### NORME INTERNATIONALE

ISO 14127

Première édition 2008-03-15

# Composites renforcés de fibres de carbone — Détermination des teneurs en résine, en fibre et en vide

Carbon-fibre-reinforced composites — Determination of the resin, fibre and void contents

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 14127:2008 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a65236a-6637-4c6e-bd34-4fdf8b912d61/iso-14127-2008



#### 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 14127:2008 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a65236a-6637-4c6e-bd34-4fdf8b912d61/iso-14127-2008



#### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

#### © ISO 2008

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

Sommaire Pag  Avant-proposi		Page	
		iv	
1	Domaine d'application	1	
2	Références normatives		
3	Hygiène et sécurité	2	
4	Termes et définitions	2	
5	Principe	2	
6	Conditionnement et essais		
7	Appareillage et réactifs	3	
8	Éprouvettes	4	
9	Mesurage des masses volumiques	5	
10	Mode opératoire	5	
11	Calcul et expression des résultats	8	
12	Fidélité iTeh STANDARD PREVIEW	9	
13	Rapport d'essai(standards.iteh.ai)	10	

ISO 14127:2008 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a65236a-6637-4c6e-bd34-4fdf8b912d61/iso-14127-2008

iii

#### **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 14127 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, Plastiques, sous-comité SC 13, Composites et fibres de renforcement. (standards.iteh.ai)

ISO 14127:2008 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a65236a-6637-4c6e-bd34-4fdf8b912d61/iso-14127-2008

## Composites renforcés de fibres de carbone — Détermination des teneurs en résine, en fibre et en vide

#### 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes d'essai pour calculer les teneurs en résine, en fibre et en vide à partir des masses volumiques de la résine, de la fibre et du composite, ainsi qu'à partir de la masse de fibres dans le composite (méthode A), et pour calculer la teneur en fibre à partir de l'épaisseur du composite (méthode B).

La méthode A spécifie trois différents modes opératoires d'élimination de la résine pour déterminer la masse de fibres dans le composite (c'est-à-dire un mode opératoire par combustion, un mode opératoire de digestion par acide nitrique et un mode opératoire de digestion par mélange d'acide sulfurique et d'eau oxygénée). La sélection du mode opératoire à utiliser est faite en tenant compte de la combustibilité, de la capacité de décomposition et du type de résine utilisée dans le composite. Il est à noter que la méthode A est d'application limitée en présence de résines chargées pouvant avoir un effet sur la solubilité complète et/ou sur la combustibilité de la résine. STANDARD PREVIEW

La méthode B (méthode de mesurage de l'épaisseur) s'applique uniquement aux composites moulés à partir de préimprégnés dont on connaît la masse surfacique de fibres.

#### ISO 14127:2008

#### 

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 291, Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai

ISO 472, Plastiques — Vocabulaire

ISO 1183-1, Plastiques — Méthodes de détermination de la masse volumique des plastiques non alvéolaires — Partie 1: Méthode par immersion, méthode du pycnomètre en milieu liquide et méthode par titrage

ISO 1183-2, Plastiques — Méthodes de détermination de la masse volumique des plastiques non alvéolaires — Partie 2: Méthode de la colonne à gradient de masse volumique

ISO 1183-3, Plastiques — Méthodes pour déterminer la masse volumique des plastiques non alvéolaires — Partie 3: Méthode utilisant un pycnomètre à gaz

ISO 5725-1, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions

ISO 5725-2, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée

ISO 5725-3, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée

ISO 6353-2, Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série

ISO 10119, Fibres de carbone — Détermination de la masse volumique

#### 3 Hygiène et sécurité

La présente Norme internationale se limite à la description de la détermination des teneurs en résine, en fibre et en vide des composites renforcés de fibres de carbone. Les conditions de manipulation des éprouvettes, de l'appareillage et des réactifs utilisés doivent être conformes aux réglementations nationales en vigueur dans chaque pays et le personnel doit être informé des risques encourus et des précautions à prendre.

#### Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 ainsi que les suivants s'appliquent.

#### 4.1

#### teneur en fibre en masse

rapport de la masse de fibres sur la masse totale du composite

NOTE La teneur en fibre en masse est exprimée comme une fraction massique en pour cent.

#### 4.2

4.3

#### teneur en fibre en volume

rapport du volume de fibres sur le volume total du composite iteh.ai)

NOTE La teneur en fibre en volume est exprimée comme une fraction volumique en pour cent.

ISO 14127:2008

iTeh STANDARD PREVIEW

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a65236a-6637-4c6e-bd34-

4fdf8b912d61/iso-14127-2008 teneur en vide

rapport volumique de la teneur en vide (creux) du composite

NOTE La teneur en vide est exprimée comme une fraction volumique en pour cent.

#### **Principe** 5

#### Méthode A (méthode d'élimination de la résine)

#### 5.1.1 Mode opératoire A1: mode opératoire par combustion

Détermination de la différence de masse de l'éprouvette avant et après la combustion de la résine par la partie légèrement supérieure de la flamme réductrice (sans oxygène) d'un bec Bunsen.

Le mode opératoire par combustion utilise la propriété de décomposition rapide des résines, en comparaison de celle des fibres de carbone, dans des gaz inertes. Ce mode opératoire consiste à chauffer une éprouvette de matériau composite à la flamme réductrice d'un bec Bunsen, de sorte que seule la résine soit éliminée par combustion. Cependant, ce mode opératoire n'est utilisé que pour les résines qui se décomposent totalement à la combustion et ne s'applique donc pas aux résines à combustion incomplète, telles que les résines époxy novolaque ou bromées. Ce mode opératoire comporte également des inconvénients: la précision de mesurage est, par exemple, légèrement inférieure à celle obtenue avec les modes opératoires de digestion par acide nitrique et par mélange d'acide sulfurique et d'eau oxygénée. Ce mode opératoire est néanmoins utile, car il est rapide et son utilisation est sûre et simple.

En raison du manque de fiabilité du mode opératoire par combustion, son utilisation doit faire l'objet d'un accord entre l'acheteur et le fournisseur.

#### 5.1.2 Mode opératoire A2: mode opératoire de digestion par acide nitrique

Détermination de la différence de masse de l'éprouvette avant et après digestion de la résine par de l'acide nitrique concentré qui n'attaque pas les fibres (c'est-à-dire les fibres en carbone) de manière excessive.

NOTE Les modes opératoires de digestion par acide nitrique et par mélange d'acide sulfurique et d'eau oxygénée utilisent la propriété de digestion rapide des résines dans un bain chaud d'acide nitrique ou de mélange d'acide sulfurique et d'eau oxygénée, comparée à celle des fibres de carbone (qui résistent à la digestion dans ces conditions). Le mode opératoire consiste à tremper le composite dans un bain chaud de ce type de réactifs, de sorte que seules les résines soient digérées. Le mode opératoire de digestion par acide nitrique peut être appliqué à toutes les résines époxy à l'exception des substances qui polymérisent aux anhydrides acides. Le mode opératoire de digestion par mélange d'acide sulfurique et d'eau oxygénée peut être appliqué à toutes les résines époxy, résines phénoliques et résines polyamides.

### 5.1.3 Mode opératoire A3: mode opératoire de digestion par mélange d'acide sulfurique et d'eau oxygénée

Détermination de la moyenne de la différence de masse de l'éprouvette avant et après digestion de la résine par un mélange d'acide sulfurique aqueux et d'eau oxygénée, à condition que ce mélange n'attaque pas les fibres de carbone.

Voir également la Note en 5.1.2.

#### 5.2 Méthode B (méthode de mesurage de l'épaisseur)

Le mesurage de l'épaisseur du composite est réalisé sur toute sa surface. La teneur en fibre du composite peut être calculée sur la base des valeurs connues de la masse surfacique et de la masse volumique du renfort.

