

---

Norme internationale



4590

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Plastiques alvéolaires — Détermination du pourcentage volumique de cellules ouvertes et fermées des matériaux rigides

*Cellular plastics — Determination of volume percentage of open and closed cells of rigid materials*

Première édition — 1981-12-01

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

[ISO 4590:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef27e475-be11-409c-a6ec-3c94acfè1449/iso-4590-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef27e475-be11-409c-a6ec-3c94acfè1449/iso-4590-1981>

---

CDU 678-405.8 : 531.754.4

Réf. n° : ISO 4590-1981 (F)

Descripteurs : matériau alvéolaire, matière plastique, produit alvéolaire rigide, essai, essai physique, matériel d'essai.

## 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.

La Norme internationale ISO 4590 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1978.

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 4590:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef27e475-be11-409c-a6ec-3c94acf1449/iso-4590-1981)

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	Pays-Bas
Allemagne, R.F.	France	Pologne
Autriche	Grèce	Roumanie
Belgique	Hongrie	Suède
Bésil	Iran	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Israël	Turquie
Canada	Italie	URSS
Corée, Rép. de	Japon	USA
Égypte, Rép. arabe d'	Mexique	Yougoslavie
Espagne	Nouvelle-Zélande	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

# Plastiques alvéolaires — Détermination du pourcentage volumique de cellules ouvertes et fermées des matériaux rigides

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode générale permettant de déterminer le pourcentage volumique des cellules ouvertes et fermées des plastiques alvéolaires rigides, par mesurage, en premier lieu, du volume géométrique d'éprouvettes de ces plastiques, puis du volume impénétrable à l'air de ces éprouvettes. Cette méthode permet d'effectuer une correction du volume apparent des cellules ouvertes en tenant compte des cellules de surface ouvertes par la découpe des éprouvettes. Deux méthodes alternatives et les appareillages correspondants sont spécifiés pour le mesurage du volume impénétrable. Les résultats obtenus sont à utiliser uniquement à des fins comparatives.

## 2 Référence

ISO 1923, *Plastiques et caoutchoucs alvéolaires — Détermination des dimensions linéaires.*

## 3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

**3.1 surface géométrique,  $S$**  : Surface totale de l'éprouvette déterminée par mesurage de ses dimensions géométriques.

**3.2 volume géométrique,  $V_g$**  : Volume de l'éprouvette déterminé par mesurage de ses dimensions géométriques.

**3.3 surface volumique géométrique,  $r$**  : Rapport  $\frac{S}{V_g}$  relatif à une éprouvette.

**3.4 volume impénétrable,  $V_i$**  : Volume de l'éprouvette dans lequel l'air ambiant ne peut pénétrer et à partir duquel un gaz ne peut s'échapper, dans les conditions de l'essai.

**3.5 pourcentage volumique apparent de cellules ouvertes,  $\omega_r$**  : Rapport

$$\frac{V_g - V_i}{V_g} \times 100$$

Il comprend le volume des cellules ouvertes lors de la découpe d'une éprouvette, et est lié, d'une part, à la nature du produit alvéolaire soumis à l'essai et, d'autre part, à la surface volumique géométrique  $r$  de l'éprouvette.

**3.6 pourcentage volumique corrigé de cellules ouvertes,  $\omega_o$**  : Pourcentage volumique apparent de cellules ouvertes  $\omega_r$ , corrigé pour tenir compte de la présence des cellules ouvertes par la découpe lors de la préparation des éprouvettes.

C'est la limite du pourcentage volumique apparent de cellules ouvertes  $\omega_r$  quand la surface volumique géométrique  $r$  tend vers zéro.

**3.7 pourcentage volumique intrinsèque de cellules fermées,  $\psi_o$**  : Pourcentage volumique restant après avoir pris en compte le pourcentage volumique corrigé de cellules ouvertes :

$$\psi_o = 100 - \omega_o$$

Ce pourcentage tient compte du volume occupé par les parois des cellules.

## 4 Principe

Détermination de la surface géométrique  $S$ , puis du volume géométrique  $V_g$  d'un certain nombre d'éprouvettes, chacune ayant une surface volumique géométrique différente  $r$ .

Détermination du volume impénétrable  $V_i$ , selon l'une des deux méthodes suivantes :

- méthode 1 — par variation de pression (pycnomètre);
- méthode 2 — par augmentation de volume.

