INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION MEЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

# Laine — Détermination du diamètre moyen des fibres — Méthode perméamétrique

Wool - Determination of mean diameter of fibres - Air permeability method

Première édition – 1976-11-15 (standards.iteh.ai)

Descripteurs : fibre naturelle, fibre animale, fibre de laine, mesurage de dimension, diamètre.

ISO 1136:1976 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a39c446-03ae-49a1-84d4-4bfd68696e21/iso-1136-1976

CDU 677.31/.34.017.224.3

Réf. nº : ISO 1136-1976 (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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

Avant 1972, les résultats des travaux des comités techniques étaient publiés comme recommandations ISO; ces documents sont en cours de transformation en Normes internationales. Compte tenu de cette procédure, le comité technique ISO/TC 38, Textiles, après examen, est d'avis que la Recommandation ISO/R 1136-1969 peut, du point de vue technique, être transformée. La présente (Norme l'internationale remplace donc la Recommandationan ISO/R 1136-1969/stàndaquelle8aelle4est03ae-49a1-84d4-techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1136.

Afrique du Sud, Rép. d' France Allemagne Grèce Australie Hongrie Belgique Inde Brésil Iran Canada Israël Corée, Rép. de Italie Cuha Japon Danemark Norvège Égypte, Rép. arabe d' Nouvelle-Zélande

Pologne Portugal Roumanie Royaume-Uni Suède Suisse Turquie

Tchécoslovaquie

U.R.S.S.

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Aucun comité membre n'a désapprouvé la transformation de la recommandation

Pays-Bas

© Organisation internationale de normalisation, 1976 •

Espagne

en Norme internationale.

# Laine — Détermination du diamètre moyen des fibres — Méthode perméamétrique

#### 0 INTRODUCTION

Lorsqu'un courant d'air passe au travers d'une masse de fibres répartie uniformément dans une chambre à fonds perforés, le rapport du débit d'air à la différence de pression est déterminé uniquement par la surface totale des fibres, ainsi que par plusieurs constantes. Ce résultat peut être prévu à partir des équations d'hydrodynamique de Kozeny et d'autres auteurs.

Pour des fibres de section droite circulaire ou quasicirculaire et de densité constante comme la laine non médullée, la surface d'une masse donnée de fibres est proportionnelle au diamètre moyen des fibres. Ce principe peut être utilisé pour la construction d'un appareil fournissant une estimation du diamètre moyen des fibres. Par suite de sa rapidité et de sa simplicité, la méthode convient particulièrement aux analyses de routine (contrôle de la qualité) dans les laboratoires industriels.

La méthode étant indirecte, l'appareil doit d'abord être étalonné à partir de laines de diamètre moyen (finesse) connu. Dans ce but, on dispose de huit rubans de référence (voir annexe E).

Il a été démontré que l'estimation du diamètre moyen fourni effectivement par la méthode perméamétrique est du type : d ( $1+c^2$ ), où d est le diamètre moyen (proportionné à la longueur) obtenu par la méthode du microscope à projection et c le coefficient de variation fractionnel. Les limites de c étant normalement assez étroites pour des lots purs (et non des mélanges), il est d'usage, cependant, d'étalonner directement l'appareil en fonction des valeurs de d.

La méthode exige que les fibres soient raisonnablement propres et soient dispersées en un état uniforme comme les voiles de carde ou les rubans peignés. Elle ne convient donc pas pour la laine brute, à moins que cette laine n'ait été d'abord lavée et cardée. Certains types de laine peuvent demander un étalonnage spécial, comme il est décrit à l'annexe D.

#### 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode pour la détermination du diamètre moyen des fibres de laine, au moyen d'un appareil à écoulement d'air à travers une masse de fibres.

La méthode est applicable à des fibres de laine propre, non médulleuses, dispersées en un état ouvert uniforme. Elle convient particulièrement au ruban peigné. La méthode est également applicable au ruban peigné en gras, sans dégraissage, si le contenu en huile est constant et si l'appareil est étalonné convenablement.

La méthode est moins exacte pour les laines d'agneaux et des laines médulleuses de façon appréciable (voir annexe D).

### 2 RÉFÉRENCE

ISO 139, Textiles — Atmosphères normales de conditionnement et d'essal.

