

DIN EN 1159-3

ICS 81.060.30

Ersatz für
DIN EN 1159-3:2003-07

**Hochleistungskeramik –
Keramische Verbundwerkstoffe, thermophysikalische Eigenschaften –
Teil 3: Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität;
Deutsche Fassung EN 1159-3:2003+AC:2008**

Advanced technical ceramics –
Ceramic composites, thermophysical properties –
Part 3: Determination of specific heat capacity;
German version EN 1159-1:2003+AC:2008

Céramiques techniques avancées –
Composites céramiques, propriétés thermophysiques –
Partie 3: Détermination de la capacité thermique spécifique;
Version allemande EN 1159-3:2003+AC:2008

Gesamtumfang 28 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 1159-3:2003+AC:2008) wurde vom SC 1 „Hochleistungskeramik-Verbundwerkstoffe“ des Technischen Komitees CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ (Sekretariat: BSI, Vereinigtes Königreich) erarbeitet.

Zu EN 1159-3 gibt es kein Arbeitsgremium im DIN, da seitens der deutschen Fachöffentlichkeit kein Interesse an diesem Normungsthema bekundet wurde.

Zu EN 1159-3:2003 hat CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ bereits 2007 ein AC herausgebracht, welches in dieser Neuauflage mit berücksichtigt ist.

Änderungen

Gegenüber DIN V ENV 1159-3:1995-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Inhalt redaktionell überarbeitet.

Gegenüber DIN EN 1159-3:2003-07 wurden folgende Korrekturen vorgenommen:

- a) die Gleichung zur Ableitung von Enthalpie- und Wärmekapazitätswerten für Temperaturen oberhalb 273,15 K auf S.24 wurde geändert.

Frühere Ausgaben

DIN V ENV 1159-3: 1995-04
DIN EN 1159-3: 2003-07

Deutsche Fassung

Hochleistungskeramik —
Keramische Verbundwerkstoffe, thermophysikalische Eigenschaften —
Teil 3: Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität

Advanced technical ceramics —
Ceramic composites, thermophysical properties —
Part 3: Determination of specific heat capacity

Céramiques techniques avancées —
Composites céramiques, propriétés thermophysiques —
Partie 3: Détermination de la capacité thermique spécifique

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 2. Januar 2003 angenommen.

Die Berichtigung AC wurde vom CEN am 16. April 2008 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, der Slowakei, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Verfahren A – Fallkalorimetrie	5
4.1 Grundlagen des Verfahrens	5
4.2 Geräte	5
4.3 Standard-Referenzmaterialien	5
4.4 Proben	5
4.5 Kalibrierung des Kalorimeters	6
4.5.1 Allgemeines	6
4.5.2 Elektrische Kalibrierung	6
4.5.3 Kalibrierung mit Standard-Referenzmaterial	6
4.6 Prüfverfahren	6
4.6.1 Prüfung ohne Tiegel	6
4.6.2 Prüfung mit Tiegel	7
4.6.3 Beschreibung der Prüfung	8
4.7 Berechnungen	8
4.7.1 Allgemeines	8
4.7.2 Bestimmung des kalorimetrischen Kalibrierfaktors	8
4.7.3 Bestimmung der mittleren spezifischen Wärmekapazität $\overline{C_p}$	8
5 Verfahren B – Dynamische Differenz-Kalorimetrie	9
5.1 Grundlagen des Verfahrens	9
5.1.1 Allgemeines	9
5.1.2 Stufenförmiges Aufheizverfahren	9
5.1.3 Kontinuierliches Aufheizverfahren	10
5.2 Geräte	10
5.2.1 Dynamisches Differenz-Kalorimeter	10
5.3 Standard-Referenzmaterialien, SRM	11
5.4 Proben	11
5.5 Temperatur-Kalibrierung	11
5.6 Prüfverfahren zur Bestimmung von C_p	11
5.6.1 Allgemeines	11
5.6.2 Verfahren 1: Messungen, bei denen der K -Faktor bekannt sein muss	12
5.6.3 Verfahren 2: Messungen, die die Verwendung eines Standard-Referenzmaterials (SRM) erfordern	13
5.7 Berechnung der Ergebnisse	14
5.7.1 Verfahren, bei dem der K -Faktor bekannt sein muss	14
5.7.2 Verfahren unter Verwendung eines SRM	15
6 Prüfbericht	17
Anhang A (normativ) Fallkalorimetrie — Bestimmung des Kalibrierfaktors mittels Standard-Referenzmaterial	20
Anhang B (informativ) Standard-Referenzmaterial	21
Anhang C (informativ) Materialien für die Kalibrierung des Kalorimeters	26
Literaturhinweise	26

Vorwort

Dieses Dokument (EN 1159-3:2003) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2003, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2003 zurückgezogen werden.

Dieses Dokument ersetzt ENV 1159-3:1995.

