

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11567

Première édition
1995-12-15

**Fibres de carbone — Détermination du
diamètre et de l'aire de la section
transversale des filaments**

iTeh **STANDARD PREVIEW**
*Carbon fibre — Determination of filament diameter and cross-sectional
area*
(standards.iteh.ai)

[ISO 11567:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/125415e2-17a2-4a58-8519-511ff6267d7d/iso-11567-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/125415e2-17a2-4a58-8519-511ff6267d7d/iso-11567-1995>



Numéro de référence
ISO 11567:1995(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 11567 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 13, *Composites et fibres de renforcement*.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/125415e2-17a2-4a58-8519-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/125415e2-17a2-4a58-8519-5119c267d7d/iso-11567-1995)

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1995

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 diamètre et de l'aire de la section transversale des filaments

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit quatre méthodes d'essai qui peuvent être utilisées pour la détermination du diamètre et de l'aire de la section transversale des monofilaments de fibre de carbone.

Il est important de savoir que les formes de la section transverse des filaments en provenance de différents fournisseurs peuvent varier d'une manière significative. Le terme «diamètre» utilisé dans la présente Norme internationale s'applique à tous les cas allant d'un diamètre «vrai» où le filament est rigoureusement circulaire en section à un diamètre «apparent» où le filament n'est pas circulaire.

Les méthodes proposées peuvent ne pas être applicables directement à tous types de filaments. La spécification du matériau doit préciser la méthode à utiliser. S'il n'y a pas de spécification, le choix de la méthode appropriée est une affaire de jugement. Les éléments donnés ici sont estimés être suffisamment précis pour faire ce choix.

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 10119:1992, *Fibres de carbone — Détermination de la masse volumique.*

ISO 10120:1991, *Fibres de carbone — Détermination de la masse linéique.*

ISO 11566:—¹⁾, *Fibres de carbone — Détermination des propriétés en traction sur éprouvette monofilament.*

3 Principe

Quatre méthodes sont proposées pour la détermination du diamètre et de l'aire de la section transversale des filaments de fibre de carbone:

- Méthode A:
Détermination du diamètre par calcul
- Méthode B:
Détermination du diamètre par microscopie optique
- Méthode C:
Détermination par microscopie du diamètre et de l'aire de la section transversale de filaments coupés transversalement
- Méthode D:
Détermination du diamètre par diffractométrie laser

NOTE 1 La méthode A donne seulement une valeur moyenne du diamètre, qui peut être suffisante dans certains cas, alors que les méthodes B, C et D, qui sont des méthodes expérimentales, fournissent des valeurs réelles.

4 Éprouvettes

En raison de la variabilité intrinsèque du diamètre des filaments, entre filaments mais aussi le long d'un même filament, il est recommandé de mesurer le diamètre ou l'aire de la section transversale de 20 filaments dans l'échantillon de fil et de réaliser une analyse statistique de ces résultats.

Les éprouvettes doivent être prélevées dans chaque échantillon de fil.

1) À publier.

4.1 Méthode A

Des fils sont utilisés comme éprouvettes, la longueur de fil prélevée étant telle que prescrite dans l'ISO 10119 et l'ISO 10120.

4.2 Méthodes B et D

Des filaments pris dans les fils sont utilisés comme éprouvettes, la longueur des filaments étant d'environ 50 mm.

4.3 Méthode C

Des fils sont utilisés comme éprouvettes, la longueur de fil prélevée étant d'environ 30 mm.

5 Méthode A: Détermination du diamètre par calcul

Un diamètre moyen de filament est déterminé à partir de la masse linéique du fil désensimé déterminée conformément à l'ISO 10120, de la masse volumique déterminée conformément à l'ISO 10119 et du nombre de filaments dans le fil. Le nombre de filaments dans le fil doit être celui indiqué par le fabricant de la fibre de carbone.

Calculer le diamètre moyen du filament, d , exprimé en micromètres, à l'aide de l'équation suivante:

$$d = \sqrt{\frac{4t \times 10^3}{\pi \cdot \rho \cdot c}}$$

où

t est la masse linéique, en tex, du fil;

ρ est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du fil;

c est le nombre de filaments dans le fil.

