

NORME
INTERNATIONALE

ISO
1172

Deuxième édition
1996-12-15

**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 1172:1996

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83002820-a465-461d-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83002820-a465-461d-9769-6576)

Textile-glass-reinforced plastics — Prepregs, moulding compounds and laminates — Determination of the textile-glass and mineral-filler content — Calcination methods



Numéro de référence
ISO 1172:1996(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 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 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.

La Norme internationale ISO 1172 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 1172:1975), dont elle constitue une révision technique (une méthode, la méthode B, a été ajoutée, et l'annexe, qui traitait de l'estimation de l'écart-type, a été remplacée par l'annexe A traitant d'une variante pour la séparation des fibres de verre coupées d'avec la charge minérale).

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1996

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

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

AVERTISSEMENT — La présente Norme internationale ne donne pas les précautions relatives à la santé et à la sécurité. Les méthodes d'essai prescrites nécessitent une température élevée et des acides concentrés. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la présente Norme internationale de suivre les consignes spécifiques concernant la santé et la sécurité.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes par calcination pour la détermination des taux de verre textile et de charge minérale:

Méthode A: pour la détermination du taux de verre textile en l'absence de charges minérales.

Méthode B: pour la détermination du taux de verre textile et du taux de charge minérale en présence des deux composants.

La présente Norme internationale est applicable aux matériaux suivants:

- préimprégnés à base de fils, stratifiés, rubans, tissus;
- compositions de moulage: BMC, SMC, DMC;
- compositions de moulage et granulés de thermoplastiques renforcés de verre textile;
- stratifiés renforcés de verre textile tissé ou non tissé à base de résines thermodurcissables ou thermoplastiques.

Les méthodes ne sont pas applicables aux plastiques renforcés des types suivants:

- ceux contenant des renforts autres que le verre textile;
- ceux contenant certains matériaux qui ne se décomposent pas complètement à la température d'essai (par exemple ceux à base de résine silicone);
- ceux contenant des charges minérales qui se dégradent à une température inférieure à la température minimale de calcination.

Pour ces matériaux, l'ISO 11667, *Plastiques renforcés de fibres — Préimprégnés et compositions de moulage — Détermination des taux de résine, de fibre de renfort et de charge minérale — Méthode par dissolution* (à publier), peut être utilisée.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 472:1988, *Plastiques — Vocabulaire*.

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*.

ISO 8604:1988, *Plastiques — Préimprégnés — Définitions de termes et symboles pour les désignations*.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions pertinentes données dans l'ISO 472 et l'ISO 8604 s'appliquent.

4 Principe

Une éprouvette est pesée et calcinée à une température définie. L'éprouvette est alors repesée et la teneur en matière non combustible (verre plus charge) est obtenue par détermination de la différence de masse de l'éprouvette avant et après calcination de l'une des manières suivantes:

- a) en l'absence de charges minérales, le taux de verre textile est calculé directement par différence de masse (méthode A);
- b) en présence de verre textile et de charges minérales, le verre textile et les charges minérales restant après calcination sont séparés par dissolution de la charge minérale dans l'acide chlorhydrique. La différence de masse entre l'éprouvette avant calcination et l'éprouvette séchée après attaque acide est utilisée pour déterminer le taux de verre textile. Le taux de charge minérale est obtenu par différence entre la masse de l'éprouvette après calcination et la masse de l'éprouvette séchée après attaque acide (méthode B).

Les méthodes nécessitent que toutes les pesées soient effectuées après obtention d'une masse constante en répétant les étapes de calcination et/ou de séchage. Dans le cas où des matériaux connus sont soumis à l'essai régulièrement, il est permis de définir, grâce à l'expérimentation, un temps minimal de calcination et de séchage pour être certain que la masse constante est obtenue.

NOTES

- 1 Si le matériau à soumettre à l'essai contient une résine combustible dans les conditions de l'essai et/ou des charges qui ne sont pas dégradées par calcination, la perte due à la combustion est alors égale au taux de résine. Il est à noter que le taux de résine calculé de cette façon comprend la partie combustible de tous les autres constituants de la composition (ensimage de verre textile, pigments, etc.) qui est en général faible par rapport au taux de résine.
- 2 Dans le cas où les charges minérales présentes sont dégradées à la température de l'essai, il n'est pas possible d'obtenir une valeur précise des taux de verre, résine et charge.

5 Échantillonnage

5.1 La détermination des taux de verre textile et de charge minérale doit être effectuée en parallèle sur deux éprouvettes le plus identiques possible. Le résultat individuel de l'essai est la moyenne arithmétique des valeurs obtenues sur les deux éprouvettes à condition que la différence entre les deux mesures soit inférieure à 5 %. Dans le cas contraire, une troisième éprouvette doit être soumise à l'essai et doit être aussi identique que possible aux deux précédentes. Les trois valeurs doivent être utilisées pour calculer le résultat individuel d'essai.

