

DIN EN ISO 18755

ICS 81.060.30

Einsprüche bis 2023-08-31

Entwurf

**Hochleistungskeramik –
Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit monolithischer Keramik mit
dem Laserflash-Verfahren (ISO 18755:2022);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 18755:2023**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Determination of thermal diffusivity of monolithic ceramics by flash method
(ISO 18755:2022);
German and English version prEN ISO 18755:2023

Céramiques techniques –
Détermination de la diffusivité thermique des céramiques monolithiques par la méthode
flash (ISO 18755:2022);
Version allemande et anglaise prEN ISO 18755:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-06-30 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 Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 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 98 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 18755:2022 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 18755:2023 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).

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

ISO 3611	siehe	DIN EN ISO 3611
ISO 18754	siehe	DIN EN ISO 18754

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3611, *Geometrische Produktspezifikation (GPS) — Längenmessgeräte: Bügelmessschrauben — Konstruktionsmerkmale und messtechnische Merkmale*

DIN EN ISO 18754, *Hochleistungskeramik — Bestimmung der Dichte und der scheinbaren Porosität*

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 18755:2023-08

– Leerseite –

Hochleistungskeramik – Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit monolithischer Keramik mit dem Laserflash-Verfahren (ISO 18755:2022)

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) – Determination of thermal diffusivity of monolithic ceramics by flash method (ISO 18755:2022)

Céramiques techniques – Détermination de la diffusivité thermique des céramiques monolithiques par la méthode flash (ISO 18755:2022)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	5
Vorwort	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Prüfeinrichtung	10
4.1 Allgemeines	10
4.2 Probenhalter	11
4.3 Blitzquelle	11
4.4 Thermometer zur Messung der stationären Temperatur des Probekörpers	12
4.5 Detektor zur Messung des transienten Temperaturanstiegs an der Rückseite des Probekörpers	12
4.6 Umgebung für die Messungen	12
4.7 Temperatursteuereinrichtung	12
4.8 Datenerfassungsgerät	12
5 Probekörper	12
5.1 Form und Maße von Probekörpern	12
5.2 Dichte des Probekörpers	13
5.3 Beschichtung auf dem Probekörper	13
5.4 Referenzprobekörper	13
6 Durchführung der Messungen	13
6.1 Messung der Probekörperdicke	13
6.2 Oberflächenbehandlung	14
6.3 Bestimmung der Blitzdauer des Laser- oder Lichtpulses und des chronologischen Profils des Laser- oder Lichtpulses	14
6.4 Steuerung von Temperatur und Atmosphäre	14
6.5 Stabilität der Probekörpertemperatur	14
6.6 Energie der gepulsten Erwärmung	14
6.7 Messtemperatur	14
6.8 Aufzeichnung	14
7 Datenanalyse	14
7.1 Auf dem Halbanstiegszeitverfahren basierende Berechnung	14
7.2 Kriterien für die Anwendbarkeit des Halbanstiegszeitverfahrens	15
8 Messbericht	18
Anhang A (informativ) Kurzbeschreibung von mittels Flash-Verfahren durchgeführter Messungen der Temperaturleitfähigkeit	20
A.1 Idealzustand	20
Anhang B (normativ) Korrektur hinsichtlich nicht idealer Anfangs- und Randbedingungen	21
B.1 Allgemeines	21
B.2 Wirkung der endlichen Pulsdauer	21
B.2.1 Allgemeines	21
B.2.2 Schwerpunkt-Verfahren [9]	21
B.2.3 Bestimmung des chronologischen Schwerpunktes des Laser-/Lichtpulses	21
B.2.4 Dreieckimpuls-Approximation [6]	22
B.3 Wirkung von Strahlungswärmeverlusten	22
B.3.1 Allgemeines	22
B.3.2 Verfahren nach Cowan	24
B.3.3 Verfahren nach Azumi und Takahashi [17]	25
B.3.4 Verfahren nach Clark und Taylor [15]	26
B.3.5 Verfahren der Anpassung mit der Methode der kleinsten Quadrate	26
B.3.6 Verfahren der nichtlinearen Anpassung nach der Methode der kleinsten Quadrate [19]	26