6 Méthode B: Détermination du diamètre par microscopie optique

6.1 Principe

Le diamètre apparent des filaments est mesuré par microscopie optique, qui donne la distance entre les deux bords d'un filament lorsque ce dernier est vu de côté.

NOTE 2 La précision de la méthode B est limitée par les effets de la diffraction, et il est recommandé de ne pas utiliser la méthode B pour des filaments dont le diamètre est inférieur à 10 μm .

6.2 Appareillage

6.2.1 Microscope, comportant une source d'éclairage, un condenseur de lumière, une platine, un objectif et un oculaire spécial (tels que décrits en 6.5). La platine doit pouvoir être déplacée dans deux directions perpendiculaires entre elles dans le plan horizontal et doit pouvoir tourner autour de l'axe vertical.

L'objectif et l'oculaire doivent assurer un grossissement d'au moins $\times 100$ pour la recherche des filaments et d'au moins $\times 1\,000$ pour le mesurage du diamètre des filaments.

6.2.2 Platine de montage, avec fenêtre longitudinale, telle que représentée à la figure 1.

Dimensions en millimètres

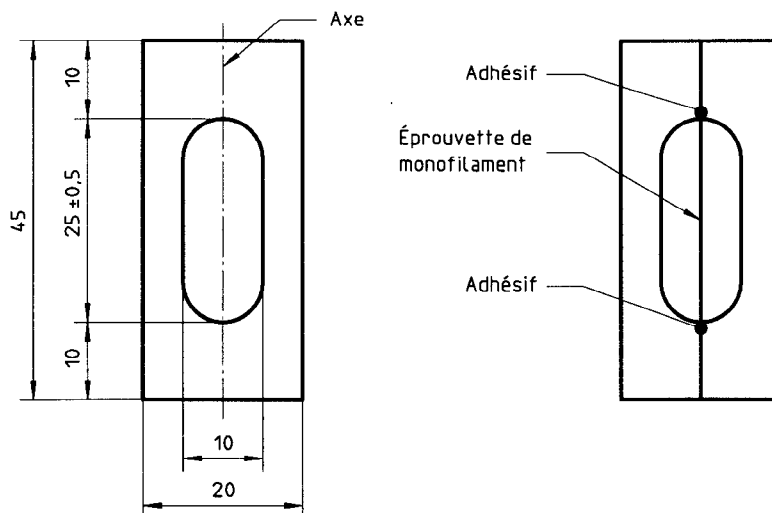


Figure 1 — Platine de montage et éprouvette montée sur la platine

6.3 Étalonnage du microscope

Étalonner le microscope à l'aide d'un micromètre objectif et d'un oculaire divisé en centièmes de millimètre.

6.4 Préparation de l'éprouvette

6.4.1 Si l'éprouvette est destinée aussi à la détermination de la résistance à la traction, procéder conformément à l'ISO 11566. Si ce n'est pas le cas, procéder comme décrit en 6.4.2.

6.4.2 Placer un monofilament au centre de la fenêtre de la platine de montage. Fixer provisoirement une extrémité du filament sur la platine de montage avec un morceau de ruban adhésif. Tendrez légèrement le filament et fixer l'autre extrémité de l'autre côté de la platine avec un second morceau de ruban adhésif.

Appliquer une goutte de colle sur le filament de chaque côté de la fenêtre et coller le filament sur la platine.

6.5 Mode opératoire

En raison de la variabilité intrinsèque du diamètre des filaments, entre filaments mais aussi le long d'un même filament, il est recommandé de mesurer le diamètre trois fois en trois endroits différents le long du filament.

Monter l'éprouvette entre lame porte-objet et lamelle. Remplir avec un fluide de montage, si nécessaire. Le fluide de montage doit être choisi pour avoir un indice de réfraction de 1,43 à 1,53 à 20 °C, ne doit pas être hygroscopique et ne doit pas influencer sur le diamètre du fil. L'huile de cèdre et la paraffine sont des exemples de fluides adéquats.

Déplacer la platine du microscope pour positionner le faisceau sur la zone de filament à examiner. Mettre au point sur le réticule au moyen de l'oculaire.

Le réticule mobile comporte deux fils perpendiculaires fixes et un fil double parallèle à l'un des deux fils fixes. Le réticule peut être déplacé, sans changer son orientation, au moyen d'une vis micrométrique commandée par un tambour gradué se déplaçant devant un repère fixe.

