
**Céramiques techniques — Propriétés
thermophysiques des composites
céramiques — Détermination de la
capacité thermique spécifique**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Thermophysical properties of ceramic composites — Determination
of specific heat capacity*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 19628:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b315defe-d03d-45e5-a422-07becaf65e7d/iso-19628-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b315defe-d03d-45e5-a422-07becaf65e7d/iso-19628-2017>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19628:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b315defe-d03d-45e5-a422-07becaf65e7d/iso-19628-2017>



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

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Méthode A – Calorimétrie à chute	2
4.1 Principe.....	2
4.2 Appareillage.....	2
4.3 Matériaux étalons.....	3
4.4 Éprouvettes.....	3
4.5 Étalonnage du calorimètre.....	3
4.5.1 Généralités.....	3
4.5.2 Étalonnage électrique.....	3
4.5.3 Étalonnage au moyen d'un matériau étalon.....	3
4.6 Modes opératoires d'essai.....	4
4.6.1 Essai sans encapsulation.....	4
4.6.2 Essai avec encapsulation.....	4
4.6.3 Description de l'essai.....	5
4.7 Calculs.....	5
4.7.1 Généralités.....	5
4.7.2 Détermination du facteur d'étalonnage du calorimètre.....	6
5 Méthode B – Calorimétrie différentielle à balayage	7
5.1 Principe.....	7
5.1.1 Généralités.....	7
5.1.2 Méthode par chauffage par paliers.....	7
5.1.3 Méthode par chauffage continu.....	8
5.2 Appareillage.....	8
5.3 Matériaux étalons.....	9
5.4 Éprouvettes.....	9
5.5 Étalonnage des températures.....	9
5.6 Mode opératoire d'essai pour la détermination de C_p	9
5.6.1 Généralités.....	9
5.6.2 Méthode 1: mesures exigeant la connaissance du facteur K	9
5.6.3 Méthode 2: Mesures exigeant l'utilisation d'un matériau étalon.....	12
5.7 Calcul des résultats.....	15
5.7.1 Méthode exigeant la connaissance du facteur K	15
5.7.2 Méthode utilisant un matériau étalon.....	17
6 Rapport d'essai	18
Annexe A (normative) Calorimètre à chute – Détermination du facteur d'étalonnage en utilisant un matériau étalon	19
Annexe B (informative) Matériau étalon	21
Annexe C (informative) Matériaux pour l'étalonnage des calorimètres	26
Bibliographie	27

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).

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. 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).

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.

(standards.iteh.ai)

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/iso/fr/avant-propos.html

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Céramiques techniques — Propriétés thermophysiques des composites céramiques — Détermination de la capacité thermique spécifique

1 Domaine d'application

Le présent document décrit deux méthodes pour la détermination de la capacité thermique spécifique des composites à matrice céramique à renforts continus (1D, 2D, 3D).

Les matrices sont à renforts unidirectionnels (1D), bidirectionnels (2D) et tridirectionnels (XD), avec $2 < x \leq 3$.

Les deux méthodes sont:

- méthode A: calorimétrie à chute;
- méthode B: calorimétrie différentielle à balayage.

Elles sont applicables depuis la température ambiante jusqu'à une température maximale qui dépend de la méthode: la méthode A peut être utilisée jusqu'à 2 250 K, tandis que la méthode B est limitée à 1 900 K.

NOTE La méthode A se limite à la détermination d'une valeur moyenne de la capacité thermique spécifique dans un intervalle de température donné et peut conduire à une dispersion importante des résultats.

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).

ISO 19634, *Céramiques techniques — Composites céramiques — Notations et symboles*

IEC 60584-1, *Couples thermoélectriques — Partie 1: Spécifications et tolérances en matière de FEM*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 19634 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

capacité thermique spécifique

C_p

quantité de chaleur nécessaire pour élever la température de l'unité de masse d'un matériau de 1 K, à température et pression constantes

$$C_p = \frac{1}{m} \frac{dQ}{dT}$$

où Q est la chaleur nécessaire pour une éprouvette de masse m

3.2

capacité thermique spécifique moyenne

C_p

quantité de chaleur nécessaire pour élever la température de l'unité de masse d'un matériau de la température T_1 à la température T_2 à pression constante, divisée par l'intervalle de température $(T_2 - T_1)$ exprimé en K

3.3

volume élémentaire représentatif

VER

plus petit volume représentatif du matériau considéré

4 Méthode A – Calorimétrie à chute

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.1 Principe

L'éprouvette tombe d'une chambre conditionnée à une température constante T_1 dans une autre chambre à une température constante T_2 .

