
**Plastiques — Détermination de la
conductivité thermique et de la diffusivité
thermique —**

**Partie 4:
Méthode flash laser**

*Plastics — Determination of thermal conductivity and thermal
diffusivity —
Part 4. Laser flash method*

[ISO 22007-4:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1e5cace-606f-4d02-b555-14a15ea11314/iso-22007-4-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1e5cace-606f-4d02-b555-14a15ea11314/iso-22007-4-2008>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22007-4:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1e5cace-606f-4d02-b555-14a15ea11314/iso-22007-4-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1e5cace-606f-4d02-b555-14a15ea11314/iso-22007-4-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

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

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
5.1 Généralités	2
5.2 Four ou enceinte climatique	3
5.3 Source flash	4
5.4 Détecteurs transitoires	5
5.5 Dispositif de mesure de l'épaisseur	5
6 Éprouvette	5
6.1 Forme et dimension de l'éprouvette	5
6.2 Préparation et conditionnement de l'éprouvette	5
6.3 Revêtement de l'éprouvette	6
7 Étalonnage et vérification	6
7.1 Étalonnage de l'appareillage	6
7.2 Vérification de l'appareillage	6
8 Mode opératoire	7
9 Analyse des données	8
10 Incertitude	9
11 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Correction relative à l'effet d'impulsion finie	11
Annexe B (informative) Autres méthodes de calcul de la diffusivité thermique	12
Bibliographie	13

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 22007-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *propriétés physico-chimiques*.

L'ISO 22007 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Détermination de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique*.

— *Partie 1: Principes généraux*

— *Partie 2: Méthode de la source plane transitoire (disque chaud)*

— *Partie 3: Méthode par analyse de l'oscillation de la température*

— *Partie 4: Méthode flash laser*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22007-4:2008
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1e5cace-606f-4d02-b555-14a15ea11314/iso-22007-4-2008>

Plastiques — Détermination de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique —

Partie 4: Méthode flash laser

1 Domaine d'application

1.1 La présente partie de l'ISO 22007 spécifie une méthode de détermination de la diffusivité thermique d'un disque plein mince en plastique suivant la direction de l'épaisseur par la méthode flash laser. Cette méthode est fondée sur le mesurage de l'élévation de température sur la face arrière d'une éprouvette sous forme de disque mince due à une courte impulsion énergétique sur la face avant.

1.2 La méthode peut être utilisée pour les plastiques compacts homogènes ou composites présentant une structure isotrope ou orthotrope. En général, cela inclut les matériaux ayant une diffusivité thermique, α , comprise dans la plage $1 \times 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} < \alpha < 1 \times 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Les mesurages peuvent être effectués en environnements gazeux et sous vide sur une plage de températures comprises entre $-100 \text{ }^\circ\text{C}$ et $+400 \text{ }^\circ\text{C}$.

NOTE Pour des éprouvettes non homogènes, les valeurs mesurées peuvent dépendre de l'épaisseur de l'éprouvette.

[ISO 22007-4:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1e5cace-606f-4d02-b555-14a15ea11314/iso-22007-4-2008)

2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1e5cace-606f-4d02-b555-14a15ea11314/iso-22007-4-2008>

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 22007-1, *Plastiques — Détermination de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique — Partie 1: Principes généraux*

Guide ISO/CEI 98-3, *Incertitude de mesure — Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 22007-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1 largeur d'impulsion

t_p

durée pendant laquelle l'intensité de l'impulsion laser est plus grande que la moitié de sa valeur maximale

NOTE Elle est exprimée en secondes (s).

3.2
origine de temps

t_0
début de l'impulsion laser

NOTE Elle est exprimée en secondes (s).

3.3
élévation maximale de température

ΔT_{\max}
différence entre la température maximale atteinte par la face arrière de l'éprouvette après l'impulsion laser et sa température constante avant l'impulsion

NOTE Elle est exprimée en kelvin (K).

