

ISO/TC 61/SC 5

Date: 2017-10

Deleted: Date: 2017-05-6¶
ISO/FDIS 22007-1:2017(F)¶

ISO 22007-1:2017(F)

ISO/TC 61/SC 5/GT

Secrétariat: DIN

Plastiques — Détermination de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique — Partie 1: Principes généraux

Plastics — Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity — Part 1: General principles

ISO 22007-1:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d71a824-d3c7-4bd4-bd95-2c7b55cd6e1a/iso-22007-1-2017>

Type du document : Norme internationale

Sous-type du document :

Stade du document : (50) Approbation

Langue du document : F

D:\temp\macroserver\DOCX2PDFRGB\DOCX2PDFRGB.lacroix@CLACROIX_142\C067901f_trackchanges.docx STD Version 2.8f

Sommaire

Page

Avant-propos 3

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Termes et définitions.....	1
4	Principes.....	3
5	Méthodes d'essai	4
5.1	Généralités.....	4
5.2	Méthode du fil chaud.....	6
5.3	Méthode de la source linéaire	7
5.4	Méthode de la source plane transitoire	8
5.5	Méthode par analyse de l'oscillation de la température	9
5.6	Méthode flash laser	10
5.7	Méthodes en régime stationnaire	11
5.7.1	Méthode de la plaque chaude gardée	11
5.7.2	Méthode du fluxmètre thermique gardé	12
6	Rapport d'essai	13
Annexe A	(informative) Sources d'incertitude des méthodes transitoires thermiques	15
A.1	Généralités.....	15
A.2	Sources individuelles d'incertitude.....	15
A.3	Incertitude avec les méthodes en régime stationnaire et transitoires	16
A.3.1	Généralités.....	16
A.3.2	Méthode de la plaque chaude gardée (ISO 8302).....	16
A.3.3	Méthode du fil chaud (ISO 8894-1 et ISO 8894-2)	17
A.3.4	Méthode de la source plane transitoire (disque chaud) (ISO 22007-2).....	17
A.3.5	Méthode par analyse de l'oscillation de la température (ISO 22007-3)	18
A.3.6	Méthode flash laser (ISO 22007-4)	18
A.3.7	Technique de modulation de la température (ISO 22007-6).....	18
A.3.8	Erreurs statistiques	19
A.3.9	Erreurs auxiliaires.....	19

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.

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.

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 22007-1:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

Deleted:

Deleted:

Deleted:

Field Code Changed

Deleted: appelée

Deleted: www.iso.org/brevets

Deleted: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

Plastiques — Détermination de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique — Partie 1: Principes généraux

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire, lorsqu'elles s'appliquent. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à toute exigence réglementaire.

1 Domaine d'application

Le présent document décrit les principes de base des méthodes permettant de déterminer la conductivité thermique et la diffusivité thermique des matériaux polymères. Différentes techniques de mesurage sont disponibles et certaines peuvent être mieux adaptées que d'autres pour un type, un état et une forme particuliers du matériau. Le présent document donne un aperçu général de ces techniques. Les normes propres à ces techniques, telles que mentionnées dans le présent document, sont utilisées pour la mise en œuvre de la méthode d'essai réelle.

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 472, Plastiques — Vocabulaire

Deleted: ISO 472, Plastiques — Vocabulaire

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 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

choc thermique

variation thermique ayant la forme d'une impulsion produite par une source de chaleur

3.2

énergie de choc thermique

quantité de chaleur produite par une source de chaleur au cours du choc thermique

ISO 22007-1:2017(F)

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en joules (J).

3.3

source de chaleur

élément chauffant ayant la forme d'un fil, d'une bande, d'une plaque ou d'une feuille, noyé dans ou fixé sur une éprouvette, ou zone irradiée par une lumière incidente, par exemple un laser

3.4

flux de chaleur

q
puissance calorifique produite par une source de chaleur plane par unité de temps et unité de surface

Note 1 à l'article: Il est exprimé en watts par mètre carré (W/m²).

3.5

flux thermique linéaire

puissance calorifique produite par une source de chaleur linéaire par unité de temps et unité de longueur

Note 1 à l'article: Il est exprimé en watts par mètre (W/m).

3.6

profondeur de pénétration

profondeur caractéristique utilisée pour décrire l'étendue de la pénétration de la chaleur dans l'éprouvette durant un processus de mesurage transitoire

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en mètres (m).

