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

iTeh STANDARD PREVIEW

(sta

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

ISO 1172:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ca073b54-7be3-403b-9fab-2b4b77bad024/iso-1172-2023>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1172:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ca073b54-7be3-403b-9fab-2b4b77bad024/iso-1172-2023>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Échantillonnage	2
6 Préparation des éprouvettes	3
7 Détermination	3
7.1 Généralités	3
7.2 Méthode A	3
7.2.1 Réactifs	3
7.2.2 Appareillage	3
7.2.3 Mode opératoire	3
7.2.4 Expression des résultats	4
7.3 Méthode B	5
7.3.1 Réactifs	5
7.3.2 Appareillage	5
7.3.3 Mode opératoire	5
7.3.4 Expression des résultats	6
8 Fidélité	7
9 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Méthode alternative pour la séparation des fibres de verre coupées de la charge minérale	9
Bibliographie	10

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 13, *Composites et fibres de renforcement*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 249, *Plastiques*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 1172:1996), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- des éléments de définition plus détaillés ont été ajoutés dans les procédures en [7.2](#) (Méthode A).

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

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

AVERTISSEMENT — Le présent document ne donne pas d'indications détaillées concernant les précautions qu'il convient de prendre pour respecter les exigences en matière d'hygiène et de sécurité. Les méthodes d'essai décrites nécessitent une température élevée et des acides concentrés. Il est de la responsabilité de l'utilisateur du présent document de suivre les modes opératoires appropriés en matière d'hygiène et de sécurité.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux méthodes par calcination pour la détermination des taux de verre textile et de charge minérale des plastiques renforcés de fibres de verre:

- 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.

Le présent document est applicable aux types de matériaux suivants:

- préimprégnés à base de fils, stratifiés, rubans ou 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.

NOTE Pour ces matériaux, l'ISO 11667 peut être utilisée.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 472, *Plastiques — Vocabulaire*

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 472 et l'ISO 8604 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

4 Principe

Une éprouvette est pesée puis calcinée à une température spécifiée. 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, le taux de verre est calculé directement par différence de masse (méthode A);
- b) en présence de verre et de charges, le verre et les charges restant après calcination sont séparés par dissolution de la charge 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. Le taux de charge 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.

NOTE 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. Le taux de résine calculé de cette façon comprend la partie combustible de tous les autres constituants de la composition (ensimage de verre, pigments, etc.) qui est en général faible par rapport au taux de résine.

NOTE 2 Dans le cas où les charges présentes sont dégradées à la température de l'essai, il n'est pas possible d'obtenir une valeur précise des taux de verre, de résine et de charge.

5 Échantillonnage

5.1 La détermination des taux de verre et de charge doit être effectuée en parallèle sur deux éprouvettes le plus identiques possible. Le résultat 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 alors être utilisées pour calculer le résultat d'essai.

5.2 Afin d'obtenir une évaluation aussi représentative que possible des taux de verre et de charge de l'unité élémentaire ou de l'échantillon pour laboratoire, il peut être nécessaire de répéter un certain nombre de fois ce mode opératoire d'essai à des endroits précis de l'unité élémentaire à soumettre à l'essai. Le nombre de fois et l'endroit de prélèvement seront spécifiés soit dans la spécification du produit, soit par la personne demandant l'analyse. Dans ce dernier cas, le nombre de fois et l'endroit de prélèvement seront 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 obtenues conformément à l'[Article 5](#).

Sauf spécification contraire, il est recommandé que les éprouvettes soient de forme adaptée à la nacelle en silice ou au creuset en porcelaine.

La masse de chaque éprouvette doit être située dans la plage:

- de 2 g à 20 g pour les préimprégnés et les compositions de moulage;
- de 2 g à 10 g pour les stratifiés.

Pour chaque résultat d'essai, utiliser au moins deux éprouvettes (voir [5.1](#)).

Dans le cas des préimprégnés et des compositions de moulage qui contiennent des solvants ou 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 du mode opératoire d'essai. Tous les échantillons pour laboratoire des préimprégnés et des compositions de moulage, y compris le SMC, doivent être mis dans un sac en plastique étanche à la vapeur aussitôt après le prélèvement.

7 Détermination

7.1 Généralités

Le choix de la méthode utilisée pour déterminer les taux de verre et de charge va dépendre de la présence ou non de la charge.

7.2 Méthode A

7.2.1 Réactifs

Aucun réactif n'est nécessaire pour la méthode A.

7.2.2 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire, plus ce qui suit:

7.2.2.1 Balance, avec erreur maximale tolérée 0,1 mg.

7.2.2.2 Nacelle en silice ou creuset en porcelaine, de taille adaptée pour contenir l'éprouvette.

7.2.2.3 Four à moufle, pouvant maintenir la température choisie (voir [7.2.3.2](#)) à ± 20 °C près.

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

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

7.2.3 Mode opératoire

7.2.3.1 Préparation de la nacelle ou du creuset

Peser la nacelle ou le creuset ([7.2.2.2](#)) propres et secs à 0,1 mg près sur la balance ([7.2.2.1](#)). Placer dans le four à moufle ([7.2.2.3](#)) réglé à la température choisie (voir [7.2.3.2](#)) pendant 10 min. Après

refroidissement dans le dessiccateur (7.2.2.4) jusqu'à température ambiante, vérifier que la masse n'a pas changé. La masse constante est atteinte lorsque la différence de masse entre deux pesées successives est inférieure à 0,5 % de la masse de l'éprouvette.

7.2.3.2 Calcination

Peser la nacelle ou le creuset propres et secs, préparés comme indiqué en 7.2.3.1. Noter la masse, m_1 , en grammes.

