

Schaumstoffe

## Bestimmung des Volumenanteils offener und geschlossener Zellen in harten Schaumstoffen

Identisch mit ISO 4590 Ausgabe 1981

DIN

ISO 4590

Cellular plastics; Determination of volume percentage of open and closed cells of rigid materials; Identical with ISO 4590 edition 1981

Plastiques alvéolaires; Détermination du pourcentage volumique de cellules ouvertes et fermées des matériaux rigides; Identique à ISO 4590 édition 1981

**Die Internationale Norm ISO 4590, 1. Ausgabe, 1981-12-01, „Cellular plastics; Determination of volume percentage of open and closed cells of rigid materials“ ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.**

### Nationales Vorwort

Diese Norm enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 4590, die vom ISO/TC 61 „Kunststoffe“ unter aktiver Mitarbeit Deutschlands erarbeitet wurde. Im ISO/TC 61 und seinen Unterkomitees werden die deutschen Interessen im Auftrage des DIN Deutsches Institut für Normung e. V. durch den Normenausschuß Kunststoffe (FNK) wahrgenommen. Die vorliegende Fassung wurde im FNK-UA 404.1 „Harte Schaumstoffe“ erstellt.

Der Inhalt der o. g. Internationalen Norm wurde ohne Abweichungen, sachlich und redaktionell unverändert, in der vorliegenden Norm übernommen. Die Norm enthält demgemäß Aussagen und Formulierungen, die sich aus dem Aufbau und dem Charakter des internationalen Schriftstückes ergeben und die möglicherweise nicht in allen Einzelheiten den für das DIN-Normenwerk geltenden Regelungen für deren Grundsätze und Gestaltungen entsprechen. Bei der Übersetzung wurden, soweit möglich, deutsche Fachwörter verwendet.

Für die in Abschnitt 2 genannte ISO-Norm kann folgende Deutsche Norm berücksichtigt werden:

ISO 1923 siehe DIN 53 570

Fortsetzung Seite 2 bis 12

### Zitierte Normen

– in der deutschen Übersetzung  
siehe Abschnitt 2

– in nationalen Zusätzen

DIN 53 570 Prüfung von Schaumstoffen; Bestimmung der linearen Abmessungen

### Internationale Patentklassifikation

G 01 N 33/44

Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.  
Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN

## Deutsche Übersetzung

Schaumstoffe

### Bestimmung des Volumenanteils offener und geschlossener Zellen in harten Schaumstoffen

#### Vorwort

Die ISO (Internationale Normungsorganisation) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds-körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds-körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für welches ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt.

Die von einem Technischen Komitee verabschiedeten Entwürfe für Internationale Normen werden den Mitglieds-körperschaften zunächst zur Genehmigung vorgelegt, bevor sie vom Rat der ISO als Internationale Norm angenommen werden.

Die Internationale Norm ISO 4590 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Kunststoffe“ erarbeitet und den Mitglieds-körperschaften im Juli 1978 zugeleitet.

Sie wurde von den Mitglieds-körperschaften folgender Länder genehmigt:

|                             |             |                    |
|-----------------------------|-------------|--------------------|
| Ägypten                     | Italien     | Rumänien           |
| Belgien                     | Japan       | Schweden           |
| Brasilien                   | Jugoslawien | Sowjetunion        |
| Bulgarien                   | Kanada      | Spanien            |
| Deutschland, Bundesrepublik | Korea, Rep. | Südafrika          |
| Finnland                    | Mexiko      | Tschechoslowakei   |
| Frankreich                  | Niederlande | Türkei             |
| Griechenland                | Neuseeland  | Ungarn             |
| Iran                        | Österreich  | Vereinigte Staaten |
| Israel                      | Polen       |                    |

Die Mitglieds-körperschaft des folgenden Landes stimmte den Ausarbeitungen aus technischen Gründen nicht zu:

Vereinigtes Königreich

## 1 Anwendungsbereich und Zweck

Diese Internationale Norm beschreibt ein allgemeines Verfahren zur Bestimmung des Volumenanteils offener und geschlossener Zellen von harten Schaumstoffen durch Messung des geometrischen Volumens und anschließender Messung des gasdichten Volumens der Probekörper. Dieses Verfahren sieht eine Korrektur des scheinbaren Volumens offener Zellen vor, indem die durch Anschneiden der bei der Herstellung der Probekörper geöffneten Zellen an der Oberfläche berücksichtigt werden. Für die Messung des gasdichten Volumens werden zwei alternative Verfahren sowie die entsprechende Apparatur beschrieben. Die erhaltenen Ergebnisse sind nur für Vergleichszwecke zu verwenden.

## 2 Verweisungen auf andere Normen

ISO 1923\*) Schaumstoffe aus Kunststoff und Kautschuk; Bestimmung der linearen Abmessungen

## 3 Begriffe

Für die Zwecke der vorliegenden Internationalen Norm gelten folgende Begriffe:

### 3.1 Oberfläche, $S$

(E: surface area)

Die gesamte Oberfläche des Probekörpers, bestimmt durch Messung der geometrischen Abmessungen.

### 3.2 Geometrisches Volumen, $V_g$

(E: geometrical volume)

Das Volumen des Probekörpers, bestimmt durch Messung der geometrischen Abmessungen.

### 3.3 Oberflächen/Volumen-Verhältnis, $r$

(E: surface/volume ratio)

Das Verhältnis von Oberfläche zu geometrischem Volumen ( $S/V_g$ ) für den Probekörper.

### 3.4 Gasdichtes Volumen, $V_i$

(E: impenetrable volume)

Das Volumen des Probekörpers, in das unter Prüfbedingungen keine Luft eindringen bzw. aus dem kein Gas entweichen kann.

### 3.5 Scheinbarer Volumenanteil offener Zellen, $\omega_r$

(E: apparent volume percentage of open cells)

Das Verhältnis

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

Es umfaßt das Volumen der beim Ausschneiden des Probekörpers angeschnittenen Zellen und ist abhängig von der Art des geprüften Schaumstoffs sowie dem Oberflächen/Volumen-Verhältnis  $r$  des Probekörpers.

### 3.6 Korrigierter Volumenanteil offener Zellen, $\omega_o$

(E: corrected volume percentage of open cells)

Der scheinbare Volumenanteil offener Zellen  $\omega_r$ , korrigiert zur Berücksichtigung der bei Herstellung der Probekörper durch Anschneiden geöffneten Zellen an der Oberfläche.

Der Grenzwert des scheinbaren Volumenanteils offener Zellen  $\omega_r$  ist erreicht, wenn sich das Oberflächen/Volumen-Verhältnis  $r$  Null nähert.

\*) Nationale Fußnote: Siehe Nationales Vorwort

## 3.7 Korrigierter Volumenanteil geschlossener Zellen, $\Psi_o$

(E: corrected volume percentage of closed cells)

Verbleibender Volumenanteil nach Berücksichtigung des korrigierten Volumenanteils offener Zellen:

$$\Psi_o = 100 - \omega_o$$

Dieser Prozentsatz umfaßt auch das Volumen der Zellwände.

## 4 Grundlage des Verfahrens

Bestimmung der Oberfläche  $S$  und des geometrischen Volumens  $V_g$  an einer Reihe von Probekörpern mit unterschiedlichem Oberflächen/Volumen-Verhältnis  $r$ .

Bestimmung des gasdichten Volumens  $V_i$  nach einem der nachstehenden Verfahren, und zwar:

- Verfahren 1 – Druckveränderung (Pyknometer);
- Verfahren 2 – Volumenausdehnung

Die Bestimmung des augenscheinlichen gasdichten Volumens  $V_i$  beruht auf der Anwendung des Boyle-Mariotteschen Gesetzes auf ein in einer nicht verformbaren Kammer enthaltenes Gas, zuerst ohne und dann mit Probekörper.

Berechnung des scheinbaren Volumenanteils offener Zellen  $\omega_r$  des Probekörpers, Aufzeichnen der Kurve  $\omega_r = f(r)$  und Extrapolation nach  $r = 0$  sowie anschließende Berechnung des korrigierten Volumenanteils offener Zellen  $\omega_o$  und des korrigierten Volumenanteils geschlossener Zellen  $\Psi_o$ .

