

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10548

Première édition
1994-11-01

**Fibres de carbone — Détermination du
taux d'ensimage**

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

ISO 10548:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/309c2194-0329-43d8-ad0e-2d444bd7d0eb/iso-10548-1994>



Numéro de référence
ISO 10548:1994(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 10548 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 13, *Composites et fibres de renforcement*.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10548:1994
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/309c2194-0329-43d8-ad0e-2d444bd7d0eb/iso-10548-1994>

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 du taux d'ensimage

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes d'essai pour la détermination du taux d'ensimage des fibres de carbone. Elle est applicable aux fils continus et aux fibres discontinues.

2 Référence normative

La norme suivante contient 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, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

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

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 ensimage: Tout matériau déposé sur les fibres en vue d'en faciliter la manipulation et l'utilisation.

3.2 taux d'ensimage: Masse de l'ensimage exprimée en pourcentage de la masse du fil de carbone ensimé.

4 Principe

Des éprouvettes sont pesées avant et après extraction de l'ensimage suivant l'une des trois méthodes suivantes.

Méthode A: méthode d'extraction de l'ensimage par l'extracteur de Soxhlet, qui est utilisée lorsque l'ensimage est totalement soluble dans un solvant approprié.

Méthode B: méthode d'extraction de l'ensimage par digestion chimique à l'aide d'un mélange d'acide sulfurique et de peroxyde d'hydrogène, qui est utilisée lorsque l'ensimage est partiellement durci et incomplètement soluble dans les solvants.

Méthode C: méthode d'extraction de l'ensimage par pyrolyse à haute température dans une atmosphère d'azote, qui est utilisée lorsque l'ensimage peut être totalement enlevé par pyrolyse.

Les méthodes d'essai exigent que toutes les pesées soient faites jusqu'à masse constante, cela par répétition des étapes de séchage ou de dissolution. Dans les cas où des matériaux connus sont soumis à l'essai de façon régulière, on peut définir, par expérimentation, un temps minimal pour la dissolution et pour le séchage afin d'être sûr que la masse constante a été atteinte.

5 Éprouvettes

Deux éprouvettes doivent être prélevées, adjacentes l'une à l'autre, dans chaque unité élémentaire ou échantillon de fil. La valeur du taux d'ensimage pour l'unité élémentaire est la moyenne des valeurs des

deux éprouvettes. Les éprouvettes doivent avoir une masse minimale de 2 g.

Si l'essai est fait en vue de la réception d'un lot, l'échantillonnage doit être fait conformément à l'ISO 1886.

La manipulation des éprouvettes doit se faire avec des gants ou avec des pinces pour éviter de les endommager.

NOTE 1 La spécification ou la personne qui demande l'essai peut exiger que des essais supplémentaires soient faits en différents endroits de l'unité élémentaire.

6 Conditionnement

Les unités élémentaires et les échantillons de fil doivent être à la température du laboratoire avant l'essai. Avant pesée, le fil doit être séché durant 1 h à une température de $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

7 Méthodes d'essai

7.1 Méthode A: Extraction par solvant

7.1.1 Appareillage et produits

7.1.1.1 Balance, précise à 0,5 mg, lecture à 0,1 mg.

7.1.1.2 Étuve à air chaud, réglable à la température choisie $\pm 5\text{ °C}$.

7.1.1.3 Dessiccateur, contenant un produit déshydratant approprié (par exemple gel de silice, chlorure de calcium anhydre, pentaoxyde de diphosphore).

7.1.1.4 Extracteur de Soxhlet, de 200 ml de capacité, avec ballon de 500 ml de capacité.

7.1.1.5 Cartouches d'extraction,
 $\varnothing 41\text{ mm} \times 123\text{ mm}$.

NOTE 2 Les tailles de l'extracteur de Soxhlet, de la fiole et des cartouches d'extraction sont données à titre d'indication et peuvent varier pour répondre aux besoins individuels.

ATTENTION — L'extraction et la manipulation de solvants organiques doivent se faire sous une hotte.

7.1.1.6 Gants en caoutchouc ou pinces.

7.1.1.7 Lame coupante.

7.1.1.8 Enveloppe chauffante, équipée d'un régulateur, capable de contrôler la vitesse d'évaporation du solvant.

7.1.1.9 Eau distillée, ou solvant organique tel que la butanone-2 (méthyl-éthyl-cétone), tétrahydrofurane, dichlorométhane (chlorure de méthylène), acétone, dichloroéthane.