(standards.iteh.ai)

#### 6 Conditionnement et essais

ISO 14127:2008

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a65236a-6637-4c6e-bd34-

Une quantité suffisante de matériau pour effectuer les essais est prélevée comme échantillon d'essai et conditionnée pendant une période suffisante pour atteindre l'équilibre de la température. Ce conditionnement doit être réalisé dans l'une des atmosphères normales spécifiées dans l'ISO 291.

#### 7 Appareillage et réactifs

#### 7.1 Généralités

Un équipement standard de laboratoire est nécessaire, ainsi que l'appareillage spécifique suivant.

- 7.1.1 Dessiccateur, contenant un déshydratant approprié (par exemple gel de silice).
- **7.1.2 Balance pour analyses**, avec une exactitude de 0,1 mg.
- **7.1.3** Papier émeri, de granulométrie inférieure à 180 grains.

#### 7.2 Méthode A

- 7.2.1 Mode opératoire A1 (mode opératoire par combustion)
- **7.2.1.1 Bec Bunsen**, compatible avec le gaz.
- **7.2.1.2 Fil nichrome**, d'environ 0,2 mm de diamètre.

- 7.2.2 Mode opératoire A2 (mode opératoire de digestion par acide nitrique)
- 7.2.2.1 Filtre à vide en verre borosilicaté.
- 7.2.2.2 Fiole conique de 200 ml.
- 7.2.2.3 Éprouvette cylindrique graduée de 100 ml.
- **7.2.2.4 Condenseur de refroidissement à reflux à eau**, muni d'un raccord conique standard pour s'adapter au vase.
- 7.2.2.5 Étuve à circulation d'air chaud, capable de chauffer jusqu'à environ 200 °C.
- **7.2.2.6 Acétone**, conforme à l'ISO 6353-2.
- **7.2.2.7 Acide nitrique**, concentré à 62 % en masse.
- 7.2.3 Mode opératoire A3 (méthode de digestion par mélange d'acide sulfurique et d'eau oxygénée)
- 7.2.3.1 Filtre à vide, en verre borosilicaté.
- **7.2.3.2 Bécher en verre borosilicaté**, d'un volume minimal de 200 ml.
- 7.2.3.3 Éprouvette cylindrique graduée de 100 ml.
- 7.2.3.4 Étuve à circulation d'air chaud, capable de chauffer jusqu'à environ 200 °C.
- 7.2.3.5 Acétone, conforme à l'ISO 6353-2 and ards. iteh.ai)
- 7.2.3.6 Acide sulfurique concentré, à 96 % elimasse72008

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a65236a-6637-4c6e-bd34-

7.2.3.7 Solution d'eau oxygénée, de 304%fab352%1/iso-14127-2008

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Les acides nitrique et sulfurique ou l'eau oxygénée doivent être manipulés avec prudence pour éviter les risques, et cela, de la manière suivante: port de gants en caoutchouc, de lunettes de protection, etc., pour éviter tout contact direct avec le corps. Lorsque la peau entre en contact avec les réactifs, des dispositions appropriées doivent être immédiatement prises. Il est également nécessaire d'aérer le lieu et/ou le local d'essai. L'eau oxygénée à 65 % en état d'ébullition peut entraîner une décomposition explosive; par conséquent, ne pas permettre une augmentation de la concentration par distillation. Il convient que les déchets de produits chimiques soient conservés séparément et disposés de manière appropriée.

#### 7.3 Méthode B (méthode de mesurage de l'épaisseur)

**7.3.1 Micromètre à palpeur hémisphérique** ou **appareil équivalent**, d'une précision de lecture de 0,01 mm pour mesurer l'épaisseur de l'éprouvette.