La détermination du volume impénétrable  $V_i$  est basée sur l'application de la loi de Boyle-Mariotte à un gaz contenu dans une enceinte indéformable, d'abord en l'absence d'éprouvette, puis en présence d'une éprouvette.

Calcul du pourcentage volumique apparent de cellules ouvertes  $\omega_r$  de l'éprouvette, tracé de la courbe  $\omega_r = f(r)$ , et extrapolation à  $r = 0$ , puis calcul du pourcentage volumique corrigé de cellules ouvertes  $\omega_o$  et du pourcentage volumique corrigé de cellules fermées  $\psi_o$ .

## 5 Éprouvettes

### 5.1 Nombre et forme

Au minimum trois jeux d'éprouvettes, chaque jeu étant constitué de trois parallélépipèdes rectangles (voir figure 1), doivent être préparés à partir de chaque prélèvement. Les éprouvettes de chacun des trois jeux sont désignées par  $r_1$ ,  $r_2$ ,  $r_3$ .

### 5.2 Préparation

Les éprouvettes doivent être découpées avec une scie à ruban et usinées si nécessaire de façon à modifier le moins possible la structure cellulaire initiale. Elles doivent être exemptes de poussières, de trous et de peaux de fabrication.

La découpe au fil chaud ne doit pas être utilisée.

### 5.3 Dimensions

Les dimensions imposées aux éprouvettes dépendent de la méthode particulière utilisée pour mesurer le volume impénétrable  $V_i$ . Les dimensions initiales des éprouvettes doivent être les suivantes après découpe :

Méthode 1 : Variation de pression (pycnomètre)

longueur : 40 mm  
largeur : 30 mm  
épaisseur : 20 mm

Méthode 2 : Augmentation de volume

longueur : 100 mm  
largeur : 30 mm  
épaisseur : 30 mm

### 5.4 Refente des éprouvettes

Les deux méthodes nécessitent la refente des éprouvettes  $r_2$  et  $r_3$  de chaque jeu, comme indiqué à la figure 1, de façon à fournir une gamme de surfaces volumiques géométriques pour les essais.

## 6 Atmosphères de conditionnement et d'essai

Les éprouvettes doivent être conditionnées durant au moins 16 h à  $23 \pm 2$  °C et  $50 \pm 5$  % d'humidité relative avant l'essai. Il est important que les essais soient réalisés à la température de  $23 \pm 2$  °C et de préférence à une humidité faible et contrôlée, c'est-à-dire  $50 \pm 5$  % d'humidité relative.

## 7 Mesurage de la surface géométrique $S$ et du volume géométrique $V_g$

7.1 Déterminer les dimensions linéaires de chaque éprouvette conformément à l'ISO 1923, excepté le fait que les mesures sont à effectuer à 0,05 mm près. L'emplacement des points de mesure doit être celui qui est indiqué à la figure 2.

7.2 Calculer les dimensions linéaires moyennes, la surface géométrique  $S$  et le volume géométrique  $V_g$  de chaque éprouvette, sans omission de chiffres significatifs, pour les éprouvettes  $r_1$  (un parallélépipède),  $r_2$  (deux parallélépipèdes) et  $r_3$  (quatre parallélépipèdes). Arrondir les valeurs finales de la surface géométrique au plus proche 0,01 cm<sup>2</sup> et les valeurs finales du volume géométrique au plus proche 0,01 cm<sup>3</sup>.

## 8 Détermination du volume impénétrable $V_i$ suivant la méthode 1 : Variation de pression (pycnomètre)

NOTE — Le volume impénétrable  $V_i$  est à déterminer suivant la méthode 1 ou la méthode 2. Le principe, la description de l'appareillage, l'étalonnage, le mode opératoire et les calculs relatifs à ces deux méthodes de détermination de  $V_i$  sont spécifiées respectivement dans le présent chapitre et le chapitre 9.

### 8.1 Principe de la méthode 1

Détermination des paramètres suivants pour une pression atmosphérique  $p_{amb}$  et pour une pression dans la cellule d'essai ayant subi une diminution de pression  $p_e$  par rapport à  $p_{amb}$  :

a) la variation de volume correspondante  $\delta V_{A1}$  de la cellule d'essai en l'absence d'éprouvette; cette détermination constitue l'étalonnage de l'appareil;

b) la variation correspondante de volume  $\delta V_{A2}$  de la cellule d'essai en présence d'une éprouvette.