## 5 Probekörper

### 5.1 Anzahl und Form

Es sind mindestens drei Gruppen von Probekörpern zu prüfen, wobei jede Gruppe von drei rechteckigen Parallel-epipedern (siehe Bild 1) aus der gleichen Probe stammen muß. Die Probekörper aus jeder dieser drei Gruppen werden als  $r_1$ ,  $r_2$  bzw.  $r_3$  bezeichnet.

### 5.2 Herstellung

Die Probekörper sind mit einer Bandsäge auszuschneiden und gegebenenfalls maschinell zu bearbeiten, wobei darauf zu achten ist, daß die ursprüngliche Zellstruktur möglichst unverändert bleibt. Die Probekörper müssen frei von Staub, Lunkern und Schäumhaut sein.

Heißdraht-Schneidverfahren sind nicht zulässig.

### 5.3 Maße

Die Maße der Probekörper sind abhängig von dem verwendeten Verfahren zur Bestimmung des gasdichten Volumens  $V_i$ . Die Probekörper sind anfänglich auf folgende Maße zu schneiden:

Verfahren 1: Druckveränderung (Pyknometer)

Länge: 40 mm  
Breite: 30 mm  
Dicke: 20 mm

Verfahren 2: Volumenausdehnung

Länge: 100 mm  
Breite: 30 mm  
Dicke: 30 mm

### 5.4 Zerteilen der Probekörper

Für beide Verfahren ist es erforderlich, daß die Probekörper  $r_2$  und  $r_3$  jeder Probekörper-Gruppe nach Bild 1 weiter zerteilt werden, um unterschiedliche Oberflächen/Volumen-Verhältnisse für die Prüfung zu erhalten.

## 6 Vorbehandlung und Prüfatmosphären

Die Probekörper werden vor Prüfung mindestens 16 Stunden bei  $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$  und  $(50 \pm 5)\%$  relativer Luftfeuchte gelagert. Es ist wichtig, die Prüfung bei  $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$  und vorzugsweise bei kontrollierter, mäßiger Luftfeuchte, d.h. bei  $(50 \pm 5)\%$  relativer Luftfeuchte, auszuführen.

## 7 Messung der Oberfläche $S$ und des geometrischen Volumens $V_g$

**7.1** Die linearen Abmessungen jedes einzelnen Probekörpers werden nach ISO 1923 bestimmt, jedoch mit der Ausnahme, daß die Messung mit einer Meßunsicherheit von 0,05 mm vorgenommen wird. Die Lage der Meßpunkte ist aus Bild 2 ersichtlich.

**7.2** Die durchschnittlichen linearen Abmessungen, die Oberfläche  $S$  und das geometrische Volumen  $V_g$  werden berechnet, wobei alle signifikanten Zahlen für die Probekörper  $r_1$  (ein Parallelepipede),  $r_2$  (zwei Parallelepipede) und  $r_3$  (vier Parallelepipede) festgehalten werden. Die Endwerte für die Oberfläche  $S$  werden auf  $0,01\text{ cm}^2$  und für das geometrische Volumen  $V_g$  auf  $0,01\text{ cm}^3$  gerundet.

## 8 Bestimmung des gasdichten Volumens $V_i$ nach Verfahren 1: Druckveränderung (Pyknometer)

Anmerkung: Das gasdichte Volumen  $V_i$  kann entweder nach Verfahren 1 oder nach Verfahren 2 bestimmt werden. Das Prinzip, das Prüfgerät, die Kalibrierung, die Durchführung und die Berechnung für diese beiden Verfahren zur Bestimmung von  $V_i$  sind im vorliegenden Abschnitt bzw. in Abschnitt 9 beschrieben.

### 8.1 Prinzip des Verfahrens

Bestimmung der folgenden Eigenschaften für einen atmosphärischen Druck  $p_{\text{amb}}$  und eine Druckverringerung  $p_e$  in der Prüfkammer im Verhältnis zu  $p_{\text{amb}}$ :

- die entsprechende Volumenänderung  $\delta V_{A1}$  in der Prüfkammer ohne einen Probekörper; diese Bestimmung ist gleichzeitig die Kalibrierung des Prüfgerätes;
- die entsprechende Volumenänderung  $\delta V_{A2}$  in der Prüfkammer mit einem Probekörper.

Das gasdichte Volumen  $V_i$  des Probekörpers wird durch folgende Gleichung gegeben:

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

wobei

$p_B = p_{\text{amb}} + p_e$  ist.

In der Praxis (siehe Abschnitt 8.2.2) wird  $V_i$  aus der folgenden äquivalenten Gleichung berechnet:

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

wobei

- $l_1$  ein Pyknometer-Skalenteilungswert ist, der  $K\delta V_{A1}$  entspricht
- $l_2$  ein Pyknometer-Skalenteilungswert ist, der  $K\delta V_{A2}$  entspricht, und
- $K$  eine Konstante ist, die die Pyknometer-Skalenteilungswerte mit der Volumenänderung in der Kammer in Beziehung setzt.

## 8.2 Beschreibung des Prüfgerätes für Verfahren 1

**8.2.1** Das Prüfgerät umfaßt ein Luft-Pyknometer, das eine sofortige Ableseung des Unterschieds zwischen Innendruck und atmosphärischem Druck ermöglicht. Eine Skizze des Prüfaufbaus ist in Bild 3 gezeigt. Dieser besteht im wesentlichen aus folgendem:

- der Prüfkammer A, einschließlich einer herausnehmbaren Meßkammer D mit einem Volumen von etwa  $50\text{ cm}^3$ , die mit Hilfe einer geeigneten mechanischen Vorrichtung, eines Filters A und eines luftdichten Dichtrings G in den Hauptteil der Kammer A eingepaßt ist, um die Gasdichtheit und die Reproduzierbarkeit des geometrischen Volumens in diesem Teil der Prüfkammer sicherzustellen;
- der Kammer B zur Erzeugung des verringerten Drucks.

**8.2.2** Die beiden Kammern A und B sind über eine Rohrleitung parallel verbunden, die mit einem Ventil  $T_1$  zum Öffnen und Schließen der Rohrleitung sowie einem Differentialdruckmeßgerät  $M_1$  versehen ist. Über ein Ventil  $T_2$  kann die Rohrleitung direkt nach außen geöffnet werden.

Ist die Kammer D über den luftdichten Dichtring G mit Kammer A verbunden und ist das Ventil  $T_1$  geschlossen, so kann das Volumen  $V_A$  der verbundenen Kammern (einschließlich des freien Volumens der Kammern und der Rohrleitung zum Druckmeßgerät  $M_1$  und zum Ventil  $T_1$ ) durch Bewegen des Kolbens  $P_A$  mit der Kurbel  $C_A$  verändert werden.

Der Anzeiger I für die Bewegung des Kolbens  $P_A$  gestattet auf der Skale J mit einer Meßunsicherheit von 0,25% ein direktes Ablesen eines Wertes  $l$ , der vom Hersteller kalibriert wurde und einer gewissen Änderung  $\delta V_A$  beginnend ab einem Anfangs-Bezugswert  $V_0$  entspricht.

Anmerkung: Das Verhältnis zwischen  $l$  und  $\delta V_A$  ist definiert durch eine Proportionalitätskonstante  $K (l = K\delta V_A)$ , die vom Hersteller oder durch Kalibrierung von Standardvolumen erhalten wird. Ein richtiger Wert für  $K$  kann nur erhalten werden, wenn der Nullwert auf der Skale J zuvor bei Einstellung des Luft-Pyknometers gemäß den Anweisungen des Herstellers eingestellt worden ist. Der Wert  $K$  für ein handelsübliches Luft-Pyknometer lautet 2,0.

**8.2.3** Die Kammer B kann über das Ventil  $T_3$  direkt zur Atmosphäre hin entlüftet werden. Darüber hinaus ist sie über eine Rohrleitung und ein Ventil  $T_4$  mit einem Differentialdruckmeßgerät  $M_2$  zur Anzeige der momentanen Druckverringerung im internen Volumen der Kammer B im Verhältnis zur Umgebungsatmosphäre. Das Druckmeßgerät  $M_2$  muß die Anzeige einer Druckverringerung mit einer Meßunsicherheit von 0,25% gestatten (d. h. eine Druckverringerung  $p_e$  von  $-200\text{ mm H}_2\text{O}$  muß mit einer Meßunsicherheit von  $\pm 0,5\text{ mm H}_2\text{O}$  ablesbar sein).

