NORME INTERNATIONALE

ISO 11667

Première édition
1997-12-15

Plastiques renforcés de fibre — Préimprégnés et compositions de moulage — Détermination des taux de résine, de fibre de renfort et de charge minérale — Méthodes par dissolution

Fibre-reinforced plastics — Moulding compounds and prepregs — Determination of resin, reinforced-fibre and mineral-filler content — Dissolution methods

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11667:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bc235a3-ff83-497b-894e-08d71560e3e6/iso-11667-1997

(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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 11667 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 13, *Composites et fibres de renforcement*.

ISO 11667:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bc255a5-ff83-497b-894e-08d71560e3e6/iso-11667-1997

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

© ISO 1997

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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Plastiques renforcés de fibre — Préimprégnés et compositions de moulage — Détermination des taux de résine, de fibre de renfort et de charge minérale — Méthodes par dissolution

AVERTISSEMENT — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes par dissolution pour la détermination des taux de résine, de fibre de renfort et de charge minérale:

Méthode A: Extraction au Soxhlet. En cas de litige, cette méthode est la méthode de référence.

ISO 11667:1997

Méthode B: Extraction par un solvant par immersion dans un bécher. Cette méthode nécessite un matériel plus simple permettant de l'utiliser pour le contrôle qualité en ligne.

La présente Norme internationale est applicable aux matériaux suivants:

— préimprégnés à base de fils, stratifils, rubans et tissus;

— compositions de moulage: SMC, BMC et DMC.

Les fibres de renfort sont généralement recouvertes d'ensimage ou d'apprêts; ceux-ci sont normalement dissous avec la résine et, par conséquent, sont inclus dans le taux de résine.

La présente Norme internationale n'est pas applicable aux plastiques renforcés des types suivants:

— ceux contenant des renforts solubles ou partiellement solubles dans les solvants utilisés pour dissoudre la résine;

— ceux dans lesquels la résine est partiellement ou totalement durcie, donc pas complètement soluble dans les solvants organiques.

NOTE — L'ISO 1172:1996, *Plastiques renforcés de verre textile — Préimprégnés, compositions de moulage et stratifiés — Détermination des taux de verre textile et de charge minérale — Méthode par calcination*, peut être utilisée quand la résine est durcie.

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 291:1997, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*

ISO 472:1988, *Plastiques — Vocabulaire.*

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

3 Définitions

Les définitions pertinentes données dans l'ISO 472 ainsi que la suivante s'appliquent:

3.1 unité élémentaire

La plus petite entité normalement commercialisable d'un produit donné.

4 Principe

Le taux de matière insoluble (fibre de renfort + charge) est obtenu par la mesure de la différence de masse d'une éprouvette avant et après extraction par un solvant dans des conditions définies.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La partie soluble (résine) est extraite soit dans un appareil de Soxhlet (méthode A), soit par immersion dans un bécher (méthode B).

ISO 11667:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b0b3b3a3-8b3e-4b7b-80b4-08d71560e3e6/iso-11667-1997

Quand le matériau soumis à l'essai contient des charges, la séparation des fibres et des charges est obtenue soit par attaque de la charge minérale par l'acide chlorhydrique (méthode A), soit par des filtrations successives sans attaque acide (méthode B).

Les masses pesées à l'origine, après dissolution, et après attaque acide ou filtration, permettent de calculer les taux de renfort, de résine et de charge.

5 Échantillonnage

5.1 Deux éprouvettes les plus identiques possibles doivent être soumises à l'essai. Pour les préimprégnés, elles doivent être prélevées à au moins 50 mm des bords.

Deux éprouvettes suffisent à condition que la différence entre les deux valeurs obtenues soient inférieure ou égale à 5 %. Dans le cas contraire, une troisième éprouvette, aussi identique que possible aux deux précédentes, doit être soumise à l'essai.

5.2 Afin d'obtenir une évaluation aussi représentative que possible des taux de résine, de fibre de renfort et de charge minérale de l'unité élémentaire, il peut être nécessaire de répéter un certain nombre de fois cette méthode à des endroits précis de l'unité contrôlée. Le nombre et l'emplacement des essais demandés seront définis soit dans la spécification du produit soit par la personne demandant l'analyse. À défaut, le nombre et l'emplacement peuvent être choisis en fonction de l'expérience antérieure.