Le volume impénétrable  $V_i$  de l'éprouvette est donné par l'équation

$$V_i = \frac{\delta V_{A1} - \delta V_{A2}}{-p_e} p_B$$

où  $p_B = p_{amb} + p_e$

Pratiquement (voir 8.2.2),  $V_i$  est calculé à partir de l'équation équivalente

$$V_i = \frac{l_1 - l_2}{-K p_e} p_B$$

où

$l_1$  est la lecture sur l'échelle du pycnomètre correspondant à  $K \delta V_{A1}$ ;

$l_2$  est la lecture sur l'échelle du pycnomètre correspondant à  $K \delta V_{A2}$ ;

$K$  est une constante reliant les lectures sur l'échelle du pycnomètre aux variations de volume de la cellule.

## 8.2 Description de l'appareillage relatif à la méthode 1

8.2.1 L'appareillage est constitué par un pycnomètre à air permettant de connaître à chaque instant la différence entre la pression interne et la pression atmosphérique. Un schéma de l'appareillage est représenté à la figure 3. Il comprend essentiellement les éléments suivants :

a) une cellule d'essai A, comprenant une coupelle de mesure amovible D d'un volume de 50 cm<sup>3</sup> environ, s'adaptant sur le corps principal de la cellule A par l'intermédiaire d'un dispositif mécanique approprié, d'un filtre F et d'un joint circulaire G assurant l'étanchéité à l'air et la reproductibilité du volume géométrique correspondant à cette partie de la cellule d'essai;

b) une cellule de commande de dépression B.

8.2.2 Les deux cellules A et B sont reliées en parallèle par une tubulure munie d'un robinet T<sub>1</sub> établissant, ou non, la communication et d'un manomètre différentiel de zéro M<sub>1</sub>. Cette tubulure peut être mise directement en communication avec l'atmosphère par un robinet de purge T<sub>2</sub>.

Lorsque la coupelle D est reliée à la cellule A par l'intermédiaire du joint G et que le robinet T<sub>1</sub> est fermé, le volume V<sub>A</sub> des cellules combinées (comprenant le volume libre de la coupelle et celui des tubulures de branchement au manomètre M<sub>1</sub> et au robinet T<sub>1</sub>) peut être modifié en déplaçant le piston P<sub>A</sub> à l'aide de la manivelle C<sub>A</sub>.

L'indicateur I du déplacement du piston P<sub>A</sub> permet d'obtenir en lecture directe, avec une précision de lecture de 0,25 % dans les conditions de la mesure sur une échelle J, une valeur *l* qui a été préétalonnée par le fabricant vis-à-vis d'une certaine variation  $\delta V_A$  par rapport à une valeur repère initiale V<sub>0</sub>.

NOTE — La relation entre *l* et  $\delta V_A$  est définie par une constante de proportionnalité *K* ( $l = K \delta V_A$ ) fournie par le constructeur de l'appareil ou obtenue à partir d'un étalonnage effectué à l'aide de volumes étalons. La valeur convenable n'est réalisée pour *K* que si le zéro de l'échelle J a été réglé au départ au moment de la mise en service du pycnomètre selon les instructions du constructeur. La valeur de *K* pour un pycnomètre à air disponible dans le commerce est égale à 2,0.

8.2.3 La cellule B peut être mise directement en communication avec l'atmosphère ambiante par l'intermédiaire du robinet T<sub>3</sub>. Elle est d'autre part reliée, par l'intermédiaire d'un robinet T<sub>4</sub> et d'une tubulure, à un manomètre différentiel de mesure M<sub>2</sub> qui indique la dépression qu'on peut imposer à tout instant au volume interne de la cellule B vis-à-vis de l'atmosphère ambiante. Le manomètre M<sub>2</sub> doit permettre la lecture de dépression à 0,25 % près (c'est-à-dire qu'une dépression *p<sub>e</sub>* de -200 mmH<sub>2</sub>O devra être lue avec une précision de 0,5 mmH<sub>2</sub>O ou meilleure).