Der Druck in Kammer B kann (bei geschlossenen Ventilen  $T_1$  und  $T_3$ ) durch Bewegen des Kolbens  $P_B$  mit der Kurbel  $C_B$  verändert werden. Der Unterschied  $p_e$  (negativ bei Verfahren 1) zwischen dem Druck  $p_B$  in der Kammer B und dem atmosphärischen Druck  $p_{\text{amb}}$  wird auf dem Druckmeßgerät  $M_2$  angezeigt, wenn das Ventil  $T_4$  offen ist:

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

### 8.3 Kalibrierung des Pyknometers

Nach dem in Abschnitt 8.4 angegebenen Prüfverfahren wird für den atmosphärischen Druck  $p_{\text{amb}}$  zum Zeitpunkt der Prüfung der Meßwert  $l_1$  bestimmt, der einer Druckverringerung  $p_e = -200\text{ mm H}_2\text{O}$  im Verhältnis zu  $p_{\text{amb}}$  entspricht.

Anmerkung 1: Um  $l_1$  nicht bei jeder Änderung des atmosphärischen Druckes  $p_{\text{amb}}$  neu bestimmen zu müssen, kann es nützlich sein, eine Kalibrierungskurve von  $l_1 = f(p_{\text{amb}})$  für einen gegebenen Wert von  $p_e$  zu erstellen. Dies erfolgt, wie in Bild 6 gezeigt, durch



Wiederholung des in Abschnitt 8.3 beschriebenen Verfahrens über einen Zeitraum von mehreren Tagen, an denen jeweils ein anderer atmosphärischer Druck  $p_{amb}$  herrscht.

Anmerkung 2: Falls es für manche Schaumstoffe erwünscht ist, das gasdichte Volumen der Probekörper bei einer anderen Druckverringering  $p'_e$ , z. B. – 300 mm H<sub>2</sub>O, zu bestimmen, so muß für  $p'_e$  ebenfalls eine Kalibrierungskurve erstellt werden.

## 8.4 Durchführung von Verfahren 1

**8.4.1** Vor der Prüfung werden die Kolben  $P_A$  und  $P_B$  über die gesamte mögliche Strecke bewegt, um die Luft in den Kammern A und B sowie in der Rohrleitung auszutauschen. Hierbei müssen alle Ventile geöffnet sein. Um eine größere Homogenität zwischen internen und externen Bedingungen zu erzielen, sollte dieser Vorgang mehrfach wiederholt werden.

Sodann wird der atmosphärische Druck  $p_{amb}$  mit einer Meßunsicherheit von 10 Pa\*\*) bestimmt.

**8.4.2** Die Null-Anzeigewerte der Druckmeßgeräte  $M_1$  und  $M_2$  werden überprüft.

**8.4.3** Als nächstes wird die Kammer D (mit dem Probekörper, sofern zutreffend) angebracht.

**8.4.4** Jetzt wird erneut ein Luftaustausch in der Prüfapparatur vorgenommen, indem die Kolben  $P_A$  und  $P_B$  entsprechend bewegt werden.

**8.4.5** Der Kolben  $P_A$  wird so eingestellt, daß ein Anzeigewert  $l=0$  auf der Skale J erzielt wird. Jetzt wird der Kolben  $P_B$  entsprechend verstellt, um die gewünschte Druckverringering zu ermöglichen.

**8.4.6** Die Ventile  $T_3$ ,  $T_2$  und  $T_1$  werden nacheinander geschlossen. Nach einigen Sekunden müssen die Druckmeßgeräte  $M_1$  und  $M_2$  Null anzeigen. Andernfalls sind die Ventile wieder zu öffnen und das Verfahren in den Abschnitten 8.4.4 und 8.4.5 zu wiederholen. Sind die Druckmeßgerät-Anzeigen weiter instabil, können aufgrund der im Anhang erläuterten Anomalien keine Messungen durchgeführt werden (vergleiche die Abschnitte A.4, A.5 und A.6).

**8.4.7** Sind die Differentialdruckmeßgeräte stabil, wird der interne Druck abgesenkt, indem Kolben  $P_B$  und nahezu gleichzeitig auch Kolben  $P_A$  progressiv bewegt werden, um die Anzeige des Druckmeßgerätes  $M_1$  im Bereich von Null zu halten, wobei die Druckverringering auf dem Druckmeßgerät  $M_2$  beobachtet wird. Während dieses Vorganges darf der Kolben  $P_A$  nicht rückwärts bewegt werden.

**8.4.8** Bis zur Erzielung einer Druckverringering  $p_e = -200$  mm H<sub>2</sub>O wird das Verfahren nach Abschnitt 8.4.7 fortgesetzt. Das Gleichgewicht muß stabil sein. Ist dies nicht der Fall, so liegt eine der im Anhang beschriebenen Anomalien vor (vergleiche die Abschnitte A.4, A.5 und A.6), d. h. Bruch der Zellwände, Verformung des Probekörpers oder rasche Änderung des atmosphärischen Drucks  $p_{amb}$ .

Anmerkung: Im Falle von Probekörpern aus neuartigen Schaumstoffen sind vorläufige Bestimmungen mit verschiedenen Druckverringeringen  $p_e$  in arithmetischer Folge (z. B. – 100 mm H<sub>2</sub>O, – 200 mm H<sub>2</sub>O, – 300 mm H<sub>2</sub>O usw.) vorzunehmen. Bei der Prüfung ist der höchste Wert der Druckverringering zu verwenden, bei dem  $l$  sich noch in direkter Abhängigkeit von  $p_e$  ändert und die Erzielung eines stabilen Gleichgewichts möglich ist. Das Gerät ist gemäß Abschnitt 8.3 mit diesem Wert von  $p_e$  neu zu kalibrieren.

**8.4.9** Der Wert von  $l_1$  bzw.  $l_2$ , der der Druckverringering  $p_e$  entspricht, ist zu notieren. Sodann wird das Ventil  $T_1$  geöffnet und das Pyknometer mit Hilfe des Kolbens  $P_B$  und, soweit erforderlich, des Kolbens  $P_A$  auf atmosphärischen Druck gebracht.

Ist der Anzeigewert des Druckmeßgerätes  $M_2$  Null, werden sämtliche Ventile geöffnet. Die Rückkehr auf atmosphärischen Druck darf nicht zu plötzlich erfolgen.

**8.4.10** Die in den Abschnitten 8.4.5 bis 8.4.9 beschriebenen Verfahren sind zweimal zu wiederholen. Normalerweise sind die beiden ersten Werte für  $l_2$  (bzw.  $l_1$ ) sehr unterschiedlich. Nehmen wir an, der zweite Wert ist niedriger als der erste. Liegt der dritte erhaltene Wert zwischen den ersten beiden Werten und weicht er von dem zweiten Wert um nicht mehr als die Genauigkeit des Wertes 1 ab, so wird  $l_2$  (bzw.  $l_1$ ) als das Mittel der beiden letzten Meßwerte berechnet.

Wenn diese beiden Bedingungen nicht erfüllt sind, und insbesondere, wenn der dritte Meßwert noch niedriger als der zweite Wert ist, sind neue Messungen wie vorstehend beschrieben durchzuführen, bis beide Meßwerte um nicht mehr als den „Ablesefehler“ voneinander abweichen.

## 8.5 Berechnung für das Verfahren 1

Das gasdichte Volumen  $V_i$  wird nach folgender Gleichung berechnet:

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

wobei

$l_1$  der dem atmosphärischen Druck  $p_{amb}$  zum Zeitpunkt der Prüfung entsprechende Wert ist;

$p_B = p_{amb} + p_e$  konventionell in Millimeter Wassersäule ausgedrückt wird.