Faire tourner l'oculaire ou la platine du microscope pour amener le fil double du réticule à être parallèle à l'axe du filament étudié. Après mise au point sur le filament, amener le fil double à coïncider successivement avec chaque bord de l'image du filament. Lire le nombre de graduations du tambour nécessaires pour passer d'une position à l'autre (soit N_r divisions).

6.6 Expression des résultats

Si n est la constante d'étalonnage de l'oculaire, c'est-à-dire le nombre de divisions du tambour correspondant à 1 µm de l'objectif micrométrique, calculer le diamètre du filament, d , exprimé en micromètres, à l'aide de l'équation suivante:

$$d = \frac{N_r}{n}$$

7 Méthode C: Détermination par microscopie du diamètre et de l'aire de la section transversale de filaments coupés transversalement

7.1 Principe

Un fil de fibre de carbone est enrobé dans un bloc de résine. Le bloc est poli sur une face perpendiculaire à l'axe du fil et observé au microscope. Il peut également être photographié.

Cette méthode est applicable aux fils parallèles, mais peut également être utilisée sans modification pour l'examen de la répartition des fibres dans un composite unidirectionnel, ainsi que pour le mesurage du taux de fibres en volume. Elle est particulièrement recommandée quand la section transversale du filament est loin d'être circulaire.

NOTE 3 La précision de la méthode C est limitée par la diffraction de la lumière ou du faisceau d'électrons. Il est recommandé d'utiliser la microscopie optique pour des filaments dont le diamètre est supérieur à 10 µm et la microscopie électronique pour des filaments dont le diamètre est inférieur à 10 µm.

7.2 Appareillage

7.2.1 Microscope optique, ou microscope électronique à balayage.

7.2.2 Équipement photographique.

7.2.3 Papier photographique plastifié.

7.2.4 Planimètre.

7.2.5 Analyseur d'image électronique.

7.2.6 Machine de polissage, du type utilisé pour la préparation d'éprouvettes de métaux pour examen micrographique.

NOTE 4 L'équipement et le papier photographique ne sont pas toujours nécessaires pour les filaments de section circulaire, mais sont nécessaires pour les filaments de section non circulaire.

7.3 Préparation des éprouvettes

Choisir une éprouvette de fil de 30 mm de longueur, la noyer dans une résine non polymérisée (par exemple une résine de polyester non saturé) et polymériser la résine pour obtenir un bloc. Polir une face du bloc perpendiculairement à l'axe du fil, au moyen de la machine de polissage.

Réaliser le polissage par étapes avec des papiers abrasifs et de la poudre d'alumine ou de la pâte diamant. Contrôler l'état de surface final par observation au microscope optique.

Des détails au sujet d'un mode de préparation suggéré pour les éprouvettes sont donnés dans l'annexe A.

7.4 Mode opératoire

Faire tourner l'oculaire ou la platine du microscope pour amener le fil double du réticule à être parallèle à l'axe du filament étudié. Après mise au point sur le filament, amener le fil double à coïncider successivement avec chaque bord de l'image du filament. Lire le nombre de graduations du tambour nécessaires pour passer d'une position à l'autre (soit N_r divisions).

7.4.1 Observation au microscope optique

Il est avantageux d'utiliser un microscope à réflexion tel que celui utilisé en métallographie, puisque dans ce cas, la face de l'éprouvette repose sur la platine et, de ce fait, se trouve parfaitement perpendiculaire à l'axe optique.

Compte tenu des valeurs de diamètres couramment rencontrées sur les filaments de carbone actuels, utiliser un grandissement compris entre 1 000 et 1 500. Quand cela est possible, l'observation entre polariseurs croisés avec interposition d'une lame demi-onde améliore la définition du contour des images ainsi que le contraste.

Si le diamètre du filament est à déterminer par examen photographique, choisir une plage représentative de la population des filaments et photographier.

Faire un tirage positif, à l'échelle 1, ou de préférence, avec agrandissement, si possible sur un papier photographique plastifié qui ne subit pratiquement pas de variations dimensionnelles pendant le développement et les opérations ultérieures.

