

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
22007-1**

Первое издание
2009-07-01

Пластмассы. Определение теплопроводности и термической диффузии.

Часть 1. Общие принципы

Plastics — Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity —

Part 1: General principles

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 22007-1:2009(R)

© ISO 2009

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22007-1:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6db69437-9b82-48ca-ba76-915a50183a79/iso-22007-1-2009>



ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принципы	3
5 Методы испытания	4
5.1 Общие положения	4
5.2 Метод нагревательной проволоки	6
5.3 Метод с применением линейного источника	7
5.4 Метод нестационарного режима с применением плоского источника	8
5.5 Метод анализа температурной волны	8
5.6 Метод лазерной вспышки	9
5.7 Методы с применением защиты	10
5.7.1 Метод с применением закрытой нагревательной пластины	10
5.7.2 Метод с использованием защищенного тепломера	11
6 Протокол испытания	12
Приложение А (информативное) Источники неопределенности в методах измерения нестационарных процессов	13
Библиография	19

[ISO 22007-1:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6db69437-9b82-48ca-ba76-915a50183a79/iso-22007-1-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6db69437-9b82-48ca-ba76-915a50183a79/iso-22007-1-2009>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Части 2 Директив ISO-IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких бы то ни было или всех подобных патентных прав.

ISO 22007-1 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 61, *Пластмассы*, Подкомитетом SC 5, *Физико-химические свойства*.

ISO 22007 включает в себя следующие части под общим названием *Пластмассы. Определение теплопроводности и термической диффузии*:

- *Часть 1. Общие принципы*
- *Часть 2. Метод с применением переходного плоского источника тепла (нагретого диска)*
- *Часть 3. Метод с применением анализа температурной волны*
- *Часть 4. Метод с применением лазерной вспышки*
- *Часть 5. Определение теплопроводности и термической диффузии поли(метилметакрилата)*
[Технический Отчет] (находится в стадии подготовки)

Пластмассы. Определение теплопроводности и термической диффузии.

Часть 1.

Общие принципы

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Пользователи настоящего международного стандарта должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. В данном стандарте не ставится задачи решить все связанные с его использованием проблемы безопасности, если таковые существуют. Пользователь сам несет ответственность за установление правил техники безопасности и охраны здоровья, а также обеспечение соответствия нормативным требованиям.

1 Область применения

В настоящей части ISO 22007 дается вводная информация по методам определения теплопроводности и термической диффузии полимерных материалов. Существуют разные техники измерений, некоторые из них могут лучше других подходить для материала конкретного типа, состояния и формы. Настоящая часть ISO 22007 дает широкий обзор техники измерения. Конкретные стандарты на подобные техники измерения, на которые ссылается настоящая часть ISO 22007, применяются при выполнении существующих в настоящее время методов испытания.

[ISO 22007-1:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6db69437-9b82-48ca-ba76-915a50183a79/iso-22007-1-2009)

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны для применения данного документа. Для датированных ссылок применяется только указанное издание. Для недатированных ссылок применяется самое последнее издание указанного документа (включая все изменения).

ISO 472, *Пластмассы. Словарь*

3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются термины и определения, приведенные в ISO 472, а также следующие.

3.1

тепловой импульс

heat pulse

тепловой эффект в виде импульса, производимого источником тепла

3.2

энергия теплового импульса

heat pulse energy

количество тепловой энергии, производимой источником тепла во время теплового импульса

ПРИМЕЧАНИЕ Выражается в джоулях (Дж).

3.3
источник тепла
heat source
нагревательное устройство в виде проволоки, полоски, пластины или фольги, вставленных в образец или прикрепленных к образцу для испытания, или область, облучаемая падающим светом, например, лазером

3.4
(удельный) тепловой поток
heat flux
q
тепловыделение плоского источника тепла, производимое за единицу времени на единицу площади

ПРИМЕЧАНИЕ Выражается в ваттах на квадратный метр (Вт/м²).

3.5
линейный (удельный) тепловой поток
linear heat flow
тепловыделение линейного источника тепла, производимое за единицу времени на единицу длины

ПРИМЕЧАНИЕ Выражается в ваттах на метр (Вт/м).

3.6
глубина проникновения
penetration depth
характеристический параметр, используемый для описания степени проникновения тепла в испытываемый образец во время нестационарного процесса измерения

ПРИМЕЧАНИЕ Выражается в метрах (м).

