

---

---

**Stratifils (rovings) de verre textile —  
Détermination de la solubilité de  
l'ensimage**

*Textile-glass rovings — Determination of solubility of size*

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

ISO 15039:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d4990371-0241-46f9-b129-2cd863f56091/iso-15039-2003>



**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 15039:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d4990371-0241-46f9-b129-2cd863f56091/iso-15039-2003>

© ISO 2003

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

	Page
1	Domaine d'application ..... 1
2	Références normatives ..... 1
3	Principe ..... 1
3.1	Généralités ..... 1
3.2	Solubilité de l'ensimage ..... 1
4	Appareillage ..... 1
4.1	Pour la méthode 1 — La méthode Soxhlet ..... 1
4.2	Pour la méthode 2 — Méthode à température ambiante ..... 2
4.3	Appareillage et matériaux nécessaires pour les deux méthodes ..... 2
5	Précautions de sécurité et d'environnement ..... 2
6	Mode opératoire et calcul ..... 3
6.1	Méthode 1 — Méthode Soxhlet ..... 3
6.2	Méthode 2 — Méthode à température ambiante ..... 4
7	Fidélité de la méthode ..... 5
8	Rapport d'essai ..... 5

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 15039:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d4990371-0241-46f9-b129-2cd863f56091/iso-15039-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d4990371-0241-46f9-b129-2cd863f56091/iso-15039-2003>

## 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 15039 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 15039:2003  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d4990371-0241-46f9-b129-2cd863f56091/iso-15039-2003>

# Stratifils (rovings) de verre textile — Détermination de la solubilité de l'ensimage

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes pour la détermination du pourcentage d'ensimage (revêtement) déposé sur la fibre de verre, qui est soluble dans l'acétone. Cette méthode est uniquement applicable aux stratifils (rovings) continus.

## 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 3344, *Produits de renfort — Détermination du taux d'humidité*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 3 Principe

### 3.1 Généralités

ISO 15039:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d4990371-0241-46f9-b129-2667-2667>

Deux méthodes différentes, utilisant chacune de l'acétone comme solvant, sont décrites dans la présente Norme internationale.

- a) Méthode 1, consistant en une extraction de l'ensimage en plaçant une éprouvette dans un appareil Soxhlet.
- b) Méthode 2, basée sur une extraction à température ambiante sur une période plus importante.

### 3.2 Solubilité de l'ensimage

La solubilité est déterminée par la différence entre la teneur en ensimage extraite par l'acétone durant un temps déterminé et la teneur totale en ensimage déposé initialement sur le verre.

NOTE Des essais interlaboratoires ont mis en évidence une différence entre les moyennes des résultats obtenus avec les deux méthodes. Une explication possible de cette différence est que les éprouvettes ne sont pas séchées préalablement à l'extraction pour l'essai avec la méthode 1 (extraction dans un appareil Soxhlet) alors qu'elles le sont avec la méthode 2 (extraction à température ambiante). Quoi qu'il en soit, la dispersion des résultats de part et d'autre de la moyenne est similaire pour les deux méthodes.

## 4 Appareillage

### 4.1 Pour la méthode 1 — La méthode Soxhlet

4.1.1 **Extracteur Soxhlet**, avec cellule d'extraction de 100 cm<sup>3</sup> à 125 cm<sup>3</sup>.

4.1.2 **Vase Erlenmeyer ou ballon**, de 250 cm<sup>3</sup>.

4.1.3 **Appareil de chauffage électrique** (plaque ou manteau chauffant ou bain d'huile).

4.1.4 **Granulés régulateurs d'ébullition** (minimum cinq par Erlenmeyer ou ballon).

## 4.2 Pour la méthode 2 — Méthode à température ambiante

4.2.1 **Récipient en verre**, de 1 000 cm<sup>3</sup>.

## 4.3 Appareillage et matériaux nécessaires pour les deux méthodes

4.3.1 **Acétone**, de pureté minimale 98 %.

4.3.2 **Sachet en plastique**, pouvant être fermé.

4.3.3 **Paire de ciseaux**.

4.3.4 **Support d'éprouvette** (grille ou creuset pour le passage à l'étuve et au four).

4.3.5 **Balance analytique**, d'une capacité minimale de 100 g, avec une résolution de 0,1 mg et une erreur maximale tolérée de 1 mg.

NOTE Il est extrêmement important de s'assurer que les pesées successives soient effectuées à l'aide de la même balance analytique, sinon les erreurs absolues des différentes balances s'accumuleront et affecteront la précision des résultats.

4.3.6 **Étuve à circulation d'air**, capable de maintenir une température de 105 °C avec une erreur maximale tolérée de  $\pm 3$  °C.

4.3.7 **Dessiccateur**, utilisant un gel de silice avec indicateur de saturation.