EN 1159 „*Hochleistungskeramik — Keramische Verbundwerkstoffe, thermophysikalische Eigenschaften*“ besteht aus drei Teilen:

- Teil 1: *Bestimmung der thermischen Ausdehnung*
- Teil 2: *Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit*
- Teil 3: *Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität*

Anhang A ist normativ. Die Anhänge B und C sind informativ.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Slowakei, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von EN 1159 legt zwei Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von keramischen Verbundwerkstoffen mit Endlos-Faserverstärkung (1D, 2D, 3D) fest.

Unidirektional (1D), bidirektional (2D) und tridirektional (XD, mit $2 < x \leq 3$).

Die beiden Verfahren sind:

- Verfahren A: Fallkalorimetrie;
- Verfahren B: dynamische Differenz-Kalorimetrie.

Die Verfahren sind von Umgebungstemperatur bis zu einer verfahrensabhängigen Maximaltemperatur anwendbar: Verfahren A kann bis 2 250 K angewendet werden, während Verfahren B auf Temperaturen bis 1 900 K beschränkt ist.

ANMERKUNG Verfahren A ist auf die Bestimmung einer mittleren spezifischen Wärmekapazität für einen vorgegebenen Temperaturbereich beschränkt und kann daher zu größeren Messwertstreuungen führen.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

EN 60584-1, *Thermopaare — Teil 1: Grundwerte der Thermospannungen* (IEC 60584-1:1995).

ENV 13233:1998, *Hochleistungskeramik — Keramische Verbundwerkstoffe — Bezeichnungen und Formelzeichen*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gelten die in ENV 13233:1998 angegebenen und die folgenden Begriffe:

3.1 spezifische Wärmekapazität C_p
Wärmemenge, die benötigt wird, um die Temperatur einer Masseneinheit eines Werkstoffes bei konstanter Temperatur und konstantem Druck um 1 K zu erhöhen

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

Dabei ist

Q die für einen Probekörper mit einer Masse m erforderliche Wärme.

3.2

mittlere spezifische Wärmekapazität $\overline{C_p}$

Wärmemenge, die benötigt wird, um die Temperatur einer Masseneinheit eines Werkstoffes von der Temperatur T_1 auf die Temperatur T_2 bei konstantem Druck zu erhöhen, dividiert durch die Temperaturdifferenz ($T_2 - T_1$), ausgedrückt in K

3.3

repräsentatives Volumenelement (RVE)

das Mindestvolumen, das für den betrachteten Werkstoff repräsentativ ist

4 Verfahren A – Fallkalorimetrie

4.1 Grundlagen des Verfahrens

Ein Probekörper wird von einer Konditionierkammer mit konstanter Temperatur T_1 in eine andere Kammer mit konstanter Temperatur T_2 fallen gelassen.

Die mittlere spezifische Wärmekapazität wird aus der gemessenen Wärmemenge bestimmt, die notwendig ist, um die Temperatur in der zweiten Kammer konstant zu halten. Die Überführung des Probekörpers muss unter Bedingungen erfolgen, die adiabatischen Bedingungen möglichst nahe kommen.

4.2 Geräte

4.2.1 Fallkalorimeter: Es gibt verschiedene Typen von Fallkalorimetern. Sie verfügen alle über eine (oder mehrere) Konditionierkammer(n) und Messkammern, die unter definierten Gaszusammensetzungen gefahren werden können und die alle mit einem Temperaturregelungssystem ausgestattet sind, das eine Temperaturkonstanz von weniger als 1 K ermöglicht.

Die Konditionierkammer muss eine homogene Temperaturzone besitzen, die größer als die Probengröße ist. Die Messkammer muss eine homogene Temperaturzone ausreichender Länge für die Aufnahme verschiedener Proben besitzen und eine ausreichende Temperaturträgheit haben, damit die Temperaturveränderung, bedingt durch das Fallen, begrenzt wird.

Strahlungswärmeverluste während des Fallens der Probe sind, sofern möglich, zu vermeiden.

4.2.2 Waage mit Fehlergrenzen von 0,1 mg für Probekörper über 10 mg und mit Fehlergrenzen von 0,01 mg für Probekörper mit einer Masse kleiner als 10 mg

4.2.3 Temperaturmessfühler: Thermopaare nach EN 60584-1 sind für Temperaturmessungen bis 1 920 K anzuwenden.

Für höhere Temperaturen dürfen Infrarot-Detektoren oder andere geeignete Messeinrichtungen eingesetzt werden.

4.2.4 Datenerfassungssystem: Der zeitliche Abstand zwischen zwei Messungen während der Prüfung muss kleiner als 0,5 s sein.

4.3 Standard-Referenzmaterialien

Standard-Referenzmaterialien, die für die Kalibrierung benutzt werden können, sind in Anhang B aufgelistet.

4.4 Proben

Die Proben müssen für das jeweilige Material repräsentativ sein.