La pression dans la cellule B est réglable (lorsque les robinets T<sub>1</sub> et T<sub>3</sub> sont fermés) par déplacement du piston P<sub>B</sub> à l'aide de la manivelle C<sub>B</sub>. La différence *p<sub>e</sub>* (négative dans le mode opératoire pour la méthode 1) entre la pression *p<sub>B</sub>* dans la chambre B et la pression atmosphérique *p<sub>amb</sub>* étant lue sur le manomètre M<sub>2</sub> lorsque le robinet T<sub>4</sub> est ouvert :

$$p_e = p_B - p_{amb}$$

## 8.3 Étalonnage de l'appareillage relatif à la méthode 1

Déterminer, suivant le mode opératoire spécifié en 8.4 et pour la pression atmosphérique *p<sub>amb</sub>* régnant au moment de l'essai, la lecture *l*<sub>1</sub> correspondant à une diminution de pression *p<sub>e</sub>* = -200 mmH<sub>2</sub>O par rapport à *p<sub>amb</sub>*.

### NOTES

1 En vue de s'affranchir de la nécessité de déterminer *l*<sub>1</sub> chaque fois qu'il y a variation de la pression atmosphérique, il peut être intéressant d'établir une courbe d'étalonnage de  $l_1 = f(p_{amb})$  pour une valeur donnée de *p<sub>e</sub>*. On peut réaliser cela comme représenté à la figure 6, en répétant l'opération 8.3 sur une période de plusieurs jours où *p<sub>amb</sub>* varie.

2 Si, pour certains produits alvéolaires, on désire déterminer le volume impénétrable des éprouvettes avec une autre dépression *p'<sub>e</sub>*, par exemple -300 mmH<sub>2</sub>O, il faudra tracer une autre courbe d'étalonnage relative à *p'<sub>e</sub>*.

## 8.4 Mode opératoire pour la méthode 1

8.4.1 Avant l'essai proprement dit, il est indispensable, en déplaçant les pistons P<sub>A</sub> et P<sub>B</sub> sur toute la distance disponible, de renouveler l'air présent dans les cellules A et B et dans les diverses tubulures de raccordement. Dans ce cas, tous les robinets doivent être ouverts. Répéter plusieurs fois l'opération de façon à obtenir la meilleure homogénéité possible entre l'atmosphère interne de l'appareillage et l'air ambiant.

Mesurer la valeur de *p<sub>amb</sub>* en arrondissant au plus proche 10 Pa\*.

8.4.2 Vérifier le zéro du manomètre M<sub>1</sub> et celui du manomètre M<sub>2</sub>.

8.4.3 Mettre en place la coupelle D (avec son éprouvette, s'il y a lieu).

8.4.4 Balayer de nouveau l'air dans l'appareillage en déplaçant les pistons P<sub>A</sub> et P<sub>B</sub> de façon adéquate.

8.4.5 Régler le piston P<sub>A</sub> pour lire *l* = 0 sur l'échelle J. Positionner le piston P<sub>B</sub> de façon à pouvoir établir ensuite les dépressions voulues.

\* 10 Pa ≈ 1 mmH<sub>2</sub>O

**8.4.6** Fermer les robinets  $T_3$ ,  $T_2$ , puis  $T_1$ . Attendre quelques secondes. Le manomètre  $M_1$  et le manomètre  $M_2$  devraient toujours indiquer zéro. Sinon, rouvrir les robinets  $T_1$ ,  $T_3$  et  $T_2$  et refaire un balayage comme spécifié en 8.4.4, puis opérer comme spécifié en 8.4.5. Si l'instabilité des manomètres persiste, les mesurages sont impossibles en raison des anomalies signalées dans l'annexe (voir chapitres A.4, A.5 et A.6).

**8.4.7** Quand les manomètres différentiels sont stables, diminuer la pression interne en déplaçant progressivement le piston  $P_B$  et, presque simultanément, le piston  $P_A$  de manière à maintenir l'aiguille du manomètre  $M_1$  aux environs de zéro, tout en observant la dépression sur le manomètre  $M_2$ .

Ne jamais faire revenir en arrière le piston  $P_A$  pendant cette manipulation.

**8.4.8** Procéder comme spécifié en 8.4.7 jusqu'à atteindre la dépression normale  $p_e = -200 \text{ mmH}_2\text{O}$ . L'équilibre doit être stable. Si ce n'est pas le cas, il s'agit d'une des anomalies signalées dans l'annexe (voir chapitres A.4, A.5 et A.6), ou bien de ruptures de parois cellulaires ou de déformations de l'éprouvette, ou encore, de variations rapides de  $p_{\text{amb}}$ .

