

---

---

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

**Partie 4:  
Méthode flash laser**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Plastics — Determination of thermal conductivity and thermal  
diffusivity —  
(standards.iteh.ai)*  
*Part 4: Laser flash method*

ISO 22007-4:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7e4cb26-4263-4ce4-a240-0281efa6fc54/iso-22007-4-2017>



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 22007-4:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7e4cb26-4263-4ce4-a240-0281efa6fc54/iso-22007-4-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7e4cb26-4263-4ce4-a240-0281efa6fc54/iso-22007-4-2017>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1 Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3 Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4 Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5 Appareillage</b> .....	<b>2</b>
5.1 Généralités.....	2
5.2 Four ou enceinte climatique.....	3
5.3 Source flash.....	5
5.4 Détecteurs transitoires.....	5
5.5 Dispositif de mesure de l'épaisseur.....	6
<b>6 Éprouvette</b> .....	<b>6</b>
6.1 Forme et dimension de l'éprouvette.....	6
6.2 Préparation et conditionnement de l'éprouvette.....	6
6.3 Revêtement de l'éprouvette.....	6
<b>7 Étalonnage et vérification</b> .....	<b>7</b>
7.1 Étalonnage de l'appareillage.....	7
7.2 Vérification de l'appareillage.....	7
<b>8 Mode opératoire</b> .....	<b>8</b>
<b>9 Analyse des données</b> .....	<b>9</b>
<b>10 Incertitude</b> .....	<b>10</b>
<b>11 Rapport d'essai</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe A (informative) Correction relative à l'effet d'impulsion finie</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe B (informative) Autres méthodes de calcul de la diffusivité thermique</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe C (normative) Préparation des échantillons et de l'éprouvette pour les thermoplastiques moulables par injection et les plastiques thermodurcis</b> .....	<b>14</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>18</b>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriété physicochimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 22007-4:2008), dont l'[Annexe C](#) a fait l'objet d'une révision technique.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 22007 est disponible sur le site web de l'ISO.

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

## Partie 4: Méthode flash laser

### 1 Domaine d'application

Le présent document 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.

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,  $\alpha$ , 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.

### 2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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)

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

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

ISO 527-1, *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 1: Principes généraux*

ISO 2818, *Plastiques — Préparation des éprouvettes par usinage*

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

### 3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

### 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 1 à l'article: Elle est exprimée en secondes (s).

### 3.2 origine de temps

$t_0$   
début de l'impulsion laser

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en secondes (s).

### 3.3 élévation maximale de température

$\Delta T_{\max}$   
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 1 à l'article: 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  $\Delta T_{\max}$

Note 1 à l'article: Il est exprimé 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 mesure du transfert de chaleur

Note 1 à l'article: 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 la [Figure 1](#)). La diffusivité thermique est obtenue en comparant le thermogramme expérimental à un modèle théorique (voir [l'Article 9](#) et [l'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](#). Ces composants sont le four ou l'enceinte climatique avec un porte-éprouvette et un dispositif de mesure de la température (par exemple un thermocouple), la source flash (par exemple laser), le détecteur

d'impulsion, le détecteur transitoire (détecteur IR) et les 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:

