

DIN EN ISO 17562



ICS 81.060.30

Entwurf

Einsprüche bis 2020-12-30
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 821-1:1995-04

**Hochleistungskeramik –
Prüfverfahren zur Bestimmung der linearen Wärmeausdehnung von
monolithischer Keramik mittels Schubstangen-Technik (ISO 17562:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 17562:2020**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Test method for linear thermal expansion of monolithic ceramics by push-rod technique
(ISO 17562:2016);
German and English version prEN ISO 17562:2020

Céramiques techniques –
Détermination du coefficient de dilatation thermique linéique des céramiques monolithiques
par la méthode de la tige poussoir (ISO 17562:2016);
Version allemande et anglaise prEN ISO 17562:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-10-30 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 37 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 17562:2016 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ als prEN ISO 17562:2020 übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-91 AA „Terminologie von Hochleistungskeramik und Prüfung von monolithischen keramischen Werkstoffen und Pulvern“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3611:2010	siehe	DIN EN ISO 3611:2011-03
ISO 7991	siehe	DIN ISO 7991
ISO 17139	siehe	DIN EN ISO 17139

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 821-1:1995-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) identische Übernahme der aktuelleren ISO 17562;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3611:2011-03, *Geometrische Produktspezifikation (GPS) — Längenmessgeräte: Bügelmessschrauben — Konstruktionsmerkmale und messtechnische Merkmale (ISO 3611:2010); Deutsche Fassung EN ISO 3611:2010*

DIN EN ISO 17139, *Hochleistungskeramik — Thermophysikalische Eigenschaften keramischer Verbundwerkstoffe — Bestimmung der Wärmeausdehnung*

DIN ISO 7991, *Glas — Bestimmung des mittleren thermischen Längenausdehnungskoeffizienten*

— Leerseite —

<i>Titel de:</i>	Hochleistungskeramik — Prüfverfahren zur Bestimmung der linearen Wärmeausdehnung von monolithischer Keramik mittels Schubstangen-Technik (ISO 17562:2016)
<i>Titel en:</i>	Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for linear thermal expansion of monolithic ceramics by push-rod technique (ISO 17562:2016)
<i>Titel fr:</i>	Céramiques techniques — Détermination du coefficient de dilatation thermique linéique des céramiques monolithiques par la méthode de la tige poussoir (ISO 17562:2016)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Prüfeinrichtung	6
6 Proben	6
6.1 Probekörper	6
6.2 Referenzprobe	6
7 Durchführung	7
7.1 Allgemeines	7
7.2 Durchführung mit einem Einproben-Dilatometer (ein Fühlstempel)	7
7.3 Durchführung mit einem Differenz-Dilatometer	8
8 Erwartete Unsicherheit	9
9 Auswertung	9
10 Kalibrierung der Prüfeinrichtung	10
10.1 Allgemeines	10
10.2 Kalibrierung der Wegmesseinrichtung	10
10.3 Kalibrierung der Temperaturmesseinrichtung	10
10.4 Messung der Nullpunktdrift	10
11 Prüfbericht	10
Anhang A (normativ) Referenzdaten für die Wärmeausdehnung	11
Anhang B (normativ) Verfahren zur Ableitung der Gleichung (1) und Gleichung (2) zur Verwendung mit einem Einproben-Dilatometer (oder einem Differenz-Dilatometer)	13
Anhang C (informativ) Geeignete Geräte für die dilatometrische Messung	15
Literaturhinweise	17

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 17562:2016 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ als prEN ISO 17562:2020 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 821-1:1995 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 17562:2016 wurde von CEN als prEN ISO 17562:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der WTO Grundsätze zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 206, *Fine ceramics*.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 17562:2001), die technisch überarbeitet wurde.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der linearen Wärmeausdehnung und des linearen Wärmeausdehnungskoeffizienten von monolithischen Keramiken von der Temperatur von nahezu flüssigem Stickstoff bis zu einer Höchsttemperatur von 2 000 °C fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 3611:2010, *Geometrical product specifications (GPS) — Dimensional measuring equipment: Micrometers for external measurements — Design and metrological characteristics*

IEC 13385-1, *Geometrical product specifications (GPS) — Dimensional measuring equipment — Part 1: Callipers; Design and metrological characteristics*

IEC 13385-2, *Geometrical product specifications (GPS) — Dimensional measuring equipment — Part 2: Calliper depth gauges; Design and metrological characteristics*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

lineare Wärmeausdehnung

von Temperatur T_1 bis Temperatur T_2 ist das Verhältnis $\Delta L/L_0$, wobei $\Delta L = (L_2 - L_1)$ und L_0 = Probenlänge bei Raumtemperatur

Anmerkung 1 zum Begriff: Es wird angenommen, dass sich bei einer Temperaturänderung von T_1 zu T_2 die Länge der Probe von L_1 zu L_2 ändert.

