



Norme
internationale

ISO 19628

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

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

Deuxième édition
2024-11

[ISO 19628:2024](https://standards.iteh.ai/standards/iso/6334e6c2-a5f1-491d-99ee-b1d1a683e35f/iso-19628-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6334e6c2-a5f1-491d-99ee-b1d1a683e35f/iso-19628-2024>

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 19628:2024

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6334e6c2-a5f1-491d-99ee-b1d1a683e35f/iso-19628-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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
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 Méthode A – Calorimétrie à chute	2
4.1 Principe	2
4.2 Appareillage	2
4.3 Matériaux étalons	3
4.4 Capsules	3
4.5 Éprouvettes	3
4.6 Étalonnage du calorimètre	3
4.6.1 Généralités	3
4.6.2 Étalonnage électrique	3
4.6.3 Étalonnage au moyen d'un matériau étalon	4
4.7 Modes opératoires d'essai	4
4.7.1 Généralités	4
4.7.2 Essai sans encapsulation	4
4.7.3 Essai avec encapsulation	5
4.7.4 Description de l'essai	5
4.8 Calculs	6
4.8.1 Généralités	6
4.8.2 Détermination du facteur d'étalonnage du calorimètre	6
4.8.3 Détermination de la capacité thermique massique moyenne $\overline{C_p}$	6
4.8.4 Détermination de la capacité thermique massique C_p	7
5 Méthode B – Calorimétrie différentielle à balayage	8
5.1 Principe	8
5.1.1 Généralités	8
5.1.2 Méthode par chauffage par paliers	8
5.1.3 Méthode par chauffage continu	9
5.2 Appareillage	9
5.3 Matériaux étalons	9
5.4 Éprouvettes	10
5.5 Étalonnage des températures	10
5.6 Mode opératoire d'essai pour la détermination de C_p	10
5.6.1 Généralités	10
5.6.2 Méthode 1: mesures exigeant la connaissance du facteur K	10
5.6.3 Méthode 2: mesures exigeant l'utilisation d'un matériau étalon	13
5.7 Calcul des résultats	16
5.7.1 Méthode exigeant la connaissance du facteur K	16
5.7.2 Méthode utilisant un matériau étalon	18
6 Rapport d'essai	19
Annexe A (Informative) Calorimètre à chute — Détermination du facteur d'étalonnage en utilisant un matériau étalon	20
Annexe B (informative) Matériau étalon	22
Annexe C (informative) Matériaux pour l'étalonnage des calorimètres	28
Bibliographie	29

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevet.

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le Comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*, en collaboration avec le Comité technique CEN/TC 184, *Céramiques techniques avancées*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 19268:2017), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- révision du domaine d'application pour étendre la température maximale d'utilisation de la méthode A à 3 000 K;
- révision de [l'Article 4](#) en introduisant la possibilité d'appliquer la méthode de calorimétrie à chute pour les températures $T_1 > T_2$ (calorimétrie à chute «conventionnelle»);
- ajout de spécifications pertinentes concernant les récipients et les thermomètres à utiliser;
- description des méthodes d'étalonnage *in situ* du calorimètre et des thermomètres;
- ajout d'un alinéa traitant de la détermination de la capacité thermique massique à des températures données à partir de mesures effectuées par calorimétrie à chute;
- mise à jour de la liste de références dans la Bibliographie.

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 capacité thermique massique

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux méthodes pour la détermination de la capacité thermique massique 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 3 000 K, tandis que la méthode B est limitée à 1 900 K.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 — Céramiques composites — 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 les définitions de 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:

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

3.1

capacité thermique massique

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

$$C_p = \frac{1}{m} \frac{dQ}{dT} \quad (1)$$

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

3.2**capacité thermique massique moyenne**

$$C_p(T_1, T_2)$$

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**4.1 Principe**

En calorimétrie à chute «conventionnelle», l'éprouvette est chauffée dans un four à une température constante T_2 , puis chute dans un calorimètre à une température constante T_1 . La quantité mesurée correspond à la quantité de chaleur Q libérée lors du refroidissement de l'éprouvette à la température calorimétrique T_1 .

En calorimétrie à chute «inverse», l'éprouvette est maintenue dans une chambre de conditionnement à une température constante T_1 avoisinant la température ambiante, puis chute dans un calorimètre chauffé à une température constante T_2 . La quantité mesurée correspond à la quantité de chaleur Q absorbée en chauffant l'éprouvette à la température calorimétrique T_2 .