# 3 DÉFINITIONS

ISO 1136:1976 Dans le cadre de la présente Norme Internationale, les pestandards/sist/définitions suivantes sont applicables :

- 3.1 échantillon de laboratoire : Échantillon de fibres représentatif d'un lot à partir duquel seront prélevées des éprouvettes. Dans bien des cas, l'échantillon de laboratoire consiste en un ou plusieurs tronçons courts de ruban.
- **3.2 éprouvette** : Quantité de fibres pesées placées dans la chambre à volume constant.

# 4 PRINCIPE

Une masse donnée de fibres à mesurer est comprimée jusqu'à un volume constant dans une chambre cylindrique à fonds perforés, reliée à un débitmètre et à un manomètre. Les fibres sont tassées de manière à se trouver pour la plupart à angle droit par rapport à l'axe de la chambre. Un courant d'air réglé passe ensuite au travers des fibres tassées; le diamètre moyen des fibres est lu sur une échelle placée sur le manomètre ou sur le débitmètre.

#### 5 APPAREILLAGE

#### 5.1 Variantes d'appareil

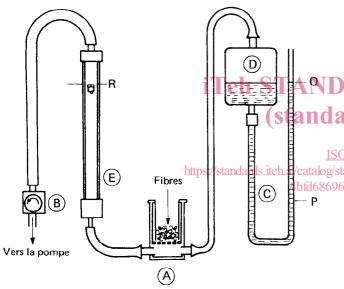
Deux variantes d'appareil, appelées respectivement à «débit constant» et à «pression constante» sont décrites. Les différentes parties de l'appareil sont assemblées de la même façon dans les deux variantes comme l'indique la figure 1.

L'appareil à débit constant utilise une masse d'éprouvette de 1,5 g; le débitmètre est ajusté à une valeur fixe et le diamètre moyen des fibres est lu sur l'échelle du manomètre. Cette échelle n'est pas linéaire, les intervalles successifs, correspondant à  $1\,\mu\text{m}$ , décroissant avec le diamètre.

L'appareil à pression constante utilise une masse d'éprouvette de 2,5 g; le manomètre est ajusté à une pression fixe et le diamètre moyen des fibres est lu au débitmètre. L'appareil à pression constante fournit une échelle en micromètres sensiblement linéaire; de plus, du fait que la pesée de l'éprouvette demande moins de précision, il présente certains avantages pour l'utilisation dans l'industrie.

# 5.2 Parties constituant l'appareil.

L'appareil comprend les parties suivantes, disposées comme indiqué sur la figure 1.



- (A) Chambre à volume constant
- (B) Robinet à air
- (C) Manomètre
- D Réservoir de manomètre à liquide
- (E) Débitmètre
- P, Q, R Traits repères

FIGURE 1 — Disposition générale de l'appareil

- **5.2.1** Robinet à air (B), permettant un réglage suffisamment précis de l'alimentation en air, de manière que le niveau du débitmètre ou du manomètre puisse être rapidement ajusté à la valeur fixée.
- **5.2.2** Pompe aspirante à débit régulier d'au moins 30 l/min sous  $200 \text{ mmH}_20^*$ , ne provoquant qu'une faible fluc-

tuation du flotteur du débitmètre. Entre la pompe et le robinet B, il est possible d'insérer un filtre pour capter les fibres entraînées.

**5.2.3** Chambre à volume constant (A), en laiton, en acier dur ou tout autre métal adéquat, comprenant les trois éléments suivants : la base dans laquelle les fibres sont tassées, le plongeur qui comprime les fibres et le couvercle fileté qui cale le plongeur à la base. La finition doit être soignée, de manière que le plongeur glisse facilement à l'intérieur de la base sans coincer les fibres.

Les dimensions proposées pour les éléments de la chambre sont données par la figure 2.

- **5.2.4 Monomètre** (C), constitué d'un tube en verre, de diamètre intérieur d'au moins 5 mm, de manière à réduire les effets de tension superficielle. Dans les deux cas, on peut ajouter une petite quantité de colorant au liquide du manomètre, et dans le cas où il s'agit d'eau distillée, une légère trace d'acide chromique, afin d'obtenir un ménisque clair. Une échelle millimétrique est fixée derriere la branche ouverte, comme décrit en A.3.1 de l'annexe A.
- **5.2.5** Réservoir (D), du manomètre à liquide (5.2.4), comme indiqué dans le tableau suivant, monté à une hauteur suffisante pour donner lieu à une dénivellation appréciable PQ de 350 mm dans la branche ouverte du manomètre.