NOTE 3 Le choix du solvant dépend du type d'ensimage utilisé sur la fibre de carbone en cours d'essai. Il est souhaitable que ce choix soit fait en consultation entre fournisseur et client.

7.1.2 Mode opératoire 1

7.1.2.1 Sécher une cartouche d'extraction (7.1.1.5) durant 1 h dans l'étuve (7.1.1.2) réglée à $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et la laisser refroidir jusqu'à température ambiante dans le dessiccateur (7.1.1.3).

7.1.2.2 Peser la cartouche à 0,1 mg près (m_1).

7.1.2.3 Placer une éprouvette dans la cartouche d'extraction et peser l'ensemble à 0,1 mg près (m_2).

7.1.2.4 Placer la cartouche et son contenu dans la chambre d'extraction de l'appareil de Soxhlet (7.1.1.4), ajouter un volume suffisant de solvant dans le ballon pour maintenir le siphonnage pendant les cycles de reflux.

7.1.2.5 Extraire durant 2 h. Le chauffage de l'enveloppe (7.1.1.8) doit être ajusté de sorte qu'il y ait au moins quatre cycles de reflux pendant la période d'extraction de 2 h.

7.1.2.6 Arrêter le chauffage, attendre que l'appareil refroidisse durant 10 min. Enlever la cartouche et son contenu. Laisser à température ambiante durant 10 min pour permettre à l'excès de solvant de s'évaporer.

7.1.2.7 Sécher la cartouche et l'éprouvette durant 1 h dans l'étuve (7.1.1.2) réglée à $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Laisser refroidir en dessiccateur et peser à 0,1 mg près.

Si le solvant utilisé a un point d'ébullition supérieur à 100 °C , régler la température de l'étuve à 10 °C au-dessus de la température d'ébullition du solvant.

7.1.2.8 Recommencer les opérations de séchage, refroidissement et pesée jusqu'à ce que la différence de masse entre deux pesées successives soit inférieure à $\pm 0,2\text{ mg}$ (m_3).

7.1.3 Mode opératoire 2

7.1.3.1 Si l'éprouvette n'a pas de fibres qui se détachent et peut être mise sous une forme qui peut être insérée dans la chambre d'extraction de l'appareil de Soxhlet sans risque de perdre des fibres pendant l'extraction, une cartouche d'extraction n'a pas besoin d'être utilisée.

7.1.3.2 Peser une éprouvette à 0,1 mg près (m_4).

7.1.3.3 Mener l'extraction comme décrit dans le mode opératoire 1, mais sans cartouche d'extraction.

7.1.3.4 Sécher l'éprouvette durant 1 h dans l'étuve réglée à $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Laisser refroidir en dessiccateur et peser à 0,1 mg près.

7.1.3.5 Recommencer les opérations de séchage, refroidissement et pesée jusqu'à ce que la différence de masse entre deux pesées successives soit inférieure à $\pm 0,2\text{ mg}$ (m_5).

7.1.4 Expression des résultats

7.1.4.1 Mode opératoire 1

Calculer le taux d'ensimage SC, exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation

$$SC = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse initiale, en grammes, de la cartouche d'extraction;

m_2 est la masse initiale, en grammes, de la cartouche plus l'éprouvette;

m_3 est la masse finale, en grammes, de la cartouche plus l'éprouvette après extraction.

7.1.4.2 Mode opératoire 2

Calculer le taux d'ensimage SC, exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation

$$SC = \frac{m_4 - m_5}{m_4} \times 100$$

où

m_4 est la masse initiale, en grammes, de l'éprouvette;

m_5 est la masse finale, en grammes, de l'éprouvette après extraction.

7.2 Méthode B: Digestion par l'acide sulfurique et le peroxyde d'hydrogène

7.2.1 Appareillage et réactifs

7.2.1.1 Balance, précise à 0,5 mg, lecture à 0,1 mg.

7.2.1.2 Étude à air chaud, réglable à la température choisie $\pm 5\text{ °C}$.

7.2.1.3 Dessiccateur, contenant un produit déshydratant approprié (par exemple gel de silice, chlorure de calcium anhydre, pentaoxyde de diphosphore).