B.4	Wirkung des direkten Strahlungswärmetransports im Probekörper	27
B.5	Korrektur hinsichtlich der Wärmeausdehnung	28
Anhang C (informativ)	Datenanalyse-Algorithmen zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit anhand der beobachteten transienten Temperaturkurve unter nicht idealen Anfangs- und Randbedingungen	29
C.1	Logarithmisches Verfahren	29
C.2	Flächengleichheitsverfahren	29
Anhang D (informativ)	Weitere Fehlerquellen	31
D.1	Wirkung einer ungleichmäßigen Erwärmung	31
D.1.1	Allgemeines	31
D.1.2	Beobachtung der räumlichen Energieverteilung des Puls laserstrahles	31
D.1.3	Beurteilung der Wirkung einer ungleichmäßigen Erwärmung	32
D.2	Messungen von Werten der scheinbaren Temperaturleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Energie des Lichtpulses	33
D.3	Messungen von Werten der scheinbaren Temperaturleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Dicke des Probekörpers	34
D.4	Unsicherheit im Zusammenhang mit Strahlungswärmeverlusten	34
D.5	Konstante Temperatur des Probekörpers	34
D.5.1	Unsicherheit von Thermometern	34
D.5.2	Temperaturunterschied zwischen dem Probekörper und dem Messfühler des Thermometers	34
D.5.3	Effektive Temperatur des Probekörpers nach der Erwärmung durch den Lichtpuls	35
D.5.4	Unsicherheit der effektiven Temperatur des Probekörpers	35
D.5.5	Extrapolation des Wertes der scheinbaren Temperaturleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Energie des Laser-/Lichtpulses	35
D.6	Transiententemperatur des Probekörpers	35
D.6.1	Nichtlinearität der Planck'schen Gleichung	35
D.6.2	Kalibrierung des Strahlungsthermometers	35
D.6.3	Mit einzelnen Messungen verbundene Unsicherheit	36
D.7	Zeitantwort von Transienten-Temperaturmessungen	36
D.7.1	Beobachtung	36
D.8	Unsicherheit im Zusammenhang mit der Beschichtung	36
Anhang E (informativ)	Verfahren zur Bestimmung der intrinsischen Temperaturleitfähigkeit	37
Anhang F (informativ)	Referenzdaten und Referenzmaterialien für die Temperaturleitfähigkeit	40
F.1	Referenzdaten	40
F.2	Referenzmaterialien	40
F.3	Verfahren zu Validierung der Prüfeinrichtung durch Verwendung von Referenzmaterialien	41
Anhang G (informativ)	Beurteilung der spezifischen Wärmekapazität und Wärmeleitfähigkeit	42
G.1	Beurteilung der Wärmeleitfähigkeit	42
G.2	Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität mit dem Flash-Verfahren	42
G.3	Bericht	43
Anhang H (informativ)	Beispieldaten einschließlich Präzision und Unsicherheit bis zu hohen Temperaturen	44
H.1	Ringversuch	44
H.2	Präzisionsdaten	44
H.3	Unsicherheit	45
Literaturhinweise		47

Bilder

Bild 1	— Transiente Temperaturkurve der Rückseite des Probekörpers nach einer Erwärmung durch den Lichtpuls auf der Vorderseite des Probekörpers	10
Bild 2	— Blockdiagramm einer Laserflash-Prüfeinrichtung zur Messung der Temperaturleitfähigkeit	11

Bild 3 — Gemittelte Abweichung der transienten Temperaturkurve von der Gleichung nach Parker, die die beobachtete Halbanstiegszeit zeigt	16
Bild B.1 — Grafische Darstellungen von Gleichung (B.3) für verschiedene Werte des Parameters Y	24
Bild C.1 — Grundsatz des Flächengleichheitsverfahrens zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit anhand einer mit dem Laserflash-Verfahren erhaltenen transienten Temperaturkurve	30
Bild D.1 — Berechnete scheinbare Temperaturleitfähigkeit, wenn die Temperatur in der Mitte des Probekörpers in Abhängigkeit von „ p “ mit einem Parameter „ c_1 “ gemessen wird . . .	33
Bild E.1 — Beispiel für eine grafische Darstellung der scheinbaren Temperaturleitfähigkeit in Abhängigkeit vom Temperaturanstieg	38