3.2

mittlerer linearer Wärmeausdehnungskoeffizient

$\bar{\alpha}$

lineare Wärmeausdehnung (3.1) geteilt durch $\Delta T = (T_2 - T_1)$, um den Quotienten $\bar{\alpha} = \Delta L/(L_0 \cdot \Delta T)$ zu bilden

3.3

momentaner linearer Wärmeausdehnungskoeffizient

α

Wert von $\bar{\alpha}$ (3.2) an der Grenze von $T_2 \rightarrow T_1$

$$\alpha = \lim_{T_2 \rightarrow T_1} [\bar{\alpha}]$$

4 Kurzbeschreibung

Eine Probe mit bekannter Größe wird mit einer kontrollierten Temperaturrate in einer bekannten Atmosphäre unter minimaler Belastung auf eine bestimmte Temperatur aufgeheizt/abgekühlt. Während des Aufheizens und Abkühlens werden die Länge und die Temperatur der Probe überwacht. Die Längenänderung der Probe über einen bestimmten Temperaturbereich wird verwendet, um einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizienten oder einen momentanen linearen Wärmeausdehnungskoeffizienten in Abhängigkeit von der Temperatur zu berechnen.

5 Prüfeinrichtung

5.1 Bügelmessschrauben nach ISO 3611 oder Messschieber nach IEC 13385-1 und IEC 13385-2 zur Messung der Probenlänge L_0 mit einer Fehlergrenze von 0,1 % bei 20 °C, (siehe ISO 3611:2010, Abschnitt 2).

5.2 Wegmesseinrichtung, zur Bestimmung der mit der Temperaturänderung einhergehenden Probenlängenänderung mit einer Empfindlichkeit von $1 \times 10^{-5} \times L_0$ (siehe 6.1). Die Anpresskraft der Schubstange auf die Probe muss einstellbar sein. Typische Werte für die Anpresskraft betragen 0,1 N bis 1 N.

5.3 Probenhalter, um sicherzustellen, dass die Probe durch eine Anpresskraft von höchstens 1 N [siehe Abschnitt 7 c)] fest in Position gehalten wird, damit die mechanische Stabilität während der gesamten Messung erhalten bleibt.

5.4 Aufheiz- bzw. Abkühleinrichtung, die in der Lage ist, eine Temperaturhomogenität innerhalb von ± 2 °C unterhalb 1 000 °C und ± 5 °C von 1 000 °C bis 2 000 °C über die gesamte Probenlänge zu erreichen.

ANMERKUNG Es ist keine Vorrichtung verfügbar, die den gesamten Temperaturbereich von der Temperatur von nahezu flüssigem Stickstoff bis zu einer Höchsttemperatur von 2 000 °C abdeckt. Es ist notwendig, die Vorrichtung entsprechend dem erforderlichen Temperaturbereich zu wählen. Es sind Öfen für verschiedene Temperaturbereiche von –150 °C bis 1 000 °C und von Raumtemperatur bis 1 500 °C oder bis 2 000 °C erhältlich.

Flüssiger Stickstoff ist das praktischste Kühlmittel für die Abkühleinrichtung. Um definierte Aufheiz- oder Abkühlraten zu realisieren, sollte der Ofen mit einer Kühlschlange und einem Heizelement ausgestattet sein. Mit Hilfe der Kühlschlange kann eine konstante Kühlung erreicht werden und mit Hilfe des Heizelements können definierte Aufheiz- oder Abkühlraten realisiert werden.

5.5 Temperaturregeleinrichtung, mit der die Temperatur der Probe beim Aufheizen oder Abkühlen auf 5 °C/min oder vorzugsweise eine niedrigere Rate oder stufenweise Temperaturänderungen [siehe Abschnitt 7 e)] über den gesamten Messbereich geregelt werden können.

5.6 Temperaturmesseinrichtung, die es ermöglicht, die Temperatur der Probe mit einer Fehlergrenze von weniger als 2 °C innerhalb des Messbereichs zu messen. In der Regel wird ein Thermoelement eines geeigneten Typs verwendet. Es muss darauf geachtet werden, sicherzustellen, dass sich die Thermoelementspitze in unmittelbarer Nähe der Probe befindet.

Die Anpresskraft der Schubstange auf die Probe muss von 0,1 N bis 1 N einstellbar sein.

