
**Céramiques techniques — Propriétés
thermophysiques des composites
céramiques — Détermination
de la diffusivité thermique
unidimensionnelle par la méthode
flash**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Thermophysical properties of ceramic composites — Determination
of unidimensional thermal diffusivity by flash method*

ISO 19629:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e83e12c-0871-484e-8e34-a69d5b1d0f4c/iso-19629-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19629:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e83e12c-0871-484e-8e34-a69d5b1d0f4c/iso-19629-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 Source d'excitation thermique.....	2
5.2 Enceinte d'essai.....	2
5.3 Détecteurs.....	3
5.3.1 Mesure de la température absolue.....	3
5.3.2 Détecteurs de température.....	3
5.4 Acquisition des données.....	4
6 Éprouvettes	4
7 Préparation des éprouvettes	4
7.1 Usinage et préparation.....	4
7.2 Nombre d'éprouvettes.....	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Étalonnage de l'appareil.....	4
8.2 Mode opératoire.....	4
9 Résultats	5
9.1 Détermination de la diffusivité thermique.....	5
9.2 Sources d'incertitude.....	5
10 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Modèle thermique unidimensionnel	9
Annexe B (informative) Caractéristiques expérimentales pour des mesures optimales	11
Bibliographie	12

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 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).

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 www.iso.org/avant-propos.

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

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Céramiques techniques — Propriétés thermophysiques des composites céramiques — Détermination de la diffusivité thermique unidimensionnelle par la méthode flash

1 Domaine d'application

Le présent document décrit la méthode flash utilisée pour déterminer la diffusivité thermique de composites à matrice céramique renforcés de fibres continues.

Pour se conformer à l'hypothèse de transfert de chaleur unidimensionnel, les conditions expérimentales sont définies de sorte que le matériau se comporte de manière homogène. Cela implique de réaliser les mesures dans un axe de symétrie du composite.

La méthode s'applique aux matériaux qui sont physiquement et chimiquement stables lors de la mesure et couvre la plage de température allant de 100 K à 2 800 K. Elle est adaptée à la mesure des valeurs de diffusivité thermique situées dans la plage de $10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ à $10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

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 3611, *Spécification géométrique des produits (GPS) — Équipement de mesure dimensionnel: Micromètres d'extérieur — Caractéristiques de conception et caractéristiques métrologiques*

ISO 20507, *Céramiques techniques — Vocabulaire*

EN 60584-1, *Couples thermoélectriques — Partie 1: spécifications et tolérances en matière de FEM (IEC 60584-1:1995)*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de ISO 20507 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:

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

3.1 diffusivité thermique

a

rapport de la conductivité thermique et du produit de la masse volumique réelle par la capacité thermique massique

3.2

temps de «demi-montée»

$t_{1/2}$

temps écoulé depuis l'initiation de l'impulsion jusqu'à ce que l'augmentation de la température sur la face arrière de l'éprouvette atteigne la moitié de la température maximale atteinte

3.3

épaisseur

h

dimension de l'éprouvette dans la direction de mesure du transfert de chaleur

4 Principe

Une face d'une éprouvette aux faces planes et parallèles est exposée à une impulsion d'énergie uniformément distribuée, de très courte durée par rapport au temps de «demi-montée».

L'augmentation de température transitoire (ΔT) sur la face opposée (face arrière) ou une grandeur directement proportionnelle à ΔT est enregistrée en fonction du temps (t) (voir la [Figure 1](#)).

La diffusivité thermique est obtenue en comparant le thermogramme expérimental à un modèle théorique, qui est un modèle thermique analytique unidimensionnel à deux paramètres, comme celui décrit dans l'[Annexe A](#). Si d'autres modèles sont utilisés, ils doivent être spécifiés dans le rapport d'essai.

5 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW

5.1 Source d'excitation thermique (standards.iteh.ai)

La source d'excitation thermique peut être un tube à éclairs (lampe) ou un laser impulsionnel.

L'énergie d'impulsion doit être aussi uniforme que possible sur la face avant de l'éprouvette.

5.2 Enceinte d'essai

L'enceinte d'essai doit être un four ou un cryostat pouvant fonctionner dans la plage de température requise, ou une enceinte exempte de courants d'air dans le cas d'une mesure à température ambiante.

La conception du four doit satisfaire aux exigences suivantes:

- il doit contenir une zone de travail dans laquelle le gradient spatial de température est suffisamment faible (≤ 5 K sur toute la largeur de la zone de travail) pour conduire à une température homogène de l'éprouvette;
- en régime établi, la dérive de la température doit être inférieure à 0,01 K/s;
- la source d'excitation thermique peut être placée à l'intérieur ou à l'extérieur du four; dans le cas où il serait à l'extérieur, le four doit être muni d'une fenêtre transparente au rayonnement impulsionnel;
- le four doit fournir un accès approprié pour permettre la mesure de ΔT ou d'une grandeur directement proportionnelle à ΔT sur la face arrière de l'éprouvette.