NOTE — Dans le cas d'éprouvettes de matériaux alvéolaires nouveaux, effectuer des déterminations préliminaires en utilisant plusieurs valeurs de dépression  $p_e$  choisies en progression arithmétique (par exemple  $-100 \text{ mmH}_2\text{O}$ ,  $-200 \text{ mmH}_2\text{O}$ ,  $-300 \text{ mmH}_2\text{O}$ , etc.). Choisir comme dépression d'essai pour le nouveau matériau, la plus grande valeur pour laquelle  $l$  varie encore proportionnellement en fonction de  $p_e$  et qui permet d'obtenir un équilibre stable. Répéter ensuite l'étalonnage de l'appareillage comme spécifié en 8.3, en utilisant cette valeur de  $p_e$ .

**8.4.9** Noter la valeur de  $l_1$  ou de  $l_2$  correspondant à la dépression  $p_e$ , puis ouvrir le robinet  $T_1$  et ramener progressivement à la pression atmosphérique l'ensemble du pycnomètre, à l'aide du piston  $P_B$  et éventuellement du piston  $P_A$ . Le manomètre  $M_2$  étant au zéro, ouvrir tous les robinets. Ne jamais revenir trop brutalement à la pression atmosphérique.

**8.4.10** Répéter deux fois les opérations spécifiées de 8.4.5 à 8.4.9. En général, les deux premières valeurs obtenues pour  $l_2$  (ou  $l_1$ ) seront notablement différentes. Supposons que la seconde valeur soit inférieure à la première. Si la troisième valeur obtenue est située entre les deux premières et ne diffère pas de la seconde de plus de l'erreur à craindre dans la lecture de  $l$ , prendre la moyenne entre les deux dernières lectures comme valeur de  $l_2$  (ou  $l_1$ ).

Si ces deux conditions ne sont pas satisfaites et, en particulier, si la troisième lecture est encore inférieure à la seconde, procéder à un nouveau mesurage comme précédemment, jusqu'à ce que deux lectures soient identiques, à l'erreur de lecture près.

## 8.5 Calculs pour la méthode 1

Calculer le volume impénétrable  $V_i$  au moyen de l'équation

$$V_i = \frac{l_1 - l_2}{-Kp_e} p_B$$

où

$l_1$  est la valeur correspondant à la pression atmosphérique  $p_{\text{amb}}$  régnant au moment de l'essai;

$p_B = p_{\text{amb}} + p_e$  est exprimée en millimètres d'eau conventionnels.

## 9 Détermination du volume impénétrable $V_i$ suivant la méthode 2 : Augmentation de volume

### 9.1 Principe de la méthode 2

Selon la loi de Boyle-Mariotte, l'augmentation de volume d'un gaz enfermé dans une enceinte entraîne une diminution de sa pression. Si les dimensions d'une cellule d'essai subissent le même accroissement en l'absence et en la présence d'une éprouvette, la chute de pression sera moindre pour la cellule vide. Dans cette méthode, la dépression relative, préalablement étalonnée à l'aide de volumes étalons, est déterminée à partir de la différence de lectures effectuées sur l'échelle d'un tube manométrique en communication avec la pression atmosphérique.

Le volume impénétrable  $V_i$  est vu par la cellule d'essai comme un volume étalon apparent d'autant plus petit que le pourcentage de cellules ouvertes augmente.

### 9.2 Description de l'appareillage relatif à la méthode 2

**9.2.1** L'appareillage consiste en un ensemble, comprenant un manomètre tubulaire en verre représenté schématiquement à la figure 4. La cellule d'essai K est munie d'un capuchon L en verre rodé de manière à obtenir une fermeture étanche aux gaz en enduisant le joint de graisse à vide. La cellule K est reliée par l'intermédiaire d'un bulbe N d'expansion du gaz, à un manomètre  $M_3$  rempli d'eau renfermant quelques gouttes d'un agent tensio-actif et un colorant. On agit sur le niveau du liquide dans le manomètre à l'aide d'un réservoir O. (Ce réglage peut être fait au moyen d'une seringue.) Un robinet  $T_6$  permet d'amener le gaz de la cellule d'essai K à la pression atmosphérique régnant au moment de l'essai. Une échelle Q, graduée en millimètres, est fixée à la branche ouverte du manomètre  $M_3$ .

**9.2.2** Pour éviter les erreurs dues aux fluctuations de la température ambiante, l'ensemble de l'appareillage est enfermé dans une enceinte close R comportant un panneau avant transparent et une trappe S permettant d'introduire les éprouvettes dans la cellule d'essai K.