Déterminer le grandissement total en photographiant un objectif micrométrique dans les mêmes conditions.

7.4.2 Microscopie électronique à balayage

Réaliser les examens et la photographie en microscopie électronique à balayage conformément aux instructions données par le fabricant du microscope.

7.5 Mesurage du diamètre

7.5.1 Filaments de section circulaire

7.5.1.1 Examen visuel

Mesurer et lire le diamètre de chaque filament sélectionné. Calculer l'aire de la section transversale à partir du diamètre.

7.5.1.2 Photographie

Mesurer le diamètre de chaque filament sélectionné sur la photographie. Calculer le diamètre réel en divisant par le grandissement. Calculer l'aire de la section transversale à partir du diamètre.

7.5.2 Filaments de section non circulaire

7.5.2.1 Examen visuel

Pas applicable.

7.5.2.2 Photographie

Mesurer l'aire de la section transversale de chaque filament sélectionné sur la photographie au moyen d'un planimètre. Diviser cette valeur par le carré du grandissement pour obtenir l'aire de la section transversale S , en micromètres carrés, du filament.

Calculer le diamètre « apparent » d , exprimé en micromètres, à l'aide l'équation suivante:

$$d = 2\sqrt{\frac{S}{\pi}}$$

Les mesurages de l'aire de la section transversale et du diamètre peuvent aussi être réalisés au moyen d'un analyseur d'image. Dans ce cas, utiliser un analyseur d'image conformément aux instructions données par le fabricant de l'analyseur.

8 Méthode D: Détermination du diamètre par diffractométrie laser

8.1 Principe

Lorsqu'un filament est éclairé par un faisceau de lumière monochromatique cohérente tel qu'un faisceau laser, la distance entre deux images de diffraction sur un écran est fonction du diamètre du filament. Le diamètre peut être calculé à partir de la distance entre les images, de la longueur d'onde de la lumière et de la distance focale du système.

NOTE 5 La méthode D convient pour déterminer le diamètre de filaments de section circulaire. Pour des filaments qui n'ont pas de section circulaire, par exemple ovale ou en forme de haricot, cette méthode donne un diamètre « apparent ».

8.2 Appareillage

8.2.1 Laser He-Ne, de 2 mW de puissance, ou laser de tout autre type.

8.2.2 Porte-éprovette, comprenant un goniomètre avec un support pour platine de montage (6.2.2).

8.2.3 Écran en papier blanc.

8.2.4 Règle, graduée en millimètres.

8.3 Préparation de l'éprouvette

L'éprouvette est la même que celle de la méthode B (voir 6.4).

8.4 Mode opératoire

En raison de la variabilité intrinsèque du diamètre des filaments, entre filaments mais aussi le long d'un même filament, il est recommandé de mesurer le diamètre trois fois en trois endroits différents le long du filament.

Placer la platine de montage dans le porte-éprovette (8.2.2) de façon que le filament soit sur le parcours du faisceau laser (le diamètre du faisceau est d'environ 0,5 mm, ainsi il n'est pas très difficile de placer le filament dans la position correcte).

Mesurer, avec la règle sur l'écran, la distance entre les deux zones sombres les plus proches du centre du diagramme de diffraction. (Le diagramme de diffraction sur l'écran à une largeur d'environ 0,5 mm et il n'est pas difficile de mesurer cette distance.)

Tourner l'éprouvette autour de son axe de 15° à l'aide du goniomètre pour déterminer l'angle, et répéter le mesurage. Répéter ces opérations tous les 15° jusqu'à un angle de 165° pour obtenir le diamètre moyen.

8.5 Expression des résultats

Pour chaque mesure, calculer le diamètre du filament, d , exprimé en micromètres, à l'aide de l'équation suivante:

$$d = \frac{\lambda D}{l}$$

où

λ est la longueur d'onde, en micromètres, du flash du laser (dans le cas d'un laser He-Ne, $\lambda = 0,632 \mu\text{m}$);

D est la distance, en millimètres, entre l'éprouvette et l'écran;

l est la demi-distance, en millimètres, entre les deux zones sombres les plus proches du centre du diagramme de diffraction.