3.7
температура нестационарного поля
temperature transient
временное температурное возмущение в системе с исходной постоянной температурой, возникающее из-за теплового импульса в период, когда система еще не достигла равновесия

3.8
(удельная) объемная теплоемкость
volumetric heat capacity
произведение плотности на теплоемкость

ПРИМЕЧАНИЕ Выражается в джоулях на кубический метр-кельвин [Дж/(м³·К)].

3.9
термическая эффузивность
thermal effusivity
b
характеристика теплопередачи, задаваемая квадратным корнем из произведения теплопроводности на объемную теплоемкость:

$$b = \sqrt{\lambda \cdot \rho \cdot c_p}$$

где

λ теплопроводность;

ρ плотность;

c_p теплоемкость

ПРИМЕЧАНИЕ Выражается в джоулях на квадратный метр-кельвин-квадратный корень из секунды [Дж/(м²·К·с^{1/2})].

3.10

удельное термическое сопротивление

thermal resistivity

величина, обратная теплопроводности

ПРИМЕЧАНИЕ Выражается в метр-кельвинах на ватт [(м·К)/Вт].

4 Принципы

Теплопроводность относится именно к способу передачи тепла через проводимость. При измерениях теплопроводности могут иметь место другие способы передачи тепла, такие как конвекция, излучение и массообмен. Там, где значимы эти способы, измеренную характеристику обычно считают кажущейся или эффективной теплопроводностью. На теплопроводность оказывают влияние условия, при которых проводятся измерения, такие как температура и давление, а также изменение состава материала и ориентация образца, так как некоторые материалы не являются изотропными.

При стационарных методах определения теплопроводности пластмасс образцам простой конфигурации и надлежащих размеров, находящимся в контакте с источником тепла совместно с одним или несколькими температурными датчиками, которые могут быть объединены с источником тепла или находиться отдельно от него, дают достигнуть равновесия при заданной температуре. Методы нестационарного процесса могут быть контактными или бесконтактными. Нестационарный режим теплообмена создается тепловым импульсом для образования нестационарного температурного поля в образце. Изменение температуры с течением времени (температурный отклик) измеряется одним или несколькими датчиками, которые могут быть объединены с источником тепла, расположены на фиксированном расстоянии от источника тепла или, как в случае метода лазерной вспышки, расположены по другую сторону образца. Затем температурный отклик исследуют на модели, наборе растворов, разработанном для представительной схемы и предназначенном для конкретной конфигурации и принятых граничных условий. В зависимости от конфигурации образца и источника тепла и средств создания температурного поля можно получить одну или несколько теплофизических характеристик по отдельности или одновременно. Таблица 1 содержит сводную информацию по характеристикам различных типов контактного нестационарного метода и параметрам, которые могут быть определены с помощью их применения.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Большинство ненаполненных пластмасс попадает в категорию материалов со средней удельной теплопроводностью (от 0,1 Вт/м·К до 1 Вт/м·К). Их проводимость на порядок выше, чем у пен и изоляционных материалов, но примерно в пять раз меньше, чем проводимость керамики и стекла. При добавлении наполнителей теплопроводность пластмасс может кардинально возрасти. В зависимости от формы и состояния пластмассы можно применять разные методы испытания. Обзор данных методов приведен в Разделе 5. Подробные методы испытания содержатся в других частях ISO 22007 и других ссылочных стандартах.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Для верификации работы первичных методов и проверки вторичных методов необходимо применять стандартные образцы. Характеристики ряда твердых материалов были получены в национальных лабораториях по стандартизации, таких как NPL, NIST, LNE, NMIJ и PTB, но на настоящий момент известны только два материала, поли(метилметакрилат) и стекло Pyrex[®] 7740¹⁾, которые имеют теплопроводность в том же диапазоне, что и большинство полимерных и наполненных полимерных материалов. Полидиметилсилоксан и глицерин являются хорошо охарактеризованными жидкими стандартными образцами с теплопроводностями, находящимися в том же диапазоне, что и указанные пластмассы.

1) Pyrex является зарегистрированной торговой маркой Corning Incorporated. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящей части ISO 22007 и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении данной продукции.

