

---

# NORME INTERNATIONALE 4022

---

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

---

## **Matériaux en métal fritté perméable — Détermination de la perméabilité aux fluides**

*Permeable sintered metal materials — Determination of fluid permeability*

Première édition — 1977-05-01

---

CDU 669-492.8 : 539.217

Réf. n° : ISO 4022-1977 (F)

**Descripteurs** : métallurgie des poudres, produit fritté, matériau poreux, essai physique, détermination, perméabilité.

Prix basé sur 8 pages

## 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 4022 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Matières premières et produits pour la métallurgie des poudres*, et a été soumise aux comités membres en mars 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	<del>Roumanie</del>
Allemagne	Italie	Royaume-Uni
Australie	Japon	Suède
Autriche	Mexique	Turquie
Canada	Philippines	U.R.S.S.
Chili	Pologne	U.S.A.
Espagne	Portugal	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Matériaux en métal fritté perméable – Détermination de la perméabilité aux fluides

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour déterminer la perméabilité aux fluides des matériaux en métal fritté perméable dans lesquels la porosité est franchement continue ou interconnectée. Les essais sont faits dans des conditions telles que la perméabilité peut être exprimée par des coefficients de perméabilité liés à la viscosité et aux forces d'inertie (voir annexe A).

Dans le cas où l'on détermine la perméabilité de cylindres creux dont la longueur est grande par rapport au diamètre, il peut exister une perte de charge dans le fluide le long de l'intérieur du cylindre, perte qui n'est pas négligeable par rapport à la perte de charge à travers la paroi. Dans ce cas, la présente Norme internationale n'est pas applicable.

## 2 PRINCIPE

Passage d'un fluide d'essai, de viscosité et de masse volumique connues, à travers un échantillon, et mesurage de la perte de charge et du débit en volume.

Détermination des coefficients de perméabilité visqueuse et de perméabilité par inertie, qui sont des paramètres d'une formule reliant la perte de charge, le débit en volume, la viscosité et la masse volumique du fluide d'essai, avec les dimensions de l'échantillon en métal poreux traversé par ce fluide.

### 3 SYMBOLES ET DÉFINITIONS

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les symboles et définitions donnés dans le tableau sont applicables :

TABLEAU – Symboles et définitions

Terme	Symbole	Définition	Unité
Perméabilité	—	Aptitude d'un matériau poreux à laisser circuler un fluide sous l'influence d'un gradient de pression	—
Surface d'essai	$A$	Surface utile du matériau poreux, normale à la direction du courant du fluide	$m^2$
Épaisseur	$e$	Dimension de l'échantillon dans la direction du courant du fluide a) pour des échantillons plats : égale à l'épaisseur b) pour des échantillons cylindriques creux : donnée par la formule en 6.1.2	$m$
Longueur	$L$	Longueur du cylindre (voir figure 2)	$m$
Coefficient de perméabilité visqueuse	$\psi_v$	Débit d'un fluide de viscosité unité traversant la surface unité d'un corps poreux sous l'action d'un gradient de pression unité quand la résistance opposée au mouvement du fluide est due seulement à la viscosité. Il est indépendant de la quantité de matière traversée	$m^2$
Coefficient de perméabilité par inertie	$\psi_i$	Débit d'un fluide de masse volumique unité traversant la surface unité d'un corps poreux sous l'action d'un gradient de pression unité quand la résistance opposée au mouvement du fluide est due seulement aux forces d'inertie. Il est indépendant de la quantité de matière traversée	$m$
Débit volumique	$Q$	Rapport du débit massique du fluide à sa masse volumique	$m^3/s$
Pression amont	$p_1$	Pression du fluide en amont de l'échantillon	$N/m^2$
Pression aval	$p_2$	Pression du fluide en aval de l'échantillon	
Pression moyenne	$p$	Demi-somme des pressions amont et aval	
Perte de charge	$\Delta p$	Différence entre les pressions en amont et en aval de l'échantillon	$N/m^2$
Gradient de pression	$\Delta p/e$	Rapport de la perte de charge à l'épaisseur de l'échantillon	$N/m^3$
Vitesse	$Q/A$	Rapport du débit du fluide à la surface d'essai traversée par le fluide	$m/s$
Masse volumique	$\rho$	Masse volumique du fluide d'essai à température et pression moyennes	$kg/m^3$
Viscosité dynamique	$\eta$	Coefficient de viscosité dynamique absolue comme défini par la loi de Newton	$N \cdot s/m^2$
Correction instrumentale (à soustraire de la perte de charge observée)	—	Différence de pression observée entre les ajutages amont et aval de l'appareil sans échantillon en place. (Cet effet varie avec le débit et, entre autres causes, à pour origine l'effet Venturi)	$N/m^2$
Température absolue moyenne	$T$	Demi-somme des températures du fluide en amont et en aval de l'échantillon	$K$

### 4 ÉCHANTILLON

L'échantillon doit être séché avant l'essai dans un gaz.

