

Hochleistungskeramik
Monolithische Keramik, Thermophysikalische Eigenschaften
 Teil 2: Messung der Temperaturleitfähigkeit mit dem Laserflash-
 (oder Wärmepuls-)Verfahren
 Deutsche Fassung EN 821-2 : 1997

DIN
EN 821-2

ICS 81.060.99

Deskriptoren: Hochleistungskeramik, monolithischer Werkstoff, Temperatur, Leitfähigkeit

Advanced technical ceramics — Monolithic ceramics — Thermo-physical properties —
 Part 2: Determination of thermal diffusivity by the laser flash (or heat pulse) method;
 German version EN 821-2 : 1997

Céramiques techniques avancées — Céramiques monolithiques — Propriétés thermo-physiques —
 Partie 2: Détermination de la diffusivité thermique par la méthode Flash laser (ou impulsion de chaleur);
 Version allemande EN 821-2 : 1997

Die Europäische Norm EN 821-2:1997 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm EN 821-2 : 1997 ist vom Komitee CEN/TC 184 "Hochleistungskeramik" erarbeitet worden.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuß NMP 291 "Prüfung von Hochleistungskeramik — Monolithische Werkstoffe" im Normenausschuß Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

Fortsetzung 12 Seiten EN

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

ICS 81.060.99

Deskriptoren: Keramik, körniges Material, thermodynamische Eigenschaft, Prüfung, Bestimmung, Diffusion, Wärmeleitfähigkeit

Deutsche Fassung

Hochleistungskeramik

Monolithische Keramik — Thermophysikalische Eigenschaften

Teil 2: Messung der Temperaturleitfähigkeit mit dem Laserflash-
(oder Wärmepuls-)Verfahren

Advanced technical ceramics — Monolithic ceramics — Thermo-physical properties — Part 2: Determination of thermal diffusivity by the laser flash (or heat pulse) method

Céramiques techniques avancées — Céramiques monolithiques — Propriétés thermo-physiques — Partie 2: Détermination de la diffusivité thermique par la méthode Flash laser (ou impulsion de chaleur)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1997-05-24 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 Zentralsekretariat 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 Zentralsekretariat 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, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, Tschechische Republik und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	2	8 Durchführung	5
1 Anwendungsbereich	2	9 Ergebnisse	6
2 Normative Verweisungen	2	10 Prüfbericht	6
3 Definitionen	2	Anhang A (informativ) Grundsatzgleichungen für die Berechnung	9
4 Grundlagen des Verfahrens	3	Anhang B (informativ) Abweichungen vom Idealverhalten	10
5 Geräte	3	Anhang C (informativ) Literaturhinweise	12
6 Proben	4		
7 Kalibrierung	5		

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 184 "Hochleistungskeramik", dessen Sekretariat von BSI gehalten wird, erarbeitet.

EN 821 besteht aus drei Teilen:

- Teil 1: Bestimmung der thermischen Längenänderung
- Teil 2: Messung der Temperaturleitfähigkeit mit dem Laserflash-(oder Wärmepuls-)Verfahren
- Teil 3: Bestimmung der spezifischen Wärme (ENV)

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 1997, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 1997 zurückgezogen werden.

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, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von EN 821 legt ein Verfahren zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit monolithischer keramischer Hochleistungswerkstoffe fest, das mit einer Meßunsicherheit von näherungsweise 5 % arbeitet. Es kann eingesetzt werden für Werkstoffe mit Temperaturleitfähigkeiten von 0,1 mm²/s bis 1 000 mm²/s und Temperaturen größer als -180 °C.

Anhang A enthält die mathematischen Ableitungen, Anhang B Anweisungen für Fälle, in denen der Versuchsaufbau nicht dem Idealfall entspricht.

ANMERKUNG 1: Es wird empfohlen, Meßtemperaturen, die höher sind als die Herstellungstemperatur der Probe, zu vermeiden.