4.3.8 **Four à moufle**, capable de maintenir une température de 625 °C avec une erreur maximale tolérée de  $\pm 20$  °C.

4.3.9 **Chronomètre**.

4.3.10 **Bidon de sécurité**, pour stockage de l'acétone utilisée, pour évacuation ou récupération ultérieure.

4.3.11 **Papier absorbant**.

## 5 Précautions de sécurité et d'environnement

5.1 L'acétone, comme la plupart des solvants organiques est hautement inflammable. Sa vapeur forme des mélanges explosifs avec l'air. Tenir à l'écart de toute étincelle ou de flamme vive. **NE PAS FUMER**.

5.2 Consulter la fiche de données de sécurité concernée pour toute information complémentaire.

5.3 Stocker l'acétone dans des bidons spécifiques de sécurité, approuvés et clairement identifiés. Récupérer l'acétone usagée dans des bidons de sécurité approuvés et identifiés. Évacuer l'acétone utilisée selon les directives du laboratoire ou réglementaires.

## 6 Mode opératoire et calcul

### 6.1 Méthode 1 — Méthode Soxhlet

#### 6.1.1 Préparer l'extracteur Soxhlet comme suit:

**6.1.1.1** Veiller à ce que l'Erlenmeyer ou le ballon contienne 200 cm<sup>3</sup> d'acétone et au moins cinq granulés régulateurs d'ébullition. Ajouter de l'acétone si nécessaire. Remplacer l'acétone si celle-ci a servi cinq fois, plus souvent encore si la contamination constatée est importante.

**6.1.1.2** Ouvrir l'arrivée de l'eau de refroidissement. Un indicateur témoin de l'écoulement de l'eau est recommandé afin de surveiller cet écoulement.

**6.1.1.3** Veiller à ce que l'Erlenmeyer ou le ballon soit bien en contact avec l'appareil de chauffage. Faire un essai à blanc pour ajuster la puissance de chauffage afin d'obtenir un temps par cycle de  $(8 \pm 1)$  min par cycle.

**6.1.2** Dans le stratifil à tester, prélever deux éprouvettes consécutives de  $(25 \pm 2)$  g.

**6.1.3** Replier la première éprouvette sur une longueur d'environ 75 mm et la maintenir par un nœud de telle sorte que l'éprouvette prenne l'aspect d'un fagot relativement peu serré, pas trop compact.

NOTE Un échantillon trop compact ne permettrait pas une extraction correcte.

**6.1.4** Sur la deuxième éprouvette, mesurer le taux d'humidité selon ISO 3344. Si la détermination du taux d'humidité n'est pas commencée dans l'heure, insérer cette éprouvette dans un sachet en plastique étanche. Il est fortement recommandé de faire ce contrôle d'humidité le même jour. Le résultat doit être exprimé à 0,001 % près.

**6.1.5** Peser, à 0,1 mg près, la première éprouvette avec la balance analytique ( $m_0$ ), puis la placer dans la cellule de l'extracteur Soxhlet, en veillant à ce qu'elle soit complètement immergée dans le solvant durant les cycles successifs.

**6.1.6** Effectuer une extraction par le solvant pendant  $120 \pm 5$  min, ce qui représente  $(15 \pm 2)$  cycles de renouvellement d'acétone.

La durée de 120 min d'extraction a été déterminée par expérience de manière à obtenir une extraction pratiquement complète (95 %) de l'ensimage supposé être soluble dans l'acétone pour les stratifils de types SMC. Il est possible d'utiliser une durée plus longue ou plus courte sous réserve que l'extraction obtenue au terme des différents essais soit d'au moins 95 %. Lorsque la durée est autre que 120 min, il faut l'indiquer dans le rapport d'essai.

**6.1.7** La durée d'extraction étant écoulée, couper le chauffage, enlever l'éprouvette de la cellule du Soxhlet, siphonner l'acétone hors de la cellule et laisser l'eau de refroidissement circuler pendant 20 min à 25 min. Enlever doucement, à l'aide de papier absorbant, l'excès d'acétone de l'éprouvette.

**6.1.8** Déposer l'éprouvette sur un support adapté et la sécher à l'étuve à 105 °C durant  $(60 \pm 5)$  min.

**6.1.9** Laisser l'éprouvette refroidir à température ambiante en la plaçant dans le dessiccateur durant 30 min. La peser immédiatement avec une lecture à 0,1 mg près ( $m_1$ ).

**6.1.10** Calciner l'éprouvette dans le four à moufle à 625 °C durant  $(25 \pm 5)$  min.

**6.1.11** Laisser l'éprouvette refroidir à température ambiante en la plaçant dans le dessiccateur durant 30 min. La peser immédiatement avec une lecture à 0,1 mg près ( $m_2$ ).