### 5 APPAREILLAGE

#### 5.1 Appareils

Le choix de l'appareillage est essentiellement dicté par la taille, la forme et les caractéristiques physiques de l'échantillon.

La présente Norme internationale propose deux types d'appareillage différents possibles pour déterminer la perméabilité aux fluides de l'échantillon poreux.

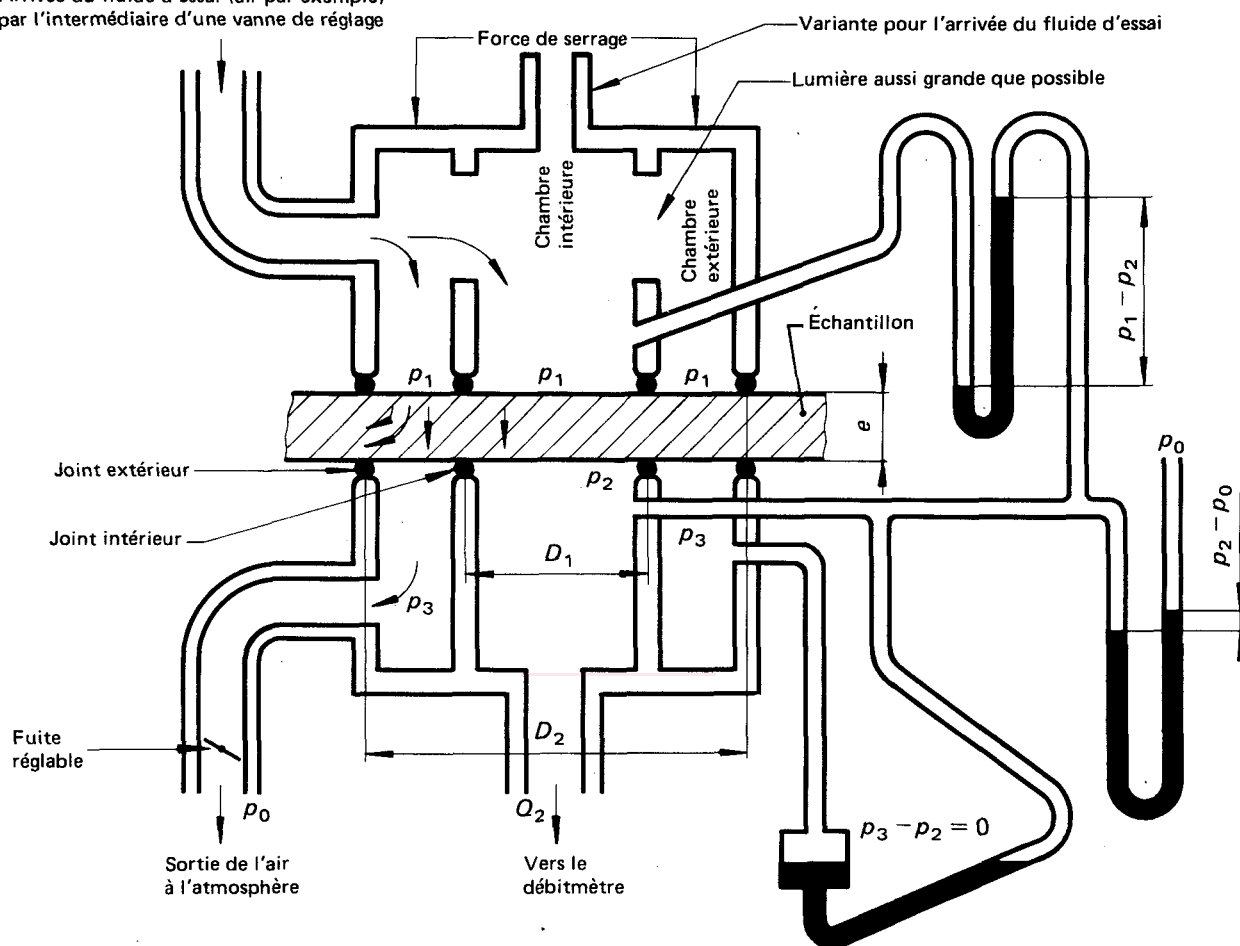
#### 5.1.1 Montage avec anneau de garde pour les échantillons plats