5.3 Pour tous les essais autres que ceux effectués sur les unités élémentaires, on doit prélever des éprouvettes aussi représentatives que possible du matériau à soumettre à l'essai, autant que les circonstances le permettent.

6 Préparation des éprouvettes

Sauf autre prescription, il est recommandé que les éprouvettes soient de forme adaptée à la cartouche de l'extracteur de Soxhlet ou au bécher utilisé pour l'extraction.

L'ordre de grandeur de la masse sera de 2 g à 20 g.

NOTE — Pour les SMC, BMC et DMC soumis à l'essai par la méthode B, une éprouvette plus importante peut être utilisée si elle est plus représentative du matériau.

Dans le cas des préimprégnés et des compositions de moulage qui contiennent des solvants ou un monomère libre, des précautions doivent être prises afin d'éviter la perte de matières volatiles. Il est recommandé que les matériaux contenant un monomère libre ne soient pas laissés sans protection plus de 5 min avant le début de l'essai. Pour les SMC, le film protecteur de l'échantillon pour laboratoire ou celui de l'éprouvette doit être enlevé juste avant le début de l'essai. Tous les échantillons pour laboratoire des préimprégnés et des compositions de moulage, y compris le SMC, doivent être mis dans des sacs étanches aussitôt après le prélèvement.

7 Mode opératoire — Généralités

La méthode de dissolution à utiliser pour la résine dépend de la précision réclamée par la personne demandant l'essai. Les modes opératoires de séparation de la fibre de renfort de la charge minérale des méthodes A et B sont différents.

La méthode nécessite que toutes les pesées se fassent jusqu'à masse constante en répétant les étapes de séchage ou de dissolution et de pesée, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 1 mg. Quand on soumet régulièrement à l'essai des matériaux connus, il est permis de définir par expérimentation un temps minimal de dissolution et de séchage permettant d'assurer que la masse constante est obtenue.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11667:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bc235a3-ff83-497b-894e-08d71560e3e6/iso-11667-1997

8 Méthode A: Extraction au Soxhlet

8.1 Réactifs

Les solvants à utiliser doivent être d'extraire totalement la résine de l'éprouvette.

Des solvants adaptés pour les résines les plus courantes sont les suivants:

le dichlorométhane;

l'acétone;

la méthyléthylcétone (ou butanone-2);

l'éthanol dénaturé.

D'autres solvants peuvent être utilisés, si nécessaire, pour obtenir l'extraction complète de la résine.

8.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

8.2.1 Balance, précise à 0,5 mg, graduation tous les 0,1 mg.

8.2.2 Extracteur de Soxhlet, et **cartouches adaptées** à même de contenir la totalité de l'éprouvette.

8.2.3 Outil de découpe.

8.2.4 Dessiccateur, contenant un agent desséchant approprié (par exemple: gel de silice).

8.2.5 Étuve ventilée, réglée à 105 °C ± 3 °C.

8.3 Mode opératoire

Pour chaque éprouvette, procéder comme suit:

8.3.1 Préparation de la cartouche d'extraction

Sécher la cartouche d'extraction dans l'étuve ventilée (8.2.5) à 105 °C ± 3 °C pendant 1 h.

Laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur (8.2.4).

Peser avec la balance (8.2.1) à 1 mg près.

Répéter la procédure de séchage jusqu'à masse constante (voir article 7). Soit m_1 la masse, en grammes.

8.3.2 Pesée de l'éprouvette et extraction de la résine par le solvant

Couper, à l'aide de l'outil (8.2.3), l'éprouvette en morceaux de taille convenable et les introduire dans la cartouche (8.2.2). Faire attention de ne pas perdre de fragments. Peser l'ensemble à 1 mg près. Soit m_2 la masse, en grammes.

Placer la cartouche et son contenu dans le tube extracteur de l'extracteur de Soxhlet (8.2.2). Assembler le réfrigérateur, le tube extracteur et le ballon, ajouter alors une quantité suffisante de méthyléthylcétone ou tout autre solvant adapté (voir 8.1), ou celui stipulé dans la spécification du matériau soumis à l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Régler le chauffage de la jaquette de façon à avoir une vitesse de siphonnage suffisante pour obtenir une extraction totale de la résine en 1 h.

ISO 11667:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2b9b0e2b-1b0-97b-894e-08d71560e3e6/iso-11667-1997

Faire l'essai pendant ce temps ou selon la spécification du matériau en question.