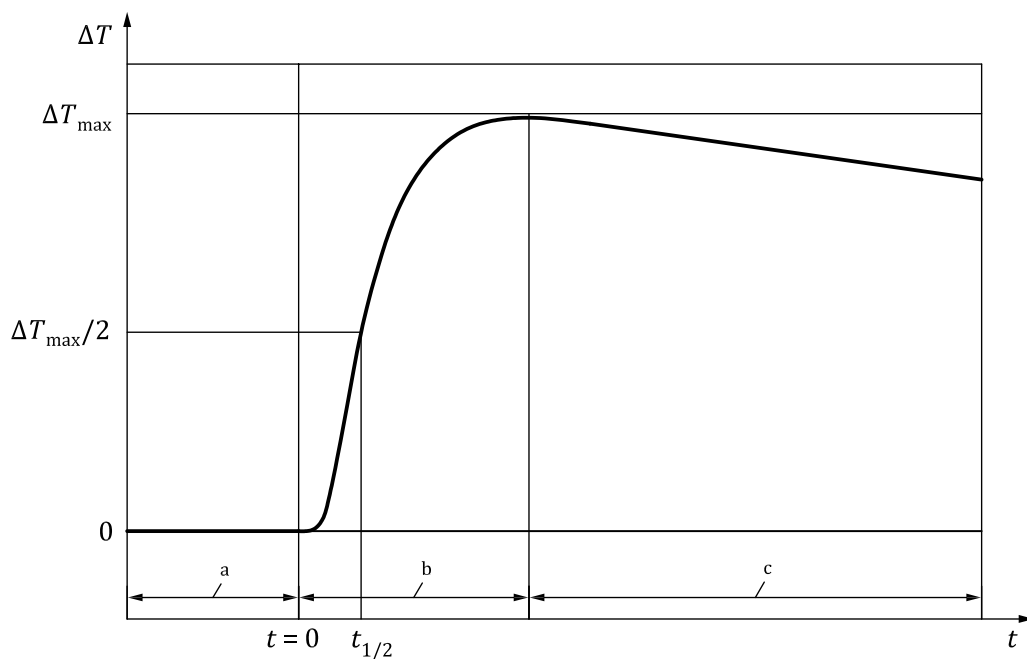
- a) La plage de températures doit être appropriée à la plage des matériaux à étudier. En fonction de la plage de températures, l'éprouvette est maintenue à une température constante au moyen d'un cryostat ou d'un four.
- b) Le four ou l'enceinte climatique doit être capable de maintenir une température d'essai constante à  $\pm 0,5$  K près, ou mieux, pendant au moins 30 min.
- c) Le dispositif de mesure de la température doit être capable de mesurer la température du four ou de l'enceinte climatique avec une résolution de  $\pm 0,1$  K et avec une exactitude de  $\pm 0,5$  K ou mieux.
- d) Le four ou l'enceinte climatique 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.
- e) Si nécessaire, l'environnement 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.

Le porte-éprouvette doit être conçu pour réduire au minimum le contact thermique avec l'éprouvette 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'éprouvette ou le porte-éprouvette, ou tout au moins à 1 mm au plus du porte-éprouvette.

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



**Légende**

$t$  temps

$\Delta T$  élévation de température

a Ligne de base.

b Période d'élévation transitoire.

c Période de refroidissement.

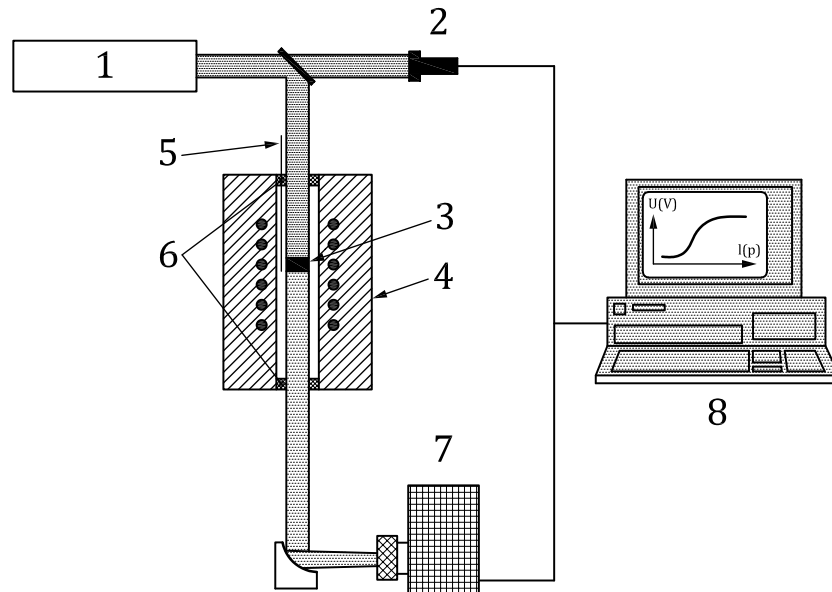
**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 22007-4:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/704126-4263-4ce4-a240-0281efa6fc54/iso-22007-4-2017>

**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

**STANDARD PREVIEW**  
 (standards.iteh.ai)  
 ISO 22007-4:2017  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7e4cb26-4263-4ce4-a240-0281efa6fc54/iso-22007-4-2017>

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

### 5.3 Source flash

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

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

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

La source d'impulsion 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  $-100\text{ °C}$  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 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. Elle doit être choisie de sorte que la largeur d'impulsion soit inférieure à 0,01 du temps de mi-élévation. En général, l'épaisseur est 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'Annexe C décrit une méthode de préparation des échantillons dans le cas d'éprouvettes anisotropes orientées.

