

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO

R 1195 *annulé 1980*

MATIÈRES PLASTIQUES

DÉTERMINATION DU TAUX DE TRANSMISSION DE LA VAPEUR D'EAU
PAR LES FEUILLES ET PLAQUES MINCES EN MATIÈRES PLASTIQUES

MÉTHODE DE LA CAPSULE

1^{ère} ÉDITION

Juin 1970

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1195, *Matières plastiques – Détermination du taux de transmission de la vapeur d'eau par les feuilles et plaques minces en matières plastiques – Méthode de la capsule*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 61, *Matières plastiques*, dont le Secrétariat est assuré par l'American National Standards Institute (ANSI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 820 qui fut soumis, en mai 1965, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Allemagne	Finlande	R.A.U.
Argentine	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suède
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Turquie
Canada	Japon	U.R.S.S.
Chili	Nouvelle-Zélande	U.S.A.
Espagne	<u>Pologne</u>	

Le Comité Membre suivant se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Suisse

Ce Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO, qui décida de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

MATIÈRES PLASTIQUES

DÉTERMINATION DU TAUX DE TRANSMISSION DE LA VAPEUR D'EAU* PAR LES FEUILLES ET PLAQUES MINCES EN MATIÈRES PLASTIQUES

MÉTHODE DE LA CAPSULE

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode pour la détermination du taux de transmission de la vapeur d'eau par les feuilles et plaques minces en matières plastiques par la méthode de la capsule avec scellement à la cire.

2. DÉFINITION

Le taux de transmission de la vapeur d'eau d'une feuille ou plaque mince est la masse de vapeur d'eau transmise d'une face à l'autre, sous une tension de vapeur différentielle constante, par unité de surface et pendant un temps donné. Il doit être exprimé en grammes par mètre carré et par 24 heures, les conditions de température et d'hygrométrie étant définies sur les deux faces de la feuille ou plaque. Ce taux de transmission dépend, bien entendu, de l'épaisseur de la feuille mince et de la perméabilité de la matière dont elle est constituée.

3. PRINCIPE

Des capsules, contenant un déshydratant et obturées par la feuille ou plaque à essayer, sont placées dans une enceinte réglée à température et humidité relative constantes.

Ces capsules sont pesées à intervalles de temps préalablement fixés. L'augmentation de masse permet, dès qu'elle est proportionnelle au temps, de déterminer le taux de transmission de la vapeur d'eau.

4. SIGNIFICATION DE L'ESSAI

Le but de cet essai est d'obtenir, au moyen d'un appareillage simple, des valeurs sûres du taux de transmission de la vapeur d'eau.

L'utilisation de ces valeurs pour un emploi donné doit cependant être déterminée par expérience.

Le taux de transmission n'est pas une fonction linéaire de la température ni, généralement, de l'humidité relative. Une détermination faite dans certaines conditions ne peut donner d'indication valable dans d'autres conditions.

Les conditions d'essai doivent donc être choisies le plus près possible des conditions d'emploi.

5. APPAREILLAGE ET PRODUITS

5.1 *Capsules et accessoires.* Toutes les pièces suivantes doivent être en verre ou en un métal aussi léger que possible et résistant à la corrosion dans les conditions de l'essai. L'aluminium A5 protégé par oxydation chimique ou anodique convient parfaitement.

L'ensemble doit être suffisamment rigide. Une tôle d'aluminium de 1 mm d'épaisseur convient en général.

* Cette caractéristique est souvent dénommée, de façon erronée, «perméabilité».

5.1.1 CAPSULES CIRCULAIRES, comportant une gorge sur le pourtour, pour le scellement de l'éprouvette avec de la cire.

Les Figures 1 et 2 représentent deux modèles convenables. Les gorges des capsules doivent avoir un profil tel que les éprouvettes puissent être scellées sur l'ouverture de la capsule et qu'aucune fuite de vapeur d'eau ne puisse se produire aux ou à travers les bords de l'éprouvette.

L'aire exacte de la surface exposée des éprouvettes est définie par le diamètre d du gabarit à cire (voir paragraphe 5.1.2). Le diamètre intérieur de la partie annulaire de la capsule sur lequel repose l'éprouvette doit être égal ou très légèrement supérieur à ce diamètre d . De plus, la surface du fond de la capsule remplie de desséchant doit être voisine de celle de la surface exposée et il ne doit y avoir dans la capsule aucune obstruction susceptible de restreindre le flux de vapeur d'eau entre l'éprouvette et le desséchant. La profondeur h depuis le plan de l'éprouvette doit être d'environ 15 mm.

Il est conseillé de numéroter les capsules.