#### 8 Éprouvettes

- **8.1** La masse des éprouvettes doit être comprise entre 0,2 g et 0,5 g. La géométrie et les dimensions des éprouvettes doivent avoir une épaisseur inférieure à 4 mm, des longueurs et des largeurs comprises entre 6 mm et 10 mm.
- **8.2** Les éprouvettes doivent être réparties aléatoirement sur l'échantillon et découpées à au moins 10 mm des bords.
- 8.3 Les bords des éprouvettes doivent être polis et lissés à l'aide de papier émeri.

**8.4** Sauf stipulation contraire de la part du commanditaire de l'essai, au minimum trois éprouvettes doivent être utilisées.

#### 9 Mesurage des masses volumiques

- 9.1 Déterminer les masses volumiques de la résine, du composite et de la fibre comme suit.
- **9.2** Déterminer la masse volumique de la résine  $(\rho_{\rm r})$  conformément à l'ISO 1183-1, à l'ISO 1183-2 ou à l'ISO 1183-3.
- **9.3** Déterminer la masse volumique de la fibre ( $\rho_f$ ) conformément à l'ISO 10119.
- **9.4** Déterminer la masse volumique du composite  $(\rho_c)$  conformément à la méthode par immersion spécifiée dans l'ISO 1183-1. Utiliser l'eau comme liquide d'immersion.
- **9.5** Dans le cas de la mesure des masses volumiques de la résine et du composite à l'aide de la méthode par immersion, il est essentiel de procéder à la correction de la masse du fil utilisé pour suspendre l'éprouvette.

#### 10 Mode opératoire

### 10.1 Généralités iTeh STANDARD PREVIEW

Mesurer la masse de la fibre et de l'éprouvette à l'aide du mode opératoire A1 (mode opératoire par combustion), du mode opératoire A2 (mode opératoire de digestion par acide nitrique) ou du mode opératoire A3 (mode opératoire de digestion par mélange d'acide sulfurique et d'eau oxygénée). Si la méthode B est utilisée, simplement mesurer l'épaisseur du composite.

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a65236a-6637-4c6e-bd34-4fdf8b912d61/iso-14127-2008

#### 10.2 Méthode A

#### 10.2.1 Mode opératoire A1 (mode opératoire par combustion)

- **10.2.1.1** Peser l'éprouvette à 0,1 mg près (m).
- **10.2.1.2** Lier l'éprouvette à l'aide d'un fil nichrome comme indiqué à la Figure 1. Peser l'éprouvette, y compris le fil nichrome, à 0,1 mg près  $(m_1)$ .
- **10.2.1.3** Allumer le bec Bunsen, l'arrivée d'air étant coupée. Ajuster la hauteur de la flamme, qui doit être comprise entre 15 cm et 20 cm. Augmenter l'arrivée d'air progressivement pour amener la hauteur de la flamme réductrice (flamme bleue) à environ 2 cm. Utiliser des pincettes pour prendre le fil nichrome de l'éprouvette et introduire l'éprouvette horizontalement juste au-dessus du sommet de la flamme réductrice, mais sans jamais toucher cette dernière, comme représenté à la Figure 1.
- **10.2.1.4** Dans les cinq à vingt secondes qui suivent, la plus grande partie de la résine contenue dans l'éprouvette aura brûlé, en générant une flamme rouge et de la suie. Continuer à chauffer l'éprouvette jusqu'à ce que sa surface inférieure soit portée au rouge. Retourner alors l'éprouvette et porter l'autre surface au rouge. Lorsque toute la résine a brûlé, la flamme rouge disparaît. Continuer à chauffer jusqu'à ce que cela se produise. La durée totale de chauffage sera normalement de 3 min ou moins.
- **10.2.1.5** Retirer l'éprouvette de la flamme et la placer immédiatement sur une plaque métallique et la laisser refroidir à la température ambiante. Si l'éprouvette n'est pas immédiatement pesée, placer la plaque et l'éprouvette dans un dessiccateur.
- **10.2.1.6** Peser l'éprouvette, y compris le fil nichrome, à 0,1 mg près  $(m_2)$ .