3.7

transitoire de température

perturbation temporaire de la température dans un système initialement à une température uniforme, due à un choc thermique pendant une période au cours de laquelle le système n'atteint pas l'équilibre

3.8

capacité calorifique volumique

produit de la masse volumique par la chaleur massique

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en joules par mètre cube kelvin [J/(m³ · K)].

3.9

effusivité thermique

b
propriété de transfert de chaleur donnée par la racine carrée du produit de la conductivité thermique par la capacité calorifique volumique:

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

(1)

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

Field Code Changed

où

- λ est la conductivité thermique en watts par mètre kelvin [W/(m · K)];
 ρ est la masse volumique en kilogrammes par mètre cube [kg/m³];
 c_p est la capacité calorifique en joules par kelvin kilogramme [J/(K · kg)]

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en joules par mètre carré kelvin seconde à la puissance un demi $[J/(m^2 \cdot K \cdot s^{1/2})]$.

3.10

résistivité thermique

inverse de la conductivité thermique

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en mètres kelvins par watt $[(m \cdot K)/W]$.

4 Principes

La conductivité thermique se rapporte spécifiquement au mode de transfert de chaleur par conduction. Lors du mesurage de la conductivité thermique, d'autres modes de transfert de la chaleur peuvent se produire, par exemple par convection, par rayonnement et par transfert de masse. Lorsque ces modes sont significatifs, la propriété mesurée est généralement désignée en tant que conductivité thermique apparente ou effective. La conductivité thermique est influencée par les conditions dans lesquelles elle est mesurée, telles que la température et la pression, ainsi que par les variations de la composition du matériau et l'orientation de l'éprouvette, car certains matériaux ne sont pas isotropes.

Dans les méthodes en régime stationnaire, on laisse s'équilibrer à une température donnée une éprouvette de dimensions appropriées et de géométrie simple, en contact avec une source de chaleur et avec un ou plusieurs capteurs de température combinés ou séparés. Les méthodes transitoires peuvent être avec contact ou sans contact. Un transitoire de température est généré par un choc thermique afin de produire un champ de température dynamique au sein de l'éprouvette. La variation de température avec le temps (réponse en température) est mesurée par un ou plusieurs capteurs qui sont soit unifiés avec la source de chaleur et placés à une distance fixe de la source, soit situés de l'autre côté de l'éprouvette dans le cas de la méthode flash laser. Pour mesurer des films très minces (avec des épaisseurs de l'ordre de nanomètres) la méthode de réflectance thermique – une variante ultrarapide de l'analyse flash laser – est bien adaptée. Deux modes sont disponibles: le chauffage arrière/détection avant et chauffage avant/détection avant^[16]. Dans tous les cas, la réponse est ensuite analysée conformément à un modèle et un ensemble de solutions élaborés pour le montage représentatif et conçus pour la géométrie spécifique et les conditions aux limites prévues. Selon la géométrie de l'éprouvette et de la source et des moyens employés pour générer le champ de température, une ou plusieurs propriétés thermophysiques peuvent être obtenues séparément ou simultanément. Le Tableau 1 présente un récapitulatif des caractéristiques pour différentes formes des méthodes transitoires et les propriétés qu'elles permettent de déterminer.

NOTE 1 La plupart des plastiques non chargés appartiennent à la catégorie des matériaux ayant une conductivité thermique intermédiaire ($0,1 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ à $1 \text{ W/m} \cdot \text{K}$). Ils sont plus conducteurs que les mousses et les produits d'isolation, mais moins conducteurs que les céramiques et le verre. Leur conductivité thermique peut être considérablement augmentée par l'addition de charges. Différentes méthodes d'essai peuvent être utilisées selon la forme et l'état du plastique. Un aperçu de ces méthodes est donné dans l'Article 5. Des méthodes d'essai détaillées sont contenues dans d'autres parties de l'ISO 22007 et dans d'autres normes citées en référence.

