiée prochainement.

7.1.4.3 Immerger la nacelle ou le fil de suspension dans le liquide d'immersion (7.1.2.9) contenu dans le bécher (7.1.2.4).

Ajuster le niveau de liquide dans le bécher à un repère sur la nacelle ou le fil de suspension de façon à donner à l'éprouvette une immersion de 10 mm.

Peser à 0,1 mg près le fil de suspension ou la nacelle dans le solvant, soit m_2 .

7.1.4.4 Peser à 0,1 mg près l'éprouvette de fibre de carbone dans le dispositif (fil de suspension ou nacelle) dans l'air, soit m_3 .

7.1.4.5 Placer la boucle en fibre de carbone dans un récipient contenant le solvant, chasser les bulles d'air au moyen d'une tige en verre en pressant la fibre contre la paroi ou sous vide (7.1.2.6) ou par ultrasons (7.1.2.7).

7.1.4.6 Peser à 0,1 mg près l'éprouvette après l'avoir accrochée au fil de suspension ou posée sur la nacelle dans le solvant, en veillant à ce que la profondeur d'immersion du dispositif soit la même qu'en 7.1.4.3, soit m_4 .

7.1.5 Expression des résultats

La masse volumique de la fibre, exprimée en grammes par centimètre cube à la température θ , est donnée par l'équation

$$\rho_{\theta} = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_3 - m_1) - (m_4 - m_2)} \times \rho_L$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du dispositif d'accrochage dans l'air (nacelle vide ou fil métallique);

m_2 est la masse, en grammes, de ce même dispositif immergé dans le liquide d'immersion (solvant);

m_3 est la masse, en grammes, du dispositif et de l'éprouvette dans l'air;

m_4 est la masse, en grammes, du dispositif et de l'éprouvette dans le liquide d'immersion;

ρ_L est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du liquide d'immersion.

7.2 Méthode B: Méthode par flottation

7.2.1 Principe

La méthode se fonde sur l'observation de la mise en suspension à l'équilibre d'une éprouvette de fi-

bre de carbone dans une solution qui a la même masse volumique que la fibre.

Deux modalités de cette méthode sont proposées:

Méthode B1 (méthode dynamique): Dans cette méthode, le mélange de solvants permettant d'obtenir la flottation de l'éprouvette est fait par approches successives.

Méthode B2: Dans cette méthode, les éprouvettes de fibre de carbone sont placées dans une série de mélanges de liquides de différentes masses volumiques connues.

7.2.2 Appareillage et produits

7.2.2.1 Dessiccateur sous vide.

7.2.2.2 Thermomètre.

7.2.2.3 Pycnomètre ou aréomètre, précis à 0,001 g/cm³.

7.2.2.4 Éprouvettes cylindriques ou tubes à essai, de 5 cm³ de capacité, munis de bouchons résistants aux liquides utilisés.

7.2.2.5 Éprouvette cylindrique, de 250 ml de capacité

7.2.2.6 Bain thermostaté, capable de maintenir la température de la solution dans le tube à 23 °C ± 0,1 °C.

7.2.2.7 Pincettes.

7.2.2.8 Lame de rasoir.

7.2.2.9 Flacon à réactif, de 250 ml de capacité.

7.2.2.10 Liquides d'immersion, constitués de solvants permettant, par mélange, de couvrir la gamme des masses volumiques concernées:

Acétone, éthanol, méthanol, pétrole	$\rho_{23} = 0,8 \text{ g/cm}^3$
Trichloroéthane	$\rho_{23} = 1,35 \text{ g/cm}^3$
Tétrachlorure de carbone	$\rho_{23} = 1,59 \text{ g/cm}^3$
Dibromoéthane	$\rho_{23} = 2,17 \text{ g/cm}^3$
Bromoforme	$\rho_{23} = 2,89 \text{ g/cm}^3$

AVERTISSEMENT — Prendre les précautions d'hygiène et de sécurité nécessaires pour l'utilisation des solvants.

7.2.3 Éprouvettes

Prélever des longueurs de fibre de carbone correspondant à une masse d'environ 10 mg à 20 mg (méthode B1) ou des morceaux d'environ 100 µg chacun de fibre de carbone finement découpée.

7.2.4 Mode opératoire

7.2.4.1 Méthode B1

7.2.4.1.1 Préparer un mélange de deux liquides miscibles (7.2.2.10) dans le flacon à réactif (7.2.2.9) pour obtenir un liquide dont la masse volumique soit inférieure à celle des éprouvettes. Le mélange doit être agité énergiquement puis maintenu à $23\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$.

7.2.4.1.2 Mettre une éprouvette sous forme de boucle, la placer dans le liquide, puis désaérer sous une dépression de 10 mmHg et maintenir le vide durant au moins 2 min.