7.2.1.4 Hotte aspirante.

7.2.1.5 Gants en caoutchouc, écran facial, blouse de laboratoire.

7.2.1.6 Filtres en verre fritté, porosité P 40, diamètre de pores de $20\text{ }\mu\text{m}$ à $30\text{ }\mu\text{m}$, capacité 30 ml à 70 ml.

7.2.1.7 Lame coupante.

7.2.1.8 Bloc de chauffage (voir figure 1), équipé d'une hotte d'évacuation reliée à un système de neutralisation et à une pompe aspirante, et également muni d'un râtelier prévu pour maintenir des tubes à digestion et des entonnoirs gradués pour l'addition de réactifs. Le bloc de chauffage doit être placé sur un support élévateur solide de laboratoire ou un dispositif similaire.

7.2.1.9 Acide sulfurique concentré, à 98 % (m/m) ($\rho = 1,84\text{ g/ml}$).

7.2.1.10 Peroxyde d'hydrogène, solution à environ 30 % (m/m).

7.2.1.11 Hydroxyde de sodium, solution à environ 15 % (m/m), pour la neutralisation des vapeurs acides.

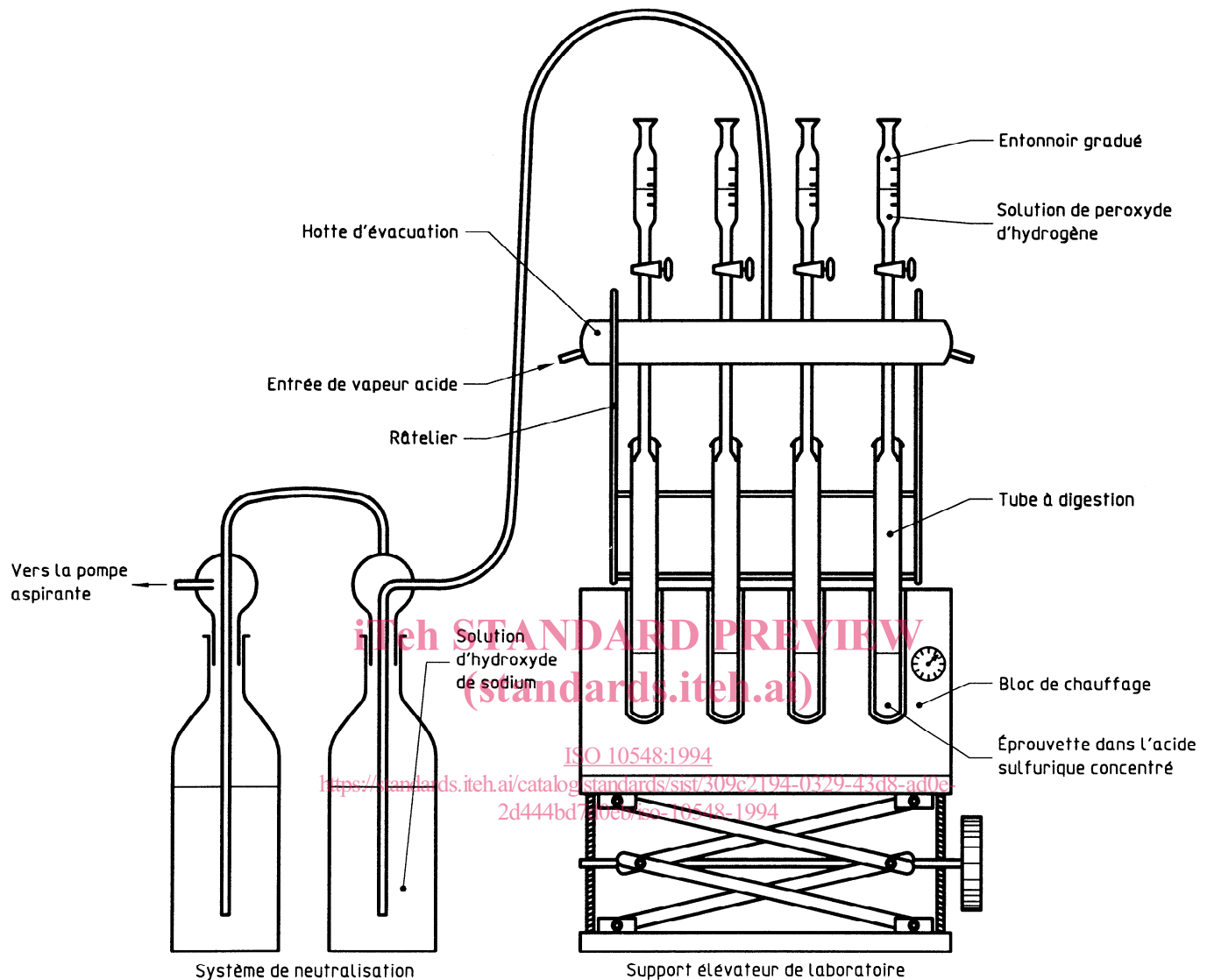


Figure 1 — Appareillage pour la méthode B: Digestion chimique

7.2.2 Mode opératoire

ATTENTION — L'essai doit être fait dans une hotte aspirante. Pendant l'oxydation, l'écran de la hotte doit être baissé. Des gants en caoutchouc, une blouse de laboratoire et un écran facial doivent être portés.

7.2.2.1 Préchauffer le bloc de chauffage (7.2.1.8) à $260\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ durant 20 min avant l'essai.

7.2.2.2 Remplir chaque entonnoir avec approximativement 25 ml de solution de peroxyde d'hydrogène (7.2.1.10).

7.2.2.3 Peser une éprouvette de fibre de carbone à 1 mg près (m_1) et la placer dans un tube à digestion. Ajouter au moins 50 ml d'acide sulfurique concentré (7.2.1.9). Remuer pour s'assurer que l'éprouvette est immergée dans l'acide. Placer le tube dans le râtelier. Répéter ces opérations pour la deuxième éprouvette, et pour d'autres paires d'éprouvettes si plus d'un jeu de déterminations est à effectuer.

7.2.2.4 Placer la hotte d'évacuation (voir 7.2.1.8) au-dessus des tubes à digestion disposés dans le râtelier.