C'est un type d'appareil recommandé pour des essais non destructifs sur une surface limitée d'une tôle plane poreuse.

La feuille de métal perméable est fixée par l'intermédiaire de deux joints souples de diamètre  $D_1$  définissant la surface explorée. Le montage avec anneau de garde est employé pour minimiser les pertes latérales en entourant la surface d'essai d'une zone pressurisée annulaire dont la largeur ne doit pas être inférieure à l'épaisseur de l'échantillon (voir figure 1).

Ce montage avec anneau de garde minimise les pertes latérales en égalisant la pression dans les chambres intérieure et extérieure. Cela est réalisable sur la face amont de l'échantillon en rendant aussi grande que possible la surface baignée par le fluide (comme indiqué à la figure 1). Du côté aval de l'échantillon, la chambre intérieure est reliée à un débitmètre ayant généralement une faible perte de charge,

Arrivée du fluide d'essai (air par exemple) par l'intermédiaire d'une vanne de réglage



- $D_1$  = Diamètre moyen des joints intérieurs
- $D_2$  = Diamètre du joint extérieur de la cellule de mesure
- $Q_2$  = Débit volumique, à la pression  $p_2$
- $p_0$  = Pression atmosphérique
- $p_3$  = Pression aval de l'anneau de garde, réglée pour être égale à la pression  $p_2$
- $p_2 - p_0$  = Perte de charge dans le débitmètre
- $p_1 - p_2$  = Perte de charge dans le métal poreux

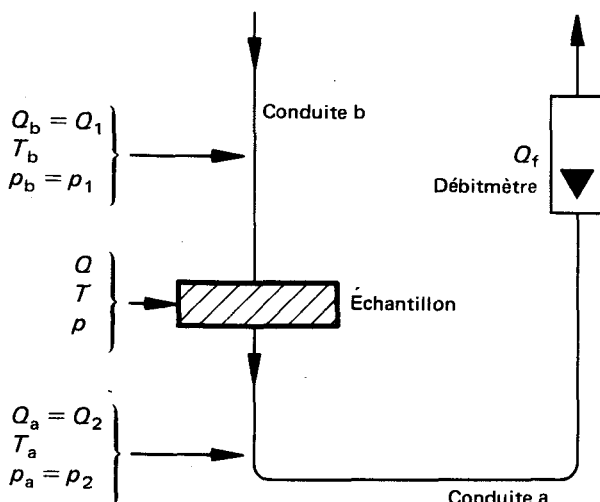


FIGURE 1 — Montage avec anneau de garde

et la chambre extérieure est reliée à l'atmosphère par l'intermédiaire d'une fuite réglable. Cette fuite est réglée pour égaliser les pressions dans les chambres intérieure et extérieure. On peut monter une restriction entre l'échantillon et le débitmètre pour augmenter la pression aval et obtenir ainsi une meilleure stabilité de la fuite réglable.

Cependant, dans des conditions de fonctionnement idéales, la face aval doit être presque à la pression atmosphérique et on ne doit pas utiliser de restriction à moins qu'il ne soit nécessaire de régler la perte de charge dans le débitmètre.

Il est préférable d'utiliser des joints toriques pour les joints intérieurs.

Les joints doivent être suffisamment souples pour absorber les défauts de surface et de planéité de l'échantillon. Dans certains cas, il peut être nécessaire d'exercer une pression sur les joints intérieurs et extérieurs pour assurer l'étanchéité.

Il faut deux joints supérieurs et deux joints inférieurs, qui doivent être disposés l'un au-dessus de l'autre.