6 Proben

6.1 Probekörper

Die Form und die Maße des Probekörpers hängen üblicherweise von der Ausführung des Probenhalters ab. Üblicherweise hat er jedoch die Form eines quadratischen oder runden Stabes. Im Falle eines quadratischen Stabes müssen die Breite und Dicke etwa 5 mm betragen. Wenn ein runder Stab verwendet wird, muss der Durchmesser etwa 5 mm betragen. In beiden Fällen muss die Länge des Stabes mindestens das 1×10^5 -fache der Empfindlichkeit der Wegmesseinrichtung (5.2) betragen, bei einem Gerät mit einer Empfindlichkeit von 0,1 µm berechnet als mindestens 10 mm. Die Stirnflächen des Probekörpers müssen der Konstruktion des Messgeräts entsprechen und sollten entweder flach, parallel und senkrecht zur Längsrichtung verlaufen oder leicht abgerundet sein, um lokalen Kontakt mit dem Prüfsystem sicherzustellen und so die Bewegung außerhalb der Achse zu minimieren. Es sollten mindestens zwei Probekörper hergestellt werden.

6.2 Referenzprobe

Eine Referenzprobe wird verwendet, um die Kalibrierdaten zur Korrektur der gemessenen Längenänderung eines unbekannten Probekörpers zu erhalten. $\bar{\alpha}$ der Referenzprobe muss über den Prüftemperaturbereich

bekannt sein. Die Korrektur, die auf den unbekannten Probekörper anzuwenden ist, wird durch Kalibrierung mit einer Referenzprobe erhalten.

Referenzproben werden in der Regel aus Materialien mit hoher Reinheit (99,99 %; kristallographisch kubisch und damit isotropes Wärmeausdehnungsvermögen), reinem kristallinen Aluminiumoxid (mindestens 99,8 % Al_2O_3 , Dichte $> 3,70 \text{ g/cm}^3$) oder feinkörnigem isotropem Graphit nach Anhang A hergestellt. Form und Maße der Referenzprobe dürfen nicht mehr als $\pm 0,2 \text{ mm}$ von denen der unbekannten Probe abweichen.

Aluminiumoxid ist keine gute Referenz, da die Wärmeausdehnungseigenschaften je nach Herkunft aufgrund der kristallographischen Texturierung durch das Herstellungsverfahren variieren können. Alle verwendeten Prüfstücke müssen unabhängig zertifiziert werden. Es gibt mehrere Sorten feinkörniges isotropes Graphit, die von verschiedenen Lieferanten erhältlich sind. Daher kann auch Graphit nur mit Zertifizierung der jeweiligen Sorte als Referenz verwendet werden.

7 Durchführung

7.1 Allgemeines

Es sollte darauf geachtet werden, für Schubstange und Halterung Werkstoffe auszuwählen, die nicht mit dem Probekörper reagieren. Die Bezugnahme auf Phasendiagramme oder ähnliche Fachliteratur wird empfohlen. Wenn es irgendeinen Hinweis auf eine merkliche Reaktion gibt, sollten die Prüfergebnisse verworfen werden.

7.2 Durchführung mit einem Einproben-Dilatometer (ein Fühlstempel)

- a) Oberflächenverunreinigungen und anhaftender Schmutz werden von der Oberfläche des Probekörpers entfernt. Mit Hilfe der Bügelmessschraube (5.1) wird die Länge L_0 des Probekörpers mit einer Fehlergrenze von 0,1 % oder $\pm 0,005 \text{ mm}$ (je nachdem, welcher Wert kleiner ist) bei Raumtemperatur bestimmt, und die Raumtemperatur wird mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,5 \text{ °C}$ bestimmt.
- b) Oberflächenverunreinigungen und anhaftender Schmutz werden von der Grundplatte entfernt, der Probekörper wird im Probenhalter befestigt, um mechanische Stabilität sicherzustellen.
- c) Die Schubstange vorsichtig am Ende des Probekörpers in Kontakt bringen und eine Last von 0,1 N bis 1 N auf den Probekörper aufbringen.

ANMERKUNG 1 Es wird empfohlen, eine möglichst geringe Prüflast zu verwenden, um mögliche verfälschende Fehler durch Verformung des Prüfteils oder Kriechen bei hohen Temperaturen zu vermeiden.

- d) Die Messatmosphäre ist Luft unter einer konstanten Durchflussrate. Wenn die Oxidation des Probekörpers und/oder des Probenhalters (wie im Falle des Graphitprobenhalters) die Messung beeinträchtigt, wird Stickstoff, Inertgas oder Vakuum verwendet.

ANMERKUNG 2 Es wird empfohlen, den kleinstmöglichen Gasdurchfluss zu verwenden, um eine Abkühlung des Temperatursensors und mögliche damit verbundene Messfehler zu vermeiden.