Tabellen

Tabelle 1 — Werte der Konstante K_X für einen Bereich von Transientenzeiten	16
Tabelle B.1 — Konstanten für die Korrektur hinsichtlich der endlichen Pulsdauer	22
Tabelle F.1 — Referenzwerte der Temperaturleitfähigkeit von Kupfer	40
Tabelle H.1 — Wiederholpräzision und Vergleichspräzision für Temperaturleitfähigkeitsmessungen mit dem Flash-Verfahren	44
Tabelle H.2 — Erweiterte Unsicherheit von Messungen der Temperaturleitfähigkeit von isotropem Graphit	45

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 18755:2022 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 18755:2023 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 18755:2022 wurde von CEN als prEN ISO 18755:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Directives, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Directives, 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 erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206, *Fine ceramics* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 18755:2005), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen sind folgende:

- Änderung des Titels und Anwendungsbereiches, um die Verwendung von Blitzlampen zur Erzeugung des Energiepulses zu ermöglichen;
- Hinzufügung von drei neuen informativen Anhängen, von denen einer die Bestimmung der intrinsischen Temperaturleitfähigkeit behandelt; der zweite behandelt die Bestimmung der spezifischen Wärme und Wärmeleitfähigkeit der geprüften Proben; und der dritte stellt Präzisionsdaten für das Verfahren auf der Grundlage eines Ringversuches bereit, der 2020 bis 2021 von sieben Europäischen Laboratorien im Rahmen des Projektes Hi-TRACE durchgeführt wurde;
- eine zusätzliche normative Verweisung, um eindeutige Anweisungen für die Bestimmung der Dichte der zu untersuchenden Werkstoffe bereitzustellen;
- maßgebende Spezifikationen bezüglich der Größe und der Dichte des Probekörpers hinzugefügt;
- Verbesserung von Anhang F, mit einer aktualisierten Liste potenzieller Referenzmaterialien und Einbeziehung eines Validierungsverfahrens.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt das Prüfverfahren für die Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit von Raumtemperatur bis mindestens 1 700 K mittels des Flashverfahrens für homogene monolithische Keramik mit einer Porosität von weniger als 10 % fest.

Flashverfahren wie das Laserflash-Verfahren sind für homogene isotrope Werkstoffe mit Temperaturleitfähigkeitswerten im Bereich von $0,1 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ bis $1\,000 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ innerhalb des Temperaturbereiches von etwa 100 K bis 2 300 K anwendbar.

Das Verfahren in Anhang G beschreibt, wie die spezifische Wärmekapazität und die Wärmeleitfähigkeit von homogener monolithischer Keramik mit einer Porosität von weniger als 10 % auf der Grundlage der Temperaturleitfähigkeitsprüfung abzuschätzen sind.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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, *Geometrical product specifications (GPS) — Dimensional measuring equipment: Micrometers for external measurements — Design and metrological characteristics*

ISO 18754, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of density and apparent porosity*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Temperaturleitfähigkeit

Quotient aus Wärmeleitfähigkeit und dem Produkt aus spezifischer Wärmekapazität und Dichte

3.2

Wärmeleitfähigkeit

Wärmeflussdichte dividiert durch den Temperaturgradienten bei stationären Bedingungen

3.3

spezifische Wärmekapazität

Wärmekapazität je Masseneinheit

3.4

Pulsbreite

τ_p
Halbwertsbreite (en: full width at half maximum, FWHM), bei der es sich um die Zeitdauer handelt, während derer die Laser- oder Lichtpulsintensität größer als die Hälfte ihres Höchstwertes auf Zeitbasis ist