NOTE 2 Des matériaux de référence sont nécessaires pour vérifier les performances des méthodes principales et pour étalonner les méthodes secondaires. De nombreux matériaux solides ont été caractérisés par des laboratoires de standards nationaux, tels que NPL, NIST, LNE, NMIJ et PTB, mais seuls le poly(méthacrylate de méthyle) et le panneau de fibres de verre IRMM-440 et le verre céramique BCR-724¹ se situent actuellement dans

¹ Le panneau de fibres de verre IRMM-440 et le verre céramique BCR-724 sont des produits fournis par le Joint Research Centre (JRC) de la Commission européenne. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

Deleted: verre Pyrex 7740

Deleted: Pyrex est une appellation commerciale déposée

Deleted: Corning Incorporated.

Deleted: de ce

ISO 22007-1:2017(F)

la plage de conductivité thermique de la plupart des matériaux polymères et polymères chargés. Le polydiméthylsiloxane et le glycérol sont des matériaux fluides de référence bien caractérisés qui se situent dans la plage de conductivité thermique des plastiques.

NOTE 3 La conductivité thermique λ peut être obtenue en multipliant la diffusivité thermique α par la capacité calorifique spécifique à pression constante c_p , c'est-à-dire $\lambda = \alpha \cdot c_p$ et la masse volumique ρ .

Tableau 1 — Caractéristiques fondamentales des méthodes transitoires

Type de méthode	Source de chaleur/ Géométrie de la source de chaleur	Mode de production de chaleur	Configuration source de chaleur/capteur de température	Paramètres mesurés et/ou calculés
Fil chaud/ source linéaire/ bande chaude	Contact/Linéaire, bande	Progressif	Unie ^a ou séparée ^b	λ, α (c_p et b dans certaines formes de la méthode)
Choc transitoire	Plane	Choc	Séparée	α, c_p, λ
Source plane transitoire	Contact/plane	Choc, progressif	Unie	α, c_p, λ
Laser ou lumière flash	Laser, lampe xénon/plane	Choc	Séparée	α, c_p, λ
λ = conductivité thermique; α = diffusivité thermique; b = effusivité thermique; c_p = chaleur massique. ^a Un capteur. ^b Deux capteurs.				

Deleted: c_p

Deleted: c_p

Deleted: c_p

Deleted: c_p

Deleted: c_p

L'Annexe A fournit des informations sur les sources d'incertitude des méthodes transitoires par contact.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d71a824-d3c7-4bd4-bd95-2c7b55cd6e1a/iso-22007-1-2017>

5 Méthodes d'essai

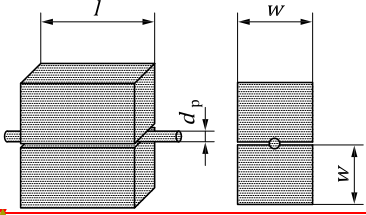
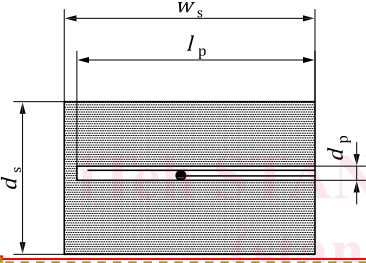
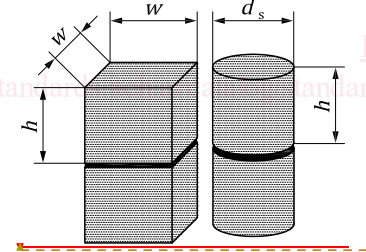
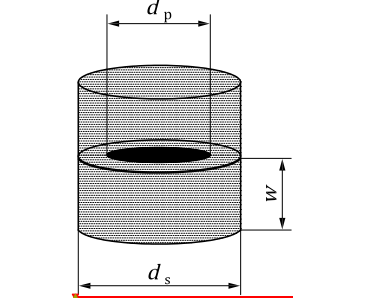
5.1 Généralités

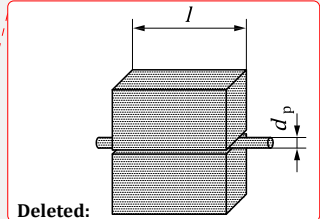
De nombreuses méthodes d'essai ont été élaborées pour fournir un moyen de mesurer la conductivité thermique et la diffusivité thermique en se fondant sur le principe de base exposé ci-dessus. Un aperçu de ces méthodes est donné dans les paragraphes suivants. Certaines de ces méthodes sont résumées dans le Tableau 2, puis expliquées de manière plus détaillée. Tous les détails de la mise en œuvre de chacune des méthodes d'essai décrites de 5.4 à 5.6 sont donnés dans l'ISO 22007-2, l'ISO 22007-3, l'ISO 22007-4 et l'ISO 22007-6.