5.2 Afin d'obtenir une évaluation aussi représentative que possible des taux de verre textile et de charge minérale de l'unité élémentaire ou de l'échantillon pour laboratoire, il peut être nécessaire de répéter un certain nombre de fois cette méthode à des endroits précis de l'unité élémentaire à soumettre à l'essai. Le nombre et l'endroit de prélèvement sont définis soit dans la spécification du produit, soit par la personne demandant l'analyse. Le nombre et l'endroit de prélèvement doivent être choisis en fonction de l'expérience ou grâce à des résultats antérieurs.

5.3 Pour tous les essais, sauf ceux effectués sur les unités élémentaires ou sur les échantillons pour laboratoire, les éprouvettes doivent être aussi représentatives que possible du matériau à soumettre à l'essai.

6 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes doivent être représentatives de la pièce ou du lot à soumettre à l'essai. Elles doivent être préparées conformément à l'article 5.

Sauf indications contraires, il est recommandé que les éprouvettes soient de forme adaptée au creuset en silice ou en porcelaine.

La masse de chaque éprouvette doit être

de 2 g à 20 g pour les préimprégnés et les compositions de moulage;

de 2 g à 10 g pour les statifiés.

Pour chaque résultat individuel, au moins deux éprouvettes (voir 5.1) doivent être utilisées.

Dans le cas des préimprégnés et des compositions de moulage qui contiennent un monomère libre, des précautions doivent être prises afin d'éviter la perte de matière volatile. Pour les SMC, le film protecteur de l'échantillon pour laboratoire ou celui de l'éprouvette doit être enlevé juste avant le début de l'essai. Tous les échantillons pour laboratoire des préimprégnés et des compositions de moulage, y compris le SMC, doivent être mis dans des sacs étanches aussitôt après le prélèvement.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83002820-a465-461d-9d60-169486c58f85/iso-1172-1996>

7 Détermination

Le choix de la méthode utilisée pour déterminer les taux de verre textile et de charge minérale dépend de la présence ou non de la charge minérale. Les méthodes décrites dans la présente Norme internationale sont

Méthode A: pour la détermination du taux de verre textile en l'absence de charges minérales.

Méthode B: pour la détermination du taux de verre textile et du taux de charge minérale en présence des deux composants.

7.1 Méthode A

7.1.1 Réactifs

Aucun réactif n'est nécessaire pour la méthode A.

7.1.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.1.2.1 Balance, graduée en 0,1 mg.

7.1.2.2 Creuset en silice ou en porcelaine, de taille adaptée pour contenir l'éprouvette.

7.1.2.3 Four à moufle, réglable à la température choisie ± 20 °C (voir 7.1.3.2), sous une hotte ventilée.

7.1.2.4 Dessiccateur, contenant un agent desséchant approprié (par exemple gel de silice).

7.1.2.5 Étuve ventilée, réglée à 105 °C ± 3 °C.

7.1.3 Mode opératoire

Pour chaque éprouvette, procéder de la façon suivante:

7.1.3.1 Préparation du creuset

Peser le creuset (7.1.2.2) propre et sec à 0,1 mg près sur la balance (7.1.2.1). Le placer dans le four à moufle (7.1.2.3) pendant 10 min à la température choisie (voir 7.1.3.2). Après refroidissement dans le dessiccateur (7.1.2.4) jusqu'à température ambiante, vérifier que la masse n'a pas changé. Si la masse a varié, répéter ces étapes jusqu'à obtention d'une masse constante.

7.1.3.2 Calcination

À l'aide de la balance, peser le creuset préparé comme prescrit en 7.1.3.1. Soit m_1 la masse, en grammes.

Placer l'éprouvette dans le creuset et sécher l'ensemble dans l'étuve ventilée (7.1.2.5) à 105 °C jusqu'à obtention d'une masse constante.

Laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à température ambiante et peser. Soit m_2 la masse, en grammes.

Dans le cas d'éprouvettes contenant des matières volatiles, prendre des précautions pour éviter d'en perdre. Omettre l'étape de séchage à cette fin. Enlever l'éprouvette du sac étanche et ôter tout film protecteur. Placer l'éprouvette dans le creuset et peser. Soit m_6 la masse, en grammes.

Placer le creuset contenant l'éprouvette dans le four à moufle pré-réglé à une température de 625 °C et calciner jusqu'à obtention d'une masse constante.

Pour les matériaux renforcés de verre ou de charge qui ne supportent pas cette température de calcination, une température comprise entre 500 °C et 600 °C peut être utilisée, conformément à la spécification du verre ou de la charge. Il est impératif de maintenir la température choisie à ± 20 °C.