3.5

Schwerpunkt des Laserpulses

chronologischer Schwerpunkt der Laserlichtenergie

3.6

Schwerpunkt des Lichtpulses

chronologischer Schwerpunkt der Lichtenergie

3.7

räumliche Energieverteilung des Puls laserstrahles

Energiedichte des Laserstrahl- oder Lichtblitz-Einfalls an jedem Punkt an der Vorderseite des Probekörpers

3.8

transiente Temperaturkurve

transiente Temperaturänderung an der Rückseite des Probekörpers nach der Erwärmung durch den Lichtpuls

3.9

transiente Strahlungskurve

transiente Änderung der Spektralstrahldichte von der Rückseite des Probekörpers nach der Erwärmung durch den Lichtpuls

Anmerkung 1 zum Begriff: Es sollte beachtet werden, dass die beobachtete transiente Strahlungskurve zur Änderung der Spektralstrahldichte statt zur Änderung der Temperatur proportional ist, wenn ein Strahlungsthermometer oder ein Strahlungsdetektor verwendet wird, um den transienten Temperaturanstieg des Probekörpers nach der Erwärmung durch den Lichtpuls zu beobachten.

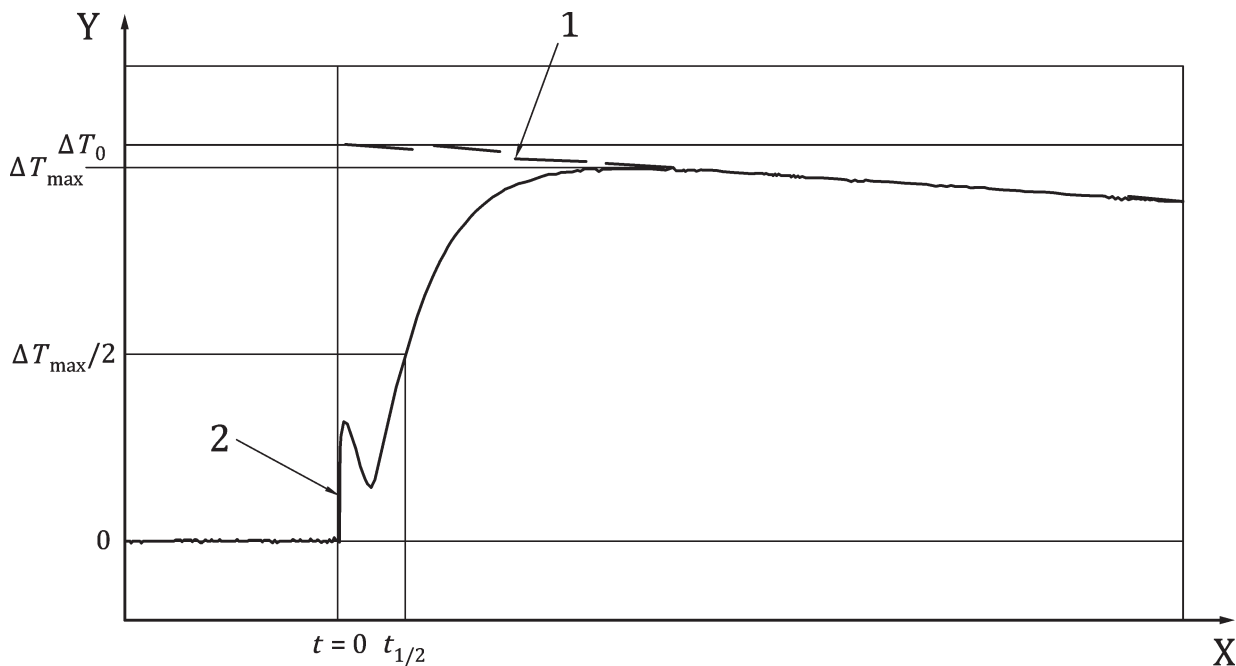
3.10

höchster Temperaturanstieg

$\Delta T_{\max}$

Differenz zwischen der konstanten Temperatur vor der Erwärmung durch den Puls und der Höchsttemperatur an der Rückseite des Probekörpers nach der Erwärmung durch den Puls

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild 1.