## 9 Bestimmung des gasdichten Volumens $V_i$ nach Verfahren 2: Volumenausdehnung

### 9.1 Prinzip des Verfahrens 2

Gemäß dem Boyle-Mariotteschen Gesetz bewirkt die Erhöhung des Volumens eines eingeschlossenen Gases eine proportionale Verringerung des Druckes. Wird die Größe einer Kammer mit bzw. ohne darin enthaltenen Probekörper gleichermaßen erhöht, so ist der Druckabfall für die leere Kammer geringer. Bei diesem Verfahren wird der relative Druckabfall, der zuvor mit Standardvolumina kalibriert wurde, aus dem Unterschied der Skalenteilungswerte eines Röhrenmanometers berechnet, das zur Atmosphäre hin offen ist.

Das gasdichte Volumen  $V_i$  wird von der Kammer als ein kleineres augenscheinliches Standardvolumen erfaßt, wenn der Prozentsatz an offenen Zellen zunimmt.

### 9.2 Beschreibung des Prüfgerätes für Verfahren 2

**9.2.1** Das Prüfgerät umfaßt eine Glasröhren-Druckmeßgerätebaugruppe, die schematisch in Bild 4 gezeigt ist. Die Probekörper-Kammer K ist mit einem geschliffenen Glasverschlußstopfen L versehen, so daß eine gasdichte Abdichtung erzielt werden kann, indem man Vakuumfett auf die Dichtfläche aufbringt. Die Kammer K ist über einen Ausdehnungskolben N an ein wassergefülltes Druckmeßgerät  $M_3$  angeschlossen, dem einige Tropfen eines oberflächenaktiven Stoffes und eines Farbstoffes zugegeben wurden. Der Flüssigkeitsstand im Druckmeßgerät wird mittels eines Ausgleichsbehälters O eingestellt. (Dies kann mit einer Spritze kontrolliert werden.) Das Gas in der Kammer K wird mit Hilfe des Ventils  $T_6$  auf den zur Zeit der Prüfung herrschenden atmosphärischen Druck gebracht. Eine in Millimeter unterteilte Skale Q ist an der offenen Seite des Druckmeßgerätes  $M_3$  angebracht.

\*\*) 10 Pa = 1 mm H<sub>2</sub>O

**9.2.2** Zur Vermeidung von Fehlern aufgrund von Schwankungen der Umgebungstemperatur ist die gesamte Prüfapparatur in einem zugfreien Gehäuse R angeordnet, das mit einer durchsichtigen Frontabdeckung und einer Klappe S versehen ist, durch die Probekörper in die Kammer K eingeführt werden können.

Anmerkung: Es wurden mehrere Modelle einer solchen Prüfapparatur konstruiert und erfolgreich eingesetzt, wobei folgende Parameter beachtet wurden:

- Volumen  $V_K$  der Kammer K und des Glasrohres bis zur Marke  $U_1$ :  $310 \text{ cm}^3$
- Volumen  $V_N$  des Ausdehnungskolbens zwischen den Marken  $U_1$  und  $U_2$ :  $10,5 \text{ cm}^3$
- Höhe der Marke  $U_2$  über dem Druckmeßgeräteboden: mindestens  $650 \text{ mm}$
- Mindest-Innendurchmesser des Glasrohres:  $10 \text{ mm}$

### 9.3 Kalibrierung des Volumenausdehnungs-Gerätes

**9.3.1** Sechs Standard-Eichmaße (z. B. Messingzylinder) mit bekannten Volumina von bis zu  $(150 \pm 0,1) \text{ cm}^3$  werden benötigt.

**9.3.2** Bei geöffnetem Ventil  $T_6$  wird der Flüssigkeitsstand im Druckmeßgerät  $M_3$  auf die Marke  $U_2$  eingestellt. Der Millimeterwert, der dem Flüssigkeitsstand  $W_1$  an der offenen Seite des Druckmeßgerätes am nächsten liegt, wird notiert.

**9.3.3** Jetzt wird der Flüssigkeitsstand bis zur Marke  $U_1$  erhöht und das Ventil  $T_6$  geschlossen. Das Volumen der Kammer K (einschließlich des Rohres bis zur Marke  $U_1$ ) ist nun  $V_K$  und der zu diesem Zeitpunkt herrschende atmosphärische Druck ist  $p_{\text{amb}}$ .

**9.3.4** Nun werden beide Flüssigkeitsstände durch Ablassen von Flüssigkeit gesenkt, bis der Pegel im geschlossenen Arm die Marke  $U_2$  erreicht, was einer Ausdehnung  $\delta V_K$  entspricht. Hierbei ist langsam vorzugehen, wobei die Geschwindigkeit so geregelt wird, daß die Flüssigkeit in  $(60 \pm 1) \text{ s}$  von Marke  $U_1$  auf Marke  $U_2$  fällt. Jetzt  $(30 \pm 1) \text{ s}$  warten, damit die Flüssigkeit an der Wandung des Ausdehnungskolbens N herunterfließen kann, während der Flüssigkeitsstand konstant auf Marke  $U_2$  gehalten wird. Nach Ablauf dieser Zeit den Flüssigkeitsstand  $W_2$  im offenen Arm des Druckmeßgerätes ablesen und auf den nächsten Millimeterwert aufrunden. Jetzt das Ventil  $T_6$  langsam öffnen, den Flüssigkeitsstand an die Marke  $U_1$  bringen und das vorstehende Verfahren wiederholen, bis hintereinander zwei identische Anzeigewerte, aufgerundet auf den nächsten Millimeterwert, erhalten werden.

**9.3.5** Jetzt wird der Verschlußstopfen L abgenommen und ein kalibrierter Standard mit bekanntem Volumen  $V_c$  in die Prüfkammer K gegeben; sodann wird der Verschlußstopfen L wieder aufgesetzt.

Anmerkung: **Wichtig!** Zur Erreichung des erforderlichen Stabilitätszustandes für  $V_K$  (siehe Anhang A, Abschnitt A.1) muß der Verschlußstopfen L stets in der gleichen Position auf der Kammer K angebracht werden, da schon kleine Abweichungen zu signifikant unterschiedlichen Anfangsvolumina führen können.

Wiederholen Sie die in den Abschnitten 9.3.3 und 9.3.4 beschriebenen Verfahren und notieren Sie den Flüssigkeitsstand  $W_3$  am offenen Arm des Druckmeßgerätes, aufgerundet auf den nächsten Millimeterwert.

**9.3.6** Jetzt muß folgendes Verhältnis berechnet werden:

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

wobei

$W_1$  der Meßwert für den Anfangs-Flüssigkeitsstand ist, und

$W_2$  bzw.  $W_3$  die Druckmeßgeräte-Werte nach Ausdehnung der Prüfkammer K mit bzw. ohne kalibrierten Standard in der Prüfkammer sind.

Sodann gilt folgende Beziehung:

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

**9.3.7** Wiederholen Sie die in den Abschnitten 9.3.2 bis 9.3.5 beschriebenen Verfahren unter Verwendung anderer kalibrierter Standards mit den Volumina  $V'_c$ ,  $V''_c$ , usw.

Für  $V'_c$  lauten die Meßwerte  $W'_1$ ,  $W'_2$  und  $W'_3$ ; weiterhin gilt die folgende Gleichung:

$$\frac{W'_2 - W'_3}{W'_1 - W'_3} (V_K + \delta V_K) = V'_c$$

Diese Ergebnisse werden in einem Diagramm aufgetragen, bei dem auf der Abszisse die Werte von  $V_c$ ,  $V'_c$  usw. und auf der Ordinate die entsprechenden Werte für das nachstehende Verhältnis angegeben sind:

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

Als Kurve muß sich eine gerade Linie ergeben, die durch den Nullpunkt verläuft.

Dieses Diagramm (siehe Bild 5) dient zur Bestimmung des gasdichten Volumens  $V_1$  der Probekörper.

## 9.4 Verfahren und Berechnung für Verfahren 2

**9.4.1** Unter Verwendung eines Probekörpers anstelle des kalibrierten Volumenstandards wird das für die Kalibrierung beschriebene Verfahren durchgeführt (siehe Abschnitt 9.3).

**9.4.2** Das mit dem Probekörper erhaltene Verhältnis

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

wird berechnet, und in dem Kalibrierungsdiagramm (siehe Bild 5) kann der entsprechende Wert des gasdichten Volumens  $V_1$  von der Abszisse abgelesen werden.

## 10 Korrekturfaktor für beim Schneiden geöffnete Oberflächenzellen

Der scheinbare Volumenanteil offener Zellen der Probekörper  $\omega_r$  der verschiedenen Werten von  $r = S/V_g$  entspricht, muß bestimmt werden. Hierzu werden mindestens drei Probekörper für jeden der drei Werte von  $r$  benötigt (ein Parallelepiped für  $r_1$ , zwei Parallelepipede für  $r_2$  und vier Parallelepipede für  $r_3$ ). Mit diesen Werten wird die gerade Linie  $\omega_r = f(r)$  aufgetragen, deren Extrapolation für  $r = 0$  den gewünschten Wert  $\omega_0$  ergibt.

Das Aufteilungsmuster für die verschiedenen Werte von  $r$  ist in Bild 1 gezeigt; Bild 7 ist ein Beispiel für das Auftragen der geraden Linie  $\omega_r = f(r)$ .

Anmerkung: Schneidet diese gerade Linie die Ordinate unterhalb des Nullpunktes, so arbeitet entweder die Apparatur nicht einwandfrei oder das Prüfverfahren wurde nicht ordnungsgemäß beachtet.

## 11 Angabe der Ergebnisse

### 11.1 Scheinbarer Volumenanteil offener Zellen

Der scheinbare Volumenanteil offener Zellen  $\omega_r$  der Probekörper wird mit folgender Gleichung berechnet:

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

wobei

$V_g$  das geometrische Volumen der Probekörper in Kubikzentimetern, bestimmt nach Abschnitt 7.2, und

$V_i$  das gasdichte Volumen der Probekörper in Kubikzentimetern ist, bestimmt nach Verfahren 1 (Abschnitt 8.5) oder nach Verfahren 2 (Abschnitt 9.4.2).

### 11.2 Korrigierter Volumenanteil offener Zellen

Nach Auftragen der Kurve  $\omega_r = f(r)$  und Extrapolation nach  $r = 0$  wird der korrigierte Volumenanteil offener Zellen  $\omega_o$  bestimmt.

## Anhang

### Hinweise zur Durchführung

#### A.1 Stabilität des Bezugsvolumens

Es ist von wesentlicher Bedeutung, das Bezugsvolumen der Prüfkammer konstant zu halten. Dieses Volumen beeinflusst die Werte  $\delta V_{A1}$  und  $\delta V_{A2}$  (Verfahren 1) sowie  $V_K + \delta V_K$  (Verfahren 2).

Sind die Bezugswerte bei den Messungen mit und ohne Probekörper nicht identisch, so kann der Fehler bei der Bestimmung von  $V_i$ , bei der es sich um eine Unterschiedsbestimmung handelt, signifikant werden.

#### A.2 Einfluß des atmosphärischen Druckes

Der atmosphärische Druck  $p_{amb}$  darf im allgemeinen während des Zeitraumes der Prüfung mit und ohne Probekörper um maximal 100 Pa<sup>\*\*\*</sup>) schwanken.

Bei Verfahren 1 gestattet die Verwendung der Kalibrierkurve  $l_1 = f(p_{amb})$  (siehe Bild 6) die Korrektur einer eventuell vorhandenen Abweichung von  $p_{amb}$ .

Im Gegensatz hierzu ist bei Verfahren 2 eine Verifizierung der Stabilität des atmosphärischen Druckes  $p_{amb}$  während der gesamten Prüfdauer erforderlich.

#### A.3 Wahl des Wertes von $p_e$ (Verfahren 1) bzw. $\delta V_K$ (Verfahren 2)

Die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit des Prüfverfahrens wächst mit einer Erhöhung von  $p_e$  (bzw.  $\delta V_K$ ).

Andererseits müssen Werte für  $p_e$  (bzw.  $\delta V_K$ ) verwendet werden, die ausreichend niedrig sind, um  $V_i$  während der Prüfung konstant zu halten und einen Bruch der Zellwände aufgrund von Druckschwankungen zu vermeiden.

Die am besten geeigneten Werte sind daher abhängig von der Art des jeweiligen Schaumstoffes. Bei Verfahren 1 hat sich ein Wert von 200 mm H<sub>2</sub>O als zufriedenstellend für die meisten Schaumstoffe erwiesen.

#### A.4 Einfluß der Temperatur

Da für das Boyle-Mariottesche Gesetz von einer konstanten Temperatur ausgegangen wird, muß in Räumen mit Temperaturregelung gearbeitet werden. Diese Forderung gilt auch bei Verwendung von Flüssigkeits-Differentialdruckmeßgeräten. Die Prüfapparatur und die Probekörper müssen über eine ausreichend lange Zeitspanne in dem Raum mit Temperatur-

\*\*\*) 100 Pa = 10 mm H<sub>2</sub>O

### 11.3 Korrigierter Volumenanteil geschlossener Zellen

Der korrigierte Volumenanteil geschlossener Zellen  $\psi_o$  wird mit nachstehender Gleichung berechnet:

$$\psi_o = 100 - \omega_o$$

## 12 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß folgende Angaben enthalten:

- Verweis auf die vorliegende Internationale Norm;
- Kennzeichnung und Beschreibung des Schaumstoffes;
- das zur Bestimmung des gasdichten Volumens  $V_i$  verwendete Verfahren, d. h. Verfahren 1 (Pyknometer) oder Verfahren 2 (Volumenausdehnung);
- die Einzelergebnisse und die Mittelwerte des korrigierten Volumenanteils offener Zellen  $\omega_o$  sowie des korrigierten Volumenanteils geschlossener Zellen  $\psi_o$ ;
- soweit zutreffend, die größte Abmessung A der Probekörper (siehe Bild 1) im Verhältnis zur Anisotropie-Richtung des Produktes;
- etwaige Abweichungen von dem angegebenen Verfahren.

regelung gehalten werden, damit vor Beginn der Prüfung ein Gleichgewichtszustand erreicht wird.

Aus dem gleichen Grund muß jede Erwärmung bzw. Abkühlung der Prüfkammer zwischen zwei Messungen vermieden werden, z. B. durch plötzliche Druckänderung der Prüfkammer von verringertem Druck auf atmosphärischen Druck.

#### A.5 Einfluß der Luftfeuchte

Es ist ratsam, unter kontrollierten Bedingungen mit mäßiger Luftfeuchte (z. B. (50 ± 5) % rel. Luftfeuchte) zu arbeiten. Auswirkungen von Schwankungen der Luftfeuchte zeigen sich bei den Messungen (z. B. instabiles Gleichgewicht der Anfangszustände von  $p_e$  bzw.  $\delta V_K$  oder mangelnde Reproduzierbarkeit zwischen zwei aufeinanderfolgenden Messungen). Das Vorliegen von Feuchtigkeit in den Probekörpern zeigt sich durch ein Verhalten, das der Beschreibung in Abschnitt A.6 entspricht.

#### A.6 Einfluß von Gaseinschlüssen in den Probekörpern

Probekörper, in deren Zellen andere Gase als Luft unter atmosphärischem Zell-Innendruck eingeschlossen sind, verhalten sich während der Druckwechselzyklen so, als verändere sich ihr gasdichtes Volumen in Abhängigkeit von der Zeit. Hierdurch kann z. B. bei Verfahren 1 verhindert werden, daß  $\delta V_{A2}$  bei einem gegebenen Wert  $p_e$  stabil bleibt. Dieses Problem kann durch Diffusion von Treibgasen, Eindringen von Luft durch die Zellwände oder das Vorhandensein von Feuchtigkeit verursacht werden.

Im allgemeinen kann dies vor Beginn der Prüfungen festgestellt werden, indem man bestimmt, ob das anfängliche Gleichgewicht aufrechterhalten werden kann, wenn die Prüfkammer gegenüber der Atmosphäre isoliert ist.

Auftretende Drift oder Instabilität kann in einigen Fällen korrigiert werden, indem man die Probekörper mindestens eine Woche vor Durchführung der Prüfungen zuschneidet. In anderen Fällen, in denen die Diffusionsrate geringer ist, kann eine Korrektur durch Bestimmung von  $V_i$  zu unterschiedlichen Zeiten für jeden einzelnen Probekörper, Auftragen von  $V_i$  als Funktion der Quadratwurzel der abgelaufenen Zeit und Extrapolation der entstehenden geradlinigen Kurve auf den Zeitpunkt Null vorgenommen werden.  $V_i$  zum Zeitpunkt Null wird frei von der Wirkung eingeschlossener Gase in den Zellen sein.

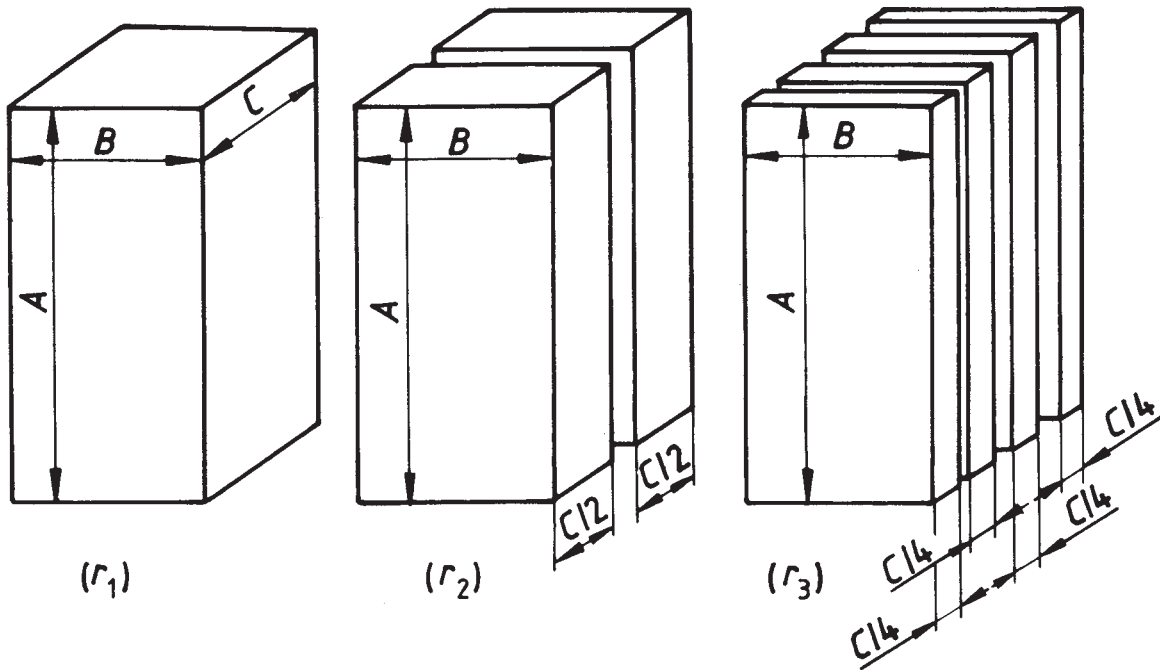


Bild 1. Muster zum Ausschneiden der Probekörper

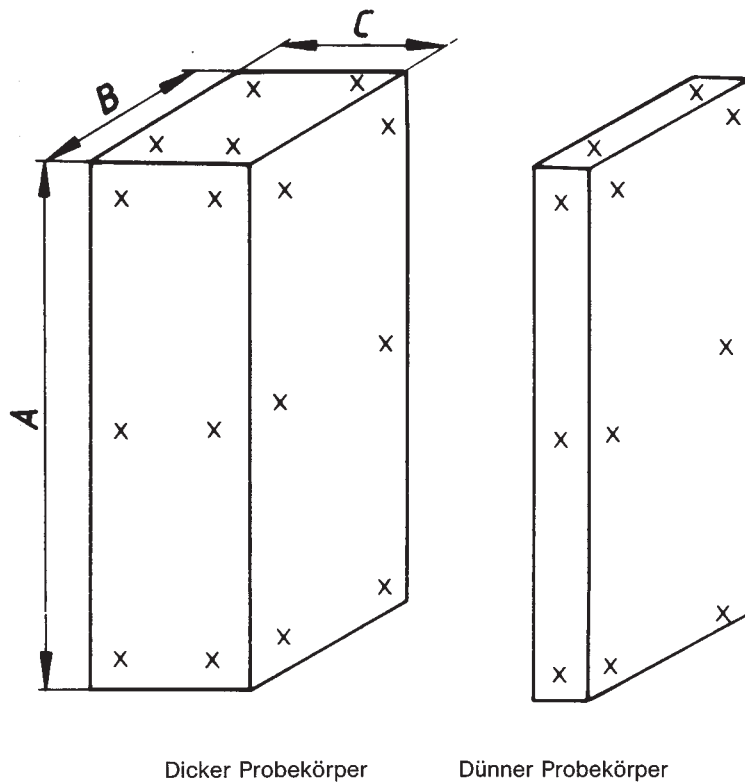
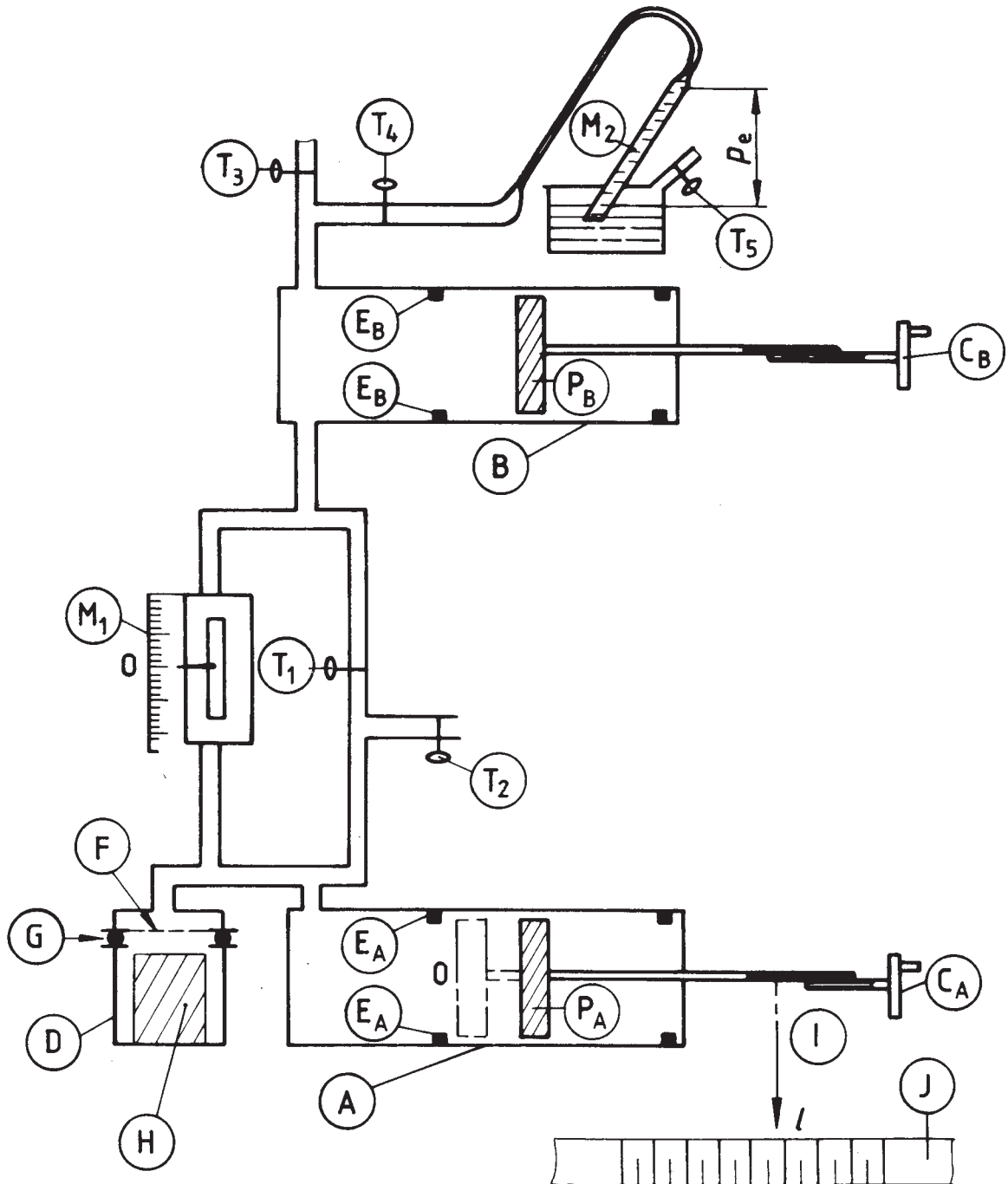


Bild 2. Lage der Meßpunkte

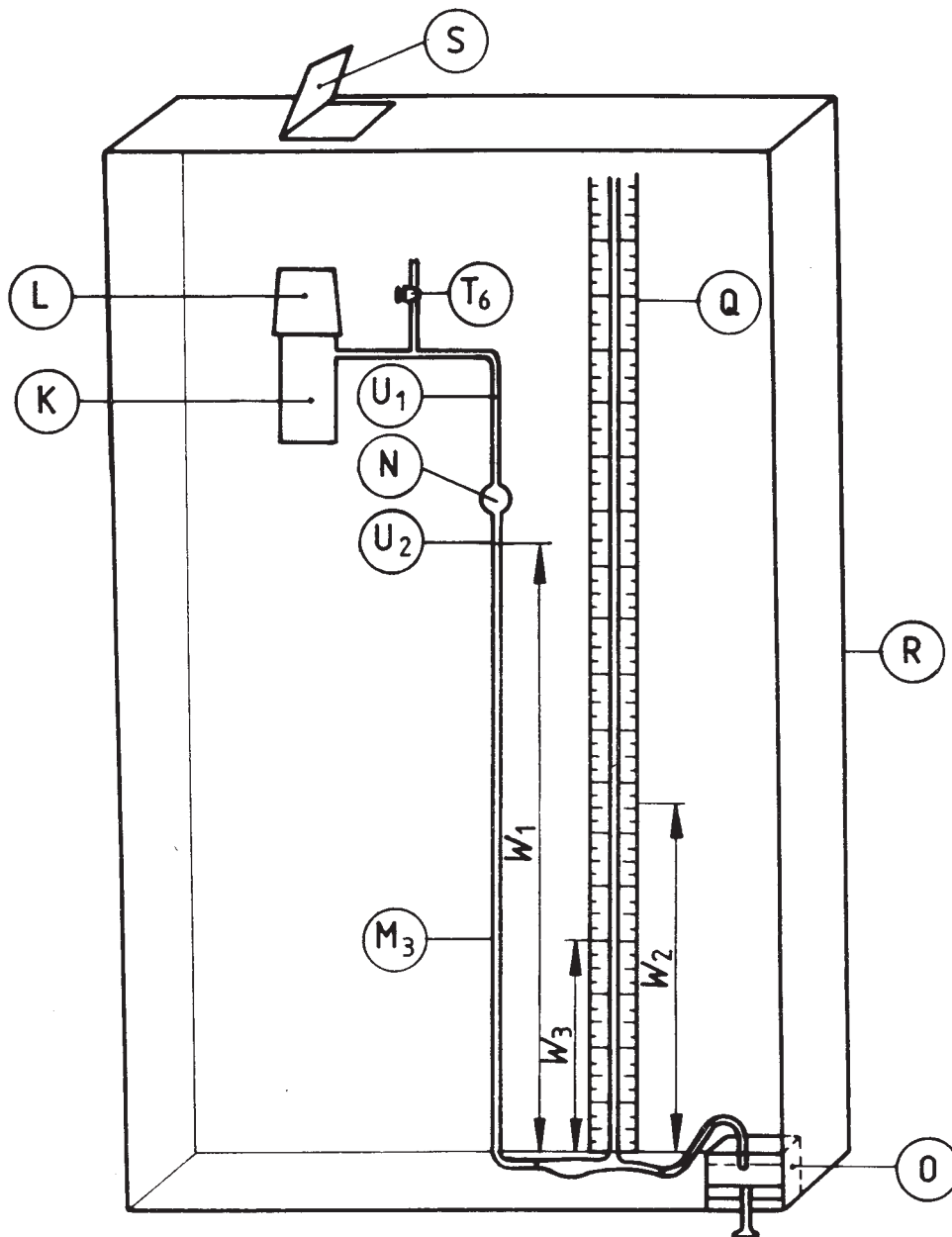




**Legende**

- |    |                                   |    |                             |    |           |
|----|-----------------------------------|----|-----------------------------|----|-----------|
| A  | Prüfkammer                        | F  | Filter                      | PA | } Kolben  |
| B  | Kammer mit verringertem Druck     | G  | Luftdichte Abdichtung       | PB |           |
| CA | } Kurbeln                         | H  | Probekörper                 | T1 | } Ventile |
| CB |                                   | I  | Anzeige                     | T2 |           |
| D  | Meßkammer                         | J  | Skale                       | T3 |           |
| EA | } Endpunkte der<br>Kolbenbewegung | M1 | } Differentialdruckmeßgerät | T4 |           |
| EB |                                   | M2 |                             | T5 |           |

Bild 3. Schema der Prüfapparatur zur Bestimmung des gasdichten Volumens  $V_1$  nach Verfahren 1



**Legende**

|                |                                   |                |                      |
|----------------|-----------------------------------|----------------|----------------------|
| K              | Probekörperkammer                 | S              | Klappe               |
| L              | Glas-Verschlußstopfen mit Schliff | T <sub>6</sub> | Ventil               |
| M <sub>3</sub> | Druckmeßgerät                     | U <sub>1</sub> | } Marken             |
| N              | Ausdehnungskolben                 | U <sub>2</sub> |                      |
| O              | Ausgleichsbehälter                | W <sub>1</sub> | } Flüssigkeitsstände |
| Q              | Skale                             | W <sub>2</sub> |                      |
| R              | Zugfreies Gehäuse                 | W <sub>3</sub> |                      |

Bild 4. Schema der Prüfapparatur zur Bestimmung des gasdichten Volumens  $V_i$  nach Verfahren 2