ISO 1136ABŪ6AU — Caractéristiques du manomètre et du débitmètre

1/iso-1136-1170	Débit constant	Pression constante
Diamètre minimal du réservoir	150 mm	60 mm
Nature du liquide du manomètre	alcool propy- lique normal	eau distillée
Domaine du débitmètre	10 à 20 I/min	5 à 251/min

- **5.2.6 Débitmètre**, (E) ayant les caractéristiques indiquées dans le tableau de 5.2.5.
- **5.2.7 Tuyau en caoutchouc**, reliant le réservoir du manomètre (D) à la chambre (A), résistant à la pression, de diamètre intérieur faible, de manière à éviter un étranglement dû à la flexion.
- **5.2.8 Tuyau en caoutchouc** ou **en plastique**, reliant la chambre (A) au débitmètre (F), de diamètre intérieur non inférieur à 6 mm, aussi court que possible et que l'on évitera de tordre ou de plier entre le calibrage de l'appareil et son usage ultérieur.
- **5.3** Balance, permettant de peser l'éprouvette avec une précision de  $\pm 2$  mg pour la méthode à débit constant, ou de  $\pm 4$  mg pour la méthode à pression constante.

<sup>\* 1</sup> mmH<sub>2</sub>O = 8,806 65 Pa = 9,806 65 N/m<sup>2</sup>

Dimensions en millimètres

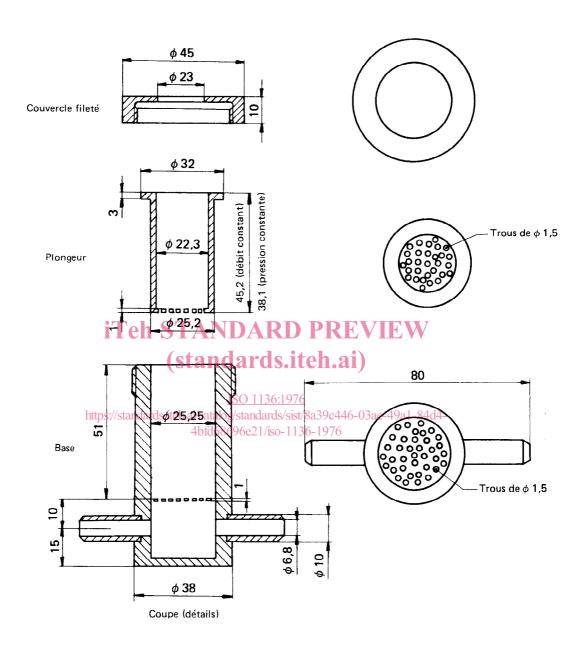


FIGURE 2 — Dimensions proposées pour la chambre à volume constant (A) Les dimensions importantes sont 22,3 — 25,2 — 25,25 — 45,2 et 38,1 mm

## 6 CONDITIONNEMENT ET ATMOSPHÈRE D'ESSAI

- 6.1 Lorsque c'est possible, l'échantillon de laboratoire doit être conditionné et essayé dans l'une des atmosphères normales d'essai des textiles spécifiées dans l'ISO 139.
- 6.2 Si les mesurages ne sont pas effectués en atmosphère normale, l'échantillon de laboratoire doit être conditionné à l'équilibre au voisinage de l'appareil et l'humidité relative de l'atmosphère au moment du mesurage doit être notée. Le résultat final doit être corrigé par le facteur mentionné à l'annexe C.

NOTE - Une source d'erreur peut se présenter si l'humidité de l'éprouvette change pendant le mesurage. Cela peut se produire si l'échantillon de laboratoire n'est pas placé durant un temps suffisant dans l'atmosphère d'essai pour atteindre l'humidité à l'équilibre avec cette atmosphère. Le temps minimal requis pour assurer le conditionnement à l'équilibre d'une longueur de ruban, à l'état ouvert, dans une pièce bien ventilée, est d'environ 60 min.