ANMERKUNG 2: Dieses Verfahren schließt das Arbeiten mit gepulsten Hochleistungslasern oder Photoblitzlampen hoher Energie sowie den Umgang mit Hochvakuumssystemen und Hochtemperaturöfen mit ein. Die Beachtung entsprechender Sicherheitsvorschriften wird empfohlen. Siehe EN 60825.

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 Überarbeitun-

gen 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.

EN 4500-1

Kriterien zum Betreiben von Prüflaboratorien

EN 60584-1

Thermopaare — Teil 1: Grundwerte der Thermospannungen

EN 60584-2

Thermopaare — Teil 2: Grenzabweichungen

3 Definitionen

Für die Anwendung dieses Teiles von EN 821 gelten die folgenden Definitionen:

3.1 Temperaturleitfähigkeit: Wärmeleitfähigkeit dividiert durch spezifische Wärmekapazität je Volumeneinheit.

3.2 Wärmeleitfähigkeit: Wärmeflußdichte dividiert durch den Temperaturgradienten bei stationären Bedingungen.

3.3 Spezifische Wärme: Wärmekapazität je Masseneinheit.

3.4 Halbe Anstiegszeit: Zeit, die die Temperatur benötigt, um die Hälfte der maximalen oder Peaktemperatur zu erreichen.

4 Grundlagen des Verfahrens

Die Temperaturleitfähigkeit ist eine Materialkenngröße, die bei instationären Bedingungen den Wärmetransport beschreibt. Sie kann auf die Wärmeleitfähigkeit des Materials über die spezifische Wärme bezogen werden; sie ist definiert über die Gleichung:

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \quad (1)$$

Dabei ist:

- α Temperaturleitfähigkeit, in m^2/s ;
- λ Wärmeleitfähigkeit, in $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$;
- ρ Dichte, in kg/m^3 ;
- c_p spezifische Wärmekapazität, in $\text{J}/(\text{kg} \cdot \text{K})$.

Die Temperaturleitfähigkeit wird gemessen über den Temperaturanstieg als Funktion der Zeit an der Rückseite einer parallel geschnittenen Probe, deren Vorderseite durch einen Energiepuls kurzer Dauer aufgeheizt wird. Meßgröße ist die halbe Anstiegszeit ($t_{0,5}$). Die Zeitfunktion des Temperaturanstiegs (siehe Anhang A) ist in Bild 1 schematisch wiedergegeben. Das Meßsignal des Temperaturdetektors wird in geeigneter Weise aufgenommen.

Die experimentiellen Daten sind sowohl mit systematischen als auch zufälligen Meßabweichungen versehen, die z. B. von

- a) der Bestimmung der Probenhöhe,
- b) der Zeitmessung im Temperaturanstieg,
- c) der Ansprechzeit des Detektors,
- d) der Ansprechzeit des Systems für Datenaufzeichnung und -analyse,
- e) der Trigger-Verzögerung,
- f) der inhomogenen Aufheizung der Probe

verursacht werden können.

ANMERKUNG: Eine Verbesserung der Genauigkeit kann durch Verbesserung von Datenregistrierung und -analyse erreicht werden.

5 Geräte

ANMERKUNG 1: Die wesentlichen Teile der Geräte sind in Bild 2 angegeben.

5.1 Energiequelle

Diese kann ein gepulster Laser, eine Blitzlampe oder ein Elektronenstrahl sein. Die Intensitätsverteilung der Energie über die Fläche der Probe muß konstant sein.

ANMERKUNG 2: Bei Benutzung einer Blitzlampe ist dies vergleichsweise einfach zu erreichen, wenn sie in einem vollständig reflektierenden Gehäuse mit einer Bohrung untergebracht ist und ein Lichtleiter von etwa 25 mm Durchmesser zur Energieübertragung auf die Probe verwendet wird.

ANMERKUNG 3: Deutliche Meßabweichungen bei der Messung können entstehen, wenn in Materialien mit stark ausgeprägter Temperaturabhängigkeit der Temperaturleitfähigkeit der Temperaturanstieg 5 K übersteigt.

Der Energiepuls muß an der Rückseite der Probe eine Temperaturerhöhung von nicht mehr als 10 K erzeugen (vorzugsweise nicht mehr als 5 K).

