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

Carbon fibre — Determination of size content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 10548:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29e790d1-77cd-44fd-837d-22aff0e66ccf/iso-10548-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29e790d1-77cd-44fd-837d-22aff0e66ccf/iso-10548-2002>



Numéro de référence
ISO 10548:2002(F)

PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 10548:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29e790d1-77cd-44fd-837d-22aff0e66ccf/iso-10548-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29e790d1-77cd-44fd-837d-22aff0e66ccf/iso-10548-2002>

© ISO 2002

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'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

	Page
1	1
2	1
3	1
4	1
5	2
6	2
7	2
7.1	2
7.2	4
7.3	7
8	8
9	8

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 10548:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29e790d1-77cd-44fd-837d-22aff0e66ccf/iso-10548-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29e790d1-77cd-44fd-837d-22aff0e66ccf/iso-10548-2002>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

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*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10548:1994), dont elle constitue une révision technique.

ISO 10548:2002
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29e790d1-77cd-44fd-837d-22aff0e66ccf/iso-10548-2002>

Fibres de carbone — Détermination du taux d'ensimage

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie 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

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de cette publication ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants 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 A et B exigent que la dernière pesée soit faite jusqu'à masse constante, par répétition des opérations de séchage final et de pesée. Dans les cas où des matériaux connus sont soumis à l'essai de façon régulière, on peut définir, par expérimentation, un temps minimal de séchage afin d'être sûr que la masse constante a été atteinte. Un soin particulier peut se révéler nécessaire si l'ensimage ou la fibre de carbone absorbe l'eau.

5 Éprouvettes

Au moins deux éprouvettes doivent être prélevées dans chaque lot ou échantillon de fil. Le taux d'ensimage est la moyenne d'au moins deux valeurs.

Si l'essai est fait en vue de la réception d'un lot, son échantillonnage doit être conduit 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 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. Si nécessaire, il faut sécher le fil avant de le peser.

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 ± 5 °C.

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

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

7.1.1.5 **Cartouches d'extraction**, mesurant 41 mm \times 123 mm.

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

AVERTISSEMENT — 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 butane-2-one (méthyl-éthyl-cétone), tétrahydrofuranne, dichlorométhane (chlorure de méthylène), acétone ou dichloroéthane.

NOTE 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 °C ± 5 °C et la laisser refroidir jusqu'à température ambiante dans un 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), et 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 (une durée d'extraction plus courte peut cependant être utilisée s'il est démontré que l'extraction est complète).

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 son contenu durant 1 h dans l'étuve (7.1.1.2) réglée à $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ (ou, si le solvant utilisé a un point d'ébullition supérieur à 100 °C , à une température de 10 °C au-dessus de la température d'ébullition du solvant). Laisser refroidir en dessiccateur et peser à 0,1 mg près.

7.1.2.8 Recommencer les opérations de séchage et pesée jusqu'à ce que la différence de masse entre deux pesées successives (m_3) soit inférieure à $\pm 0,2$ mg. Si l'on a déterminé le temps minimal de séchage pour obtenir une masse constante (voir article 4), la présente exigence n'est pas applicable.

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). <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29e790d1-77cd-44fd-837d->

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 $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ ou à une température plus élevée (voir 7.1.2.7). Laisser refroidir en dessiccateur et peser à 0,1 mg près.

7.1.3.5 Recommencer les opérations de séchage et pesée jusqu'à ce que la différence de masse entre deux pesées successives (m_5) soit inférieure à $\pm 0,2$ mg. Si l'on a déterminé le temps minimal de séchage pour obtenir une masse constante (voir article 4), la présente exigence n'est pas applicable.

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 suivante:

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

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 initiale, 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 suivante:

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

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**, réglage à la température choisie ± 5 °C.

7.2.1.3 **Dessiccateur**, contenant un produit déshydratant approprié (par exemple du gel de silice, du chlorure de calcium anhydre ou du pentoxyde de phosphore).

7.2.1.4 **Hotte aspirante**.

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

7.2.1.6 **Filtres en verre fritté**, porosité P 40, diamètre de pores de 20 μm à 30 μm , 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**, au moins 96 % (par masse) ($\rho = 1,84$ g/ml).

7.2.1.10 **Solution de peroxyde d'hydrogène**, contenant au moins 30 % (par masse) d' H_2O_2 . Les volumes donnés dans le mode opératoire sont pour 30 % (par masse).