Enlever la cartouche et son contenu. Sécher dans l'étuve ventilée et laisser refroidir dans le dessiccateur. Peser à 1 mg près.

Répéter la procédure de séchage jusqu'à masse constante (voir article 7). Soit m_3 la masse, en grammes.

Pour les matériaux ne contenant pas de charge minérale, la masse m_3 peut être utilisée pour déterminer le taux de fibre de renfort.

Pour les matériaux contenant de la charge minérale, la fibre de renfort et la charge minérale doivent d'abord être séparées conformément à la procédure décrite en 8.4.

8.4 Séparation de la fibre de renfort de la charge minérale

8.4.1 Réactifs

8.4.1.1 Acide chlorhydrique, à 35 % (*V*/*V*), de qualité commerciale.

8.4.1.2 Éthanol dénaturé.

8.4.1.3 Mélange sulfochromique, pour le nettoyage, ayant la composition conseillée suivante: 7 g de dichromate de sodium pour 100 ml d'acide sulfurique concentré.

8.4.2 Appareillage

Matériel prescrit en 8.2, et

8.4.2.1 Baguette de verre.

8.4.2.2 Filtre fritté, de 40 mm de diamètre et porosité P 160 (soit 100 µm à 160 µm; voir ISO 4793).

8.4.2.3 Bécher, de 250 ml de capacité.

8.4.2.4 Fiole à filtration.

8.4.2.5 Brucelles.

8.4.3 Mode opératoire

Pour chaque éprouvette, procéder comme suit:

8.4.3.1 Préparation du filtre fritté

Avant chaque essai, nettoyer chaque filtre fritté (8.4.2.2) en le laissant dans le mélange sulfochromique (8.4.1.3). Le placer ensuite sur la fiole à filtration (8.4.2.4) et mettre en marche l'aspiration, le rincer à l'eau chaude puis à l'éthanol dénaturé (8.4.1.2). Le sécher ensuite dans l'étuve ventilée, à 105 °C ± 3 °C jusqu'à masse constante (voir article 7). Soit m_8 la masse, en grammes.

8.4.3.2 Séparation entre la fibre de renfort et la charge minérale quand cette charge est complètement dissoute dans l'acide chlorhydrique

Dans le bécher de 250 ml (8.4.2.3), mettre 5 ml d'acide chlorhydrique (8.4.1.1) par gramme de résidu restant après dissolution.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

En utilisant la baguette de verre (8.4.2.1), ajouter lentement le résidu à l'acide du bécher. Agiter soigneusement afin de s'assurer que tout le résidu a réagi avec l'acide en faisant attention que l'effervescence due à l'attaque des carbonates par l'acide ne provoque pas de projections de particules hors du bécher.

ISO 11667:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bc235a3-ff83-497b-894e-08d71560e3e6/iso-11667-1997

Quand l'effervescence est finie, rincer la cartouche à l'eau. Transvaser le contenu de la cartouche dans le bécher de 250 ml. Répéter l'opération si nécessaire jusqu'à ce que tout le résidu soit transféré dans le bécher.

Ajouter 50 ml d'eau dans le bécher.

Placer le filtre fritté qui avait été préalablement séché et pesé (masse m_8) sur la fiole à filtration et mettre en marche l'aspiration.

Verser lentement l'acide surnageant sur le filtre.

Dans le bécher, rincer la fibre à l'eau et verser l'eau sur le filtre, rincer alors avec de l'éthanol dénaturé en agitant avec la tige de verre. Verser cet éthanol sur le filtre. S'assurer que la fibre ne tombe pas sur le filtre. Répéter ces opérations quatre ou cinq fois jusqu'à ce que la fibre soit parfaitement propre.

Transférer la fibre de renfort sur le filtre en utilisant la baguette de verre en un jet d'éthanol dénaturé.

Rincer deux fois avec de l'éthanol dénaturé.

Sécher le filtre dans l'étuve jusqu'à masse constante (voir article 7).

Laisser refroidir dans le dessiccateur et peser. Soit m_9 la masse, en grammes.

Le mode opératoire décrit dans l'annexe informative A peut être utilisé si la longueur de la fibre est ⩾ 12 mm. La méthode peut être utilisée si une méthode rapide est désirée. Le mode opératoire donné en 8.4.3.2 doit toujours être pris comme méthode de référence.