L'éprouvette doit être conditionnée avant le mesurage, comme 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.

### 6.3 Revêtement de l'éprouvette

Les éprouvettes qui ne sont pas opaques à la longueur d'onde du laser utilisée doivent recevoir un revêtement approprié (revêtement métallique par exemple) pour éviter la pénétration du faisceau laser dans l'éprouvette. L'influence du revêtement sur le transfert de chaleur doit être négligeable (c'est-à-dire qu'il doit avoir une diffusivité élevée et une faible épaisseur comparées à celles de l'éprouvette).

L'épaisseur totale du revêtement doit être choisie de sorte que le temps de mi-élévation du revêtement seul soit inférieur à 2 % du temps de mi-élévation total de l'éprouvette.

NOTE 1 Le temps de mi-élévation,  $t_{1/2}$ , du revêtement peut être calculé simplement à partir de son épaisseur,  $d$ , et de sa diffusivité thermique,  $\alpha$ , en utilisant la [Formule \(1\)](#), une forme modifiée de la [Formule \(B.1\)](#):

$$t_{1/2} = 0,13879 \frac{d^2}{\alpha} \quad (1)$$

NOTE 2 Les deux faces de l'éprouvette peuvent être revêtues d'une mince couche noire opaque (c'est-à-dire une couche de graphite) afin d'optimiser l'absorption de l'impulsion d'énergie et de l'émission du rayonnement thermique.

## 7 Étalonnage et vérification

### 7.1 Étalonnage de l'appareillage

La technique de flash laser est une méthode absolue qui permet à l'utilisateur d'effectuer des mesurages directement traçables par rapport aux unités SI principales (telles que la température, le temps, la longueur, la tension), sans étalonnage à l'aide de matériaux de référence. Tous les éléments du montage flash laser doivent être étalonnés séparément, comme indiqué ci-après:

- Étalonner le micromètre utilisé pour mesurer l'épaisseur de l'éprouvette.
- Étalonner le dispositif de mesure de température utilisé pour mesurer l'état stationnaire de la température de l'éprouvette.
- Étalonner la base de temps et la tension du système d'acquisition de données utilisé pour mesurer le signal émis par le détecteur IR.
- Étalonner le détecteur IR afin de pouvoir observer la variation transitoire de température de la face arrière de l'éprouvette au lieu de l'irradiance spectrale transitoire. Réaliser cet étalonnage principalement pour des températures inférieures à 200 °C, pour lesquelles la dépendance non linéaire de la température de sortie ne peut pas être négligée (voir l'ISO 18755[1]). Si cet étalonnage n'est pas possible (du fait, par exemple, de la non-accessibilité du détecteur IR ou de la différence entre les trajectoires optiques de la configuration d'étalonnage du détecteur IR et de la configuration de mesure de la diffusivité thermique), les effets de non-linéarité doivent être pris en compte dans l'incertitude de mesure.

### 7.2 Vérification de l'appareillage

Il convient de vérifier périodiquement les appareils en mesurant la diffusivité thermique d'un ou de plusieurs matériaux de référence couvrant la plage de diffusivités thermiques des matériaux devant être soumis à l'essai. Si les valeurs de mesure diffèrent de plus de 5 % des valeurs de référence, procéder à un nouvel étalonnage des appareils conformément à [7.1](#).

La vérification peut être effectuée par mesurages de matériaux présentant des propriétés thermiques bien connues et reproductibles, comme le fer Armco<sup>1)</sup>, le graphite Poco<sup>1)</sup>, le Pyroceram 9606<sup>1)</sup> ou le poly(méthacrylate de méthyle) (PMMA). Le Pyroceram 9606 (matériau en céramique) a été certifié pour le mesurage de la diffusivité thermique dans le cadre d'un programme international impliquant des laboratoires de métrologie nationaux.[2] Ce matériau de référence certifié est disponible auprès de l'IRMM (Institute for Materials and Measurements)[3].

Il est recommandé que les matériaux de référence soient choisis de sorte que leurs propriétés (temps de mi-élévation et diffusivité thermique) soient proches de celles des matériaux d'essai.

1) Armco, Poco et Pyroceram 9606 sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Ces informations sont données à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifient nullement que l'ISO recommande l'emploi exclusif de ces produits.