### 5.1.2 Montage pour les échantillons cylindriques creux

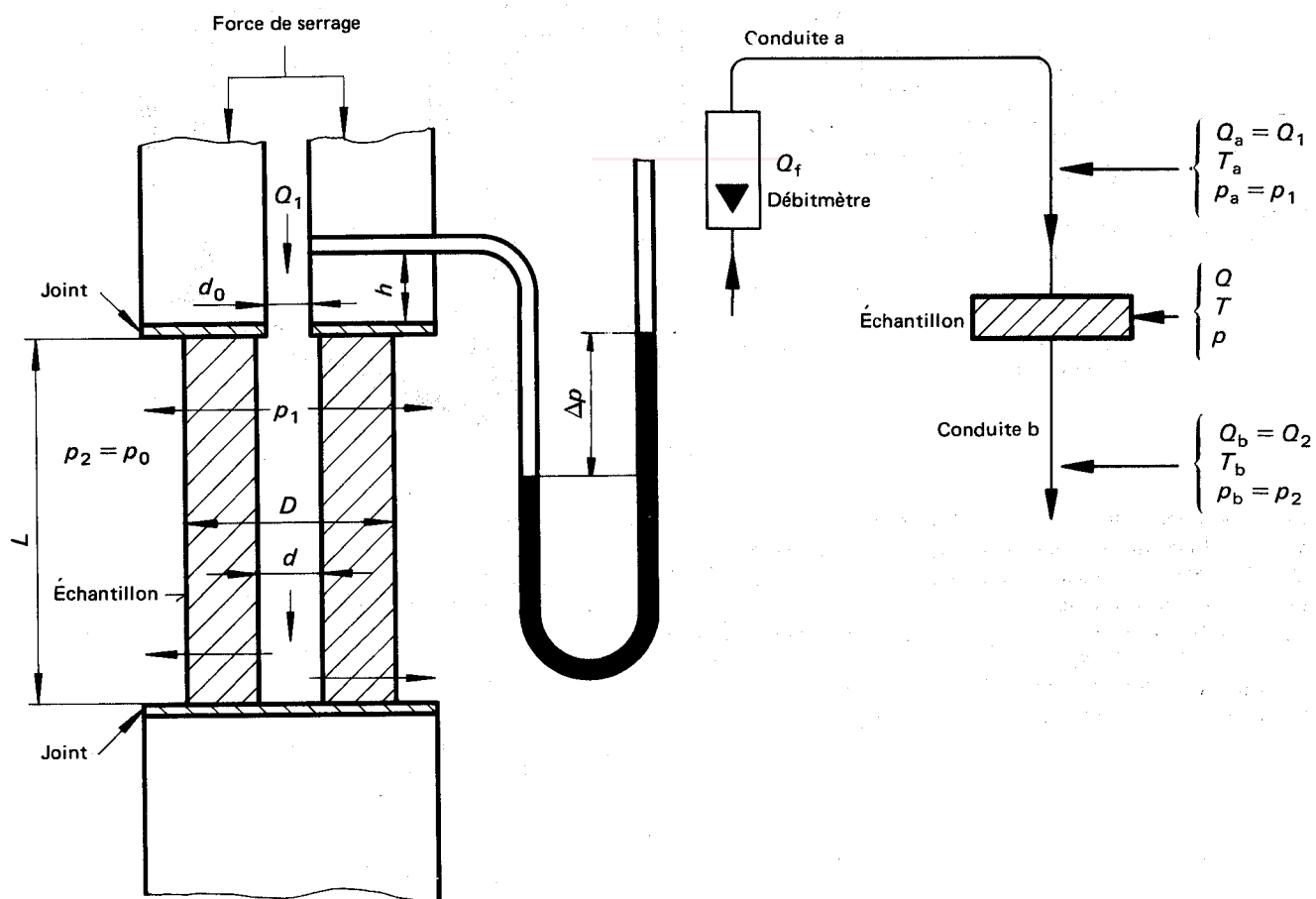
La perméabilité des échantillons cylindriques creux peut se mesurer facilement en obturant les bouts du cylindre au moyen de deux surfaces planes et en forçant le fluide à passer dans les parois du cylindre. Un exemple de montage est donné à la figure 2. Le débitmètre est placé en amont. Pour le blocage de l'échantillon, on utilise des joints suffisamment flexibles pour compenser les irrégularités de surface.

### 5.2 Fluides d'essai

Dans la majorité des cas, les gaz sont à préférer aux liquides (voir annexe B).