La capacité thermique spécifique moyenne est déterminée à partir de la quantité de chaleur mesurée, nécessaire pour maintenir la température constante dans la seconde chambre. Le transfert de l'éprouvette doit se faire dans des conditions aussi proches que possible des conditions adiabatiques.

4.2 Appareillage

4.2.1 Calorimètre à chute, dont il existe plusieurs types. Ils comportent une (ou plusieurs) chambres de conditionnement et de mesure capables de travailler sous atmosphère contrôlée, équipées d'un système de régulation en température permettant d'obtenir une stabilité en température meilleure que 1 K.

La chambre de conditionnement doit avoir une zone de température homogène d'une taille supérieure à la taille de l'éprouvette. La chambre de mesure doit avoir une zone de température homogène d'une longueur suffisante pour recevoir plusieurs éprouvettes et une inertie thermique suffisante pour limiter la variation de température due à la chute.

Les transferts de chaleur par rayonnement pendant la chute doivent être évités autant que possible.

4.2.2 Balance, ayant une précision de 0,1 mg pour des éprouvettes de plus de 10 mg, et une précision de 0,01 mg pour des éprouvettes de moins de 10 mg.

4.2.3 Détecteurs de température, c'est-à-dire des thermocouples conformes à l'IEC 60584-1 pour la mesure des températures jusqu'à 1 920 K.

Des détecteurs infrarouges ou n'importe quel autre moyen convenable peuvent être utilisés pour des températures supérieures.

4.2.4 Système d'acquisition de données, dont la périodicité de mesure pendant l'essai doit être inférieure à 0,5 s.

4.3 Matériaux étalons

Les matériaux étalons qui peuvent être utilisés pour l'étalonnage sont listés dans l'[Annexe B](#).

4.4 Éprouvettes

Les éprouvettes doivent être représentatives du matériau.

Ce critère est généralement satisfait pour des éprouvettes contenant le nombre maximal de volumes élémentaires représentatifs (VER) compatible avec la taille de la capsule. Si ce nombre est inférieur à cinq, plusieurs solutions sont possibles:

- a) il convient que les éprouvettes aient un nombre exact de volumes élémentaires représentatifs;
- b) il convient que le matériau soit découpé en éprouvettes: il convient que plusieurs éprouvettes identiques soient soumises à l'essai et qu'une valeur moyenne soit déterminée.

4.5 Étalonnage du calorimètre

4.5.1 Généralités

L'étalonnage des calorimètres peut se faire selon deux méthodes différentes. La première consiste à dissiper une puissance thermique connue à l'aide d'une résistance étalonnée placée dans la deuxième chambre du calorimètre. Dans la seconde méthode, un étalon de capacité thermique spécifique connue est soumis au mode opératoire décrit en [4.6](#).

ISO 19628:2017

4.5.2 Étalonnage électrique

Le facteur d'étalonnage est le rapport entre une quantité connue de puissance thermique dissipée dans la résistance et le signal de sortie stabilisé du calorimètre. Il est mesuré à la température T_2 .

NOTE 1 La méthode par dissipation de puissance à l'aide d'une résistance est limitée en température à 1 350 K.

NOTE 2 Cette méthode ne peut être utilisée que si la sensibilité du calorimètre n'est pas affectée par le remplissage de la chambre de mesure.

4.5.3 Étalonnage au moyen d'un matériau étalon

Cet étalonnage est appelé «étalonnage par chute». Une éprouvette de matériau étalon de capacité thermique spécifique connue est soumise au mode opératoire d'essai décrit en [4.6](#). (Voir l'[Annexe B](#) pour les matériaux étalons). Le facteur d'étalonnage est déterminé selon l'[Annexe A](#).

4.6 Modes opératoires d'essai

4.6.1 Essai sans encapsulation

4.6.1.1 Essai avec étalonnage par chute

L'essai sans encapsulation et avec étalonnage par chute doit être effectué dans l'ordre suivant:

R, T, R, T, R, T, R

où

R est l'essai avec le matériau étalon; et

T est l'essai avec l'éprouvette.

Chaque essai est effectué comme indiqué en [4.6.3](#).

4.6.1.2 Essai avec étalonnage électrique

L'essai sans encapsulation et avec étalonnage par dissipation d'une puissance électrique dans une résistance est effectué dans l'ordre suivant:

— étalonnage du calorimètre;

— essai sur trois éprouvettes.