5.1.2 GABARITS À CIRE. Ils ont pour but de faciliter la mise en place de la cire et de délimiter exactement la surface en essai. Leur diamètre, d , doit être connu avec une précision supérieure à 0,5 %.

Ce diamètre doit être de $79,8 \pm 0,4$ mm (surface de 50 cm^2). Cependant, il est possible d'utiliser des appareils de diamètre plus faible, mais d'au moins 56,4 mm (surface de 25 cm^2).

Ils peuvent être constitués par

a) un anneau-gabarit entretoisé (Fig. 1), qui reste en place pendant l'essai. Le nombre d'anneaux doit être égal à celui des capsules. Le diamètre d est le diamètre intérieur de l'anneau,

ou

b) un couvercle-gabarit (Fig. 2), qui doit être enlevé lorsque la cire est coulée et refroidie. Il est constitué par un disque muni d'une poignée centrale, percé en un point convenable d'un petit trou et dont le bord est chanfreiné à 45° environ, de telle façon que le cercle le plus petit soit en dessous. Le diamètre d est le diamètre de ce petit cercle.

Des petits guides peuvent être fixés au gabarit pour le centrer automatiquement. Quelques appareils suffisent.

5.1.3 COUVERCLES. Ils doivent permettre d'obturer suffisamment les capsules pour pouvoir les sortir de l'enceinte sans qu'il y ait échange de vapeur d'eau avec l'extérieur. Ils doivent être numérotés et correspondre chacun à une capsule.

5.2 Enceinte, à température et humidité relative constantes et réglables dans les conditions A ou B.

Conditions A : Température $25 \pm 0,5$ °C
Humidité relative 90 ± 2 %

Conditions B : Température $38 \pm 0,5$ °C
Humidité relative 90 ± 2 %

La circulation de l'air conditionné doit être assurée à une vitesse comprise entre 30 et 150 m/min (1,6 à 8,2 ft/s) à la surface des éprouvettes.

Le dispositif de régulation doit être tel que les conditions spécifiées soient rétablies très peu de temps (15 minutes au plus) après que la porte de l'enceinte ait été refermée. Cette condition n'est atteinte en général que si la porte ne reste ouverte que le minimum de temps.

NOTE. - Une Recommandation ISO plus générale concernant le taux de transmission de la vapeur d'eau, s'appliquant à tous les types de matériaux en feuilles, est en préparation. Cette méthode générale permet également d'effectuer les essais à $25 \pm 0,5$ °C et 75 % H.R.

5.3 Balance, permettant la pesée des capsules à 0,1 mg près.

5.4 Pincettes ou fourchettes spéciales pour la manutention des capsules.

5.5 Agent dessiccateur. Chlorure de calcium anhydre sous forme de granules passant au tamis de 4 mm d'ouverture de mailles, mais non à celui de 1,6 mm d'ouverture, ou sous forme de produit écaillé et friable de 1,5 à 2 mm.