Таблица 1 — Основные характеристики контактных методов определения теплопроводности пластмасс для нестационарных режимов теплообмена

Тип метода	Конфигурация источника тепла	Способ выработки тепла	Источник тепла/расположение датчика температуры	Измеренные и/или вычисленные параметры
Нагревательная проволока /линейный источник/ нагревательная полоса	Линия, полоса	Скачкообразный	Присоединенный ^a или расположенный отдельно ^b	λ, α (C_p и b для некоторых вариантов метода)
Импульсный нестационарный режим	Плоскость	Импульсный	Расположенный отдельно	α, C_p, λ
Плоский источник нестационарного режима	Диск	Импульсный	Присоединенный	α, C_p, λ
λ = удельная теплопроводность; α = термическая диффузия; b = термическая эффузивность; C_p = удельная теплоемкость				
^a Один датчик.				
^b Два датчика.				

5 Методы испытания

5.1 Общие положения

Разработано множество методов испытания, обеспечивающих способы измерения теплопроводности и термической диффузии на основе изложенного выше основного принципа. Обзор данных методов приведен в следующих подпунктах. Некоторые из данных методов обобщены в Таблице 2 и в последующем разъяснены более подробно. Все подробности методов испытания, описанных в пунктах от 5.4 до 5.6 можно найти в ISO 22007-2 [14], ISO 22007-3 [15] и ISO 22007-4 [16].

Таблица 2 — Схематические изображения различных контактных экспериментальных методов определения теплопроводности пластмасс для нестационарного температурного поля с указанием критических размеров

Метод	Конфигурация образца	Характерные параметры	Идеальная модель
Нагреваемый провод ^а		l = длина образца w = ширина образца, толщина d_p = диаметр проволочного зонда	$200d_p < w$ $l > 4w$
Линейный источник тепла ^а		w_s = активная зона l_p = длина зонда d_p = диаметр зонда d_s = диаметр образца	$w_s > 1,5l_p$ $l_p > 33d_p$ $d_s > 6d_p$
Нагревательная пластина ^б		w = ширина, толщина h = высота d_s = диаметр образца	$w, h, d_s > 3\sqrt{\alpha t_{\max}}$ где t_{\max} = максимальное время измерения
Плоский источник нестационарного режима ^б		d_p = диаметр источника тепла d_s = диаметр образца w = толщина образца	$d_s - d_p > 4\sqrt{\alpha t_{\max}}$ где t_{\max} = максимальное время измерения

^а Если образец не жидкий, то для нагреваемого провода или линейного источника тепла необходимо сделать соответствующую канавку или отверстие.

^б Необходимо обеспечить хороший термический контакт между образцом и полосой или диском.

В контактных методах для обеспечения хорошего термического контакта необходимо прикладывать достаточное одноосное давление, чтобы прижать все возможные части образца к источнику тепла. Для улучшения контакта можно использовать теплопоглощающую пасту, но за пределами нагревательного устройства теплопоглощающей пасты не должно быть, иначе температурное поле может быть

нарушено. Более того, применение теплопоглощающих паст может оказать влияние на точность измерения и для получения точных результатов их влияние следует оценивать адекватно.

5.2 Метод нагревательной проволоки

Данный метод можно применять для определения теплопроводности полимеров как функции температуры. Его применяют только для изотропных материалов в любом виде, например, пластины, пены, гранулы или порошки.

ПРИМЕЧАНИЕ Метод нагреваемого провода применяют главным образом для твердых полимеров, так как при работе с расплавленными полимерами может быть разрушен элемент измерения температуры.

Метод нагревательной проволоки является методом для нестационарных режимов. Проволочный нагреватель размещают в образце для испытания или между двумя образцами для испытания из одного того же материала. Температуру измеряют либо по самой проволоке, выступающей в качестве платинового температурного датчика сопротивления, либо с помощью термопары, размещенной в непосредственной близости от проволоки. Включают ток нагревательного устройства и измеряют повышение температуры термопары как функцию времени.