Les gaz utilisés doivent être propres et secs.

Par accord entre les parties intéressées, des liquides peuvent être utilisés, si l'on veut connaître la perméabilité pour un liquide donné. Ce liquide devra être propre et ne pas contenir de gaz dissous.



NOTE — Les diamètres  $d$  et  $d_0$  doivent être voisins et la cote  $h$  aussi petite que possible, afin de minimiser la correction instrumentale.

FIGURE 2 — Montage pour essai des cylindres creux

## 6 MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Mesurage de l'épaisseur et de la surface de l'échantillon

#### 6.1.1 Échantillons plats

Le diamètre des touches du micromètre ne doit pas être plus grand que les irrégularités de la surface ni plus petit que le diamètre des pores.

La surface d'essai est définie comme l'aire normale à la direction du courant, et, à condition que le gradient de pression soit uniforme, cette définition est satisfaisante et l'aire définie.

#### 6.1.2 Échantillons cylindriques creux

Pour les cylindres creux, l'épaisseur  $e$  et la surface d'essai  $A$  sont données par les formules suivantes :

$$e = \frac{D \times (\log_e r)^2}{2(r-1)}$$

$$A = \frac{\pi \times D \times L \times \log_e r}{r-1}$$

où  $r = \frac{D}{d}$  (voir figure 2)

Lorsque l'épaisseur de paroi du cylindre  $\frac{D-d}{2}$  est petite par rapport au diamètre intérieur,  $d$ , par exemple inférieure à  $0,1 d$ , l'épaisseur  $e$  et la surface  $A$  de l'échantillon sont données par les formules plus simples suivantes :

$$e = \frac{D-d}{2}$$

$$A = \frac{\pi \times L \times (D+d)}{2}$$

### 6.2 Mesurage de la perte de charge

La perte de charge s'obtient soit en mesurant les pressions amont et aval séparément et en faisant la différence, soit en utilisant un manomètre différentiel.

La correction instrumentale se fait en utilisant l'appareil sans échantillon et en observant la chute de pression aux différents débits. Il est préférable que la correction n'excède pas 10 % de la perte de charge (voir tableau).

### 6.3 Mesurage du débit

Il est conseillé, pour ce mesurage, d'utiliser un étalon primaire. Le débit doit être corrigé de la pression moyenne et de la température de l'échantillon. En fait, un débitmètre étalonné (calibré auparavant sur l'étalon primaire) est plus commode à utiliser.

### 6.4 Mesurage des pressions et des températures

Il est nécessaire de mesurer la pression et la température au débitmètre et à l'échantillon afin de

- corriger la lecture du débitmètre;

- calculer le débit volumique à l'intérieur de l'échantillon;

- déterminer la masse volumique et la viscosité du fluide d'essai.

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 7.1 Débit moyen

La lecture du débitmètre  $Q_f$  est corrigée, si le débitmètre n'est pas utilisé à sa pression et température d'étalonnage, au moyen du facteur de correction  $C_f$ , donné par le fabricant. Le débit réel  $Q_a$  est donné par la formule :

$$Q_a = C_f \times Q_f$$

La valeur corrigée  $Q_a$  du débitmètre est ensuite convertie en valeur moyenne  $Q$  à l'intérieur de l'échantillon à l'aide du terme correctif  $C_s$ , qui peut être calculé à partir de la loi des gaz parfaits :

$$C_s = \frac{Q}{Q_a} = \frac{p_a}{p} \times \frac{T}{T_a}$$

c'est-à-dire que  $Q = C_s \times Q_a$ .

Pour calculer les résultats, il est commode d'utiliser le facteur  $C_o$ , de correction globale :

$$C_o = C_f \times C_s$$

c'est-à-dire que  $Q = C_o \times Q_f$ .

### 7.2 Masse volumique et viscosité moyennes

La pression moyenne et la température absolue moyenne à l'intérieur de l'échantillon permettent d'obtenir la masse volumique et la viscosité moyennes d'après les tables.

### 7.3 Calcul des résultats

Les coefficients de perméabilité visqueuse et par inertie sont calculés en effectuant un certain nombre de relevés simultanés de débit et de perte de charge. On relèvera au moins cinq valeurs du débit régulièrement espacées dans une gamme de 1 à 10.