3.4
temps de mi-élévation

$t_{1/2}$
temps écoulé depuis l'origine de temps jusqu'à ce que la température de la face arrière atteigne la moitié de ΔT_{\max}

NOTE Elle est exprimée en secondes (s).

3.5
thermogramme
courbe de la température en fonction du temps de la face arrière de l'éprouvette

3.6
épaisseur
 d
dimension de l'éprouvette dans la direction de mesurage du transfert de chaleur

NOTE Elle est exprimée en mètres (m).

4 Principe

L'une des faces d'une éprouvette constituée par une plaque plane est soumise à une impulsion énergétique d'une très courte durée comparée au temps de mi-élévation (voir 6.1) et d'une distribution spatiale d'énergie uniforme. L'élévation transitoire de température sur la face opposée (face arrière) est enregistrée en fonction du temps (voir Figure 1). La diffusivité thermique est obtenue en comparant le thermogramme expérimental à un modèle théorique (voir Article 9 et Annexe B).

5 Appareillage

5.1 Généralités

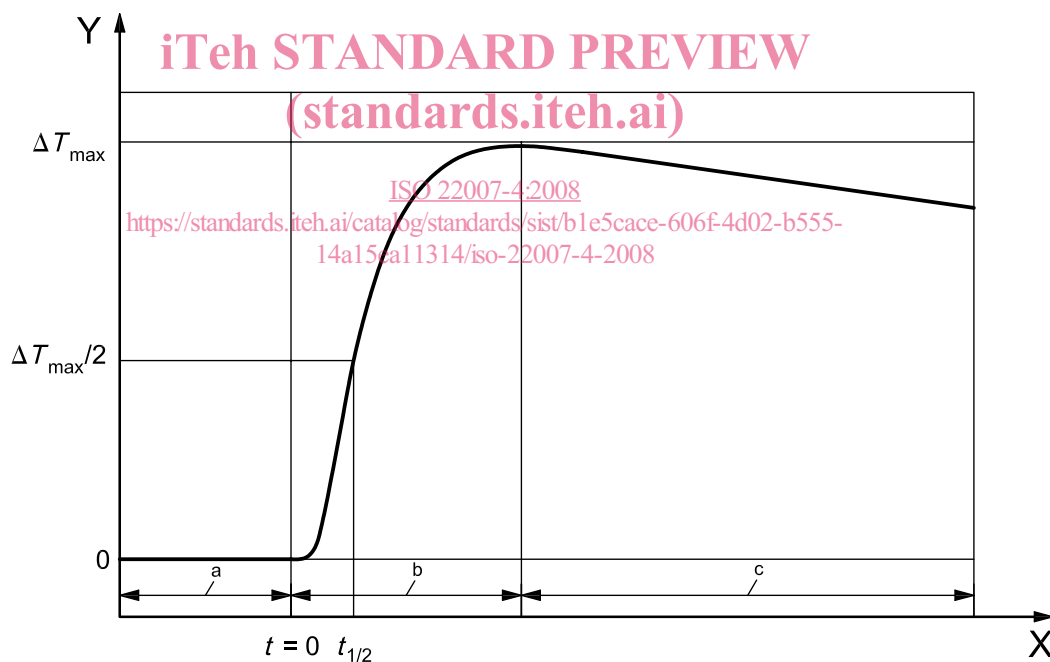
Les appareils doivent être conçus pour obtenir la diffusivité thermique comme décrit dans l'Article 4 et doivent comprendre les principaux composants suivants, tels qu'illustrés à la Figure 2. Il s'agit du four ou enceinte climatique avec un porte-éprouvette et un dispositif de mesure de la température (par exemple un thermocouple), de la source flash (laser), du détecteur d'impulsion, du détecteur transitoire (détecteur IR) et des unités de contrôle, d'acquisition de données et d'analyse.