# 7.5 Préparation

Dans le cas de rubans à extrémités coupées, sectionner avec des ciseaux une portion de ruban ayant une masse aussi voisine que possible de la masse convenant pour l'éprouvette; ajuster ensuite à la masse nécessaire en ajoutant des longueurs coupées plus courtes de ruban ou des fractions de celles-ci.

Dans le cas des rubans dont les extrémités ne sont pas coupées mais tirées, prélever et écarter environ cinq pincées de fibres prises entre les doigts; prélever ensuite les éprouvettes en prenant quelques pincées successives.

Ces deux méthodes d'échantillonnage, pratiquées correctement, fournissent les mêmes résultats.

#### 8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 S'assurer que le ménisque du manomètre correspond à la marque 0 et, si cela est nécessaire, utiliser une jauge de contrôle comme indiqué en A.3.3 de l'annexe A.

### 7 PRÉPARATION DES ÉPROUVETTES

#### 7.1 Dégraissage

En général, l'échantillon de laboratoire doit avoir une masse at d'environ 8 g et doit d'abord être dégraissé, avant conditionnement, par un bon rinçage dans deux bains, chacun ISO lque: l'extrémité du plongeur soit en contact avec la base. d'environ 200 ml d'éther de pétrolleps://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a39c446-03ae-49a1-84d4-

sec, le contenu en gras étant inférieur à 1 % (m/m), l'éprouvette peut être prélevée sans dégraissage.

Si l'on sait que l'échantillon de laboratoire a été peigné en gras avec une teneur en huile de 3 à 4 % (m/m), l'éprouvette peut être prélevée sans dégraissage préalable, à condition que l'appareil ait été étalonné à partir de rubans peignés en gras.

#### 7.2 Nombre d'éprouvettes

Sauf spécification contraire, soumettre à l'essai un minimum de deux éprouvettes pour des lots constitués de fibres ayant un diamètre inférieur à 30 µm et un minimum de trois éprouvettes pour les lots constitués de fibres ayant un diamètre supérieur à 30 µm.

# 7.3 Échantillonnage

Les éprouvettes doivent être prélevées en différents endroits de l'échantillon de laboratoire. Dans le cas de bobine de ruban, l'échantillon de laboratoire doit être prélevé à la fois au cœur et à l'extérieur de la bobine.

#### 7.4 Masse de l'éprouvette

La masse de l'éprouvette doit être de 1,5  $\pm$  0,002 g pour la méthode à débit constant; elle doit être de 2,5 ± 0,004 g pour la méthode à pression constante.

Teh STAND 8.2 Ouvrir l'éprouvette pesée/de manière à lui donner la forme d'un long ruban mince, la disposer d'une manière uniforme dans la chambre à volume (A) constant en tassant les fibres de temps en temps avec une tige lisse. Insérer le plongeur et serrer le couvercle au maximum, de manière

- Si l'on sait que l'échantillon de laboratoire a été peighé \$696c28.30-\$ luivant la méthode utilisée, ajuster le robinet à air comme suit :
  - a) pour la méthode à débit constant, ajuster le robinet à air jusqu'à ce que le sommet du flotteur du débitmètre coïncide avec le repère R; noter le niveau du liquide du manomètre au millimètre le plus proche ou au 0,1 μm le plus proche (A.3.1 de l'annexe A);
  - b) pour la méthode à pression constante, ajuster le robinet à air jusqu'à ce que le niveau de liquide du manomètre coïncide avec le repère P à 180 mm; noter la position du flotteur du débitmètre au millimètre le plus proche ou au 0,1 µm le plus proche (voir A.3.2 de l'annexe A).
  - 8.4 Enlever l'éprouvette de la chambre à volume constant, démêler les fibres à la main, les retasser dans la chambre à volume constant, sans perte de fibres, insérer le plongeur et serrer le couvercle.

Noter la lecture comme précédemment.

8.5 Répéter l'opération spécifiée en 8.4 de manière à obtenir un total de trois lectures pour chaque éprouvette.

#### 9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer la moyenne des trois lectures pour chaque éprouvette et exprimer le résultat au  $0,1 \mu m$  le plus proche.