Legende

X Zeit

Y Temperaturanstieg

1 Exponentialfunktion $[\Delta T_0 \exp(-t/\tau_c)]$

2 anfängliches Rauschen

Bild 1 — Transiente Temperaturkurve der Rückseite des Probekörpers nach einer Erwärmung durch den Lichtpuls auf der Vorderseite des Probekörpers

3.11

Halbanstiegszeit

$t_{1/2}$

Zeit vom gepulsten Erwärmen bis zum Erreichen von $\Delta T_{\max}/2$

3.12

charakteristische Zeit des Wärmeverlustes

τ_c

Zeit des Wärmeverlustes, die bestimmt wird, wenn der Abkühlungsbereich mit einer Exponentialfunktion, $[\Delta T_0 \exp(-t/\tau_c)]$, angepasst wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild 1.

3.13

extrapolierter Temperaturanstieg

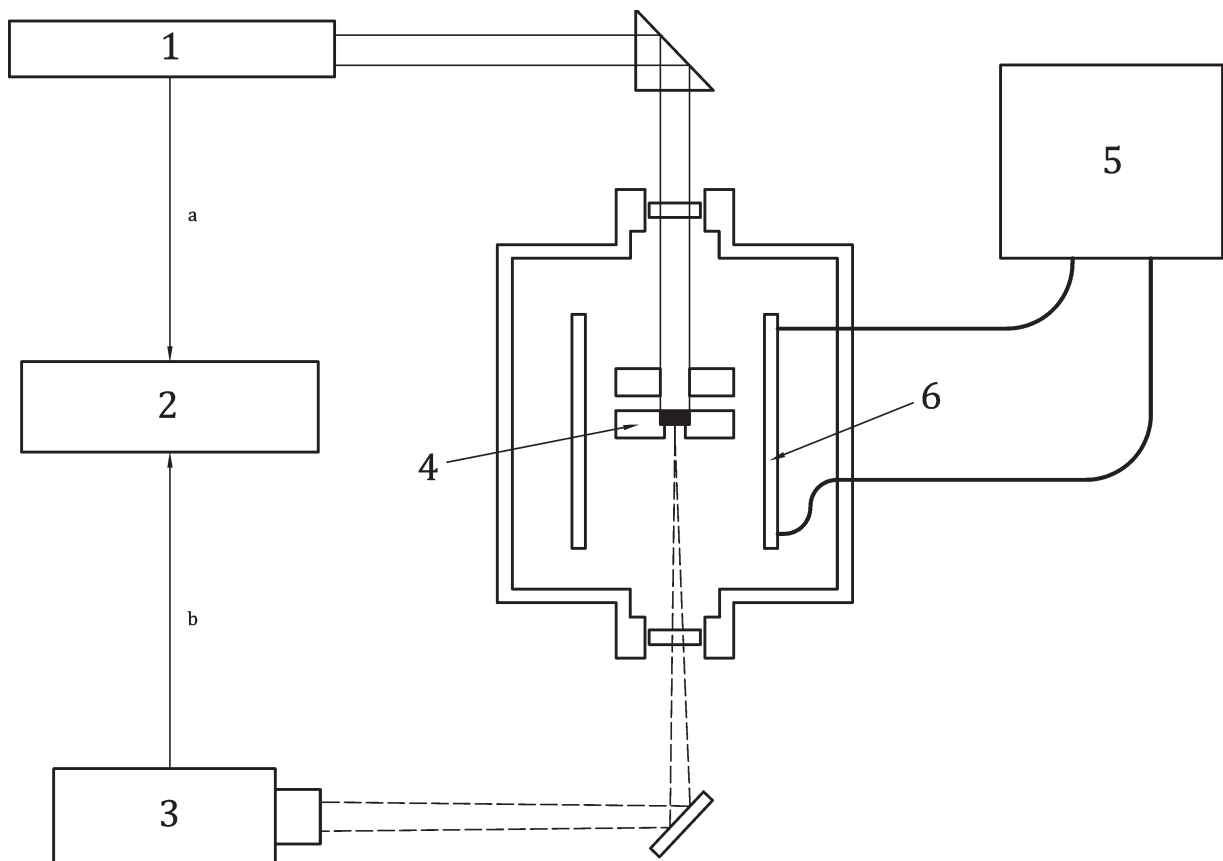
ΔT_0

Temperaturanstieg, der bestimmt wird, wenn der Abkühlungsbereich mit einer Exponentialfunktion, $[\Delta T_0 \exp(-t/\tau_c)]$, angepasst wird

4 Prüfeinrichtung

4.1 Allgemeines

Die Prüfeinrichtung muss so ausgeführt sein, dass die Temperaturleitfähigkeit aus der transienten Temperaturkurve der Rückseite eines Probekörpers erhalten wird, nachdem die Vorderseite des Probekörpers mit dem Lichtpuls bestrahlt wurde. Sie muss die in Bild 2 dargestellten Hauptbestandteile umfassen.



Legende

- | | |
|---|-------------------|
| 1 gepulster Laser | 4 Probenhalter |
| 2 Datenanalyse | 5 Stromversorgung |
| 3 Detektor | 6 Heizvorrichtung |
| ^a Auslösesignal | |
| ^b transiente Temperaturantwort | |

Bild 2 — Blockdiagramm einer Laserflash-Prüfeinrichtung zur Messung der Temperaturleitfähigkeit

4.2 Probenhalter

Der Probenhalter muss den Probekörper mit geringstmöglichem Wärmekontakt festhalten und so konstruiert sein, dass das vom Laserstrahl/Lichtblitz an den Transientendetektor übertragene Streulicht unterdrückt wird.