Laisser refroidir le creuset et le résidu qu'il contient dans le dessiccateur jusqu'à température ambiante et peser. Soit m_3 la masse, en grammes.

7.1.4 Expression des résultats

Calculer, pour chaque éprouvette, le taux de verre textile M_{verre} , exprimé en pourcentage de la masse initiale, à l'aide de l'équation (1):

$$M_{\text{verre}} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots (1)$$

où

- m_1 est la masse initiale, en grammes, du creuset;
- m_2 est la masse initiale totale, en grammes, de l'ensemble creuset séché et éprouvette séchée;
- m_3 est la masse finale totale, en grammes, du creuset et du résidu après calcination.

Dans le cas d'éprouvettes contenant des matières volatiles, l'étape de séchage ayant été omise, remplacer m_2 dans l'équation (1) par m_6 , où m_6 est la masse initiale totale, en grammes, de l'ensemble creuset séché et éprouvette non séchée.

Si les résultats des mesures individuelles diffèrent de plus de 5 % en valeur relative, effectuer un essai supplémentaire sur une troisième éprouvette prélevée au même endroit de l'unité élémentaire ou de l'échantillon pour laboratoire.

Prendre comme résultat individuel d'essai la moyenne des deux (ou trois) mesures individuelles.

7.2 Méthode B

7.2.1 Réactifs

Les réactifs suivants sont nécessaires pour la méthode B.

7.2.1.1 Acide chlorhydrique, à 35 % (V/V), de qualité commerciale.

7.2.1.2 Éthanol dénaturé.

7.2.1.3 Mélange sulfochromique, pour le nettoyage.

La composition recommandée pour ce mélange est 7 % de dichromate de sodium dans l'acide sulfurique concentré.

7.2.2 Appareillage

Matériel décrit en 7.1.2, et

7.2.2.1 Filtre en verre fritté, de 40 mm de diamètre, de P 160, soit 100 µm à 160 µm (voir ISO 4793).

7.2.2.2 Bécher, de 250 ml de capacité.

7.2.2.3 Fiole à filtration sous vide.

[ISO 1172:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83002820-a465-461d-9d60-169486c58f85/iso-1172-1996)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83002820-a465-461d-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83002820-a465-461d-9d60-169486c58f85/iso-1172-1996)

7.2.2.4 Baguette de verre.

[9d60-169486c58f85/iso-1172-1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83002820-a465-461d-9d60-169486c58f85/iso-1172-1996)

7.2.2.5 Brucelles.

7.2.3 Mode opératoire

Pour chaque éprouvette, procéder de la façon suivante:

7.2.3.1 Préparation du creuset

Suivre le même mode opératoire que celui prescrit en 7.1.3.1.

7.2.3.2 Préparation du filtre en verre fritté

Avant chaque essai, nettoyer le filtre (7.2.2.1) en le laissant séjourner dans le mélange sulfochromique (7.2.1.3). Puis, le placer sur la fiole à filtration sous vide (7.2.2.3) et, en mettant l'aspiration en route, le rincer à l'eau chaude puis à l'éthanol dénaturé (7.2.1.2). Le sécher dans l'étuve ventilée (7.1.2.5) jusqu'à obtention d'une masse constante. Soit m_4 la masse, en gramme.

7.2.3.3 Calcination

Suivre le même mode opératoire que celui prescrit en 7.1.3.2.

7.2.3.4 Séparation du verre textile de la charge minérale dans le cas où cette charge est complètement soluble dans l'acide chlorhydrique

Séparer les charges minérales du verre textile de la façon suivante:

Dans le bécher de 250 ml (7.2.2.2), mettre 5 ml d'acide chlorhydrique (7.2.1.1) par gramme de résidu restant dans le creuset après calcination.

En utilisant la baguette de verre (7.2.2.4), ajouter lentement le résidu à l'acide contenu dans le bécher. Agiter soigneusement afin que tout le résidu réagisse avec l'acide, en s'assurant que l'effervescence due à l'attaque des carbonates par l'acide ne provoque pas de projections de particules hors du bécher.

Quand l'effervescence a disparu, remplir aux trois quarts le creuset avec de l'eau, transvaser le tout dans le bécher de 250 ml, répéter l'opération si nécessaire jusqu'à ce que tout le résidu soit transféré dans le bécher.

Ajouter 50 ml d'eau au contenu du bécher.

Placer le filtre en verre fritté, préalablement séché et pesé conformément à 7.2.3.2, sur la fiole à filtration sous vide et mettre l'aspiration en route.

Sur le filtre en verre fritté, verser lentement l'acide situé au-dessus du résidu de verre textile dans le bécher.

Dans le bécher, rincer le verre textile à l'eau et verser l'eau sur le filtre en verre fritté, rincer alors à l'éthanol dénaturé en agitant avec la baguette de verre et verser l'éthanol sur le filtre en verre fritté.