5.2 Four ou enceinte climatique

Le four ou l'enceinte climatique doit satisfaire aux exigences suivantes:

- La plage de températures doit être appropriée à la plage des matériaux à étudier. En fonction de la plage de températures, l'éprouvette est maintenue à une température constante au moyen d'un cryostat ou d'un four.
- Le four doit être capable de maintenir une température d'essai constante à $\pm 0,5$ K près, ou mieux, pendant au moins 30 min.
- Le dispositif de mesure de la température doit être capable de mesurer la température du four avec une résolution de $\pm 0,1$ K et avec une exactitude de $\pm 0,5$ K ou mieux.
- Le four doit être équipé de deux fenêtres, dont l'une doit être transparente au rayonnement par impulsion et l'autre doit être transparente au rayonnement dans la plage de longueur d'ondes de fonctionnement du détecteur IR.
- Si requis, l'environnement dans le four doit être le vide ou une atmosphère de gaz inerte afin d'éviter une dégradation oxydative pendant le chauffage et l'essai de l'éprouvette. Dans le cas de mesurages cryoscopiques, il convient de veiller à éviter la condensation d'eau sur les fenêtres.

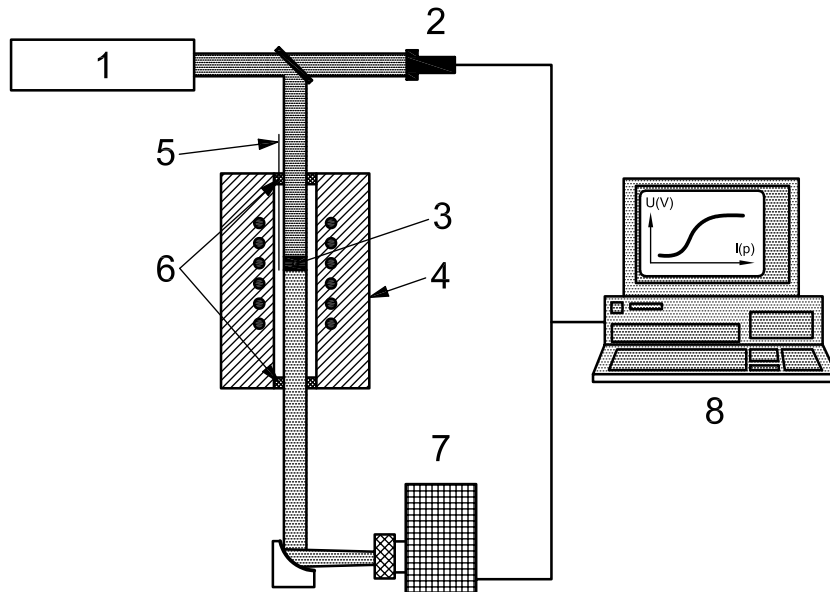
NOTE Le mesurage sous vide éliminera les effets de convection.



Légende

- X temps
- Y élévation de température
- a Ligne de base.
- b Période d'élévation transitoire.
- c Période de refroidissement

Figure 1 — Exemple de thermogramme



Légende

- 1 source flash
- 2 détecteur d'impulsion
- 3 éprouvette
- 4 four ou enceinte climatique
- 5 dispositif de mesure de la température
- 6 fenêtres
- 7 détecteur transitoire
- 8 unité de contrôle, d'acquisition et d'analyse

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1e5cace-606f-4d02-b555-1415e113145a/iso-22007-4-2008>

Figure 2 — Schéma du montage flash laser pour mesurer la diffusivité thermique

Le porte-échantillon doit être conçu pour minimiser tout contact thermique avec l'échantillon et supprimer toute lumière parasite transmise du faisceau laser vers le détecteur IR.

La température d'essai doit être mesurée en utilisant un dispositif étalonné qui doit être de préférence en contact avec l'échantillon ou le porte-échantillon, ou tout au moins à 1 mm au plus du porte-échantillon.

Le dispositif de mesure de la température doit être conçu de sorte à ne pas perturber de manière significative le champ de température généré dans l'échantillon par l'impulsion laser.

5.3 Source flash

Le niveau d'énergie de la source d'impulsion doit produire une élévation de température n'excédant pas 3 K sur la face arrière de l'échantillon.