7.2.2.5 Mettre en marche la pompe aspirante (voir figure 1).

7.2.2.6 Ouvrir lentement les entonnoirs contenant la solution de peroxyde d'hydrogène et faire couler à peu près 20 ml de cette solution dans chaque tube à digestion. Le mélange réactionnel va dégager des fumées lorsque la réaction démarre.

7.2.2.7 Soulever le bloc de chauffage à l'aide du support élévateur de laboratoire pour amener le bloc autour des tubes à digestion.

7.2.2.8 Laisser les tubes dans le bloc de chauffage durant 5 min à $260\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

7.2.2.9 Abaisser le bloc de chauffage pour l'éloigner des tubes à digestion. Si une solution n'est pas limpide, laisser refroidir 5 min, ajouter encore 10 ml de solution de peroxyde d'hydrogène et répéter le mode opératoire depuis 7.2.2.7. Si la solution n'est toujours pas limpide, recommencer sur une nouvelle éprouvette.

7.2.2.10 Laisser refroidir les digestats jusqu'à température ambiante.

7.2.2.11 Chauffer les filtres en verre fritté (7.2.1.6) (un pour chaque digestat) durant 1 h dans l'étuve (7.2.1.2) réglée à $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Laisser refroidir dans le dessiccateur (7.2.1.3) et peser à 0,1 mg près (m_2).

7.2.2.12 Filtrer lentement chaque solution à travers un filtre en verre fritté et laver chaque éprouvette avec de l'eau distillée jusqu'à ce que l'eau de rinçage soit neutre au papier indicateur de pH.

7.2.2.13 Sécher le filtre en verre fritté et l'éprouvette durant 1 h dans l'étuve réglée à $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Laisser refroidir en dessiccateur et peser à 0,1 mg près.

7.2.2.14 Recommencer les opérations de séchage, refroidissement et pesée jusqu'à ce que la différence de masse entre deux pesées successives soit inférieure à $\pm 0,2\text{ mg}$ (m_3).

7.2.2.15 Faire une correction si la digestion chimique provoque une perte de masse non négligeable de la fibre de carbone. Déterminer cette correction en faisant un essai à blanc sur une fibre de carbone non ensimée.