Dans les méthodes par contact, l'exactitude du résultat du mesurage dépend fortement du bon contact thermique entre le détecteur et l'éprouvette. Il convient d'appliquer une pression uniaxiale suffisante pour presser les parties de l'éprouvette contre la source de chaleur.

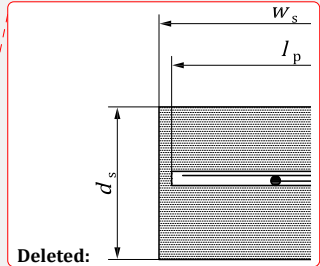
NOTE Dans certains cas, de la pâte de dissipation thermique est utilisée dans le but d'améliorer le contact, mais il convient que l'utilisateur soit averti qu'elle peut contribuer à l'incertitude de mesure et que leur effet soit quantifié de manière adéquate pour obtenir des résultats précis. Il convient d'éviter d'avoir trop de pâte et qu'elle soit appliquée à de mauvais emplacements (par exemple en dehors de la zone de l'élément chauffant).

Tableau 2 — Représentation schématique des différentes méthodes expérimentales transitoires par contact indiquant les dimensions critiques

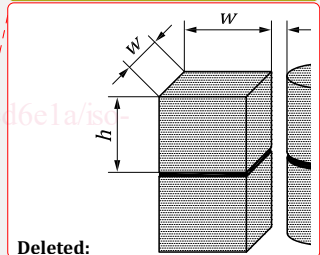
Méthode	Configuration de l'éprouvette	Paramètres caractéristiques	Modèle idéal
Fil chaud ^a		l = longueur de l'éprouvette w = largeur de l'éprouvette, épaisseur d_p = diamètre du fil	$200d_p < w$ $l > 4w$
Source linéaire ^a		w_s = zone active l_p = longueur de la sonde d_p = diamètre de la sonde d_s = diamètre de l'éprouvette	$w_s > 1,5 l_p$ $l_p > 33 d_p$ $d_s > 6 d_p$
Plaques chaudes ^b		w = largeur, épaisseur h = hauteur d_s = diamètre de l'éprouvette	$w, h, d_s > 3\sqrt{\alpha t_{\max}}$ où $t_{\max}$ est la durée maximale de mesurage
Source plane transitoire ^b		d_p = diamètre de la source de chaleur d_s = diamètre de l'éprouvette w = épaisseur de l'éprouvette	$d_s - d_p > 4\sqrt{\alpha t_{\max}}$ où $t_{\max}$ est la durée maximale de mesurage



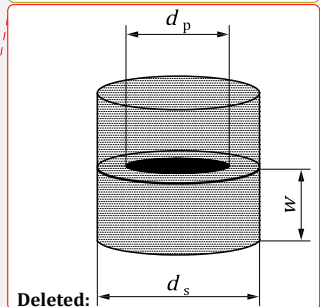
Formatted: Font:



Formatted: Font:



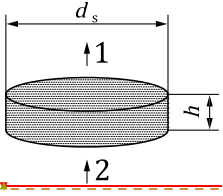
Formatted: Font:

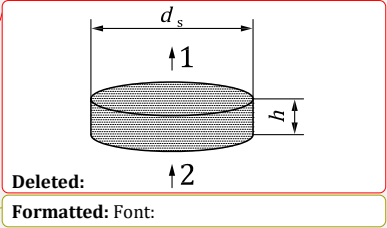


Formatted: Font:

Deleted: $d_s - d_p > 4\sqrt{\alpha t_{\max}}$ ¶

Field Code Changed

Laser ou lumière flash^c		h = épaisseur de l'éprouvette d_s/h = rapport entre le diamètre de l'éprouvette (d_s) et l'épaisseur (h) 1 = détecteur IR 2 = source de puissance (laser ou lampe xénon)	$d_s/h > 5$ Le diamètre d_s ou la longueur du côté de l'éprouvette doit être > 10 mm
^a Une rainure ou un trou approprié(e) doit être réalisé(e) pour le fil chaud ou la source linéaire, sauf si l'éprouvette est liquide. ^b Un bon contact thermique doit être obtenu entre la bande ou le disque et l'éprouvette. ^c Géométries possibles: éprouvette ronde ou rectangulaire.			