9 Fidélité

La fidélité de cette méthode n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Des essais interlaboratoires sont en cours, et des informations relatives à la fidélité seront ajoutées lors d'une prochaine révision.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- référence à la présente Norme internationale, et méthode utilisée (A, B, C ou D);
- tous renseignements nécessaires à l'identification de la fibre soumise à l'essai;
- diamètres des filaments, en micromètres, et/ou aires, en micromètres carrés, des sections transversales des éprouvettes soumises à l'essai;
- tous détails au sujet de mesures supplémentaires prises pour faciliter le mode opératoire de mesurage.

Annexe A (informative)

Mode de préparation des éprouvettes suggéré pour la méthode C

A.1 Appareillage et matériaux

A.1.1 Résine d'enrobage, constituée d'une résine de polyester non saturé ou résine époxy, ou d'un mélange de résine de polyester non saturé et de résine acrylique, de type polymérisant à température ambiante.

A.1.2 Bêcher en plastique, consommable, de 100 ml à 200 ml de capacité.

A.1.3 Tube en verre ou en plastique, d'environ 30 mm de diamètre et d'environ 20 mm de longueur.

A.1.4 Plaque de verre, ayant une surface plane et lisse, mesurant 300 mm × 300 mm.

A.1.5 Ruban adhésif, double face.

A.1.6 Machine de polissage rotative, équipée d'un pulvérisateur d'eau, du type utilisé pour la préparation d'éprouvettes de métaux pour examen micrographique.

A.1.7 Papier abrasif, de qualité résistante à l'eau, de différentes tailles de grains abrasifs (grades 100 à 800).

A.1.8 Tissu de polissage, en satin viscosé ou en peau de chamois.

A.1.9 Poudre abrasive (poudre d'alumine ou pâte diamant), du type utilisé pour la préparation d'éprouvettes de métaux pour examen micrographique.

A.2 Mode opératoire

Coller un morceau de ruban adhésif (A.1.5) mesurant environ 40 mm × 40 mm sur une face de la plaque de verre (A.1.4).

Appliquer un agent de démoulage tel qu'une silicone à l'intérieur du tube en verre ou en plastique (A.1.3) pour faciliter le retrait ultérieur du bloc de résine du tube. Appuyer une extrémité du tube contre le morceau de ruban adhésif sur la plaque de verre afin que le tube adhère à la plaque de verre.

La plaque de verre étant posée sur une surface horizontale de sorte que le tube soit vertical, suspendre une éprouvette de fil afin qu'elle pende à l'intérieur du tube. Il est recommandé de faire cela en fixant le fil à une longueur de fil métallique qui sera ensuite placée en travers du sommet du tube. Plusieurs éprouvettes peuvent être pendues dans le même tube.

Préparer la résine d'enrobage (A.1.1) en mélangeant résine, durcisseur et catalyseur dans le bêcher en plastique (A.1.2).

Verser la résine d'enrobage dans le tube et la conserver à température ambiante jusqu'à ce qu'elle polymérise et devienne solide. Il est permis de réaliser une polymérisation supplémentaire dans un four à température élevée si la résine ne polymérise pas suffisamment pour pouvoir effectuer le reste des opérations.

Retirer du tube le bloc de résine contenant l'éprouvette enrobée.

Polir une extrémité du bloc de résine sur la machine de polissage (A.1.6) en utilisant du papier abrasif de grade 100 à 150 (voir A.1.7) et le pulvérisateur d'eau.

Remplacer le papier abrasif par un autre à grains plus fins (jusqu'à grade 800) et poursuivre le polissage.

Pour finir, polir sur la machine de polissage (A.1.6) avec une suspension de poudre d'alumine ou de la pâte diamant (A.1.9), en utilisant le tissu de polissage (A.1.8). Poursuivre le polissage jusqu'à ce qu'aucune rayure ne soit plus visible sur la surface en l'examinant au microscope optique sous un grandissement de × 1 500.

Un exemple type de conditions utilisées à ce stade est le suivant:

- fréquence de rotation du plateau: 200 tr/min;
- charge sur le bloc de résine: 1 N à 2 N;
- concentration de l'abrasif dans la suspension: 2 g/l à 5 g/l;
- débit de la suspension: 20 à 40 gouttes par minute;
- durée: 5 h.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11567:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/125415e2-17a2-4a58-8519-511ff6267d7d/iso-11567-1995>