7.2.3 Expression des résultats

Calculer le taux d'ensimage SC, exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation

$$SC = \frac{m_1 - (m_3 - m_2)}{m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de l'éprouvette avant digestion chimique;

m_2 est la masse, en grammes, du filtre fritté;

m_3 est la masse, en grammes, du filtre fritté et de l'éprouvette, après digestion chimique.

7.3 Méthode C: Décomposition par pyrolyse

7.3.1 Principe

L'ensimage d'une éprouvette est détruit par pyrolyse dans un four électrique sous atmosphère d'azote, la température du four étant supérieure de 10 °C à la température de décomposition de l'ensimage $\pm 5\text{ °C}$.

NOTE 4 La température de décomposition est la température à laquelle 100 % de l'ensimage est décomposé et emporté par le courant gazeux. La décomposition de l'ensimage est fonction de la température et du temps. Le fabricant de fil est tenu de donner les paramètres de décomposition de l'ensimage.

7.3.2 Appareillage

7.3.2.1 Balance, précise à 0,5 mg, lecture à 0,1 mg.

7.3.2.2 Four électrique, réglable à une température supérieure de 10 °C à la température de décomposition de l'ensimage $\pm 5\text{ °C}$.

7.3.2.3 Unité de fourniture d'azote gazeux, comprenant une bouteille, un réducteur de pression, un débitmètre de gaz et un tuyau de raccordement, et fournissant de l'azote ayant une pureté supérieure à 99,996 %.

7.3.2.4 Support d'éprouvette, tel que nacelle ou capsule pour incinérations en acier inoxydable ou en céramique.

7.3.3 Mode opératoire

7.3.3.1 Chauffer le support d'éprouvette (7.3.2.4) durant 15 min dans le four électrique (7.3.2.2) réglé à une température supérieure de 10 °C à la température de décomposition de l'ensimage $\pm 5\text{ °C}$ dans un courant d'azote (voir 7.3.2.3). Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 0,1 mg près (m_2).

7.3.3.2 Peser une éprouvette à 0,1 mg près (m_1).

7.3.3.3 Régler le débit d'azote dans le four de sorte qu'il balaie le four en 1 min.

7.3.3.4 Placer l'éprouvette sur le support pesé et placer l'ensemble dans le four.

7.3.3.5 Décomposer l'ensimage de l'éprouvette durant le temps prescrit dans la norme de produit, dans le four électrique réglé à la même température qu'en 7.3.3.1. Pendant cette opération, doubler progressivement le débit d'azote.

7.3.3.6 Arrêter le four et laisser refroidir l'éprouvette dans le four sous flux d'azote avec le débit ainsi augmenté.

7.3.3.7 Transférer l'éprouvette et son support dans un dessiccateur sous atmosphère d'azote.

Il est important que l'éprouvette soit suffisamment refroidie avant de la placer en dessiccateur. Si l'éprouvette rougit à l'air pendant le transfert, abandonner l'essai en cours et recommencer les opérations sur une nouvelle éprouvette.

7.3.3.8 Laisser l'éprouvette et son support refroidir dans le dessiccateur jusqu'à température ambiante. Peser l'éprouvette et son support à 0,1 mg près (m_3).

7.3.3.9 Faire une correction si la durée et la température de pyrolyse provoquent une perte de masse non négligeable de la fibre de carbone. Déterminer cette correction en faisant un essai à blanc sur une fibre de carbone non ensimée.

7.3.4 Expression des résultats

Calculer le taux d'ensimage SC, exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation

$$SC = \frac{m_1 - (m_3 - m_2)}{m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de l'éprouvette après pyrolyse;

m_2 est la masse, en grammes, du support de l'éprouvette;

m_3 est la masse, en grammes, du support de l'éprouvette et de l'éprouvette après pyrolyse.

8 Fidélité

La fidélité de ces méthodes d'essai n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Des essais interlaboratoires sont en cours et une information sur la fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de la fibre de carbone soumise à l'essai;
- c) taux d'ensimage du fil;
- d) type d'ensimage;
- e) méthode et conditions d'essai utilisées, avec les précisions suivantes:

méthode A: solvant utilisé,

méthode C: temps et température de pyrolyse adoptés.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10548:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/309c2194-0329-43d8-ad0e-2d444bd7d0eb/iso-10548-1994>