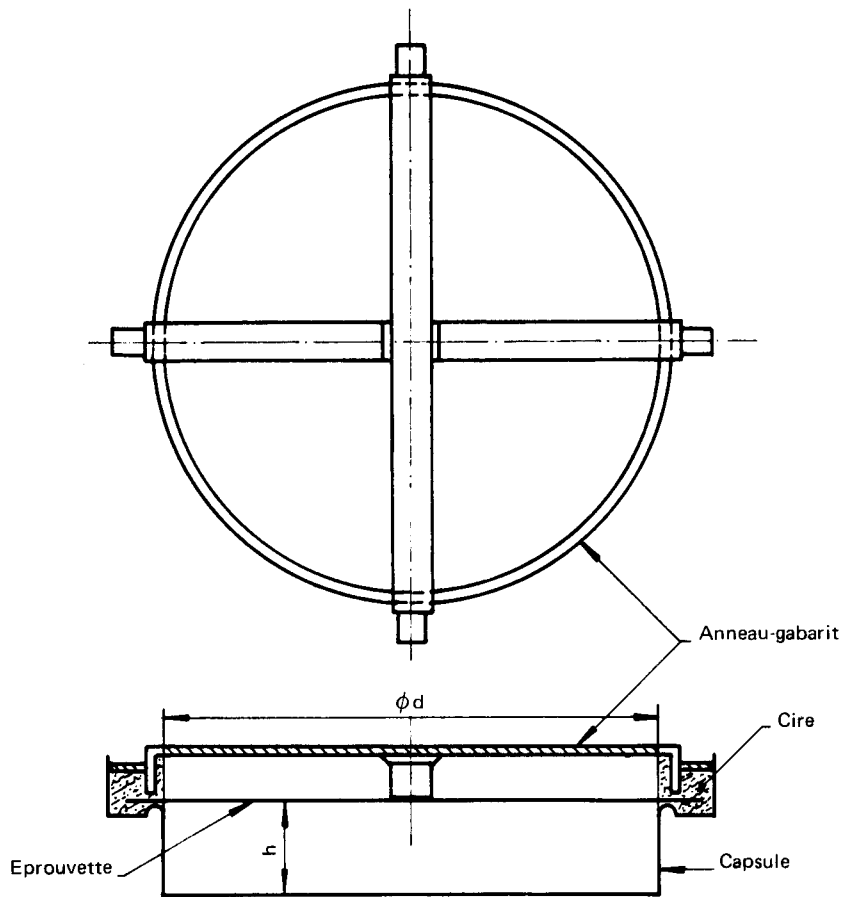


FIG. 1 - Anneau-gabarit entretoisé et capsule

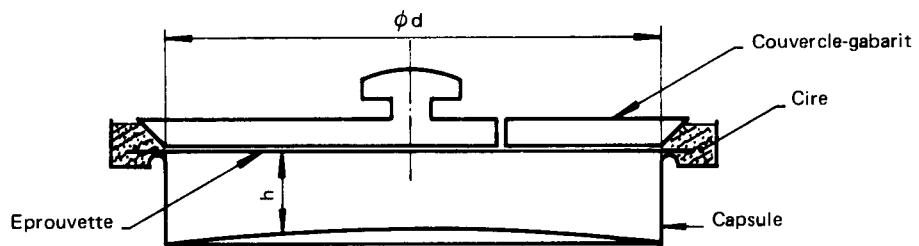


FIG. 2 - Couvercle-gabarit et cuvette

- 5.6 *Matière pour scellement.* Mélange de cire adhérent énergiquement tant à la capsule qu'à l'éprouvette, non cassant à la température ordinaire, non hygroscopique et non oxydable. Une surface de 50 cm² de cire fraîchement fondue exposée pendant 24 heures dans les conditions B, (voir paragraphe 5.2), ne doit pas accusé une variation de masse supérieure à 1 mg (voir paragraphe 9.1).
- 5.7 *Dispositif de distribution de cire,* tel qu'une pipette à débit rapide de capacité suffisante (25 ml au moins) et à tube d'écoulement intérieur de 3 mm environ.
- 5.8 *Gabarit de découpage.* Pour augmenter la vitesse du travail, il est conseillé d'employer un gabarit de découpage des éprouvettes sous forme d'un disque circulaire d'un diamètre égal à d + deux fois la demi-largeur de gorge de la capsule. Ce gabarit peut être muni d'une poignée centrale.

6. ÉPROUVETTES

- 6.1 Les éprouvettes doivent être représentatives du lot soumis à l'essai. Elles doivent être constituées par des disques de diamètre approprié aux capsules (diamètre égal à d + largeur de la gorge) découpés dans la feuille ou la plaque en utilisant éventuellement le gabarit de découpage.
- 6.2 Si les deux faces de la feuille ne sont pas identiques, la face exposée à l'atmosphère humide doit être indiquée dans le procès-verbal d'essai. Si des mesures doivent être effectuées sur les deux surfaces, deux jeux d'éprouvettes sont nécessaires.
- 6.3 Préparer au moins trois éprouvettes d'essai par lot et par face étudiée, et prévoir en outre une ou deux éprouvettes témoins si l'on est en présence d'un produit hygroscopique ou si l'on veut opérer avec une certaine garantie (voir paragraphe 7.2.2).
- 6.4 Si la feuille ou la plaque a été préparée par un procédé comportant l'emploi de solvant, les résultats peuvent être affectés par ce solvant résiduel dans les éprouvettes.

Si les éprouvettes sont traitées pour faire disparaître ce solvant résiduel, donner les détails de ce traitement dans le procès-verbal d'essai.

7. MODE OPÉRATOIRE

7.1 Préparation des capsules

Selon que l'on emploie un anneau-gabarit ou un couvercle-gabarit, le mode de préparation des capsules est légèrement différent.

Commencer toujours par nettoyer et sécher soigneusement les capsules et les couvercles-gabarits ou les anneaux-gabarits.

Mettre ensuite l'agent dessiccateur puis l'éprouvette et le gabarit, et faire un scellement éprouvette-capsule, étanche à la vapeur d'eau. Les détails opératoires pour les différents dispositifs sont donnés ci-dessous (voir paragraphes 7.1.1 et 7.1.2). *Avoir soin d'opérer rapidement*, afin que l'agent dessiccateur absorbe le moins possible d'eau.