# 10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la référence de la présente Norme Internationale;
- b) la méthode utilisée (à débit constant ou à pression constante);
- c) les résultats obtenus conformément au chapitre 9;
- d) la mention de l'application d'un dégraissage de l'échantillon dans l'éther de pétrole ou du traitement sans dégraissage;
- e) l'humidité relative et la température de l'atmosphère de conditionnement et d'essai, ainsi que la mention de l'affectation d'un facteur de correction d'humidité;
- f) tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ainsi que tout incident susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats.

# iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 1136:1976 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a39c446-03ae-49a1-84d4-4bfd68696e21/iso-1136-1976

#### ANNEXE A

#### ÉTALONNAGE DE L'APPAREIL

#### A.1 ESSAI DE FUITE

Après avoir assemblé l'appareil comme indiqué à la figure 1, enlever le couvercle et le plongeur et placer un bouchon en caoutchouc sur la chambre à volume constant (A). Au moyen d'une pince de Hoffmann, fermer le tube en caoutchouc entre (A) et (E), après avoir provoqué une dépression amenant un déplacement de niveau du ménisque dans le manomètre d'environ 150 mm. Noter la position du ménisque périodiquement pendant quelques minutes. Si cette position change, c'est l'indice que l'appareil présente une fuite qu'il faudra détecter.

#### A.2 ÉCHANTILLON DE RUBAN

Obtenir des quantités suffisantes de rubans de référence (voir annexe E) pour un étalonnage. Lors de cette demande, mentionner ITEN STANDARS  $X_1 Y_2 + X_1 Y_2 + X_2 Y_2 + X_2 Y_2 + X_2 Y_2 + X_3 Y_2 + X_4 Y_2 + X_3 Y_3 + X_4 Y_4 Y_5 + X_5 Y_$ 

Aiustement des résultats par la méthode des moindres

La relation entre d et h étant de la forme  $hd^b = constante$ , il y a intérêt à utiliser les logarithmes en vue d'obtenir une relation linéaire.

Poser  $X = \log d$  et  $Y = \log h$ .

Pour chacun des n lots servant à l'étalonnage, on dispose ainsi de deux valeurs  $X_1$  et  $Y_1$ ,  $X_2$  et  $Y_2$ , etc.).

Calculer les termes suivants :

$$\Sigma X = X_1 + X_2 + ... + X_n$$

$$\Sigma Y = Y_1 + Y_2 + ... + Y_n$$

$$\Sigma Y^2 = Y_1^2 + Y_2^2 + ... + Y_{\hat{n}}^2$$

a) la masse de l'éprouvette de l'appareil (1,5 (1,5 qua de l'éprouvette de l'appareil (1,5 qua de l'éprouvette de l'éprouvette de l'appareil (1,5 qua de l'éprouvette de l'appareil (1,5 qua de l'éprouvette de l'éprouvette de l'appareil (1,5 qua de l'éprouvette de l'appareil (1,5 qua de l'éprouvette de l'appareil (1,5 qua de l'appareil

b) s'il s'agit de rubans peignés en gras ou peignés en sec.

La quantité fournie de chaque ruban convient normalement ISO 1136:1976 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a39x446- $\frac{1}{2}$ 4a-249a1-84d4-4bfd68696e21/iso-1136-1976 npour quatre éprouvettes.

## A.3 GRADUATION DE L'ÉCHELLE

#### A.3.1 Appareil à débit constant

Tracer une marque horizontale R (voir figure 1) près du sommet de l'échelle du débitmètre, en évitant toute position donnant lieu à une oscillation marquée du flotteur. Fixer une échelle, graduée en millimètres, derrière le manomètre et aiuster le zéro de manière qu'il coïncide avec le ménisque du liquide. Ensuite, conditionner et peser, conformément au mode opératoire spécifié aux chapitres 6 et 7. les éprouvettes de 1.5 a de chaque échantillon de rubans de référence; effectuer l'essai selon le mode opératoire spécifié au chapitre 8, en notant la distance, en millimètres, du déplacement du ménisque à partir du zéro. Ne pas dégraisser les rubans de référence et calculer la moyenne des neuf lectures pour chaque ruban de référence.