ANMERKUNG Dieses Kriterium wird gewöhnlich von Proben erfüllt, die die höchste Anzahl von repräsentativen Volumenelementen enthalten, die mit dem Volumen des Tiegels verträglich ist; falls diese Anzahl geringer als 5 ist, sind mehrere Lösungen möglich:

- a) Die Proben sollten eine exakte Anzahl an repräsentativen Volumenelementen aufweisen;
- b) das Material sollte zu Pulver gemahlen werden und die Probenentnahme aus diesem Pulver erfolgen. Diese Lösung könnte jedoch zu Ergebnissen führen, die von denen der Prüfung an Festkörpern abweichen und sollte deshalb nur benutzt werden, wenn keine andere Lösung möglich ist;
- c) das Material sollte in Stücke geschnitten und eine Anzahl vergleichbarer Proben geprüft und ein Mittelwert bestimmt werden.

4.5 Kalibrierung des Kalorimeters

4.5.1 Allgemeines

Die Kalibrierung des Kalorimeters darf nach zwei verschiedenen Verfahren erfolgen. Das erste Verfahren besteht in der Ableitung einer bekannten Menge an thermischer Energie durch Verwendung eines kalibrierten Widerstandes, der in die zweite Kammer des Kalorimeters eingeführt wird. Beim zweiten Verfahren wird eine Referenzprobe mit bekannter spezifischer Wärmekapazität nach der in 4.6 beschriebenen Verfahrensweise fallen gelassen.

4.5.2 Elektrische Kalibrierung

Der Kalibrierfaktor ist das Verhältnis einer bekannten Menge an thermischer Energie, die an den Widerstand abgeleitet wird, zum Ausgangssignal des Kalorimeters unter Gleichgewichtsbedingungen, gemessen bei der Temperatur T_2 .

ANMERKUNG 1 Das Verfahren der Energieableitung an einen Widerstand ist beschränkt auf Temperaturen bis 1 350 K.

ANMERKUNG 2 Dieses Verfahren kann nur angewendet werden, wenn die Empfindlichkeit des Kalorimeters durch den Füllgrad der Messkammer nicht beeinflusst wird.

4.5.3 Kalibrierung mit Standard-Referenzmaterial

Diese Kalibrierung wird "Fallkalibrierung" genannt. Eine Probe aus einem Standard-Referenzmaterial mit bekannter spezifischer Wärmekapazität wird nach dem in 4.6 beschriebenen Prüfverfahren fallen gelassen. (Siehe Anhang B zu Standard-Referenzmaterialien). Dies ermöglicht die Bestimmung des Kalibrierfaktors (siehe Anhang A).

4.6 Prüfverfahren

ANMERKUNG Die Vermeidung von Wechselwirkungen zwischen der Probe und den Konditionier- und Messkammern kann die Verwendung eines versiegelten Tiegels erfordern.

4.6.1 Prüfung ohne Tiegel

4.6.1.1 Prüfung mit Fallkalibrierung

Die Prüfung ohne Tiegel und bei Fallkalibrierung wird in folgender Reihenfolge durchgeführt:

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

Dabei ist

- R Prüfung des Standard-Referenzmaterials und
- T Prüfung der Probe.

Jede Prüfung ist wie in 4.6.3 beschrieben durchzuführen.

4.6.1.2 Prüfung mit elektrischer Kalibrierung

Die Prüfung ohne Tiegel bei Kalibrierung durch Energieableitung an einen Widerstand wird in folgender Reihenfolge durchgeführt:

- Kalibrierung des Kalorimeters;
- Prüfung von drei Proben.

Jede Prüfung ist wie in 4.6.3 beschrieben durchzuführen.

4.6.2 Prüfung mit Tiegel

4.6.2.1 Allgemeines

Die Massen aller leeren, bei der Prüfung eingesetzten Tiegel dürfen sich nicht um mehr als 5 % voneinander unterscheiden.

4.6.2.2 Prüfung mit Fallkalibrierung

Die Prüfung mit einem Tiegel bei Fallkalibrierung wird in folgender Reihenfolge durchgeführt:

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

Dabei ist

- C die Prüfung mit dem leeren Tiegel;
- $C + R$ die Prüfung des Tiegels mit dem Standard-Referenzmaterial;
- $C + T$ die Prüfung des Tiegels mit der Probe.

Jede Prüfung ist wie in 4.6.3 beschrieben durchzuführen.

4.6.2.3 Prüfung mit elektrischer Kalibrierung

Die Prüfung mit einem Tiegel bei Kalibrierung durch Energieableitung an einen Widerstand wird folgendermaßen durchgeführt:

- Kalibrierung des Kalorimeters;
- Durchführung der Messung nach folgender Reihenfolge:

$C, C + T, C, C + T, C, C + T, C$

Dabei ist

- C die Prüfung mit dem leeren Tiegel;
- $C + T$ die Prüfung des Tiegels mit der Probe.

Jede Prüfung ist wie in 4.6.3 beschrieben durchzuführen.