ANMERKUNG 3 Die Verwendung von Stickstoff in Einrichtungen mit Graphitöfen/Graphitprobenhalter bei Temperaturen oberhalb $1\,700 \text{ °C}$ kann zur Bildung von Cyanidstoffen führen. Darauf muss beim Betrieb der Einrichtung unter den genannten Bedingungen geachtet werden.

- e) Die Temperatur wird mit einer festgelegten gleichmäßigen Rate von 5 °C/min oder vorzugsweise weniger mit Hilfe der Temperaturregeleinrichtung (5.5) oder unter Verwendung definierter stufenweiser Temperaturinkremente verändert.

ANMERKUNG 4 Es wird empfohlen, die niedrigste geeignete Aufheizrate zu verwenden, um einen Wärmeverzug zwischen dem Temperaturfühler und dem Prüfteil zu vermeiden. Dies ist besonders wichtig bei Materialien mit hoher Dichte oder geringer Wärmeleitfähigkeit.

- f) Unter Verwendung der Wegmesseinrichtung (5.2) und der Temperaturmesseinrichtung (5.6) wird der gesamte Vorgang der Längenänderung des Probekörpers bei der Temperatur T kontinuierlich aufgezeichnet.
- g) Die Messung muss in mindestens zwei Wärmezyklen durchgeführt werden, ohne den Probekörper zu entnehmen.
- h) Alle Wärmeausdehnungsmessungen (Messung des Probekörpers, Messung der Referenzprobe und Messung der Nullpunktdrift) müssen unter nominell gleichen Bedingungen durchgeführt werden.

7.3 Durchführung mit einem Differenz-Dilatometer

- a) Oberflächenverunreinigungen und anhaftender Schmutz werden von der Oberfläche des Probekörpers und der Referenzprobe entfernt. Mit Hilfe der Bügelmessschraube (5.1) wird die Länge L_0 des Probekörpers und der Referenzprobe mit einer Fehlergrenze von 0,1 % oder $\pm 0,005$ mm (je nachdem, welcher Wert kleiner ist) bei Raumtemperatur bestimmt, und die Raumtemperatur wird mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,5$ °C bestimmt.
- b) Oberflächenverunreinigungen und anhaftender Schmutz werden von der Grundplatte entfernt, der Probekörper und die Referenzprobe werden im Probenhalter befestigt, um mechanische Stabilität sicherzustellen.
- c) Die Schubstange am Ende des Probekörpers und eine Referenz-Schubstange am Ende der Referenzprobe vorsichtig in Kontakt bringen und auf den Probekörper und die Referenzprobe eine Last von 0,1 N bis 1 N aufbringen.

ANMERKUNG 1 Es wird empfohlen, eine möglichst geringe Prüflast zu verwenden, um mögliche verfälschende Fehler durch Verformung des Prüfteils oder Kriechen bei hohen Temperaturen zu vermeiden.

- d) Die Messatmosphäre ist Luft unter einer konstanten Durchflussrate. Wenn die Messung durch die Oxidation des Probekörpers und/oder des Probenhalters (wie im Falle des Graphitprobenhalters) beeinträchtigt wird, ist Inertgas oder Vakuum zu verwenden.

ANMERKUNG 2 Es wird empfohlen, den kleinstmöglichen Gasdurchfluss zu verwenden, um eine Abkühlung des Temperatursensors und mögliche damit verbundene Messfehler zu vermeiden.

- e) Die Temperatur wird mit einer festgelegten gleichmäßigen Rate von 5 °C/min oder vorzugsweise weniger mit Hilfe der Temperaturregeleinrichtung (5.5) oder unter Verwendung definierter stufenweiser Temperaturinkremente verändert.

ANMERKUNG 3 Es wird empfohlen, die niedrigste geeignete Aufheizrate zu verwenden, um einen Wärmeverzug zwischen dem Temperaturfühler und dem Prüfteil zu vermeiden. Dies ist besonders wichtig bei Materialien mit hoher Dichte oder geringer Wärmeleitfähigkeit.

- f) Unter Verwendung der Wegmesseinrichtung (5.2) und der Temperaturmesseinrichtung (5.6) wird der gesamte Vorgang der differentiellen Längenänderung zwischen Probekörper und Referenzprobe bei der Temperatur T kontinuierlich aufgezeichnet.
- g) Die Messung muss in mindestens zwei Wärmezyklen durchgeführt werden, ohne den Probekörper zu entnehmen.
- h) Alle Wärmeausdehnungsmessungen (Messung des Probekörpers, Messung der Referenzprobe und Messung der Nullpunktdrift) müssen unter nominell gleichen Bedingungen durchgeführt werden.