Quelle que soit la méthode, calorimétrie à chute «conventionnelle» ou «inverse», la température T_2 est supérieure à la température T_1 .

Dans les deux méthodes, le matériau soumis à essai ne doit pas subir de transition de phase dans l'incrément de température ($T_2 - T_1$).

Le transfert de l'éprouvette doit se faire dans des conditions aussi proches que possible des conditions adiabatiques.

La capacité thermique massique et la capacité thermique massique moyenne sont déterminées à partir de la quantité de chaleur absorbée ou libérée par l'éprouvette dans le calorimètre en fonction du mode calorimétrique appliqué.

4.2 Appareillage

4.2.1 Calorimètre à chute, dont il existe plusieurs types. Ils comportent une (ou plusieurs) chambre de conditionnement et de mesure capable de travailler sous atmosphère contrôlée, équipée d'un système de régulation en température. Il est recommandé que ces systèmes de régulation permettent d'obtenir une stabilité en température meilleure que 1 K en dessous de 1 300 K, meilleure que 2 K de 1 300 K à 2 300 K et meilleure que 4 K au-dessus de 2 300 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, des thermocouples conformes à l'IEC 60584-1 doivent être utilisés pour la mesure des températures jusqu'à 1 920 K.

Il est possible d'utiliser des pyromètres pour les températures supérieures à 1 273 K.

Les thermocouples et les pyromètres doivent être régulièrement étalonnés dans leurs plages de températures de fonctionnement, car ils risquent de dériver au cours du temps.

Les thermocouples peuvent être étalonnés soit en mesurant une série de points fixes de température (par exemple points de fusion/congélation), soit par comparaison avec des thermomètres de référence dans des bains ou des fours thermiquement stabilisés.

NOTE 1 Des guides techniques sur l'étalonnage des thermocouples^[2] sont disponibles à l'adresse suivante: <https://www.euramet.org/publications-media-centre/calibration-guidelines/>.

Les pyromètres sont généralement étalonnés en température de luminance en utilisant des corps noirs de référence. En plus de ces étalonnages réalisés à l'extérieur de l'installation calorimétrique, il est recommandé d'effectuer des étalonnages in situ des pyromètres en utilisant des points fixes de température^[3].

4.2.4 Système d'acquisition de données, dont la période d'échantillonnage 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 Capsules

Le cas échéant, il est nécessaire de choisir des capsules adaptées afin d'éviter toute réaction chimique ou contamination de l'éprouvette par le matériau de la capsule, en particulier à haute température.

4.5 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.

4.6 Étalonnage du calorimètre

4.6.1 Généralités

L'étalonnage du calorimètre 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 massique connue est soumis au mode opératoire décrit en [4.7](#).

4.6.2 Étalonnage électrique

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

la résistance étalonnée dans le calorimètre pendant l'étalonnage électrique et les essais, de sorte que les conditions expérimentales pendant les deux étapes restent strictement inchangées^[4,5].

NOTE 1 Pour la calorimétrie à chute «inverse», la méthode par dissipation de puissance dans une résistance est limitée à 1 350 K pour éviter d'endommager la résistance à haute température.

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.

4.6.3 Étalonnage au moyen d'un matériau étalon

Cet étalonnage est appelé «étalonnage par chute». Une éprouvette de matériau étalon de capacité thermique massique connue est soumise au mode opératoire d'essai décrit en 4.7. (Voir l'Annexe B pour les matériaux étalons.) Le facteur d'étalonnage est déterminé selon l'Annexe A.

4.7 Modes opératoires d'essai

4.7.1 Généralités

Les modes opératoires d'essai décrits dans les paragraphes 4.7.2 à 4.7.4 doivent être appliqués en fonction de la configuration expérimentale (essai avec ou sans encapsulation) et de la méthode d'étalonnage (étalonnage électrique ou étalonnage au moyen d'un matériau étalon).

Dans le cas de la détermination de la capacité thermique massique moyenne $\overline{C_p}(T_1, T_2)$ (voir le paragraphe 4.8.3), les essais sont effectués pour un couple de températures T_1 et T_2 .

Pour mesurer la capacité thermique massique C_p (voir le paragraphe 4.8.4), les essais doivent être effectués pour différents couples de températures T_1 et T_2 couvrant la plage de températures d'investigation:

- En calorimétrie à chute «conventionnelle», les essais sont répétés en faisant varier la température du four T_2 , la température du calorimètre T_1 étant maintenue constante.
- En calorimétrie à chute «inverse», les essais sont répétés en faisant varier la température du calorimètre T_2 , la température de la chambre de conditionnement T_1 étant maintenue constante.