L'équation fondamentale s'écrit :

$$\frac{\Delta p \times A}{e \times Q \times \eta} = \frac{1}{\psi_i} \times \frac{Q \times \rho}{A \times \eta} + \frac{1}{\psi_v}$$

(voir annexe A, équation (2)).

C'est une équation de la forme  $y = ax + b$  avec :

$$y = \frac{\Delta p \times A}{e \times Q \times \eta}$$

$$x = \frac{Q \times \rho}{A \times \eta}$$

On calcule  $x$  et  $y$  pour chaque couple débit-perte de charge. Les valeurs correspondantes sont reportées sur du papier millimétré et on trace la droite s'adaptant le mieux possible aux points.

L'ordonnée à l'origine de cette droite sur l'axe y donne l'inverse du coefficient de perméabilité visqueuse ( $1/\psi_v$ ).

La pente de cette droite donne l'inverse du coefficient de perméabilité par inertie ( $1/\psi_i$ ).

En cas de doute, la droite devrait être déterminée par la méthode des moindres carrés.

NOTE — Dans le cas où l'on effectue le mesurage en régime laminaire, on ne mesure que le coefficient de perméabilité visqueuse (voir annexe A).

#### 7.4 Résultat final

Le coefficient de perméabilité visqueuse est exprimé en  $10^{-12}$  m<sup>2</sup> (1  $\mu$ m<sup>2</sup>) et le coefficient de perméabilité d'inertie en  $10^{-6}$  m (1  $\mu$ m). Ces valeurs doivent être exprimées à  $\pm 5$  % en valeur relative.

NOTE — L'unité  $\mu$ m<sup>2</sup> de perméabilité visqueuse est quelquefois appelée «darcy».

#### 8 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) tous détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) type d'appareillage utilisé;
- d) fluide d'essai utilisé;
- e) résultat obtenu;
- f) toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme internationale, ou considérées comme facultatives;
- g) détail de tout incident susceptible d'avoir influencé le résultat.



## ANNEXE A

## ÉCOULEMENT DES FLUIDES DANS LES MATÉRIAUX POREUX

## A.1 DÉBIT LAMINAIRE (VISQUEUX)

La formule empirique relative à l'écoulement des fluides dans les matériaux poreux a été énoncée pour la première fois par Darcy. Elle relie la perte de charge par unité d'épaisseur à la viscosité et au débit par unité de surface. On peut l'écrire

$$\frac{\Delta p}{e} = \frac{Q \times \eta}{A \times \psi_v} \quad \dots (1)$$

Dans ce cas, toutes les pertes d'énergie sont dues à la seule viscosité du fluide.

## A.2 DÉBIT LAMINAIRE (VISQUEUX) ET TURBULENT (INERTIEL)

En fait, l'écoulement des fluides dans les matériaux poreux met en cause divers mécanismes, la plupart d'ailleurs se manifestant simultanément. Toutefois, l'expérience montre que cet écoulement est régi par trois sortes de débits qui sont : le débit laminaire (visqueux), le débit turbulent (inertiel) et l'écoulement moléculaire. Dans le cas du débit inertiel, les pertes d'énergie sont dues au changement de direction du fluide et aux turbulences locales dans les pores. L'équation (1) complétée par Forchheimer s'écrit (l'écoulement moléculaire étant habituellement absent) :

$$\frac{\Delta p}{e} = \frac{Q \times \eta}{A \times \psi_v} + \frac{Q^2 \times \rho}{A^2 \times \psi_i} \quad \dots (2)$$

C'est celle qui est donnée en 7.3. Toutefois, aux faibles vitesses d'écoulement ( $Q/A$ ) des fluides visqueux, le terme d'inertie de l'équation (2) est très petit devant le terme de viscosité; aussi est-il négligé pour donner l'équation simplifiée (1).

## A.3 ÉCOULEMENT MOLÉCULAIRE

L'équation (1) suppose que la taille des pores est grande devant le libre parcours moyen des molécules du fluide. Cette hypothèse n'est plus valable dans le cas de pores de très petite taille et avec des gaz sous pression réduite ou à haute température. Quand le libre parcours moyen des molécules du gaz est du même ordre de grandeur que la taille des pores, le phénomène d'écoulement moléculaire apparaît. Dans ce cas, le métal poreux paraît plus perméable qu'il ne l'est sans écoulement moléculaire. De même, dans le cas de l'écoulement moléculaire, les pertes par inertie sont en général nulles, de sorte que l'équation (2) peut s'écrire :

$$\psi_s = \frac{Q \times \eta \times e}{A \times \Delta p} \quad \dots (3)$$

où  $\psi_s$  est le coefficient de perméabilité avec présence d'écoulement moléculaire.