7.2.4.1.3 Ajouter progressivement quelques gouttes du liquide le plus lourd et agiter pour assurer le mélange. Continuer l'ajout jusqu'à ce que l'échantillon reste en suspension au milieu du flacon. Attendre 5 min. Si l'échantillon coule, ajouter plusieurs gouttes du liquide le plus lourd, s'il flotte, ajouter plusieurs gouttes du liquide le plus léger jusqu'à ce que l'éprouvette reste stationnaire. Filtrer le mélange et déterminer la masse volumique du liquide en utilisant un pycnomètre (7.2.2.3), conformément aux prescriptions de l'ISO 1675, ou un aréomètre (7.2.2.3).

7.2.4.2 Méthode B2

7.2.4.2.1 Préparer des mélanges de solvants (7.2.2.10) dans le domaine des masses volumiques appropriées, tous les $0,02\text{ g/cm}^3$. Déterminer leur masse volumique en utilisant un pycnomètre (7.2.2.3), conformément aux prescriptions de l'ISO 1675, ou un aréomètre et en notant la température de détermination. Une petite quantité d'agent mouillant peut être ajoutée, si nécessaire.

7.2.4.2.2 Remplir six tubes à essai de 5 cm^3 (7.2.2.4) avec $2,5\text{ cm}^3$ de mélange de solvants. Introduire, dans chacun des six tubes à essai, une éprouvette de fibre de carbone finement découpée, de la grandeur d'une tête d'épingle (environ 100 µg). Boucher et agiter énergiquement les tubes à essai, puis les maintenir dans des conditions de température à laquelle la masse volumique des mélanges a été déterminée.

7.2.4.2.3 Après 60 min, repérer sur fond blanc l'emplacement des fibres dans les tubes à essai.

7.2.4.2.4 La masse volumique de la fibre est donnée par la masse volumique du mélange dans lequel la majorité des fibres est restée en suspension.

7.2.5 Expression des résultats

La masse volumique des fibres de carbone doit être exprimée en grammes par centimètre cube.

7.3 Méthode C: Méthode utilisant une colonne à gradient de densité

7.3.1 Principe

La méthode se fonde sur l'observation de la hauteur d'immersion de l'éprouvette après stabilisation dans une colonne de liquide présentant un gradient linéaire de masse volumique.

Les colonnes à gradient de densité sont des colonnes de liquide dont la densité relative augmente uniformément du sommet au bas de la colonne.

7.3.2 Appareillage et produits

7.3.2.1 Colonne à gradient de densité, constituée d'un tube vertical gradué, ouvert à la partie supérieure, d'environ 1 m de hauteur et de 40 mm à 50 mm de diamètre, entouré d'une jaquette à eau thermostatée, de température fixée à $23\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$, et d'un panier en toile métallique, susceptible d'être remonté à l'aide d'un fil insensible aux liquides utilisés, placé au fond de la colonne.

7.3.2.2 Jeu de flotteurs en verre ou série de billes étalons, d'environ 5 mm à 6 mm de diamètre, présentant des masses volumiques différentes calibrées à 23 °C , précises au dix millième, et couvrant l'étendue des masses volumiques à mesurer.

7.3.2.3 Appareillage pour le remplissage des colonnes, constitué d'un siphon, d'un robinet, d'une canalisation en verre, d'un récipient de 2 litres et d'un agitateur magnétique.

7.3.2.4 Liquides d'immersion, constitués de solvants permettant, par mélange, de couvrir la gamme des masses volumiques concernées. Les mélanges types sont les suivants:

Éthanol, bromoforme (gamme de masses volumiques: $0,81\text{ g/cm}^3$ à $2,89\text{ g/cm}^3$)

Chlorure de zinc, eau (gamme de masses volumiques: $1,00\text{ g/cm}^3$ à $2,00\text{ g/cm}^3$)

Trichloroéthane, bromure d'éthylène (gamme de masses volumiques: $1,35\text{ g/cm}^3$ à $2,18\text{ g/cm}^3$)

Tétrachlorure de carbone, bromure d'éthylène (gamme de masses volumiques: 1,59 g/cm³ à 2,18 g/cm³)

Tétrachlorure de carbone, bromoforme (gamme de masses volumiques: 1,59 g/cm³ à 2,89 g/cm³)

AVERTISSEMENT — Prendre les précautions d'hygiène et de sécurité nécessaires pour l'utilisation des solvants.

7.3.3 Éprouvettes

Prélever des éprouvettes de 1 mg à 10 mg, suivant la masse linéique, l'immerger dans le solvant le plus léger durant au moins 10 min, en veillant à éliminer les bulles d'air.

Mettre l'éprouvette sous une forme adaptée à l'introduction dans la colonne. La forme doit être choisie en fonction du type de fibre à soumettre à l'essai. La forme la plus adaptée à la fibre est une boucle ou un nœud.

7.3.4 Mode opératoire

7.3.4.1 La préparation de la colonne à gradient de densité est décrite dans l'annexe A.

7.3.4.2 Immerger délicatement une éprouvette au sommet de la colonne et attendre que celle-ci ait atteint sa hauteur d'équilibre en chute libre. Veiller à ce qu'aucune fibre de carbone n'émerge au-dessus de la surface et qu'aucune bulle d'air ne soit emprisonnée à l'intérieur de la fibre.

