
**Plastiques — Produits renforcés de fibres
de verre — Détermination de la longueur
des fibres**

*Plastics — Glass-fibre-reinforced products — Determination of fibre
length*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22314:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-
f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006)



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 22314:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006>

© ISO 2006

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 du 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.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 22314 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 22314:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006>

Introduction

Il existe un intérêt global à pouvoir déterminer la longueur des fibres dans tous les types de composites, afin de pouvoir prévoir leurs caractéristiques, essentiellement mécaniques. Pour cette détermination, trois étapes sont nécessaires:

- la séparation des fibres du composite;
- la dispersion des fibres pour obtenir des fibres individuelles;
- le mesurage des longueurs.

Après avoir considéré toutes les méthodes existantes pour séparer les fibres des résines, il a été décidé de développer la méthode proposée uniquement pour les fibres de verre courtes des résines thermoplastiques, extraites par la méthode de calcination.

Les principes de la méthode sont probablement appropriés pour d'autres composites, mais davantage d'études seraient nécessaires pour obtenir une méthode qui convienne dans d'autres conditions (résines thermodurcies, fibres longues dans des résines thermoplastiques ou thermodurcies, fibres de carbone).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22314:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006>

Plastiques — Produits renforcés de fibres de verre — Détermination de la longueur des fibres

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode permettant de déterminer la longueur des fibres présentes dans un produit renforcé de fibres de verre. La méthode est applicable aux matières à mouler et aux pièces moulées. Les conditions d'essai spécifiées limitent l'application de cette méthode aux thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes (longueur inférieure à 1 mm), c'est-à-dire les fibres dont la longueur, avant l'incorporation dans la matière à mouler et le moulage, est inférieure ou égale à 7,5 mm.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1172, *Plastiques renforcés de verre textile — Préimprégnés, compositions de moulage et stratifiés — Détermination des taux de verre textile et de charge minérale — Méthodes par calcination*

ISO 472, *Plastiques — Vocabulaire* <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006>

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes donnés dans l'ISO 472 s'appliquent.

4 Principe de la méthode

Les fibres sont séparées du polymère renforcé et leur longueur est mesurée à partir d'une image agrandie sur un écran.

5 Appareillage

5.1 Four à moufle, capable de maintenir une température de $625\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

5.2 Cristalliseur, de diamètre 80 mm à 110 mm.

5.3 Dispositif à ultrasons.

NOTE Un dispositif à ultrasons de base, tels que ceux utilisés en laboratoire comme dispositif de nettoyage, a été considéré comme approprié.

5.4 Microscope ou **stéréoscope** (à facteurs de grossissement fixes ou variables) équipé d'une caméra vidéo, permettant un grossissement d'au moins 50 fois.

- 5.5 **Dispositif d'acquisition d'image**, permettant de transmettre l'image sur un moniteur.
- 5.6 **Micromètre de référence**, permettant de calibrer les images pour le grossissement choisi.
- 5.7 **Matériel informatique**, avec logiciel d'analyse d'images adapté.
- 5.8 **Étuve**, capable de maintenir une température de $130\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.
- 5.9 **Accessoires de laboratoire et d'observation** (creusets, coupelles, spatules, lames porte-objets).

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'éprouvette

Prélever dans l'échantillon à contrôler la quantité nécessaire de matériau permettant d'obtenir une concentration de fibres telle que chaque image visualisée à l'écran contienne une centaine de fibres. Cette quantité dépend de la teneur en fibres du matériau et des conditions d'essai, en particulier du diamètre du cristallisateur (la hauteur d'eau dans le cristallisateur n'a pas d'influence sur la concentration des fibres déposées sur la lame, car toutes les fibres précipitent dans un plan).

EXEMPLE Pour un polyamide renforcé de fibres de verre à 30 %, il faut prélever environ 0,006 g de produit quand on utilise un cristallisateur de diamètre 90 mm.

NOTE Cela suppose que la longueur de fibre est inférieure à 1 mm.

Calciner le matériau à 625 °C conformément à l'ISO 1172 pendant 1 h 30 min et laisser refroidir.

NOTE Les cendres obtenues sont essentiellement constituées de fibres de verre et éventuellement de charges minérales. Les fibres sont très fragiles et toute manipulation ultérieure est à effectuer avec d'extrêmes précautions pour ne pas les briser et donc fausser les résultats.