La distribution spatiale d'énergie du chauffage par impulsion doit être aussi uniforme que possible sur la face avant de l'échantillon.

La durée d'impulsion doit être inférieure à 1 ms.

La source de choc thermique peut être un tube laser (de préférence) ou un tube flash.

Une photodiode peut être utilisée pour déterminer la durée et la forme de l'impulsion et l'origine de temps.

5.4 Détecteurs transitoires

L'élévation transitoire de température sur la face arrière de l'éprouvette doit être mesurée avec un détecteur IR. Le détecteur transitoire doit être en mesure de détecter une variation de 5 mK de la température de la face arrière de l'éprouvette. Sa réponse doit être linéaire avec la température sur une plage de températures d'au moins 3 K.

La réponse en fréquence du détecteur et de ses dispositifs électroniques associés (amplificateurs, convertisseurs analogiques/numériques, etc.) doit être plus rapide que 10 kHz. Si des filtres électroniques sont utilisés, ils doivent satisfaire aux exigences définies ci-dessus et ne doivent pas réduire l'exactitude de mesurage de la température, au risque de déformer la forme de la courbe temps-température.

NOTE Le choix du détecteur IR dépend également de la plage de températures. Pour la plage comprise entre -100 °C à $+400\text{ °C}$, des détecteurs photovoltaïques ou photoconducteurs peuvent être utilisés.

La température de la face arrière, ou une grandeur qui lui est directement proportionnelle (par exemple la tension), doit être mesurée et enregistrée en continu pendant toute la durée de l'essai. Le système d'acquisition de données qui peut être analogique ou numérique, doit être en mesure d'échantillonner plus de 1 000 points de données sur le thermogramme avec une fréquence d'échantillonnage supérieure à $100/t_{1/2}$. L'exactitude pour la base de temps doit être meilleure que $\pm 1 \times 10^{-5}$ s.

5.5 Dispositif de mesure de l'épaisseur

L'épaisseur de l'éprouvette doit être mesurée à $\pm 5\text{ }\mu\text{m}$ près avec un dispositif de mesure d'épaisseur étalonné ayant une résolution de $\pm 1\text{ }\mu\text{m}$. Pour les matériaux souples, un micromètre à compression faible et reproductible est requis.

6 Éprouvette

6.1 Forme et dimension de l'éprouvette

L'éprouvette doit être un disque mince. Le diamètre de l'éprouvette est communément compris entre 5 mm et 20 mm. L'épaisseur de l'éprouvette doit être choisie selon la largeur d'impulsion et la diffusivité thermique du matériau. Il convient de la sélectionner de sorte que la largeur d'impulsion soit inférieure à 0,01 du temps de mi-élévation. En général, l'épaisseur doit être comprise entre 0,5 mm et 3 mm. Le rapport d'aspect de l'éprouvette doit être choisi de sorte que les effets 2D soient négligeables pendant l'essai. Le rapport du diamètre à l'épaisseur doit être supérieur à 3:1.

Les faces doivent être planes et parallèles. Il convient que toute variation de l'épaisseur de l'éprouvette soit inférieure à 1 % de l'épaisseur moyenne. Les effets d'une non-uniformité supérieure peuvent être estimés dans l'incertitude de mesure.

6.2 Préparation et conditionnement de l'éprouvette

L'éprouvette doit être représentative du matériau examiné et doit être préparée et manipulée avec soin. Si l'éprouvette est prélevée par découpage à partir d'échantillons, il faut veiller à éviter tout échauffement, tout changement d'orientation moléculaire du polymère ou tout autre effet susceptible d'altérer les propriétés de l'échantillon.

L'éprouvette doit être conditionnée avant le mesurage tel que spécifié dans la norme de matériau correspondante ou par une méthode convenue entre les parties impliquées. Sauf spécification contraire, il est recommandé de conditionner l'éprouvette conformément à l'ISO 291.

NOTE En fonction du matériau et de son historique thermique, la méthode de préparation de l'éprouvette peut se révéler cruciale pour la cohérence des résultats et leur signification.