7.3.4.3 Lorsque l'équilibre est atteint, noter la graduation de la colonne correspondant au niveau d'équilibre de l'éprouvette et déterminer les valeurs de masse volumique correspondantes à l'aide de la courbe d'étalonnage de la colonne.

NOTE 1 Le temps de mise en équilibre peut varier de quelques minutes à plusieurs heures. Il dépend de la forme de l'éprouvette, de l'amplitude du gradient de densité de la colonne, de la précision, etc.

Éviter le contact entre éprouvettes, entre éprouvettes et parois de la colonne, et avec les éprouvettes des essais précédents restant dans la colonne qui conduisent à des freinages du mouvement de chute.

7.3.4.4 Éliminer les éprouvettes dont les fibres se sont dispersées au moyen du panier destiné à enlever des débris de la colonne. Cela doit être fait lentement (environ 1 h) afin d'éviter d'agiter le liquide dans la colonne.

8 Fidélité

La fidélité de ces méthodes d'essai n'est pas connue parce que des essais interlaboratoires ne sont pas disponibles. Dès que des essais interlaboratoires auront été réalisés, une déclaration de fidélité sera ajoutée lors de la prochaine révision.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- tous renseignements nécessaires à l'identification de la mèche soumise à l'essai;
- méthode d'essai utilisée (A, B1, B2 ou C);
- indication du fait que la fibre est désensimée ou non (méthode A uniquement);
- mélanges de solvants utilisés (méthodes B1, B2 et C), ou liquide d'immersion utilisé et sa masse volumique (méthode A);
- nombre d'éprouvettes soumises à l'essai;
- valeur moyenne de la masse volumique, exprimée avec une précision de 0,01 g/cm³;
- tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai, non prévus dans la présente Norme internationale et susceptibles d'avoir eu une repercussion sur les résultats.

Annexe A (normative)

Préparation de la colonne à gradient de densité

A.1 Principe

Deux méthodes peuvent être utilisées pour préparer la colonne à gradient de densité utilisé dans la méthode C.

Dans la première [voir figure A.1 a)], le remplissage s'effectue par le haut de la colonne, par léchage de la paroi, de sorte qu'un liquide de plus en plus léger arrive dans la colonne et vient se placer au-dessus du liquide lourd déjà en place.

Dans la deuxième [voir figure A.1 b)], le remplissage s'effectue par le bas de la colonne, par un liquide dont la masse volumique augmente progressivement, poussant vers le haut le liquide plus léger déjà en place.

A.2 Mode opératoire

A.2.1 Préparer l'appareil comme indiqué sur la figure A.1 a) ou A.1 b). Réguler la température de la jaquette thermostatée (voir 7.3.2.1) à $23 \pm 0,1$ °C.

Placer le panier (voir 7.3.2.1) contenant les billes étalons (7.3.2.2) au fond de la colonne (de préférence huit billes).

A.2.2 Préparer les liquides L_1 (liquide lourd) et L_2 (liquide léger), selon la précision désirée, ces liquides seront les solvants de départ, ou des mélanges dont les masses volumiques encadrent celles des fibres soumises à l'essai. Plus la précision recherchée est grande, plus les liquides doivent avoir des masses volumiques proches. L'étendue caractéris-

tique de masse volumique pour une colonne de 70 cm de hauteur est $0,05 \text{ g/cm}^3$.

A.2.3 Remplir les béciers A et B avec les liquides L_1 et L_2 comme indiqué sur la figure A.1 a) ou A.1 b). Chaque récipient doit contenir un volume de liquide au moins égal à la moitié du volume total de la colonne. Commencer à agiter le liquide le plus proche de la colonne. Amorcer les siphons S_1 et S_2 [voir figure A.1 a)] ou ouvrir les robinets R_1 et R_2 [voir figure A.1 b)]. Régler le débit de remplissage de façon à obtenir un temps de remplissage de l'ordre de 2 h.

Dans le cas du montage de la figure A.1 a), les billes commencent à monter en accompagnant la surface libre du liquide, puis se séparent les unes des autres par ordre décroissant de masse volumique.

Dans le cas du montage de la figure A.1 b), les billes se détachent du fond successivement dans l'ordre croissant de masse volumique, puis suivent le mouvement ascendant du liquide.

A.2.4 Boucher la colonne et la conserver dans un bain thermostaté à $23 \pm 0,1$ °C durant au moins 24 h. À la fin de cette période, mesurer à 1 mm près la distance séparant les billes du fond du tube et déterminer point par point la courbe représentative de la hauteur d'équilibre des billes en fonction de leur masse volumique. Préparer à nouveau la colonne si une droite n'est pas obtenue.

La durée de vie d'une colonne est d'environ 1 mois, durée au bout de laquelle le gradient perd sa linéarité.