NOTE — Plusieurs modèles d'appareillages ont été construits et utilisés avec succès en se conformant aux paramètres suivants :

- volume  $V_K$  de la cellule d'essai K et des tubulures en verre jusqu'au repère  $U_1$  :  $310 \text{ cm}^3$
- volume  $V_N$  du bulbe d'expansion entre les repères  $U_1$  et  $U_2$  :  $10,5 \text{ cm}^3$
- hauteur comprise entre le bas du manomètre et le repère  $U_2$  : au moins  $650 \text{ mm}$
- diamètre intérieur minimal des tubes de verre :  $10 \text{ mm}$ .

**9.3 Étalonnage de l'appareillage relatif à la méthode 2**

**9.3.1** Pour l'étalonnage, on doit disposer de six éprouvettes étalons (par exemple des cylindres de laiton) de volume allant jusqu'à 150 cm<sup>3</sup>, connu avec une exactitude de 0,1 cm<sup>3</sup>.

**9.3.2** Ajuster le niveau de liquide dans le manomètre M<sub>3</sub> à l'affleurement du repère U<sub>2</sub> avec le robinet T<sub>6</sub> ouvert, et noter le niveau correspondant W<sub>1</sub> sur l'échelle de la branche droite du manomètre, cela au plus proche 1 mm.

**9.3.3** Amener ensuite le niveau du liquide à l'affleurement du repère U. Fermer le robinet T<sub>6</sub>. Le volume de la cellule K (y compris les tubulures jusqu'à U<sub>1</sub>) est V<sub>K</sub> et la pression p<sub>amb</sub> est égale à la pression atmosphérique régnant à ce moment.

**9.3.4** Abaisser les niveaux à droite et à gauche, en soutirant du liquide jusqu'à amener le niveau de gauche à l'affleurement du repère U<sub>2</sub>, ce qui correspond à une expansion égale à δV<sub>K</sub>. Cela doit être fait lentement, en contrôlant la vitesse de façon que le niveau du liquide passe du repère U<sub>1</sub> au repère U<sub>2</sub> en 60 ± 1 s. Attendre ensuite 30 ± 1 s pour permettre au liquide resté sur les parois du bulbe d'expansion N de rejoindre le liquide manométrique, tout en maintenant constamment le niveau du liquide à l'affleurement du repère U<sub>2</sub>. À la fin de cette période, lire le niveau W<sub>2</sub> du liquide dans la branche ouverte du manomètre, en arrondissant au plus proche 1 mm. Ouvrir ensuite lentement le robinet T<sub>6</sub>, régler le niveau du liquide de nouveau à l'affleurement du repère U<sub>1</sub> et répéter les opérations précédentes jusqu'à obtenir deux lectures successives identiques, en arrondissant au plus proche 1 mm.

**9.3.5** Enlever le capuchon L, puis introduire dans la cellule d'essai une éprouvette étalon de volume connu V<sub>c</sub> et remettre le capuchon.

**NOTE IMPORTANTE** — Pour satisfaire à la condition de stabilité de V<sub>K</sub> (voir l'annexe, chapitre A.1), il est impératif que le capuchon L puisse être appliqué toujours dans la même position sur la cellule K, car une très petite variation d'enfoncement du capuchon dans la cellule peut modifier notablement le volume initial.

Répéter alors les opérations spécifiées en 9.3.3 et 9.3.4, et relever le niveau W<sub>3</sub> sur la branche de droite du manomètre.

**9.3.6** Calculer le rapport

$$\frac{W_2 - W_3}{W_1 - W_3}$$

où

W<sub>1</sub> est la lecture du niveau initial;

W<sub>2</sub> et W<sub>3</sub> sont respectivement les lectures manométriques après expansion, pour la cellule d'essai K, en l'absence et en présence de l'éprouvette étalon.

On a donc

$$\frac{W_2 - W_3}{W_1 - W_3} (V_K + \delta V_K) = V_c$$

**9.3.7** Répéter les opérations spécifiées de 9.3.2 à 9.3.5 en utilisant d'autres éprouvettes étalons, de volumes connus V<sub>c</sub>, V<sub>c</sub>'', etc.