Placer dans un cristallisateur (5.2) une lame porte-objet préalablement dégraissée et verser de l'eau déminéralisée (contenant une petite quantité d'agent de surface) en quantité juste suffisante pour couvrir la lame porte-objet. La quantité d'eau est limitée afin d'éviter la formation de courants de convection pendant le séchage qui provoquent une sélection des fibres en fonction de leur poids et donc de leur taille.

Verser les cendres (ou en prélever la quantité suffisante à la pointe d'une spatule) dans le cristallisateur ainsi préparé.

Placer le cristallisateur contenant les cendres dans le dispositif à ultrasons pour disperser les fibres agglomérées sans action mécanique. Le temps nécessaire à cette dispersion est de l'ordre de quelques secondes à 1 min.

Placer ensuite le cristallisateur dans une étuve (5.8) préchauffée à 130 °C et l'y laisser pendant 1 h environ, pour éliminer l'eau. Laisser refroidir. Cette étape peut être omise si les fibres ont tendance à s'agglomérer sous l'effet du chauffage.

Placer le cristallisateur à côté du microscope ou du stéréoscope (5.4). Prélever la lame recouverte de fibres et la placer sous l'objectif du microscope ou du stéréoscope. Si nécessaire, éliminer par essuyage les fibres sur la face inférieure de la lame porte-objet.

6.2 Étalonnage

Étalonner le système à l'aide d'un calibre de référence; une lame micrométrique d'une longueur de 1 mm ou de 1,5 mm a été considérée comme appropriée.

L'étalonnage peut être fait en mesurant le calibre de référence, dirigé vers les deux extrémités comme pour le mesurage des fibres, et le comparer avec la lecture. La tolérance recommandée est de 0,01 mm.

Étalonner le microscope aussi fréquemment que nécessaire.

6.3 Observation et mesurages

L'observation des fibres se fait en observation directe, sans lame couvre-objet ni liquide de montage, en mode réflexion ou transmission, en mode champ clair ou champ sombre (éclairage annulaire).

Régler l'ensemble de la chaîne d'agrandissement (optique et projection) pour avoir à l'écran une image grossie entre 50 et 100 fois. Le grossissement doit être tel qu'au moins 100 ± 20 fibres apparaissent sur l'écran dans leur totalité.

Procéder au mesurage manuel de toutes les fibres complètes apparaissant à l'écran, en cliquant avec la souris sur les extrémités de chaque fibre. Mesurer un total de 100 ± 20 fibres à partir de 3 images, soit un total de 300 ± 60 fibres.

NOTE 1 Le mesurage manuel peut être remplacé par un mesurage semi-automatique; cependant, il faut savoir que ces modes de mesurage privilégient les fibres les plus petites et que les résultats obtenus seront systématiquement plus faibles qu'en mesurage manuel.

NOTE 2 Lors d'un mesurage de fibres longues jusqu'à 5 mm (c'est-à-dire en dehors du domaine d'application de la présente méthode), il est possible de réduire le niveau de grossissement jusqu'à un facteur 15, à condition que le système optique soit suffisamment bon pour permettre un mesurage satisfaisant.

6.4 Expression des résultats

Les résultats à enregistrer sont:

- L_n , la longueur moyenne des fibres, exprimée en micromètres, calculée au moyen de l'équation suivante:

$$L_n = \frac{\sum_{i=1}^n L_i}{n}$$

(standards.iteh.ai)
ISO 22314:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006>

où

L_i est la longueur de la $i^{\text{ème}}$ fibre,

n est le nombre de fibres mesurées;

- σ , l'écart-type des valeurs individuelles;
- l'histogramme établi par classes pour l'ensemble de la plage de mesurage (par exemple 50 classes de $40 \mu\text{m}$ sur une plage de mesurage de 0 à 2 000 μm);
- L_p , la longueur moyenne pondérée, exprimée en micromètres, calculée au moyen de l'équation suivante:

$$L_p = \frac{\sum_i n_i L_i^2}{\sum_i n_i L_i} \text{ où } n_i \text{ est le nombre de fibres de longueur } L_i;$$

- le rapport L_p/L_n .

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) la référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire «ISO 22314:2006»;
- b) l'identification de l'échantillon;
- c) la quantité de produit prélevée, le diamètre du cristalliseur et la quantité d'eau;
- d) le facteur de grossissement utilisé;
- e) les résultats obtenus comme décrit à l'Article 6, ainsi que les longueurs minimales et maximales mesurées;
- f) la date de la mesure;
- g) tous les détails du mode opératoire non spécifiés dans la présente méthode.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22314:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22314:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e60d6209-def0-483e-b8f7-f5cb6e76ee1a/iso-22314-2006>