Reporter sur un diagramme les valeurs, en millimètres, de la déviation moyenne h du ménisque du manomètre en fonction de la valeur connue, en micromètres, du diamètre d des fibres du lot. Après inspection pour s'assurer que les points se trouvent sur une courbe régulière, déterminer une relation entre h et d, par la méthode des moindres carrés, comme indiqué ci-dessous. À partir de cette relation, préparer une table de conversion en micromètres, ou graduer une échelle en micromètres et la fixer derrière le manomètre.

$$b = \frac{\sum xy}{\sum y^2}$$

L'équation de régression de X sur Y caractérisant l'appareil, s'écrit

$$X = \frac{\sum X}{n} + b \left( Y - \frac{\sum Y}{n} \right) \tag{1}$$

Cette relation étant logarithmique, il est avantageux de former une table de correspondance entre h et d. Pour ce faire, se fixer des valeurs de h espacées de 5 mm. Prendre les  $\log h = Y$ , dans une table; calculer  $X = \log d$  par la formule (1) et en déduire d.

#### A.3.2 Appareil à pression constante

Sur le manomètre, indiquer une marque horizontale à une distance correspondant à 180 mm de pression d'eau à partir de la marque Q de zéro. Fixer une échelle, graduée en millimètres, derrière le débitmètre (E) de manière que le zéro de cette échelle coïncide avec une marque de zéro faite vers le bas du débitmètre. Conditionner et peser les éprouvettes de 2,5 g provenant de chaque échantillon de rubans de référence, selon le mode opératoire spécifié aux chapitres 5 et 6 et effectuer l'essai conformément au mode opératoire spécifié au chapitre 8, en notant la distance y, en millimètres, du flotteur du débitmètre à partir du zéro. Ne pas dégraisser les rubans avant le mesurage. Mesurer, de cette façon, trois éprouvettes de chacun des huit rubans de référence et calculer la moyenne des neuf lectures pour chaque ruban de référence.

Reporter sur un diagramme les valeurs moyennes des lectures en millimètres,  $y_1$ ,  $y_2$ , etc., en fonction des valeurs connues du diamètre des fibres  $d_1$ ,  $d_2$ , etc. Ces points correspondent à une relation sensiblement linéaire; on y ajustera une courbe de régression du second degré, de y en fonction de d. Il suffit de déterminer les coefficients a, b, c, dans l'équation

$$y = a + bd + cd^2 \qquad \qquad \dots (2)$$

ce qui s'obtient en résolvant les équations

$$\Sigma y = 8a + b \Sigma d + c \Sigma d^{2}$$

$$\Sigma dy = a \Sigma d + b \Sigma d^{2} + c \Sigma d^{3}$$

$$\Sigma d^{2}y = a \Sigma d^{2} + b \Sigma d^{3} + c \Sigma d^{4}$$

l'échelle à fixer derrière le débitmètre. (standards.iteh.ai)

Utiliser l'équation (2) pour graduer, en micromètres.

## A.3.3 Jauges de contrôle

Il est recommandé d'utiliser deux jauges pour contrôler régulièrement chaque jour l'appareil et vérifier qu'il est en bon état de fonctionnement. Ces jauges consistent en des disques d'aluminium de diamètre égal au diamètre intérieur de la chambre à volume constant; elles sont percées d'un trou central. Chaque disque présente un bord qui repose lors de son utilisation, sur la partie annulaire supérieure de la chambre à volume constant. Le diamètre du trou central d'un des disques est choisi de manière à correspondre à une lecture d'environ un tiers de l'échelle disponible sur le manomètre (méthode à débit constant) ou du débitmètre (méthode à pression constante), lorsque le disque est placé sur l'appareil, ce dernier utilise normalement, mais sans fibres dans la chambre. Le diamètre du trou central du second disque est choisi de manière analogue pour que lui corresponde une lecture d'environ les deux tiers de l'échelle disponible dans les conditions décrites ci-dessus.

Au moins une fois par jour, les jauges doivent être placées sur l'appareil, l'air passant par le trou central seulement; noter les lectures correspondantes. Les variations dans ces lectures ne doivent pas dépasser 2 mm et 4 mm de l'échelle, respectivement, pour les deux jauges. Cette façon de procéder constitue un contrôle utile et rapide du fonctionnement de l'appareil, spécialement en ce qui concerne une rentrée d'air éventuelle dans le manomètre.

ISO 1136:1976 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a39c446-03ae-49a1-84d4-4bfd68696e21/iso-1136-1976