4.7.2 Essai sans encapsulation

4.7.2.1 Essai avec étalonnage par chute

L'essai sans encapsulation et avec étalonnage par chute est 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 4.7.4.

4.7.2.2 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 [4.7.4](#).

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

4.7.3 Essai avec encapsulation

4.7.3.1 Généralités

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

4.7.3.2 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 [4.7.4](#).

4.7.3.3 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;

— réalisation de la séquence d'essais suivante:

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 [4.7.4](#).

4.7.4 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 entre deux pesées successives inférieure à 0,2 mg:

- lorsqu'aucune capsule n'est 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 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 de l'éprouvette;
- faire chuter l'éprouvette;
- arrêter l'enregistrement lorsque le signal de sortie est stabilisé.

4.8 Calculs

4.8.1 Généralités

La variation de quantité de chaleur Q correspondant à la chute de l'éprouvette est exprimée en fonction de l'aire A située sous le signal délivré par le calorimètre par la [Formule \(2\)](#):

$$Q = K \cdot A \quad (2)$$

où K est le facteur d'étalonnage du calorimètre.

4.8.2 Détermination du facteur d'étalonnage du calorimètre

4.8.2.1 Étalonnage électrique

Le facteur d'étalonnage K à une température T est déterminé en divisant la quantité de chaleur Q dissipée par la résistance étalonnée à l'intérieur du calorimètre maintenu à la température T par l'aire A sous le signal calorimétrique:

$$K = \frac{Q}{A} \quad (3)$$

où

Q est la quantité de chaleur dissipée;

A est l'aire située sous le signal de sortie du calorimètre.

4.8.2.2 Avec un matériau étalon

Voir les [Annexes A](#) et [B](#).

4.8.3 Détermination de la capacité thermique massique moyenne $\overline{C_p}$

La capacité thermique massique moyenne est calculée à l'aide de la [Formule \(4\)](#):

$$\overline{C_p}(T_1, T_2) = \frac{1}{m_i} \frac{Q_i(T_1, T_2)}{(T_2 - T_1)} \quad (4)$$

où

T_1 est la température du calorimètre en cas d'utilisation de la calorimétrie à chute «conventionnelle» ou la température initiale à laquelle les éprouvettes sont conditionnées en cas de calorimétrie à chute «inverse»;

T_2 est la température initiale à laquelle les éprouvettes sont conditionnées en cas de calorimétrie à chute «conventionnelle» ou la température du calorimètre en cas de calorimétrie à chute «inverse»;

$Q_i(T_1, T_2)$ est la quantité de chaleur nécessaire pour augmenter la température de l'éprouvette de T_1 à T_2 ;

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

$\overline{C}_p(T_1, T_2)$ est la capacité thermique massique moyenne à la température $T = (T_1 + T_2) / 2$.

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 encapsulation:

$$\overline{C}_{pt} = \frac{K \cdot A_t}{m_t (T_2 - T_1)} \quad (5)$$

avec encapsulation:

$$\overline{C}_{pt} = \frac{K (A_{c+t} - A_c)}{m_t (T_2 - T_1)} \quad (6)$$

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.

4.8.4 Détermination de la capacité thermique massique C_p

La capacité thermique massique est calculée à l'aide du mode opératoire suivant:

- tracer les quantités de chaleur $Q(T_1, T_2)$ obtenues pour différents couples de températures T_1 et T_2 en fonction de T_2 .

En calorimétrie à chute «conventionnelle», les quantités de chaleur $Q(T_1, T_2)$ sont égales à $K(T_1) \cdot (A_{c+t} - A_c)$ avec encapsulation ou à $K(T_1) \cdot A_t$ sans encapsulation.

En calorimétrie à chute «inverse», les quantités de chaleur $Q(T_1, T_2)$ sont égales à $K(T_2) \cdot (A_{c+t} - A_c)$ avec encapsulation ou à $K(T_2) \cdot A_t$ sans encapsulation;

- déterminer le modèle mathématique donnant les quantités de chaleur $Q(T_1, T_2)$ en fonction de T_2 , qui correspond le mieux aux données expérimentales obtenues;
- la dérivée de ce modèle mathématique par rapport à la température et la division du résultat par la masse de l'éprouvette conduisent à la relation suivante donnant la capacité thermique massique $C_p(T)$ en fonction de la température T .

$$C_p = \frac{1}{m} \frac{dQ}{dT} \quad (7)$$