**6.1.12** Calculer comme suit, à 0,1 mg près, la masse sèche ( $m_D$ ), en grammes, de la première éprouvette:

$$m_D = m_0(1 - H/100)$$

où

$m_0$  est la masse initiale de la première éprouvette;

$H$  est le taux d'humidité, en pourcentage, obtenu sur la seconde éprouvette.

**6.1.13** Calculer le pourcentage de solubilité,  $S$ , de l'ensimage comme suit:

$$S = \frac{m_D - m_1}{m_D - m_2} \times 100$$

où

$m_1$  est la masse de verre plus la partie non soluble de l'ensimage après extraction;

$m_2$  est la masse de verre.

## 6.2 Méthode 2 — Méthode à température ambiante

**6.2.1** À partir du stratifil (roving) à contrôler, prélever trois longueurs successives pesant chacune  $(20 \pm 3)$  g. Les trois longueurs prises ensemble constituent l'éprouvette.

**6.2.2** Replier chaque longueur prélevée et former un nœud relativement lâche qui peut être placé sur une balance et pesé sans difficulté.

**6.2.3** Placer l'éprouvette (les trois «nœuds») à l'étuve à  $105 \text{ }^\circ\text{C}$  durant  $1 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ .

**6.2.4** Refroidir l'éprouvette au dessiccateur durant au moins 30 min, puis peser l'éprouvette à 0,1 mg près. Noter la masse  $m_{0,RT}$ .

**6.2.5** Placer l'éprouvette dans le récipient de  $1\,000 \text{ cm}^3$  (4.2.1) destiné à l'extraction; y verser  $700 \text{ cm}^3$  d'acétone. Couvrir le récipient et laisser extraire durant 24 h à  $(23 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$ .

**6.2.6** Verser l'acétone dans le bidon de sécurité en laissant l'éprouvette dans le récipient.

**6.2.7** Verser  $300 \text{ cm}^3$  d'acétone sur l'éprouvette; poser le couvercle et agiter. Verser l'acétone dans le bidon de sécurité.

**6.2.8** Enlever doucement l'excès d'acétone de l'éprouvette à l'aide de papier absorbant. Sécher l'éprouvette à l'étuve à  $105 \text{ }^\circ\text{C}$  durant  $1 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ .

**6.2.9** Refroidir l'éprouvette au dessiccateur durant au moins 30 min, puis peser l'éprouvette à 0,1 mg près. Noter la masse ( $m_{1,RT}$ ).

**6.2.10** Placer l'éprouvette dans le four à moufle à  $625 \text{ }^\circ\text{C}$  durant  $(30 \pm 5)$  min.

**6.2.11** Refroidir l'éprouvette au dessiccateur durant au moins 30 min, puis peser l'éprouvette à 0,1 mg près. Noter la masse ( $m_{2,RT}$ ).

**6.2.12** Calculer le pourcentage de solubilité,  $S$ , de l'ensimage, selon la formule suivante:

$$S = \frac{m_{0,RT} - m_{1,RT}}{m_{0,RT} - m_{2,RT}} \times 100$$

où

$m_{0,RT}$  est la masse initiale, en grammes, de l'éprouvette séchée (verre plus ensimage);

$m_{1,RT}$  est la masse, en grammes, de l'éprouvette après extraction et séchage;

$m_{0,RT}$  est la masse, en grammes, de l'éprouvette après calcination.

## 7 Fidélité de la méthode

Des essais interlaboratoires ont été réalisés par six laboratoires sur trois produits différents.

Les Tableaux 1 et 2 donnent les valeurs moyennes du pourcentage de solubilité pour les trois produits et les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité pour les deux méthodes.

**Tableau 1 — Solubilité par la méthode d'extraction Soxhlet**

Méthode Soxhlet	Produit A	Produit B	Produit C
Moyenne de la solubilité, $S$ , en %	28,7	38,7	66,9
Écart-type de répétabilité	0,63	1,87	1,19
Écart-type de reproductibilité	0,96	2,60	1,96

**Tableau 2 — Solubilité par la méthode d'extraction à température ambiante**

Méthode à température ambiante	Produit A	Produit B	Produit C
Moyenne de la solubilité, $S$ , en %	27,8	31,2	63,0
Écart-type de répétabilité	0,41	0,99	0,70
Écart-type de reproductibilité	0,99	4,54	1,96

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d4990371-0241-46f9-b129-2cd863f56091/iso-15039-2003>

## 8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- une référence à la présente Norme internationale;
- la méthode d'extraction utilisée;
- tous les détails nécessaires à l'identification du produit soumis à l'essai;
- le résultat de la solubilité de l'ensimage et, si demandé pour la méthode 1 (méthode Soxhlet), le taux d'humidité;
- dans la méthode 1, la durée de l'extraction, si cette dernière est différente de 120 min;
- tout détail opérationnel non défini dans la présente Norme internationale, ainsi que tout incident susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats.