
Norme internationale



4897

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

Plastiques alvéolaires — Détermination du coefficient de dilatation linéique thermique des plastiques alvéolaires rigides aux températures inférieures à l'ambiante

Cellular plastics — Determination of the coefficient of linear thermal expansion of rigid materials at sub-ambient temperatures

Première édition — 1985-04-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4897:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3927d1a9-78fe-4fed-a737-2b6dfc6c03eb/iso-4897-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3927d1a9-78fe-4fed-a737-2b6dfc6c03eb/iso-4897-1985>

CDU 678-405.8 : 536.413.2

Réf. n° : ISO 4897-1985 (F)

Descripteurs : plastique, produit alvéolaire rigide, essai, détermination, dilatation thermique, 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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4897 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

[ISO 4897:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3927d1a9-78fe-4fed-a737-2b6dfc6c03eb/iso-4897-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3927d1a9-78fe-4fed-a737-2b6dfc6c03eb/iso-4897-1985>

Plastiques alvéolaires — Détermination du coefficient de dilatation linéique thermique des plastiques alvéolaires rigides aux températures inférieures à l'ambiante

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de détermination du coefficient de dilatation linéique thermique des plastiques alvéolaires rigides aux températures inférieures à l'ambiante. La méthode A est celle recommandée aux environs de la température ambiante car elle fournit une valeur relative à une grande éprouvette, à une température donnée, ce qui est plus représentatif du matériau ou du produit, du fait de l'anisotropie, etc. Dans la pratique, des difficultés peuvent être rencontrées pour assurer de façon précise l'uniformité de la température à l'intérieur de la chambre d'essai, en dessous de $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dans ce cas, la méthode B est à utiliser pour obtenir un coefficient moyen dans la gamme de températures entre les températures cryogénique et ambiante.

Les valeurs obtenues lors de ces essais ne doivent être utilisées que pour l'échantillon spécifique soumis à l'essai au moment de l'essai. Ces essais ne sont pas destinés à fournir des informations générales concernant un matériau et ne peuvent pas être utilisés pour prévoir le comportement ultérieur de ce même matériau.

Des précautions doivent être prises également lors de l'exploitation de la valeur obtenue dans cet essai pour le calcul du coefficient de dilatation global de produits composites, dont le matériau soumis à l'essai est un élément.

De nombreux matériaux alvéolaires rigides ne sont pas isotropes. Ceci est généralement attribué au fait que les alvéoles du matériau, sont allongés dans une direction privilégiée. Celle-ci est notée, dans ces méthodes, comme la «direction d'anisotropie». Les essais effectués dans cette direction donnent habituellement des résultats différents de ceux obtenus à partir d'autres directions d'essai. La direction d'anisotropie peut varier à l'intérieur d'un matériau et ainsi, le nombre d'éprouvettes requises pour la spécification du matériau sera en général plus élevé que celui donné dans la présente Norme internationale.

2 Références

ISO 291, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*.

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

3 Définition

coefficient de dilatation linéique thermique: Variation de la longueur unité lorsque la température varie de 1 degré Celsius.

4 Méthode A

4.1 Appareillage

Un appareillage qui s'est révélé approprié comprend les éléments suivants.

4.1.1 Chambre d'essai et dispositif de refroidissement

La chambre d'essai doit consister en une enceinte correctement calorifugée, de dimensions intérieures voisines de $400\text{ mm} \times 1\,000\text{ mm} \times 150\text{ mm}$, ayant des fenêtres d'observation, situées à $900 \pm 10\text{ mm}$ l'une de l'autre. Ces fenêtres doivent être calorifugées à l'aide de tampons isolants, pour assurer une répartition uniforme de la température, excepté pendant les observations.

La chambre doit être munie d'un système de refroidissement réalisé de façon à obtenir à l'intérieur une répartition de températures inférieures à l'ambiante satisfaisant aux dispositions de 4.4. Une enceinte et un système de refroidissement adéquats sont décrits dans l'annexe et illustrés par les figures 1 et 2.

NOTE — La pratique montre que l'azote liquide s'avère être le meilleur fluide réfrigérant.

4.1.2 Matériau pour la longueur de référence

À l'intérieur de l'enceinte, positionner un matériau que définira une longueur de référence de $880 \pm 5\text{ mm}$ de façon que les repères situés à ses extrémités soient au même niveau et dans le même plan vertical que les traits de référence situés sur l'éprouvette. Le coefficient de dilatation du matériau constituant la longueur de référence doit être petit et connu avec justesse. Un matériau approprié est la silice, sous forme d'un barreau dont les extrémités sont en forme d'arêtes (voir figure 3). Ce barreau doit reposer sur des appuis de façon à empêcher toute incurvation.

4.1.3 Système de mesurage

Un microscope mobile ou un système équivalent, capable de mesurer à $0,01\text{ mm}$ près, doit être installé. On doit prendre soin de s'assurer que la direction du déplacement de l'instrument soit parallèle au bord de l'éprouvette.

4.1.4 Dispositifs de mesure des températures

Tout dispositif convenable peut être utilisé pour mesurer la température. Il doit être étalonné à 1 °C près dans la gamme de températures utilisées.

Les températures dans l'enceinte doivent être mesurées à l'aide d'un dispositif adéquat en au moins cinq positions réparties à égale distance sur toute la longueur de l'éprouvette.

4.2 Éprouvettes

L'éprouvette doit être un panneau rectangulaire ayant les dimensions suivantes :

- 900 + 20₀ mm de longueur;
- 100 à 300 mm de largeur;
- 25 à 50 mm d'épaisseur.

L'éprouvette doit être découpée sans déformation appréciable de la structure originelle des alvéoles; les surfaces doivent être parallèles, non cintrées et exemptes de peaux (la découpe au fil chaud est interdite).

À chaque extrémité du panneau, on doit fixer les repères. Ils peuvent être constitués, par exemple, par des lamés de rasoir fixés d'une façon rigide aux coins à l'aide de punaises, de façon que l'arête se projette au-delà du bord de l'échantillon et perpendiculairement à sa longueur (voir figure 3).

4.3 Conditionnement

Conditionner les éprouvettes à 23 ± 2 °C et à 50 ± 5 % d'humidité relative, durant au moins 16 h. L'essai doit se dérouler immédiatement après le conditionnement.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Déterminer les dimensions de l'éprouvette et de la longueur de référence conformément à l'ISO 1923.

4.4.2 Faire reposer l'éprouvette sur des appuis dans l'appareil de façon qu'elle ne s'affaisse pas, soit libre de se déplacer et que l'air circule librement tout autour. Positionner les extrémités de l'échantillon comportant les repères, en centrant ces derniers sur l'axe des fenêtres et symétriquement par rapport à la longueur de référence. Introduire ensuite les dispositifs de mesure des températures et mettre en marche le ventilateur (si on l'utilise). Une fois la température stabilisée à ± 2 °C durant 30 min, mesurer la différence entre la longueur de l'éprouvette et la longueur de référence.

4.4.3 Ajuster le thermostat pour abaisser la température d'environ 20 °C et fixer les tampons dans les fenêtres d'observation. Une fois la température intérieure stabilisée à ± 2 °C durant 20 min, mesurer à nouveau la différence entre la longueur de l'éprouvette et la longueur de référence. Répéter ce mesurage approximativement toutes les 5 min jusqu'à ce que trois mesures consécutives coïncident à 0,03 mm près.

4.4.4 Répéter le mode opératoire ci-dessus, jusqu'à ce que la valeur la plus basse spécifiée pour la température soit atteinte. Effectuer également des mesurages, une fois l'appareillage ramené à la température ambiante, tout en observant les mêmes précautions pour l'établissement de l'équilibre thermique. Vérifier la température dans l'enceinte avant et après chaque mesurage de longueur; la moyenne de l'ensemble des lectures de la température doit être associée à la longueur mesurée. La différence de température moyenne aussitôt avant et après le mesurage ne doit pas dépasser 2 °C, et la différence correspondante de température avec la température indiquée par un quelconque des dispositifs de mesure des températures ne doit pas dépasser 5 °C.

4.5 Expression des résultats

Utiliser les résultats obtenus pour tracer une courbe représentant la longueur de l'éprouvette en fonction de la température. Dans les calculs, faire une correction pour tenir compte de la variation de la longueur de référence. Les résultats doivent tous se situer sur une courbe régulière, et il ne doit pas y avoir d'hystérésis significative entre les points correspondants à la montée et à la descente en température. Si une hystérésis significative apparaît, répéter la détermination en laissant plus de temps à l'éprouvette pour atteindre l'équilibre thermique.

Déterminer comme suit le coefficient de dilatation linéique moyen dans la gamme de températures choisie :

Relever sur la courbe, les valeurs de la longueur de l'éprouvette aux valeurs maximale et minimale des températures de la gamme dans laquelle on cherche à déterminer le coefficient. Calculer le coefficient moyen, dans la gamme de températures choisie, à l'aide de l'équation

$$\bar{\alpha} = \frac{\Delta L}{L_0} \times \frac{1}{T_1 - T_2}$$

où

$\bar{\alpha}$ est le coefficient de dilatation linéique moyen, en kelvins à la puissance moins un;

T_1 est la température la plus haute choisie, en kelvins;

T_2 est la température la plus basse choisie, en kelvins;

ΔL est la variation de longueur, en millimètres, de l'éprouvette entre les températures T_1 et T_2 ;

L_0 est la longueur initiale, en millimètres, de l'éprouvette à 23 ± 2 °C.

4.6 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la présente Norme internationale, suivie de l'indication: « méthode A »;
- b) description et identification de l'échantillon;
- c) ancienneté de l'échantillon et date de l'essai;

- d) direction de toute anisotropie connue, par rapport à la longueur mesurée;
- e) coefficient moyen de dilatation linéique avec deux chiffres significatifs, et gamme de températures à laquelle le résultat se réfère;
- f) copie de la courbe expérimentale;
- g) détails du conditionnement, autres que ceux spécifiés en 4.3.

5 Méthode B

5.1 Appareillage

L'appareillage est représenté aux figures 4 et 5 et comprend les éléments suivants.

5.1.1 Tube porte-épreuve en silice (1), fixé en position verticale sur un support de laboratoire (2) et ayant un diamètre intérieur de 32 mm et une hauteur de 250 mm. L'extrémité inférieure de ce tube en silice est formée par une paroi horizontale de même nature (3) soudée en position rigoureusement perpendiculaire à l'axe du tube; cette paroi sert de surface d'appui à l'éprouvette (4). Une ouverture (5), d'une hauteur d'environ 55 mm et d'une largeur de 24 mm à la partie inférieure du tube, permet l'introduction de l'éprouvette et son positionnement.

5.1.2 Piston en silice (6), constitué d'une tige (diamètre 10 mm, hauteur 225 mm) et d'une embase cylindrique (diamètre 25 mm, hauteur 5 mm), servant de capteur de déplacement. Son centrage à l'intérieur du tube porte-épreuve se fait à l'aide d'une rondelle (7) confectionnée en alliage léger, positionnée à la partie supérieure du tube.

L'ensemble tube porte-épreuve/piston en silice est fixé au support (2) à l'aide d'une pièce métallique de serrage (8) et d'une tige de fixation.

5.1.3 Micromètre (9), fixé sur le même support (2) permettant une lecture à 0,001 mm près. La pointe du palpeur est centrée sur la tige du piston. La réaction du micromètre et le poids du piston exercent sur l'éprouvette une force de l'ordre de 1,4 N.

Matériel auxiliaire:

5.1.4 Vase de Dewar, d'une capacité d'environ 2 l, fixé dans un carter isolant à base plane.

5.1.5 Support élévateur, destiné au déplacement vertical et continu du vase de Dewar.

5.1.6 Récipient de liquide cryogénique.

5.1.7 Scie fine, munie d'un dispositif de découpe des éprouvettes.

5.1.8 Éprouvette de référence, ayant un coefficient de dilatation connu (Cu, Al, verre, etc.) pouvant servir à la vérification de l'appareillage et de la reproductibilité des mesures. Leurs dimensions doivent être de 20 mm de diamètre et de 50 mm de hauteur.

5.2 Éprouvettes

5.2.1 Dimensions

Les éprouvettes doivent être constituées par des parallélépipèdes de section carrée ayant les dimensions suivantes : longueur 50 ± 1 mm; section 20 ± 1 mm \times 20 ± 1 mm.

5.2.2 Préparation

Découper les éprouvettes au cœur du produit à l'aide d'une scie adéquate pour obtenir un bon état de surface et veiller à ce que le parallélisme des faces ainsi que l'orthogonalité des faces latérales rectangulaires les unes par rapport aux autres soient assurés.

Certaines matières plastiques alvéolaires rigides étant des corps anisotropes, on doit noter le sens de prélèvement des éprouvettes par rapport au sens de l'expansion ou, simplement, par rapport aux faces du panneau d'où l'on a prélevé l'échantillon.

5.2.3 Nombre d'éprouvettes

Au moins cinq éprouvettes doivent être soumises à l'essai.

5.3 Conditionnement

Voir 4.3.

5.4 Mode opératoire

5.4.1 Opérer dans un local climatisé, où la température choisie entre 20 et 25 °C (T_0) est maintenue constante à 1 °C près, ou, à défaut, introduire l'ensemble de l'appareillage dans une enceinte climatisée suivant ces conditions.

5.4.2 Déterminer, selon l'ISO 1923, la longueur L_0 de l'éprouvette (correspondant à la température T_0), à 0,1 mm près.

5.4.3 Placer l'éprouvette dans le tube porte-épreuve (5.1.1) et disposer le piston capteur de déplacement (5.1.2) de façon qu'il soit bien centré et en contact avec la face supérieure de l'éprouvette. Positionner le micromètre (5.1.3) en contact avec le piston et régler son cadran pour qu'il marque la graduation «0» à la température T_0 . La réaction du micromètre et le poids du piston assurent un bon contact entre l'éprouvette et le piston capteur de déplacement.

5.4.4 À l'aide du support élévateur (5.1.5), faire monter progressivement le vase de Dewar (5.1.4) rempli du liquide cryogénique (5.1.6), en évitant un bouillonnement trop violent, de façon que, finalement, l'éprouvette soit complètement immergée dans le liquide et que la surface de ce dernier dépasse d'au moins 30 mm l'éprouvette. Après un temps de stabilisation d'environ 10 min, lire la graduation (ΔL) sur laquelle s'est arrêtée l'aiguille du comparateur.

5.4.5 Descendre le vase de Dewar et laisser remonter la température de l'éprouvette et de l'appareillage jusqu'à la température T_0 du local. Il est possible d'accélérer la remontée de température de l'appareillage en utilisant une ventilation à faible débit.

NOTE — Le contact direct entre le liquide cryogénique et l'éprouvette doit être évité, le cylindre porte-éprouvette peut être protégé par une chemise métallique de diamètre légèrement supérieur. Dans ce cas, la température finale T de l'éprouvette doit être mesurée à l'aide d'un thermocouple.

5.5 Expression des résultats

Le coefficient de dilatation linéique moyen, $\bar{\alpha}$, entre les températures T_0 et T est donné, en kelvins à la puissance moins un, par la formule

$$\bar{\alpha} = \frac{1}{L_0} \times \frac{\Delta L}{T_0 - T}$$

où

L_0 est la longueur initiale, en millimètres, de l'éprouvette;

T_0 est la température, exprimée en kelvins, du local;

T est la température d'évaporation, exprimée en kelvins, du liquide cryogénique utilisé;

ΔL est la lecture du micromètre, exprimée en millimètres, indiquant la contraction de l'éprouvette.

5.6 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la présente Norme internationale, suivie de l'indication: « méthode B »;
- b) description et identification de l'échantillon;
- c) ancienneté de l'échantillon et date de l'essai;
- d) conditionnement subi par les éprouvettes;
- e) température du local au moment de l'essai;
- f) température d'évaporation et nature du fluide cryogénique;
- g) sens de prélèvement des éprouvettes;
- h) coefficient moyen de dilatation linéique avec deux chiffres significatifs;
- j) éventuelles déformations ou altérations du matériau alvéolaire;
- k) détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ainsi que les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

5.7 Remarques concernant la méthode B

1 Le choix de la silice pour la réalisation de la majeure partie du dispositif d'essai a découlé d'essais comparatifs effectués avec des supports d'éprouvettes de structures diverses et

réalisés en métal. Les résultats peu sûrs obtenus avec ces derniers ont conduit à la réalisation du modèle décrit ici. Le coefficient moyen de contraction de la silice entre la température ambiante et les températures cryogéniques est de l'ordre de $0,02 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$; celui des plastiques alvéolaires varie de 2 à $10 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$.

2 La méthode B concerne le mesurage du coefficient **moyen** de contraction entre deux températures extrêmes données et ne saurait se substituer, dans tous les cas, à la détermination du coefficient vrai de contraction en fonction de la température. Néanmoins, elle présente de grands avantages : sa simplicité et l'économie de moyens qu'elle permet, sans renoncer pour cela à la précision.

3 La mise en contact direct de bains cryogéniques avec les éprouvettes a été expérimentée sur une large gamme de plastiques alvéolaires sans provoquer, semble-t-il, de perturbations (par exemple choc thermique) sur l'état physique de ceux-ci, donc sur les mesures. Après leur retour à la température ambiante, les éprouvettes retrouvent pratiquement leur longueur initiale (les déformations rémanentes, si on en constate, sont de l'ordre de grandeur de la reproductibilité de la mesure). De plus, des mesurages successifs sur le même échantillon, par immersion dans l'azote liquide, donnent des résultats assez reproductibles.

4 Il se peut, dans certains cas (ceci a été vérifié par exemple sur des échantillons de polystyrène expansé), que le coefficient de contraction moyen mesuré par cette méthode (entre la température d'un bain d'azote liquide et la température ambiante):

ISO 4897:1985
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/117678fe-4fed-a737-2b6466c03eb/iso-4897-1985>

$$\bar{\alpha} = \frac{1}{L_0} \times \frac{\Delta L}{\Delta T}$$

soit égal au coefficient de contraction vrai:

$$\alpha(T) = \frac{1}{L} \times \frac{dL}{dT}$$

c'est-à-dire qu'on se trouve dans le cas où $\alpha(T) = \text{constante}$ dans la gamme de températures considérée.

Par contre, si le coefficient vrai varie avec la température dans la gamme considérée, $\bar{\alpha} = \alpha(T)$, il faut se garder d'utiliser la valeur $\bar{\alpha}$ obtenue entre deux températures extrêmes, pour prévoir le comportement du matériau alvéolaire dans d'autres conditions, même par exemple entre l'une des températures extrêmes et une température comprise dans la gamme. Pour un matériau alvéolaire autre que le polystyrène, on a en effet trouvé, par exemple, à partir de courbes de coefficient vrai de dilatation:

$$\bar{\alpha} \text{ entre } +20 \text{ et } -190 \text{ }^\circ\text{C} = 8 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$$

$$\bar{\alpha} \text{ entre } +20 \text{ et } -50 \text{ }^\circ\text{C} = 15,5 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$$

Si donc on désire, pour certains matériaux alvéolaires, connaître le coefficient de contraction moyen entre deux températures quelconques, la méthode B ne peut être utilisée en général à cette fin. Elle peut être néanmoins adaptée à ce problème, en remplaçant le micromètre de mesurage par un capteur de déplacement pouvant fournir un signal électrique qu'on recueillera sur un enregistreur en fonction de la température de l'éprouvette, cette température étant imposée par un bain liquide entourant l'éprouvette et étant commandée suivant un programme préétabli sur thermostat.

Annexe

Appareillage préconisé pour la méthode A

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

Un appareillage adéquat est représenté aux figures 1 et 2 et comprend les éléments suivants.

A.1 Chambre d'essai, formée d'une enceinte (voir figure 1) constituée d'un matériau bon isolant thermique aux températures inférieures à l'ambiante. Les dimensions internes de cette enceinte doivent être approximativement 400 mm × 1 000 mm × 150 mm, la paroi ayant une épaisseur d'au moins 100 mm. Sur la face avant, deux fenêtres d'observation d'environ 50 mm de diamètre doivent être pratiquées, leurs centres étant distants de 900 ± 10 mm, de façon que les extrémités de l'éprouvette soient visibles à n'importe quelle température. Ces ouvertures doivent être obturées à l'intérieur de l'enceinte par une glace mince; des tampons pour obturer les fenêtres d'observation doivent être confectionnés. Dans la partie arrière de l'enceinte, un serpentin de refroidissement, formé de trois spires de tube de cuivre de 5 mm de diamètre, s'étendant le long de l'enceinte, doit être mis en place. À sa partie supérieure, des orifices de 1,5 mm de diamètre doivent être percés. Le serpentin doit être fermé à une extrémité, l'autre

extrémité étant reliée à un récipient d'azote liquide à l'aide d'un conduit très soigneusement calorifugé (voir figure 2). Un ventilateur doit être installé dans l'enceinte pour minimiser les variations de température.

A.2 Système réfrigérant.

L'azote liquide doit alimenter le serpentin de réfrigération par pressurisation du récipient d'azote liquide avec de l'air ou de l'azote comprimés (voir figure 2). Le débit d'azote liquide vers le serpentin doit être réglé à l'aide d'une vanne asservie à un thermostat, ce qui permettra d'évacuer l'air de pressurisation vers l'atmosphère pour réduire la pression dans le récipient d'azote liquide et ainsi, de disposer d'un orifice pour prévenir tout bouillonnement de l'azote liquide dans son récipient. Un vase d'expansion doit être installé sur le système d'air comprimé pour éliminer les à-coups de la régulation de la température, ainsi qu'un manomètre de 20 kPa* qui indiquera la pression de l'air avec la précision requise.

[ISO 4897:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3927d1a9-78fe-4fed-a737-2b6dfc6c03eb/iso-4897-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3927d1a9-78fe-4fed-a737-2b6dfc6c03eb/iso-4897-1985>

* 1 kPa = 1 kN/m²

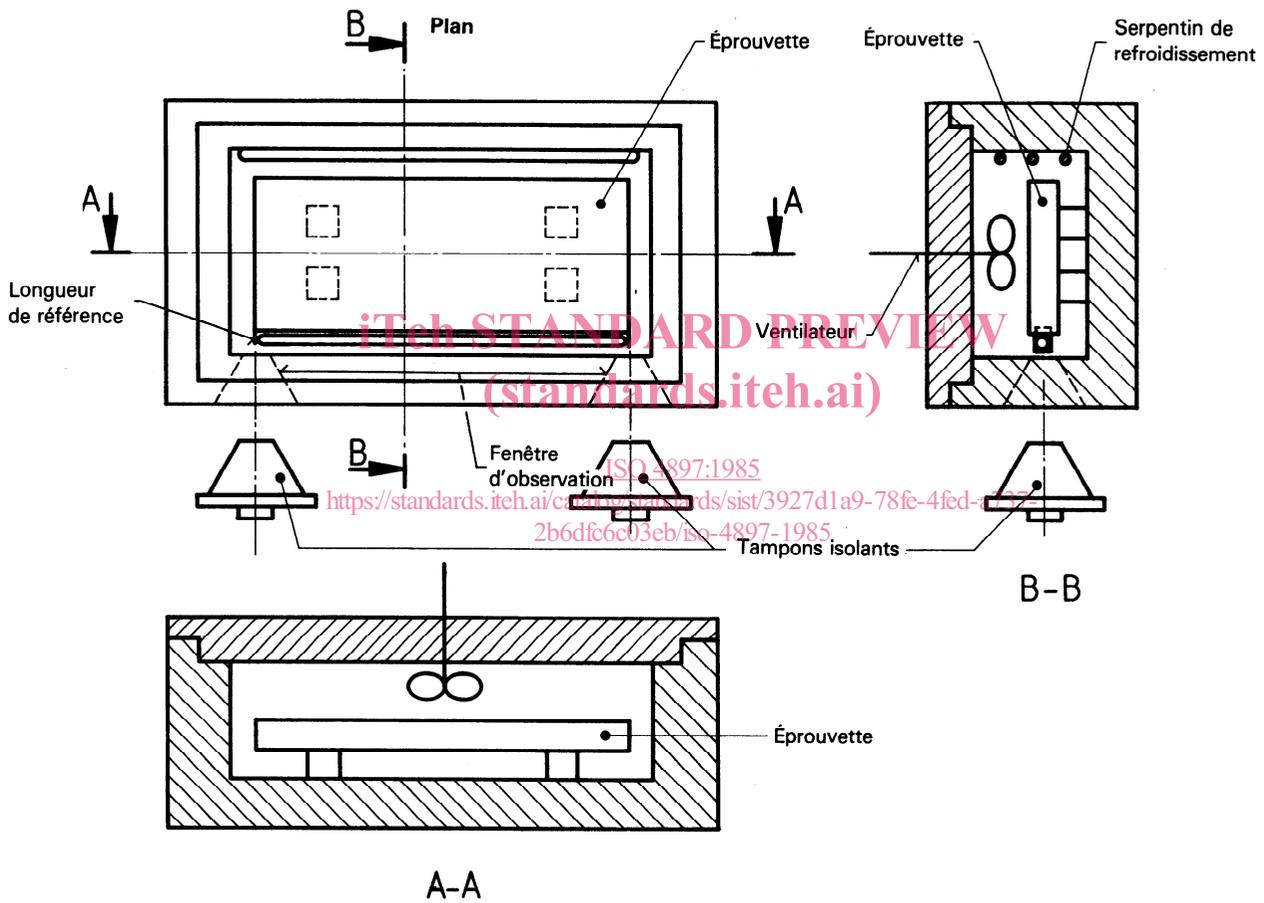
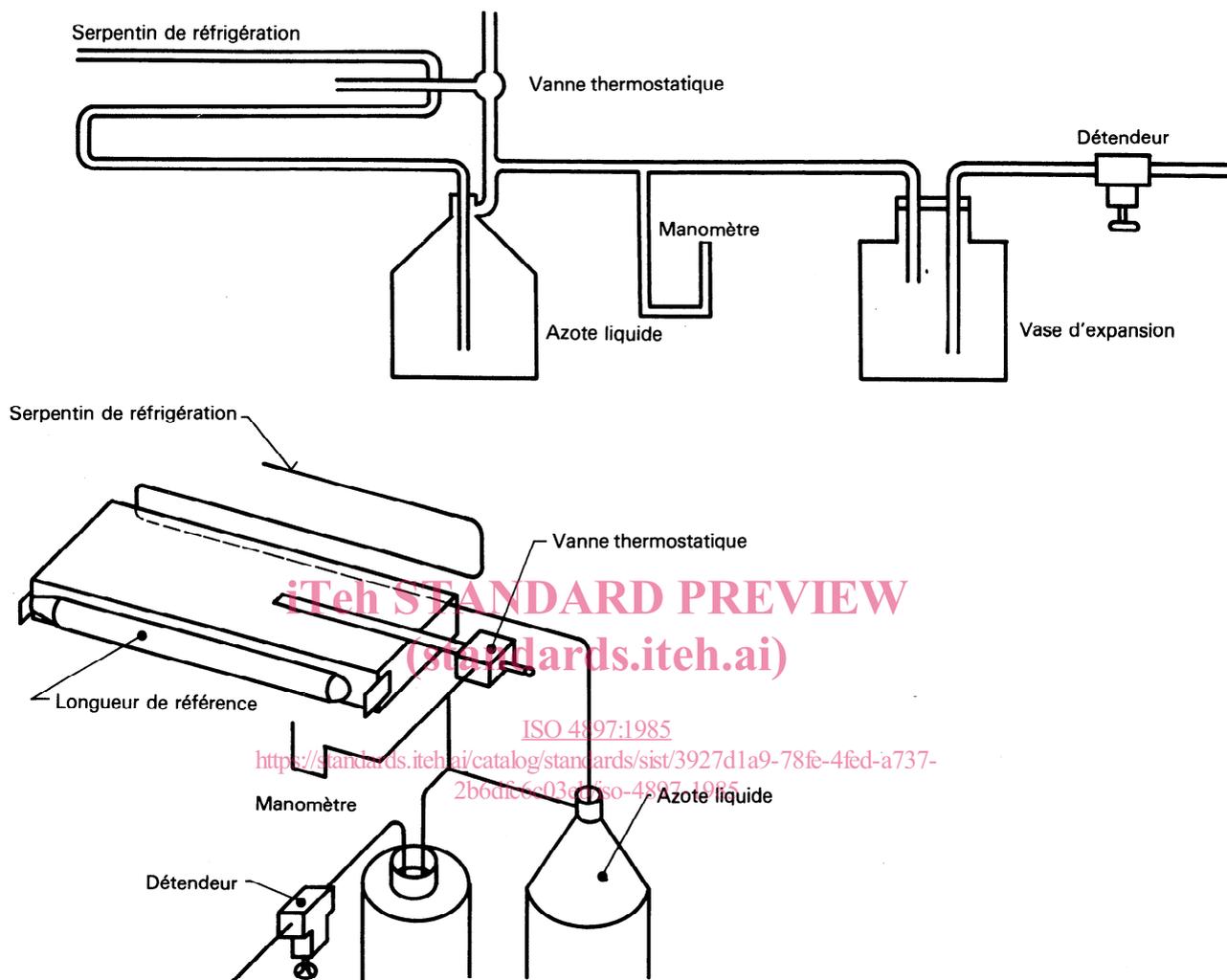


Figure 1 — Appareillage préconisé pour la détermination du coefficient de dilatation linéique thermique aux températures inférieures à l'ambiante pour la méthode A



NOTE — L'attention est attirée sur le fait que ce système spécial de réfrigération fait l'objet d'un brevet.

Figure 2 — Schéma du système de réfrigération préconisé pour la méthode A

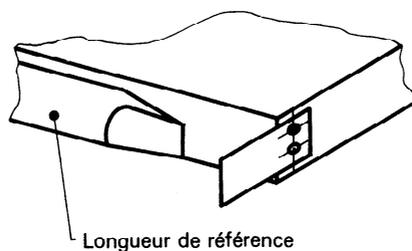


Figure 3 — Repères sur l'éprouvette préconisés pour la méthode A