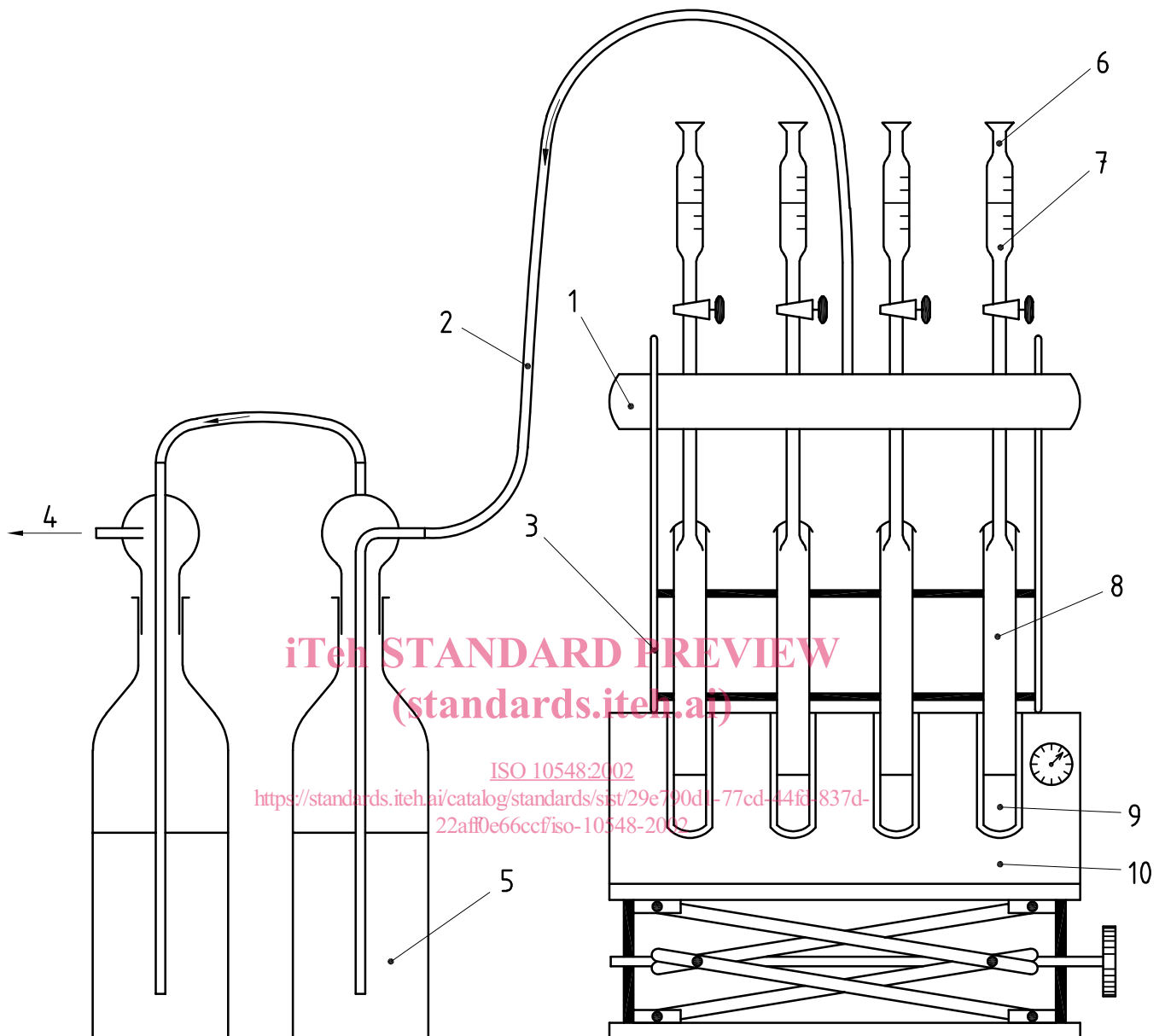
7.2.1.11 **Solution d'hydroxyde de sodium**, contenant approximativement 15 % (par masse) de NaOH, pour neutraliser les vapeurs d'acide extraites par la hotte aspirante.

7.2.2 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — 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 °C ± 5 °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).



Légende

- 1 Hotte d'évacuation
- 2 Ligne d'extraction pour les vapeurs d'acide
- 3 Râtelier
- 4 Vers la pompe aspirante
- 5 Solution d'hydroxyde de sodium
- 6 Entonnoir gradué
- 7 Solution de peroxyde d'hydrogène
- 8 Tube à digestion
- 9 Éprouvette dans l'acide sulfurique concentré
- 10 Bloc de chauffage

Figure 1 — Appareillage pour la méthode B: Digestion chimique