La correction d'écoulement moléculaire peut s'écrire ainsi :

$$\psi_s = \psi_v \times \left( 1 + \frac{2 \times B}{p_1 + p_2} \right) \quad \dots (4)$$

où

$\psi_s$  est le coefficient de perméabilité visqueuse mesuré en présence d'écoulement moléculaire;

$\psi_v$  est le coefficient de perméabilité visqueuse vrai;

$B$  est le facteur de Klinkenberg, qui est constant pour un gaz et un matériau poreux donnés, et qui a les dimensions d'une pression.

On peut réécrire cette équation sous la forme

$$\psi_s = B \times \psi_v \times \left( \frac{2}{p_1 + p_2} \right) + \psi_v \quad \dots (5)$$

Donc, en mesurant  $\psi_s$  à différentes valeurs de  $p_1$  et  $p_2$  et en portant  $\psi_s$  en fonction de  $\frac{2}{p_1 + p_2}$ , on obtiendra une droite dont la pente est  $B \times \psi_v$  et dont l'ordonnée à l'origine est la perméabilité visqueuse  $\psi_v$ .

La valeur du facteur  $B$  croît en fonction directe de la température et de la viscosité et en fonction inverse de la taille des pores et de la masse moléculaire du gaz.

## A.4 EFFETS DE PAROI ET DE BORD

L'équation (2) relative au débit des fluides suppose que la porosité est continue alors que la surface de l'échantillon présente des discontinuités. Il faut considérer deux cas :

- l'effet de paroi pour les échantillons scellés par leur périphérie dans le support;
- l'effet d'extrémité pour les faces amont et aval de tous les échantillons.

En général, pour les matériaux granulaires, si le diamètre de l'échantillon n'est pas inférieur à 100 fois le diamètre des particules constituant le matériau, l'effet de paroi est négligeable et, avec un échantillon dont le diamètre est 40 fois celui des particules, l'erreur est inférieure à 5 %.

Les effets d'extrémité sont, en général, négligeables quand l'épaisseur de l'échantillon n'est pas inférieure à 10 fois le diamètre des particules constituant le matériau. Tout comme pour l'effet de paroi, cet effet dépend de la différence de porosité à la surface et à l'intérieur de l'échantillon.

ANNEXE B

FLUIDES D'ESSAI

Dans la majorité des cas, les gaz sont à préférer aux liquides. En effet, dans le cas de l'emploi des liquides, les problèmes sont les suivants :

- il est plus difficile de les débarrasser de toutes leurs particules solides qui se piègent ensuite dans les pores, modifiant ainsi la perméabilité;
- des gaz dissous peuvent être précipités dans les pores et favoriser l'apparition de « poches de gaz »;
- les pressions hydrostatiques peuvent apporter des difficultés dans le mesurage de la perte de charge;
- leur emploi est coûteux et malaisé;
- certains métaux peuvent présenter des réactions d'absorption avec des liquides, ce qui tend à réduire la taille des pores;
- le mouillage du pore, par suite d'effets capillaires et de surface, peut modifier la perméabilité, principalement pour les métaux poreux ayant des pores de petite taille.

Cependant, dans de rares cas, les liquides peuvent être employés lorsqu'il est nécessaire de déterminer la perméabilité à un fluide donné. Dans ce cas, le liquide doit être un liquide newtonien et on observera les précautions suivantes :

- le liquide ne doit contenir ni particules solides, ni gaz dissous;
- tout l'échantillon doit être parfaitement imprégné de liquide et on veillera à ce qu'il ne se forme pas de gaz à la surface ou à l'intérieur de l'échantillon.

Plus généralement, les liquides ne donneront des mesures concordantes avec celles obtenues au moyen des gaz que dans le cas des pores de grande taille. Pour toutes ces raisons, on préférera les gaz comme fluides d'essai.

Cependant, avec les gaz, les pertes par inertie sont plus susceptibles d'apparaître, aussi est-il généralement nécessaire d'utiliser l'équation (2) de l'annexe A.