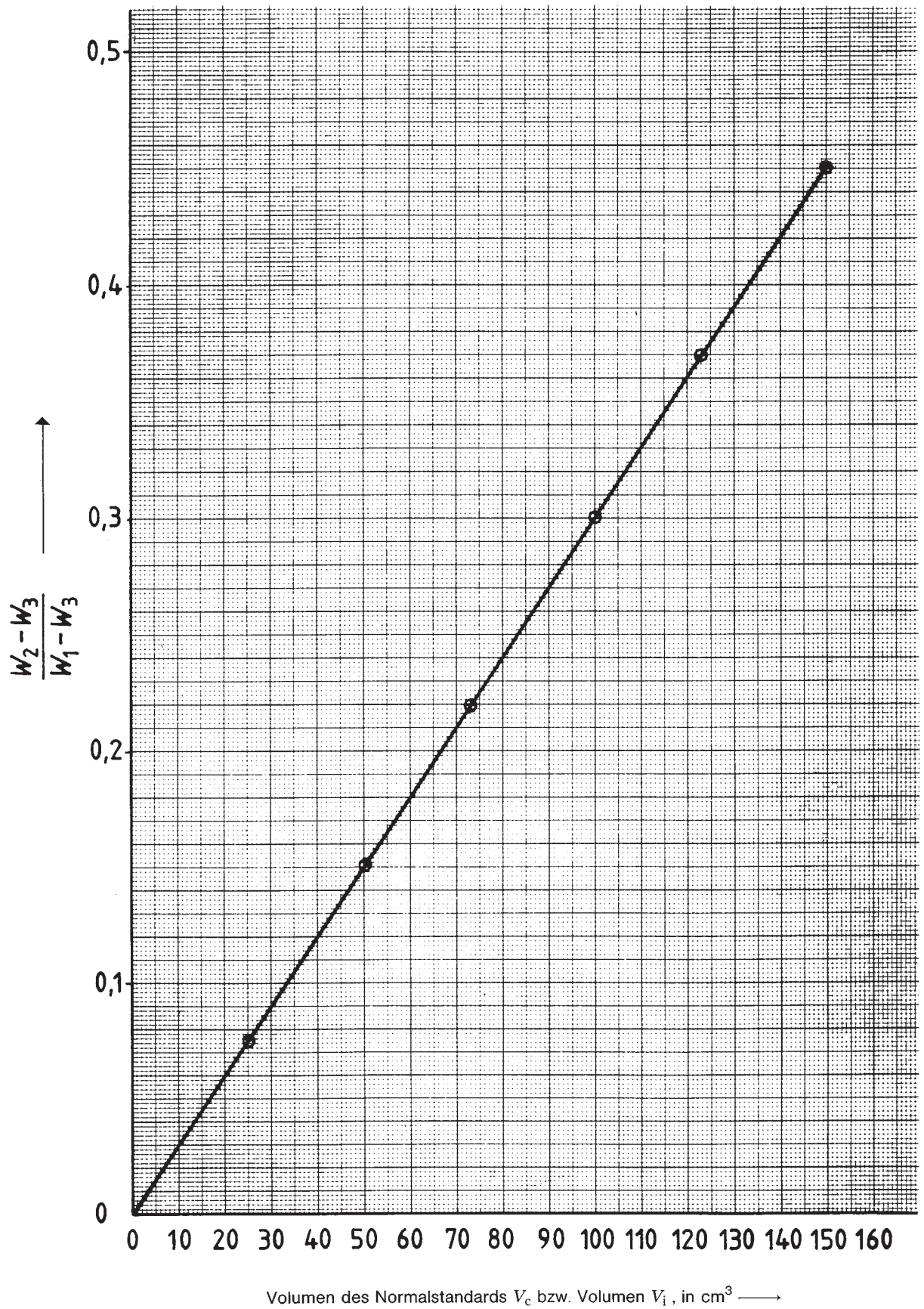


Bild 5. Kalibrierkurve für Verfahren 2,  $\frac{W_2 - W_3}{W_1 - W_3}$  in Abhängigkeit vom Volumen des Normalstandards  $V_c$

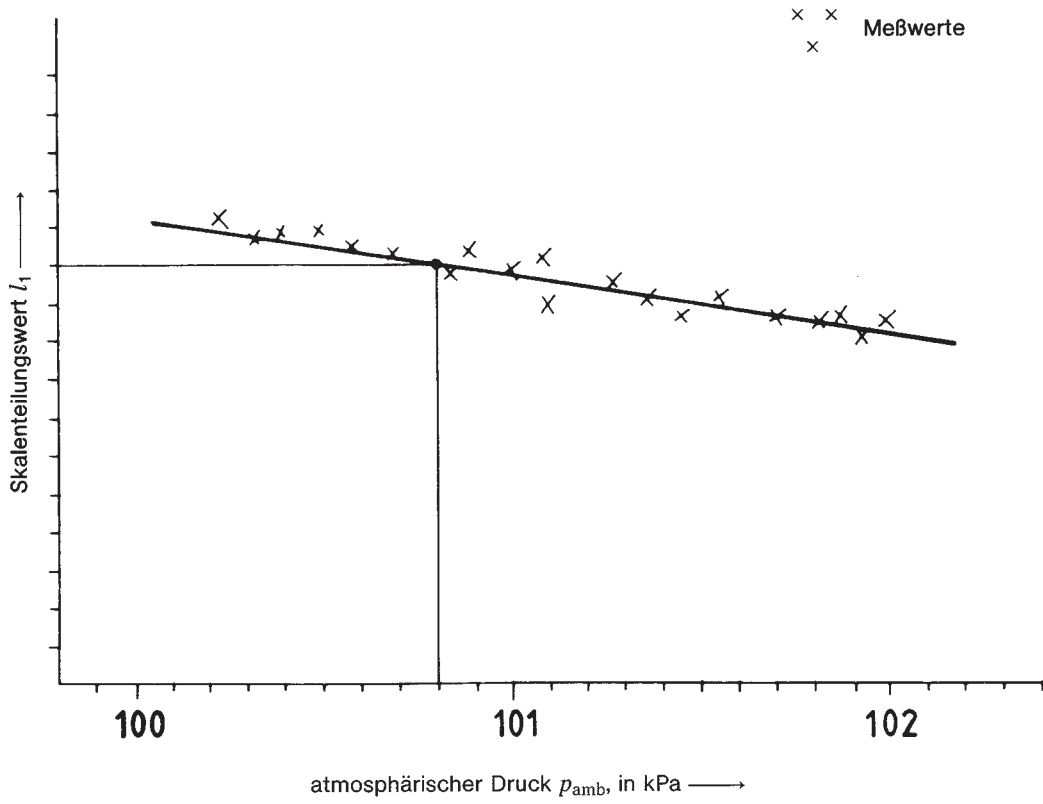


Bild 6. Kalibrierkurve für Verfahren 1, Skalenteilungswert  $l_1$  in Abhängigkeit vom atmosphärischen Druck  $p_{amb}$  zum Zeitpunkt der Prüfungen bei einer gegebenen Druckverringernung  $p_e = - 200 \text{ mm H}_2\text{O}$

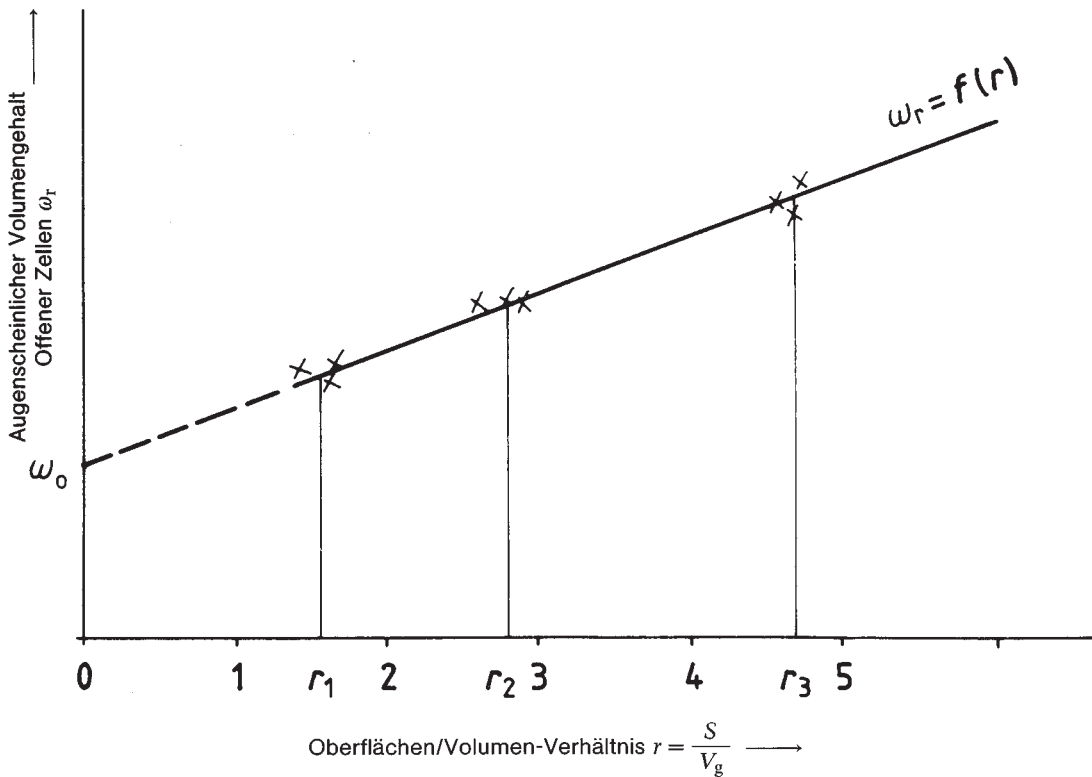


Bild 7. Kurve zur Bestimmung der Korrekturfaktoren für bei Herstellung der Probekörper geöffneter Zellen

Ende der deutschen Übersetzung