Начав с дифференциального уравнения Фурье, можно описать нестационарный тепловой поток для проволоки бесконечной длины следующим образом:

$$\Delta T(r,t) = -\frac{\Phi}{4\pi L\lambda} \text{Ei}\left(-\frac{r^2}{4\alpha t}\right) \quad (1)$$

где

t время, в с;

Φ интенсивность теплового потока, производимого проволокой, в Вт;

r расстояние между нагревательным элементом и термопарой, в м;

L длина проволоки, в м;

λ теплопроводность, в Вт/(м·К);

α термическая диффузия, в м²/с ($\alpha = \lambda/\rho C_p$);

ρ плотность, в кг/м³;

C_p изобарическая удельная теплоемкость, в Дж/(кг·К);

$\text{Ei}(x)$ интегральная показательная функция, задаваемая выражением:

$$-\text{Ei}(x) = \int_x^\infty \frac{e^{-u}}{u} du \quad (2)$$

Для значений $r^2/4\alpha t$ меньше 1, Уравнение (1) может быть упрощено до:

$$\Delta T(r,t) = -\frac{\Phi}{4\pi L\lambda} \ln \frac{4\alpha t}{r^2 C} \quad (3)$$

где

$C = e^\gamma$, где γ – константа Эйлера (= 0,577 216).

В соответствии с Уравнением (3), изменение температуры, $\Delta T(r,t)$, является линейной функцией натурального логарифма по времени, а теплопроводность образца может быть определена по уравнению:

$$\lambda = \frac{\Phi}{4\pi LK} \quad (4)$$

где K – угловой коэффициент линейной части кривой изменения температуры, нанесенной против натурального логарифма времени.

Для образца и нагревательного устройства соответствующих размеров, показанных в Таблице 2, можно применять Уравнение (4).

Подробности метода испытания можно найти в ISO 8894-1 [12] и ISO 8894-2 [13].

5.3 Метод с применением линейного источника

Данный метод^[2], иногда называемый методом иглы-зонда, является разновидностью метода проволочного нагревателя. В данном методе используют зонд линейного источника излучения в виде иглы, позволяющего проводить повторные измерения теплопроводности без разрушения датчика. Данный нестационарный метод позволяет проводить очень быстрые измерения и подходит для измерений теплопроводности пластмасс как в жидком, так и в твердом состоянии. Он не подходит для измерения свойств анизотропных материалов в твердом состоянии.

Линейный источник располагают в центре испытуемого образца. Как линейный источник, так и образец держат при постоянной исходной температуре. Во время измерения линейный источник вырабатывает определенное количество тепла радиально распространяющегося в образец в виде тепловой волны. Основные уравнения остаются такими же, как и для метода нагревательной проволоки. Линейный источник принимает форму иглы зонда-датчика конечной длины и диаметра. Стандартные зонды имеют длину от 50 мм до 100 мм и диаметр примерно от 1,5 мм до 2 мм и содержат нагревательный элемент по всей длине зонда. Датчик-термопара, расположенный в игле, с чувствительной точкой, находящейся в середине длины зонда, измеряет повышение температуры, связанное с нестационарным режимом. Отклонения от модели, такие как конечные размерности зонда, требуют калибрования зонда с использованием стандартного образца. Константа зонда, C , внесена в Уравнение (4); это соотношение реальной теплопроводности стандартного образца к измеренной с помощью прибора теплопроводности:

$$\lambda = \frac{C\Phi}{4\pi LK} \quad (5)$$

ПРИМЕЧАНИЕ 1 В качестве стандартных образцов^[3] использовались кремнийорганические жидкости и глицерин. При использовании глицерина в качестве стандартного образца следует проявлять осторожность, так как его характеристики зависят от влажности.

Типичные нестационарные режимы демонстрируют начальную нелинейность из-за того, что тепловая волна распространяется от зонда конечной теплоемкости. Это область высокой удельной теплопроводности и, следовательно, низкого значения углового коэффициента. Для нестационарных режимов в расплавленном состоянии, когда образец не имеет контактного сопротивления, режим теплообмена приближается к линейному непосредственно после того, как он преодолевает данный эффект, обычно через несколько секунд. Интересующий наклон является линейной областью, следующей за исходной нелинейностью. Сбор данных обычно продолжается от 30 с до 60 с. Это очень важно для накопления данных по теплопроводности в жидком состоянии, поскольку кардинально сокращает возможность термического разложения.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Были разработаны методы сканирования, позволяющие автоматически накапливать данные при разных температурах, для того, чтобы иметь возможность измерения в широком диапазоне температур. С такими методами один и тот же образец, использовавшийся для измерений в жидком состоянии, может быть использован для измерений в твердом состоянии, позволяя таким образом проводить измерения при переходе из жидкого состояния в твердое.

Подробности данного метода испытания можно найти в ASTM D 5930 [17].