Pour V<sub>c</sub>', on obtiendra des lectures W<sub>1</sub>', W<sub>2</sub>', W<sub>3</sub>' et l'on aura

$$\frac{W_2' - W_3'}{W_1' - W_3'} (V_K + \delta V_K) = V_c'$$

Porter ces résultats sur un graphique avec, en abscisses, les valeurs V<sub>c</sub>, V<sub>c</sub>', etc., et, en ordonnées, les valeurs correspondantes du rapport

$$\frac{W_2 - W_3}{W_1 - W_3}$$

On devrait obtenir une droite passant par l'origine des coordonnées.

Ce graphique (voir figure 5) servira pour la détermination des volumes impénétrables V<sub>i</sub> des éprouvettes.

**9.4 Mode opératoire et calculs pour la méthode 2**

**9.4.1** En utilisant une éprouvette à la place d'un volume étalon, suivre le même mode opératoire que pour l'étalonnage (voir 9.3).

**9.4.2** Calculer le rapport

$$\frac{W_2 - W_3}{W_1 - W_3}$$

obtenu avec l'éprouvette et lire sur le graphique d'étalonnage (voir figure 5) la valeur correspondante du volume impénétrable V<sub>i</sub> sur l'axe des abscisses.

**10 Correction pour les cellules superficielles ouvertes par la découpe**

Déterminer le pourcentage volumique apparent ω<sub>r</sub> de cellules ouvertes sur des éprouvettes correspondant à plusieurs valeurs de r = S/V<sub>g</sub>. Dans ce but, on utilise au moins trois éprouvettes pour chacune des trois valeurs de r (consistant en un parallélépipède pour r<sub>1</sub>, deux parallélépipèdes pour r<sub>2</sub>, quatre parallélépipèdes pour r<sub>3</sub>). Ces valeurs seront utilisées pour tracer graphiquement la droite ω<sub>r</sub> = f(r) et l'extrapoler pour r = 0, ce qui fournit la valeur cherchée ω<sub>0</sub>.

Le modèle de découpe pour les différentes valeurs de r est représenté à la figure 1. Un exemple de tracé de la droite ω<sub>r</sub> = f(r) est représenté à la figure 7.

**NOTE** — Si cette droite coupait l'axe des ordonnées en dessous de l'origine, cela voudrait dire soit que l'appareillage ne fonctionne pas correctement, soit qu'il y a eu des incorrections dans la mise en œuvre de la méthode de mesure.

## 11 Expression des résultats

### 11.1 Pourcentage volumique apparent de cellules ouvertes

Calculer le pourcentage volumique apparent de cellules ouvertes  $\omega_r$  des éprouvettes au moyen de l'équation

$$\omega_r = \frac{V_g - V_i}{V_g} \times 100$$

où

$V_g$  est le volume géométrique des éprouvettes, déterminé conformément à 7.2;

$V_i$  est le volume impénétrable des éprouvettes, déterminé conformément soit à la méthode 1 (8.5), soit à la méthode 2 (9.4.2).

### 11.2 Pourcentage volumique corrigé de cellules ouvertes

Tracer la courbe  $\omega_r = f(r)$  et, par extrapolation à  $r = 0$ , déterminer le pourcentage volumique corrigé de cellules ouvertes  $\omega_o$ .

### 11.3 Pourcentage volumique intrinsèque de cellules fermées

Calculer le pourcentage volumique intrinsèque de cellules fermées  $\psi_o$  au moyen de l'équation

$$\psi_o = 100 - \omega_o$$

## 12 Procès-verbal d'essai

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

- référence de la présente Norme internationale;
- identification et description du matériau alvéolaire;
- mode opératoire utilisé pour la détermination du volume impénétrable  $V_i$ , c'est-à-dire méthode 1 (pycnomètre) ou méthode 2 (augmentation de volume);
- résultats individuels et valeurs moyennes du pourcentage volumique corrigé de cellules ouvertes  $\omega_o$  et du pourcentage volumique intrinsèque de cellules fermées  $\psi_o$ ;
- s'il y a lieu, orientation de la plus grande dimension  $A$  de l'éprouvette (voir figure 1) par rapport à la direction d'anisotropie du produit;
- tout écart par rapport à la méthode spécifiée.

ISO 4590:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef27e475-be11-409c-a6ec-3c94acfè1449/iso-4590-1981>



## Annexe

### Remarques concernant le mode opératoire

#### A.1 Stabilité du volume de référence

Il est essentiel que le volume de référence de la cellule d'essai soit constant. Ce volume intervient en effet dans les valeurs de  $\delta V_{A1}$  et  $\delta V_{A2}$  (méthode 1) ou dans celles de  $V_K + \delta V_K$  (méthode 2).