- 7.1.1 *Emploi de la cire et d'un couvercle-gabarit.* Remplir chaque capsule de chlorure de calcium jusqu'à une hauteur de 3 à 4 mm au-dessous de la position future de l'éprouvette et la taper légèrement sur la table pour le répartir uniformément. Placer ensuite, en les centrant au mieux, l'éprouvette puis le couvercle-gabarit. Faire fondre la cire au bain d'eau à 100 °C, puis la mettre dans le dispositif de distribution. Remplir la cavité annulaire de cire fondue jusqu'à ce qu'elle atteigne le niveau supérieur du couvercle-gabarit et après refroidissement, parfaire le joint en faisant disparaître les bulles d'air, à l'aide d'une petite flamme de gaz.

Enlever le couvercle-gabarit et examiner la capsule pour s'assurer que le joint est satisfaisant. Afin que le couvercle-gabarit se détache facilement de la cire, il est recommandé d'enduire au préalable le bord de vaseline. Mettre sur l'ensemble un couvercle numéroté.

- 7.1.2 *Emploi de la cire et d'un anneau-gabarit.* Faire fondre la cire au bain d'eau à 100 °C, puis la mettre dans le dispositif de distribution. Remplir de cire fondue la gorge circulaire jusqu'à obtenir un léger ménisque au-dessus du rebord intérieur.

Remplir la capsule de déshydratant jusqu'à 3 à 4 mm au-dessous de la position future de l'éprouvette et la taper légèrement sur la table pour le répartir uniformément.

Placer ensuite, en les centrant au mieux, l'éprouvette, puis l'anneau-gabarit et charger celui-ci d'un poids de 1 kg.

Couler la cire dans l'espace annulaire ainsi délimité, et après refroidissement, parfaire le joint en faisant disparaître les bulles d'air au moyen d'une petite flamme de gaz. Retirer le poids et laisser l'anneau en place.

7.2 Essai proprement dit

7.2.1 Méthode générale

- a) Peser, à 0,1 mg près, toutes les capsules munies de leur couvercle.
- b) Les placer dans l'enceinte réglée aux conditions A ou B, après avoir enlevé les couvercles qui sont laissés à l'extérieur.
- c) Effectuer des pesées successives des capsules à intervalles de temps convenables.

POUR EFFECTUER LES PESÉES, opérer comme suit :

Au moyen de la pince ou de la fourche, retirer les capsules de l'enceinte réglée, les couvrir de leurs couvercles respectifs et laisser l'ensemble revenir à la température ambiante. Peser l'ensemble à 0,1 mg près, puis, après avoir enlevé les couvercles, remettre les capsules dans l'enceinte.

Avoir soin d'opérer rapidement, par petits groupes comprenant toujours le même nombre de capsules, de telle façon que l'ensemble des opérations de pesées durent à peu près le même laps de temps.

On peut aussi opérer avec des capsules sans couvercle, mais, dans ce cas, il est recommandé d'utiliser des capsules témoins (voir paragraphe 7.2.2). De plus, le transport et le refroidissement des capsules doivent se faire en enceinte fermée et desséchée, au moyen de chlorure de calcium.

L'INTERVALLE DE TEMPS entre les pesées doit être de 24, 48 ou 96 heures. Son choix dépend du taux de transmission de la feuille en essai et devra être tel que le gain de masse entre deux pesées successives soit au moins de 5 mg.

Si les premières pesées indiquent un gain de masse trop faible ou trop fort, on pourra modifier la cadence des pesées.

- d) Continuer les pesées jusqu'à ce que l'augmentation de masse par unité de temps soit constante à 5 % près à la suite de deux expositions consécutives (voir paragraphe 9.2).
- e) L'essai doit être terminé avant que l'efficacité de l'agent dessiccateur soit réduite d'une manière appréciable. (En pratique, on peut admettre que 20 g de chlorure de calcium peuvent absorber jusqu'à 2 g d'eau).

7.2.2 *Utilisation de capsules témoins.* Dans le cas d'un faible taux de transmission, assorti d'une épaisseur relativement importante et d'une certaine hygroscopicité du produit, il est conseillé de soumettre à l'essai, en plus des capsules d'essai, des *capsules témoins* au nombre de deux au moins pour dix capsules d'essai, préparées comme celles-ci, mais ne contenant pas d'agent dessiccateur. Toutes les masses mesurées sont alors corrigées, pour chaque période de temps, de la moyenne de la variation de masse des capsules témoins qui ont subi le même traitement.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer, pour chaque capsule, le taux de transmission de la vapeur d'eau, en grammes par mètre carré par 24 heures (voir paragraphe 9.3), par la formule

$$\frac{240 m}{t S}$$

où

- S est l'aire, en centimètres carrés, de la surface d'essai de l'éprouvette;
- t est la durée totale, en heures, des deux dernières périodes d'exposition;
- m est l'augmentation de masse, en milligrammes, de la capsule d'essai pendant cette durée totale t .