Lorsque l'essai est réalisé sous gaz, il convient que l'éprouvette soit en position horizontale pour réduire les effets de convection du gaz sur l'éprouvette.

NOTE Une mesure sous vide réduira les pertes par convection et limitera le phénomène d'oxydation à température élevée.

5.3 Détecteurs

5.3.1 Mesure de la température absolue

La température de l'éprouvette doit être mesurée avec un thermocouple (conformément à l'EN 60584-1) ou avec un pyromètre optique.

5.3.2 Détecteurs de température

Le détecteur de température doit être un détecteur quantique de rayonnement, un thermocouple ou tout autre moyen ne perturbant pas la mesure de la réponse transitoire de l'éprouvette. Il doit pouvoir détecter des variations de température de l'éprouvette de 0,05 K, avec une réponse linéaire dans la plage de variation de la température inférieure ou égale à 5 K.

Le choix du détecteur dépend principalement de la plage de température dans laquelle la mesure doit être réalisée et du temps caractéristique de l'échantillon. Le premier paramètre définit le domaine spectral pour lequel la sensibilité de détection du détecteur doit être maximale; le second paramètre fixe sa constante de temps.

Son temps de réponse doit être comme indiqué dans la [Formule \(1\)](#).

$$t_d \leq 0,002 h^2/a \quad (1)$$

où

t_d est le temps de réponse, en secondes (s);

h est l'épaisseur, en mètres (m);

a est la diffusivité thermique, en mètres carrés par seconde ($m^2 \cdot s^{-1}$).

Cette condition doit être vérifiée par la suite et si elle n'est pas remplie, la taille de l'éprouvette doit être augmentée.

Si un détecteur infrarouge est utilisé, celui-ci doit être approprié pour mesurer la température minimale de l'éprouvette, par exemple:

- a) des cellules en HgCdTe ou PbSnTe refroidies à l'azote liquide, pour des températures d'éprouvette comprises dans la plage de 300 K à 800 K;
- b) des cellules en PbS ou InSb pour des températures d'éprouvette supérieures à 500 K.

Il est nécessaire de veiller à ce que le signal provienne uniquement de la zone centrale de la face arrière, avec une tolérance de 5 % sur le diamètre de l'éprouvette.

Si des thermocouples sont utilisés, ceux-ci doivent être à jonction séparée, la soudure chaude étant la face arrière de l'éprouvette. Ils doivent être conformes à l'EN 60584-1. Un matériau d'essai non conducteur électrique doit être revêtu en face avant et en face arrière avec un revêtement mince présentant une conductivité thermique élevée, afin de s'assurer d'une mesure précise des températures de surface.

Pour rendre minimum les pertes de chaleur, il est recommandé d'utiliser des thermocouples avec des fils ayant un diamètre aussi faible que possible.

Pour des mesures de la température ambiante jusqu'à 1 100 K, le type de thermocouple le plus souvent utilisé est le type chromel-alumel. Il est également possible d'utiliser des thermocouples semi-conducteurs: Bi₂Te₃ de 90 K à 400 K et FeSi₂ pour des températures allant jusqu'à 1 100 K. Pour les températures supérieures à 1 100 K, une technique de mesure sans contact est recommandée.

5.4 Acquisition des données

Le système d'acquisition de données peut être analogique ou numérique. Il doit être équipé d'un moyen permettant d'enregistrer la variation de température en fonction du temps (avant, pendant et après l'excitation thermique) et l'origine du temps. Ce moyen doit avoir une précision de 0,02 ms.

6 Éprouvettes

La taille des éprouvettes doit être fixée afin de satisfaire aux exigences relatives à l'application du modèle thermique choisi (par exemple celui décrit dans l'[Annexe A](#)). En règle générale, un disque d'un diamètre compris entre 1 mm et 8 mm est utilisé.

L'épaisseur de l'éprouvette doit être définie en relation avec les caractéristiques de la source d'excitation thermique afin de rendre minimum les facteurs d'incertitude dus à des conditions aux limites mal maîtrisées, tels que (i) la durée de l'impulsion, (ii) la non-uniformité du flux incident, (iii) les pertes de chaleur et (iv) la non-linéarité (voir le diagramme illustré à l'[Annexe B](#)).

7 Préparation des éprouvettes

7.1 Usinage et préparation

Les éprouvettes doivent être découpées en faisant en sorte que leur axe longitudinal coïncide avec l'une des directions principales du renfort. Les faces perpendiculaires à la face à mesurer doivent être planes et parallèles. Le défaut de parallélisme des deux faces doit être inférieur à 0,05 mm.

Si l'éprouvette est transparente au rayonnement infrarouge à la longueur d'onde considérée de la source de chaleur, un revêtement est nécessaire. Ce revêtement doit être opaque, absorbant, adhérent et compatible avec l'éprouvette. L'épaisseur du revêtement doit être aussi faible que possible afin de ne pas influencer la mesure de la diffusivité.