8.4.3.3 Séparation entre la fibre de renfort et la charge minérale quand celle-ci n'est pas totalement dissoute dans l'acide chlorhydrique

Quand des charges insolubles dans l'acide chlorhydrique restent sur le filtre au moment de la filtration, après avoir déterminé la masse m_9, continuer de la façon suivante:

À l'aide des brucelles (8.4.2.5), enlever toute la fibre de renfort du filtre.

Repeser le filtre contenant toute charge minérale insoluble.

Soit m_{10} la masse, en grammes.

NOTE — Si les filaments de la fibre de renfort sont très courts, il n'est pas possible de les séparer manuellement de la charge. Dans ce cas, la méthode décrite ici ne donne pas une mesure précise des taux de renfort et de charge minérale séparément, bien que le taux global fibre et charge puisse être déterminé.

8.5 Méthode de calcul et expression des résultats

8.5.1 Calcul du taux de résine

Calculer le taux de résine de chaque éprouvette, MR, exprimé en pourcentage par rapport à la masse initiale, à l'aide de l'équation

$$\mathrm{MR} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \qquad \ldots (1)$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

où

m_1 est la masse initiale, en grammes, de la cartouche;

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

ISO 11667:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bc235a3-ff83-497b-894e-08d71560e3a6/iso-11667-1997

m_3 est la masse finale totale après extraction, en grammes, de la cartouche et du résidu.

NOTE — Dans l'équation (1), le taux de résine comprend le taux de matière volatile et tout ensimage ou apprêt de la fibre de renfort.

Si les résultats des deux déterminations individuelles diffèrent de plus de 5 %, effectuer une détermination supplémentaire sur une troisième éprouvette prélevée au même endroit de l'unité élémentaire ou de l'échantillon pour laboratoire (voir article 5).

8.5.2 Calcul des taux de fibre de renfort et de charge minérale

Quand il n'y a pas de charge minérale, calculer le taux de renfort, MFT, exprimé en pourcentage par rapport à la masse initiale, à l'aide de l'équation

$$\mathrm{MFT} = 100 - \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \qquad \ldots (2)$$

où

m_1, m_2 et m_3 ont les mêmes significations qu'en 8.5.1.

NOTE — En présence de charge minérale et si elle n'a pas été séparée de la fibre, MFT exprime le taux global fibre et charge.

Quand toute la charge minérale est dissoute dans l'acide, calculer le taux de fibre de renfort, MFR, exprimé en pourcentage par rapport à la masse initiale, à l'aide de l'équation

$$\mathrm{MFR} = \frac{m_9 - m_8}{m_2 - m_1} \times 100 \qquad \ldots (3)$$

où

m_8 est la masse, en grammes, du filtre fritté séché;

m_9 est la masse, en grammes, du filtre fritté séché et de son contenu après attaque acide du résidu.

Calculer le taux de charge minérale, MFM, exprimé en pourcentage par rapport à la masse initiale, à l'aide de l'équation

$$\mathrm{MFM} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 - \frac{m_9 - m_8}{m_2 - m_1} \times 100 \qquad \ldots (4)$$

Dans le cas où de la charge insoluble dans l'acide chlorhydrique reste sur le filtre au moment de la filtration, remplacer m_8 dans les équations (3) et (4) par m_{10}, où m_{10} est la masse, en grammes, du filtre séché et de la charge minérale non dissoute.

Si les résultats des deux déterminations individuelles diffèrent de plus de 5 %, effectuer une détermination supplémentaire sur une troisième éprouvette prélevée au même endroit de l'unité élémentaire ou de l'échantillon pour laboratoire (voir article 5).

Exprimer les résultats de l'essai comme la moyenne des deux (ou plus) mesures individuelles.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11667:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bc235a3-ff83-497b-894e-08d71560e3e6/iso-11667-1997

9 Méthode B: Extraction par un solvant par immersion dans un bécher

9.1 Réactifs

Les solvants à utiliser doivent être à même d'extraire totalement la résine de l'éprouvette.

Des solvants adaptés pour les résines les plus courantes sont les suivants:

le dichlorométhane;

l'acétone;

la méthyléthylcétone (ou butanone-2);

l'éthanol dénaturé.

D'autres solvants peuvent être utilisés, si nécessaire, pour obtenir l'extraction complète de la résine.

9.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

9.2.1 Balance, précise à 0,5 mg, graduation tous les 0,1 mg.

9.2.2 Outil de découpe.

9.2.3 Dessiccateur, contenant un agent desséchant approprié (par exemple: gel de silice).