Répéter cette opération quatre ou cinq fois jusqu'à ce que le verre textile soit parfaitement propre.

Transférer le verre textile sur le filtre en verre fritté en utilisant la baguette de verre et un jet d'éthanol dénaturé.

Rincer deux fois à l'éthanol dénaturé.

Sécher le filtre en verre fritté et son contenu dans l'étuve ventilée jusqu'à obtention d'une masse constante.

Laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à température ambiante et peser. Soit m_5 la masse, en grammes.

Le mode opératoire décrit dans l'annexe informative A peut être utilisé si la longueur des fibres est supérieure à 12 mm. En cas de litige, le mode opératoire prescrit ci-dessus doit toujours être considéré comme étant la méthode de référence.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.2.3.5 Séparation de la fibre de renfort de la charge minérale dans le cas où cette charge n'est pas complètement soluble dans l'acide chlorhydrique ISO 1172:1996

Dans le cas où des charges insolubles dans l'acide chlorhydrique restent sur le filtre en verre fritté au moment de la filtration, après avoir déterminé la masse m_5 conformément à 7.2.3.4, continuer de la façon suivante:

À l'aide des brucelles (7.2.2.5), enlever tout le verre textile du filtre. Repeser le filtre contenant les charges minérales insolubles. Soit m_7 la masse, en grammes.

NOTE — Si les filaments de verre textile sont très courts, il n'est pas possible de les séparer manuellement de la charge. Dans ce cas, la méthode prescrite dans la présente Norme internationale ne donne pas une mesure précise des taux de renfort et de charge minérale séparément, bien que le taux global charge plus fibre puisse être déterminé.

7.2.4 Expression des résultats

Calculer, pour chaque éprouvette, le taux de verre textile M_{verre} et le taux de charge minérale M_{charge} , exprimés en pourcentage de la masse initiale, à l'aide des équations (2) et (3), respectivement:

$$M_{\text{verre}} = \frac{m_5 - m_4}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots (2)$$

$$M_{\text{charge}} = \left(\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} - \frac{m_5 - m_4}{m_2 - m_1} \right) \times 100 \quad \dots (3)$$

où

m_1 est la masse initiale, en grammes, du creuset;

m_2 est la masse initiale totale, en grammes, de l'ensemble creuset séché et éprouvette séchée;

m_3 est la masse finale totale, en grammes, du creuset et du résidu après calcination;

- m_4 est la masse, en grammes, du filtre en verre fritté séché;
- m_5 est la masse, en grammes, du filtre en verre fritté et de son contenu après attaque acide du résidu.

Dans le cas de compositions de moulage contenant des matières volatiles, l'étape de séchage ayant été omise, remplacer m_2 dans les équations (2) et (3) par m_6 , où m_6 est la masse initiale totale, en grammes, de l'ensemble creuset séché et éprouvette non séchée.

Dans le cas où des charges insolubles dans l'acide chlorhydrique restent sur le filtre en verre fritté au moment de la filtration, remplacer m_4 dans les équations (2) et (3) par m_7 , où m_7 est la masse, en grammes, du filtre en verre fritté séché et de la charge minérale non dissoute.

Si les résultats des mesures individuelles diffèrent de plus de 5 % en valeur relative, effectuer un essai supplémentaire sur une troisième éprouvette prélevée au même endroit de l'unité élémentaire ou de l'échantillon pour laboratoire.

Prendre comme résultat individuel d'essai la moyenne des deux (ou trois) mesures individuelles.

8 Fidélité

La fidélité de cette méthode n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Dès que des données interlaboratoires auront été obtenues, une déclaration de fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

NOTE — Des essais interlaboratoires seront entrepris également pour définir les fidélités relatives aux modes opératoires décrits en 7.2.3.4 et dans l'annexe A.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9 Rapport d'essai

ISO 1172:1996

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) choix de la méthode utilisée, A ou B;
- c) tous renseignements nécessaires à l'identification du matériau soumis à l'essai;
- d) méthode d'échantillonnage utilisée;
- e) nombre d'éprouvettes soumises à l'essai;
- f) dimensions et/ou masse des éprouvettes;
- g) température de calcination, si elle est différente de $625 \text{ °C} \pm 20 \text{ °C}$;
- h) résultats d'essai du taux de verre textile;
- i) résultats d'essai du taux de charge minérale si la méthode B a été utilisée;
- j) date de l'essai;
- k) toute anomalie ou incident ayant pu avoir une répercussion sur les résultats et plus particulièrement:
 - 1) présence de charge insoluble,
 - 2) difficulté de séparation manuelle du verre textile de la charge minérale non dissoute dans l'acide chlorhydrique.