Si l'éprouvette n'est pas conductrice et si un thermocouple est utilisé pour mesurer la température en face arrière, un revêtement conducteur adéquat doit être utilisé.

7.2 Nombre d'éprouvettes

Un minimum de trois éprouvettes doit être soumis à l'essai.

8 Mode opératoire

8.1 Étalonnage de l'appareil

Comme la mesure de la diffusivité thermique est une méthode absolue, il est possible d'utiliser des matériaux de référence ayant des diffusivités connues pour valider la procédure. L'homogénéité du faisceau laser peut être vérifiée en utilisant une cellule photoélectrique ou une photodiode.

NOTE Il n'existe pas de matériau de référence normalisé reconnu pour les mesures de diffusivité thermique bien que plusieurs matériaux soient souvent utilisés (par exemple le graphite POCO ou le fer ARMCO).

8.2 Mode opératoire

La durée d'impulsion doit être inférieure ou égale à $0,002 h^2/a$ pour permettre l'application directe du modèle théorique. En général, cela correspond à une période inférieure à 1/50 du temps de «demi-montée» ($t_{1/2}$).

NOTE Lorsque cette condition n'est pas respectée, une correction du thermogramme est possible en plaçant l'origine du temps au barycentre énergétique t_b de l'impulsion (voir la [Figure 1](#)).

Mesurer l'épaisseur de l'éprouvette à 0,01 mm près, à l'aide d'un pied à coulisse ou d'un micromètre conformément à l'ISO 3611. Si un revêtement est utilisé, réaliser cette mesure avant d'appliquer le revêtement. Lorsque la variation d'épaisseur due à la dilatation thermique est supérieure à 1 %, appliquer une correction à la valeur d'épaisseur mesurée.

Fixer l'éprouvette de manière que la face avant soit perpendiculaire au faisceau d'excitation thermique. Les pertes thermiques de l'éprouvette dans l'environnement ambiant doivent être minimales et la zone de contact de l'éprouvette avec le porte-éprouvette doit être aussi réduite que possible.

Une fois que l'éprouvette a atteint une température constante, sa face avant est exposée à l'excitation thermique et la variation de température est mesurée sur la face arrière (voir la [Figure 2](#)).

L'enregistrement doit démarrer avant l'impulsion afin de déterminer la valeur initiale de la température. Il convient d'éviter les dérives éventuelles de la valeur initiale de la température de base causées par l'impulsion.

Le niveau d'énergie de la source d'excitation thermique doit produire une augmentation de la température ne dépassant pas 5 K sur la face arrière de l'éprouvette. Dans le cas contraire, un nouvel essai doit être réalisé avec une énergie plus faible jusqu'à ce que cette condition soit remplie.

Les circonstances suivantes rendent l'essai invalide:

- absence d'identification et d'enregistrement des conditions d'essai;
- augmentation de température sur la face arrière supérieure à 5 K.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

9 Résultats

9.1 Détermination de la diffusivité thermique

La valeur de la diffusivité thermique est déterminée en comparant le thermogramme expérimental (voir la [Figure 1](#)) avec un ensemble de thermogrammes calculés obtenus en appliquant un modèle thermique.

Le modèle thermique considéré repose sur plusieurs approximations de simplification. Ces approximations imposent certaines limitations en ce qui concerne le domaine d'applicabilité du modèle et, par conséquent, certaines conditions aux limites sur la validité de l'expérience (voir par exemple l'[Annexe A](#)).

NOTE Dans le cas d'une mesure réalisée hors axes de symétrie, l'évaluation de l'augmentation de la température obtenue en face arrière est également possible selon d'autres modèles thermiques dérivés de l'équation de la chaleur de Fourier (voir la Bibliographie).

9.2 Sources d'incertitude

L'incertitude élargie relative pour les mesures de la diffusivité thermique peut être calculée en prenant en compte différentes sources d'incertitude:

- les caractéristiques physiques de l'éprouvette, telles que le parallélisme et la planéité des faces, l'isotropie, l'homogénéité et l'opacité du matériau;
- les grandeurs physiques, telles que l'épaisseur et la température de l'éprouvette, le temps, la tension d'alimentation et la linéarité du détecteur IR;
- les conditions aux limites du modèle théorique, telles que la durée d'excitation finie, l'uniformité du laser et les pertes thermiques.

NOTE Pour la plage de température de 100 K à 1 673 K, l'incertitude élargie relative courante se situe entre 3 % et 6 % pour les matériaux massifs homogènes opaques en utilisant la méthode des moments temporels partiels décrite en détail dans l'[Annexe A](#). Cette incertitude relative peut être nettement réduite en utilisant une approche statistique indirecte pour les plus grandes sources d'incertitude, comme l'approche Bayésienne.