5.2 Méthode du fil chaud

Cette méthode peut être utilisée pour déterminer la conductivité thermique des polymères en fonction de la température. Elle n'est applicable qu'aux matériaux isotropes, quelle que soit leur forme, par exemple plaques, mousses, granulés ou poudres.

NOTE La méthode du fil chaud est principalement utilisée pour des polymères solides, car les éléments de mesurage peuvent être détruits lorsque l'on travaille avec des polymères fondus.

La méthode du fil chaud est une méthode transitoire. Un fil chauffant est placé dans une éprouvette ou entre deux éprouvettes du même matériau. La température est mesurée par le fil lui-même agissant comme un détecteur de température à résistance de platine ou par un thermocouple placé à proximité immédiate du fil. L'élément chauffant est mis sous tension et l'élévation de température du thermocouple est mesurée en fonction du temps.

Il est possible de décrire le flux de chaleur transitoire pour un fil infiniment long, dérivé de l'équation différentielle de Fourier comme suit:

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

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

Field Code Changed

où

t est le temps, en s;

ϕ est le flux de chaleur généré par le fil, en W;

r est la distance entre l'élément chauffant et le thermocouple, en m;

L est la longueur du fil, en m;

λ est la conductivité thermique, en W/(m·K);

α est la diffusivité thermique, en m²/s ($\alpha = \lambda/\rho C_p$);

Ei(x) est l'intégrale d'exponentielle, donnée par:

Deleted: ¶

ρ

... [1]

$$-\text{Ei}(x) = \int_x^{\infty} \frac{e^{-u}}{u} du \quad (3)$$

Pour les valeurs de $r^2/4\alpha t$ inférieures à 1, la Formule (2) peut être simplifiée comme suit:

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

où

$$C = e^{\gamma}$$

où γ est la constante d'Euler (= 0,577 216).

Selon la Formule (4), la variation de la température, $\Delta T(r,t)$, est une fonction linéaire du logarithme népérien du temps et la conductivité thermique de l'échantillon peut être déterminée à l'aide de la Formule (5):

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

où K est la pente de la partie linéaire de la courbe de la variation de température en fonction du logarithme népérien du temps.

En utilisant les dimensions appropriées pour l'éprouvette et l'élément chauffant, telles qu'indiquées dans le Tableau 2, la Formule (5) peut être utilisée pour des applications pratiques.

Les détails de la méthode d'essai sont donnés dans l'ISO 8894-1^[12], l'ISO 8894-2^[13] et l'ASTM C1113^[19].

5.3 Méthode de la source linéaire

Cette technique^[2], parfois appelée méthode de la sonde aiguille, est une variante de la méthode du fil chaud. Elle fait appel à une sonde de source linéaire ayant la forme d'une aiguille qui permet d'effectuer des mesurages répétés de la conductivité thermique sans détruire le capteur. Cette méthode transitoire permet d'effectuer des mesurages très rapides et est adaptée aux mesurages de la conductivité thermique à l'état fondu ainsi qu'à l'état solide. Elle n'est pas adaptée au mesurage des propriétés directionnelles des matériaux anisotropes à l'état solide.

Une source linéaire est placée au centre de l'éprouvette soumise à essai. La source linéaire et l'éprouvette sont maintenues à une température initiale constante. Au cours du mesurage, une quantité connue de chaleur est produite par la source linéaire et engendre la propagation radiale d'une onde calorifique dans l'éprouvette. Les formules principales sont les mêmes que pour la méthode du fil chaud. La source linéaire prend la forme d'une sonde aiguille de longueur et de diamètre finis. Les sondes types ont une longueur comprise entre 50 mm et 100 mm et un diamètre de l'ordre de 1,5 mm à 2 mm et contiennent un élément chauffant qui parcourt toute la longueur de l'aiguille. Un capteur à thermocouple également situé à l'intérieur de l'aiguille et dont le point sensible est positionné à mi-longueur de la sonde mesure l'élévation de température associée au transitoire. Tout écart par rapport au modèle, par exemple des dimensions finies de la sonde, nécessite un étalonnage de la sonde avec un matériau de référence. Une constante de sonde, C , est introduite dans la Formule (5); elle représente le rapport de la conductivité thermique réelle du matériau de référence à celle mesurée par l'instrument:

$$\lambda = \frac{C\phi}{4\pi LK} \quad (6)$$