Chaque essai est effectué comme indiqué en [4.6.3](#).

NOTE Il peut être nécessaire d'encapsuler les éprouvettes pour éviter les interactions avec les chambres de conditionnement et de mesure calorimétriques.

4.6.2 Essai avec encapsulation

4.6.2.1 Généralités

La masse de toutes les capsules vides utilisées pour l'essai ne doit pas différer de plus de 5 %.

4.6.2.2 Essai avec étalonnage par chute

L'essai avec encapsulation et avec étalonnage par chute est effectué dans l'ordre suivant:

C, C + R, C + T, C, C + R, C + T, C, C + R, C + T, C

où

C est l'essai avec la capsule vide;

C + R est l'essai avec la capsule contenant le matériau étalon;

C + T est l'essai avec la capsule contenant l'éprouvette.

Chaque essai est effectué comme indiqué en [4.6.3](#).

4.6.2.3 Essai avec étalonnage électrique

L'essai avec encapsulation et avec étalonnage par dissipation d'une puissance électrique dans une résistance est effectué dans l'ordre suivant:

- étalonnage du calorimètre;
- chaque essai est réalisé dans l'ordre suivant:
C, C + T, C, C + T, C, C + T, C

où

C est l'essai avec la capsule vide;

C + T est l'essai avec la capsule contenant l'éprouvette.

Chaque essai est effectué comme indiqué en [4.6.3](#).

4.6.3 Description de l'essai

L'éprouvette (ou l'étalon ou la capsule vide) et l'étalon doivent être séchés à (110 ± 5) °C jusqu'à obtenir une différence de masse de deux pesages successifs inférieure à 0,2 mg:

- lorsqu'une capsule n'est pas utilisée, mesurer la masse avec une précision de $\pm 0,1$ mg ou de $\pm 0,1$ %, en retenant la plus petite des deux valeurs;
- lorsqu'une capsule est utilisée, mesurer la masse de chaque ensemble soumis à l'essai (capsule vide, capsule contenant l'étalon, capsule contenant l'éprouvette);
- placer l'éprouvette (ou l'étalon ou la capsule vide) dans la chambre de conditionnement à la température T_1 et attendre un temps suffisant (environ 15 min) pour que l'éprouvette atteigne l'équilibre thermique avec son environnement;
- mesurer les températures T_1 et T_2 ;
- démarrer l'enregistrement du signal calorimétrique avant la chute;
- faire chuter l'éprouvette;
- arrêter l'enregistrement lorsque le signal de sortie est stabilisé.

4.7 Calculs

4.7.1 Généralités

La variation de la quantité de chaleur Q correspondant à la chute de l'éprouvette est exprimée en fonction de l'aire A située sous le signal de sortie du calorimètre par l'équation suivante:

$$Q = K \cdot A$$

où K est le facteur d'étalonnage du calorimètre.

4.7.2 Détermination du facteur d'étalonnage du calorimètre

4.7.2.1 Étalonnage électrique

Voir l'Annexe A.

$$k = \frac{\text{Chaleur dissipée}}{\text{Aire située sous le signal de sortie du calorimètre}} = \frac{H}{A}$$

4.7.2.2 Avec un matériau étalon

Voir l'Annexe B.

4.7.2.3 Détermination de la capacité thermique spécifique moyenne $\overline{C_p}$

La capacité thermique spécifique moyenne est calculée à l'aide de la formule suivante:

$$\overline{C_p}(T_1, T_2) = \frac{1}{m_i} \frac{Q_i(T_1, T_2)}{(T_2 - T_1)}$$

où

T_1 est la température initiale à laquelle les éprouvettes sont conditionnées;

T_2 est la température du calorimètre;

$Q_i(T_1, T_2)$ est la variation de quantité de chaleur entre T_1 et T_2 ;

m_i est la masse de l'éprouvette, déterminée par pesage;

$\overline{C_p}(T_1, T_2)$ est la capacité thermique spécifique moyenne entre T_1 et T_2 .

L'indice i a une signification différente suivant le type d'éprouvette:

- i = c pour une capsule vide;
- i = t pour une éprouvette;
- i = t + c pour une éprouvette et sa capsule.

sans capsule:

$$\overline{C_{pt}} = \frac{K \cdot A_t}{m_t (T_2 - T_1)}$$

avec capsule:

$$\overline{C_{pt}} = \frac{K(A_{c+t} - A_c)}{m_t (T_2 - T_1)}$$

où

A_t est la valeur donnée par l'intégration du signal de sortie du calorimètre pour l'éprouvette;

A_c est la valeur donnée par l'intégration du signal de sortie du calorimètre pour la capsule;

A_{c+t} est la valeur donnée par l'intégration du signal de sortie du calorimètre pour l'éprouvette et sa capsule.