Placer l'éprouvette dans la nacelle ou le creuset et sécher à 105 °C pendant au moins 10 min dans l'étuve ventilée (7.2.2.5) jusqu'à masse constante. La masse constante est atteinte lorsque la différence de masse de deux pesées successives est inférieure à 0,5 % de la masse de l'éprouvette.

Laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à température ambiante et peser à nouveau. Noter la masse, m_2 , 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 à la vapeur et ôter tout film protecteur. Placer l'éprouvette dans la nacelle ou le creuset et peser et noter la masse, m_6 , en grammes.

Placer la nacelle ou le creuset contenant l'éprouvette dans le four à moufle préchauffé à une température de 625 °C et calciner jusqu'à obtention d'une masse constante. La masse constante est atteinte lorsque la différence de masse entre deux pesées successives est inférieure à 0,5 % de la masse de l'éprouvette.

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 constante à ± 20 °C près.

Laisser refroidir la nacelle ou le creuset et le résidu dans le dessiccateur jusqu'à température ambiante et peser à nouveau. Noter la masse, m_3 , en grammes.

7.2.4 Expression des résultats

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

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

où

- m_1 est la masse initiale, en grammes, de la nacelle ou du creuset secs;
- m_2 est la masse initiale, en grammes, de l'ensemble nacelle ou creuset secs et éprouvette séchée;
- m_3 est la masse finale, en grammes, de la nacelle ou 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 la Formule (1) par m_6 , où m_6 est la masse initiale, en grammes, de l'ensemble nacelle ou creuset secs 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 de l'essai la moyenne des deux (ou trois) mesures individuelles.

7.3 Méthode B

7.3.1 Réactifs

Les réactifs suivants sont nécessaires pour la méthode B.

7.3.1.1 Acide chlorhydrique, avec une concentration de 35 % en fraction volumique, de qualité commerciale.

7.3.1.2 Éthanol dénaturé.

7.3.1.3 Mélange d'acide chromique, pour le nettoyage.

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

7.3.2 Appareillage

Appareillage indiqué en [7.2.2](#), plus ce qui suit:

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

7.3.2.2 Bécher, de 250 ml.

7.3.2.3 Fiole à filtration sous vide.

7.3.2.4 Baguette de verre.

7.3.2.5 Brucelles.

7.3.3 Mode opératoire

7.3.3.1 Préparation des nacelles ou des creusets

Suivre le mode opératoire indiqué en [7.2.3.1](#).

7.3.3.2 Préparation du filtre en verre fritté

Avant chaque essai, nettoyer le filtre en verre fritté ([7.3.2.1](#)) en le laissant séjourner dans le mélange d'acide chromique ([7.3.1.3](#)). Puis, placer le filtre sur la fiole à filtration sous vide ([7.3.2.3](#)) et, en mettant l'aspiration en route, le rincer à l'eau chaude puis à l'éthanol dénaturé ([7.3.1.2](#)). Sécher le filtre dans l'étuve ventilée ([7.2.2.5](#)) jusqu'à obtention d'une masse constante. La masse constante est atteinte lorsque la différence de masse entre deux pesées successives est inférieure à 0,5 % de la masse de l'éprouvette. Noter la masse, m_4 , en grammes.

7.3.3.3 Calcination

Suivre le mode opératoire indiqué en [7.2.3.2](#).

7.3.3.4 Séparation du verre et de la charge dans le cas où cette charge est complètement soluble dans l'acide chlorhydrique

Séparer la charge du verre de la façon suivante:

Dans le bécher de 250 ml (7.3.2.2), mettre 5 ml d'acide chlorhydrique (7.3.1.1) par gramme de résidu restant dans la nacelle ou le creuset après calcination.

En utilisant la baguette de verre, ajouter lentement le résidu présent dans la nacelle ou le creuset 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 gouttelettes hors du bécher.

Quand l'effervescence a disparu, remplir aux trois quarts la nacelle ou 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 préalablement séché et pesé comme décrit en 7.3.3.2 sur la fiole à filtration sous vide et mettre l'aspiration en route. Verser lentement l'acide sur le verre situé sur le filtre.

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

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

Transférer le verre sur le filtre en utilisant la baguette de verre et un jet d'éthanol dénaturé. Rincer deux fois à l'éthanol dénaturé.

Sécher le filtre dans l'étuve jusqu'à obtention d'une masse constante. La masse constante est atteinte lorsque la différence de masse entre deux pesées successives est inférieure à 0,5 % de la masse de l'éprouvette.

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

Le mode opératoire décrit dans l'Annexe A peut être utilisé si la longueur des fibres est supérieure à 12 mm. Toutefois, en cas de litige, le mode opératoire indiqué en 7.3.3.4 doit toujours être considéré comme étant la méthode de référence.

7.3.3.5 Séparation du verre et de la charge dans le cas où cette charge n'est pas complètement soluble dans l'acide chlorhydrique

Dans le cas où des charges insolubles dans l'acide chlorhydrique restent sur le filtre au moment de la filtration, déterminer la masse m_5 conformément à 7.3.3.4.

Ensuite, à l'aide des brucelles (7.3.2.5), enlever tout le verre du filtre. Repeser le filtre contenant les charges insolubles. Noter cette masse, m_7 , en grammes.

NOTE Si les filaments de verre sont très courts, il se peut qu'il ne soit pas possible de les séparer manuellement de la charge. Dans ce cas, la méthode indiquée dans le présent document ne donne pas une mesure précise des taux de renfort et de charge séparément, bien que le taux global charge plus fibre puisse être déterminé.

7.3.4 Expression des résultats

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

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

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

où