Si la valeur de référence n'était pas identique dans les mesures, avec et sans éprouvette, l'erreur sur la détermination de  $V_i$ , qui est une détermination par différence, pourrait devenir importante.

#### A.2 Influence de la pression atmosphérique

La pression atmosphérique  $p_{amb}$  ne doit normalement pas varier de plus de 100 Pa\* durant la période des essais avec et sans éprouvette.

Dans le cas de la méthode 1, l'utilisation du graphique  $l_1 = f(p_{amb})$  (voir figure 6) permet la correction de cette variation de  $p_{amb}$ , si elle existe.

Au contraire, la méthode 2 nécessite une vérification de la stabilité de  $p_{amb}$  pendant toute la durée de l'essai.

#### A.3 Choix de la valeur $p_e$ (méthode 1) ou $\delta V_K$ (méthode 2)

La fidélité de la méthode et sa précision augmentent avec  $p_e$  (ou  $\delta V_K$ ).

Mais inversement, la nécessité de maintenir  $V_i$  constant lors de l'essai, ainsi que l'obligation d'éviter la destruction des parois des cellules par suite des variations de pression rendent nécessaire le choix d'une valeur  $p_e$  (ou  $\delta V_K$ ) suffisamment faible.

Les valeurs les plus appropriées dépendent donc de la nature du matériau alvéolaire étudié. Dans le cas de la méthode 1, on a constaté que 200 mmH<sub>2</sub>O est une valeur satisfaisante pour la plupart des plastiques alvéolaires.

#### A.4 Influence de la température

La loi de Boyle-Mariotte étant applicable à température constante, il est indispensable d'opérer en salle thermostatée. Cette condition est également impérative si l'on utilise des manomètres différentiels à liquide.

Les appareillages de mesure et les éprouvettes doivent être conditionnés dans la salle thermostatée pendant une durée suffisante pour obtenir un équilibre, avant de procéder aux essais.

Pour la même raison, il est nécessaire d'éviter tout échauffement ou refroidissement de l'atmosphère de la cellule d'essai entre deux mesurages, par exemple lorsque cette cellule, se trouvant en dépression, passe brutalement à la pression atmosphérique.

#### A.5 Influence de l'humidité

Il est conseillé d'opérer en humidité contrôlée et relativement faible (par exemple  $50 \pm 5$  % d'humidité relative). L'effet d'une variation d'humidité peut être détecté lors des mesurages (instabilité de l'équilibre dans les conditions initiales imposées de  $p_e$  ou  $\delta V_K$ , ou manque de reproductibilité entre deux mesurages successifs). La présence d'humidité dans les éprouvettes est détectable par un comportement analogue à celui qui est décrit dans le chapitre A.6.

#### A.6 Influence de gaz occlus dans les éprouvettes

Des éprouvettes de produits alvéolaires contenant dans leurs cellules des gaz autres que l'air à la pression atmosphérique normale se comportent, lors du cycle de variation de pression, comme si leur volume impénétrable variait avec le temps, empêchant ainsi, par exemple dans la méthode 1, la stabilité de  $\delta V_{A2}$  pour une valeur  $p_e$  donnée.

La diffusion d'agents gazeux d'expansion, la pénétration de l'air à travers les parois des cellules, ou la présence d'humidité peuvent susciter cette difficulté.

Cela est en général détectable en déterminant, avant le début de l'essai, si l'équilibre de départ avec la cellule d'essai isolée de l'atmosphère est stable ou non.

Dans le cas où une dérive ou instabilité de ce genre se produisent, cela peut être résolu dans certains cas en découpant les éprouvettes au moins une semaine avant d'effectuer les mesurages. Dans d'autres cas, lorsque la vitesse de diffusion est faible, une correction peut être effectuée en déterminant  $V_i$  à des instants différents, cela pour chaque éprouvette en portant sur un graphique les points représentatifs de  $V_i$  en fonction de la racine carrée du temps écoulé, et en extrapolant la ligne droite ainsi obtenue jusqu'au temps zéro.  $V_i$  au temps zéro sera exempt de l'effet des gaz occlus dans les cellules.

\* 100 Pa  $\approx$  10 mmH<sub>2</sub>O