5 Méthode B – Calorimétrie différentielle à balayage

5.1 Principe

5.1.1 Généralités

La méthode consiste à mesurer la différence de puissance nécessaire pour élever la température de l'éprouvette et de sa capsule et celle d'une capsule identique vide suivant le même programme de température qui peut être continu ou par paliers.

Un chauffage par paliers permet uniquement la détermination de la capacité thermique spécifique moyenne $\overline{C_p}(T_1, T_2)$ dans un intervalle de température (T_1, T_2) , tandis qu'un chauffage continu permet la détermination de la capacité thermique spécifique C_p à une température donnée.

5.1.2 Méthode par chauffage par paliers

La capacité thermique spécifique moyenne $\overline{C_p}(T_1, T_2)$ est mesurée dans un intervalle de température défini par deux niveaux isothermes, T_1 et T_2 . La quantité de chaleur, Q_E , nécessaire pour faire varier la température de T_1 à T_2 est déterminée en intégrant la puissance thermique, P_E , en fonction du temps. La quantité de chaleur correspondante, Q_E , est:

$$Q_E = \int_0^t P_E dt = (m_t \overline{C_p}(T_1, T_2) + C_c + C_o)(T_2 - T_1)$$

où

- m_t est la masse de l'éprouvette;
- $\overline{C_p}(T_1, T_2)$ est la capacité thermique spécifique moyenne de l'éprouvette;
- C_o est la capacité thermique du calorimètre;
- C_c est la capacité thermique de la capsule.

Pour la détermination de la référence, un autre essai est conduit avec une séquence de chauffage imposée identique et une capsule vide. La quantité de chaleur correspondante, Q_B , est donnée par:

$$Q_B = \int_0^t P_B dt = [C_c + C_o](T_2 - T_1)$$

La capacité thermique spécifique moyenne peut être calculée à partir des équations ci-dessus, comme suit:

$$\overline{C_p}(T_1 - T_2) = \frac{Q_E - Q_B}{m_t (T_2 - T_1)}$$

5.1.3 Méthode par chauffage continu

La température est programmée linéairement en fonction du temps à une vitesse constante β . En utilisant les mêmes notations qu'en 5.1.2, la puissance thermique P_E fournie au système à chaque instant est:

$$K \cdot S_{c+t} = (m_t C_p + C_c + C_0) \beta$$

Pour déterminer la référence, un autre essai est mené avec une capsule vide. La puissance thermique correspondante est donnée par:

$$K \cdot S_c = (C_c + C_0) \beta$$

La capacité thermique spécifique peut être calculée par l'équation suivante:

$$C_p = \frac{K(S_{c+t} - S_c)}{m_t \beta}$$

où

K est le facteur d'étalonnage;

S_c, S_{c+t} sont les signaux de sortie;

$K \cdot S_c$ et $K \cdot S_{c+t}$ sont les puissances thermiques alimentant le système.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.2 Appareillage

ISO 19628:2017

5.2.1 Calorimètre différentiel à balayage

5.2.1.1 Il existe deux types de calorimètres différentiels à balayage fonctionnant en compensation de puissance ou par flux de chaleur, tous deux conçus pour fonctionner en conditions adiabatiques.

Les deux types comportent deux cellules de mesure logées dans un four, qui constitue le système de chauffage principal. Une cellule contient l'éprouvette et sa capsule, l'autre contient une capsule vide.

5.2.1.2 Appareil à compensation de puissance: chaque cellule comporte un dispositif de chauffage additionnel qui compense les variations de température du programme de chauffage principal. La puissance fournie à l'une ou à l'autre des cellules pour maintenir les températures égales pendant la chauffe est mesurée.

5.2.1.3 Appareil à flux de chaleur: pendant le programme de chauffage, des puissances sont échangées entre les cellules et leur environnement. La différence des puissances échangées entre les deux cellules est mesurée.

5.2.2 **Balance**, ayant une précision inférieure à 0,1 mg.

5.2.3 **Détecteurs de température**, c'est-à-dire des thermocouples conformes à l'IEC 60584-1, doivent être utilisés pour la mesure de la température.

5.2.4 **Système d'acquisition de données**, dont la périodicité de mesure pendant l'essai doit être inférieure à 0,5 s.