Für Messungen bei hohen Temperaturen wird der Einsatz eines Lasers empfohlen; Blitzlampen können üblicherweise nur bis maximal 400°C eingesetzt werden.

ANMERKUNG 4: Es wird empfohlen, ein Neodymglas-Laser-System zu verwenden, da seine Strahlhomogenität über den ganzen Durchmesser hervorragend ist. Photopapier oder Film kann für die Prüfung der Homogenität verwendet werden, ebenso zur mittleren Ausrichtung des Strahls auf der Vorderseite der Probe.

5.2 Klimakammer

5.2.1 Allgemeines. Die Klimakammer muß entweder aus einem Ofen (siehe 5.2.2), einem Kryostaten (siehe 5.2.3.) oder einem Gehäuse unter Luftstromkühlung (für Messungen bei Umgebungstemperatur) bestehen.

5.2.2 Ofen, der den geforderten Temperatur-Meßbereich für die Probe sicherstellt und so groß ist, daß er den Probenhalter aufnehmen kann (siehe 5.6).

Als Material für die Heizelemente kann eingesetzt werden:

- a) Nickel-Chrom-Legierung für Temperaturen bis 1000°C;
- b) Platin oder Siliciumcarbid für Temperaturen bis 1500°C;
- c) Graphit, Tantal oder Wolfram für Temperaturen über 1500°C.

Bei stationären Bedingungen muß die Temperaturabweichung weniger als 0,01 K/s betragen. Die Proben temperatur muß entweder mit einem Thermopaar nach EN 60584-1 oder mit einem optischen Pyrometer (vorzugsweise Zweifarbenpyrometer) gemessen werden.

Ein geeignetes Schutzgas oder Vakuum muß, falls notwendig, zum Schutz von Teilen des Ofens und des Probenhalters (siehe 5.6) vor Oxidation sowie zum Schutz der Probe und ihres Überzugs (siehe 6.3) vor Struktur- und Phasenänderungen, Änderungen der Stöchiometrie und bei Verträglichkeitsproblemen angewendet werden.

ANMERKUNG 1: Es sollte auf die Vermeidung von Materialzersetzung bei erhöhten Temperaturen sowie reduzierten Bedingungen geachtet werden. Bei erhöhten Temperaturen können einige Keramikarten verdampfen (z.B. Nitride und Silicate) oder andererseits auf Umgebung oder die angewendete Schicht reagieren.

Der Ofen muß entweder mit einem Fenster, das für die einfallende Pulsenergie durchlässig ist, ausgerüstet sein, oder die Energiequelle darf sich auch im Ofen befinden, z. B. bei Temperaturen, bei denen eine Blitzlampe verwendet werden kann. Der Ofen muß auch mit einem Fenster, das für die von der Probenrückseite emittierte Wärmestrahlung durchlässig ist, versehen sein, wenn für die Temperaturmessung ein Pyrometer und die Übertragung des Energiepulses ein Detektor verwendet wird.

5.2.3 Kryostat, temperaturregelbar auf 0,01 K.

ANMERKUNG 2: In entsprechenden Sicherheitsbehältern können zur Kühlung verschiedene Flüssigkeiten benutzt werden, z. B. flüssiger Stickstoff, flüssiger Sauerstoff, acetonfestes Kohlenstoffdioxid-Gemisch, Eiswassergemisch usw. oder ein langsamer Strom aus siedendem und vorgeheiztem flüssigem Stickstoff.

5.3 Messung des Temperaturanstiegs

5.3.1 Allgemeines. Der Temperaturanstieg ist mit einem Infrarot-Sensor (siehe 5.3.2) oder einem Thermopaar (siehe 5.3.3) zu messen. Beide müssen in der Lage sein, Temperaturänderungen von <1% des gesamten Temperaturanstiegs zu messen. Die thermische Trägheit der Sensoren muß so gering sein, daß 1% der halben Anstiegszeit ($t_{0,5}$) aufgelöst werden kann.