Eine Blende mit einem Öffnungsdurchmesser, der etwas größer ist als der Durchmesser des Probekörpers, sollte in der Nähe der Vorderseite des Probekörpers angeordnet werden, und eine weitere Blende mit einem Öffnungsdurchmesser, der kleiner als der Durchmesser des Probekörpers und größer als die Zielgröße der Strahlungserfassung ist, sollte nahe der Rückseite des Probekörpers angeordnet werden.

4.3 Blitzquelle

Die Blitzquelle muss ein Puls laser, eine Blitzlampe oder eine andere Vorrichtung sein, die in der Lage ist, einen Kurzpuls mit beträchtlicher Energie zu erzeugen, wobei die Pulsdauer vorzugsweise kürzer als 1,0 ms in der Halbwertsbreite (en: full width at half, FWHM) ist. Der Probekörper sollte gleichmäßig mit dem Lichtpuls bestrahlt werden.

Wenn ein Puls laser für den Lichtpuls verwendet wird, ist das Profil des direkten Strahles oftmals aufgrund der Multimode-Schwingung unregelmäßig. In diesem Fall sollte der Strahl durch Anwendung von Strahl-Homogenisieroptik in einen gleichmäßigen Strahl umgewandelt werden.

4.4 Thermometer zur Messung der stationären Temperatur des Probekörpers

Die stationäre Temperatur des Probekörpers vor dem gepulsten Erwärmen sollte mit einem Thermoelement oder einem gleichermaßen zuverlässigen oder noch verlässlicheren Thermometer gemessen werden.

Das Thermoelement muss so angeordnet werden, dass es die Erwärmung durch den Lichtpuls auf der Vorderseite des Probekörpers oder die Strahlung von der Rückseite des Probekörpers nicht unterbricht. Falls der Probekörper nicht mit dem Thermoelement reagiert, sollte ein dünnes Thermoelement mit dem Probekörper verbunden werden, um die Temperatur des Probekörpers mit geringstmöglicher Unsicherheit zu messen. Wenn aufgrund einer chemischen Reaktion mit dem Probekörper nicht zugelassen werden kann, dass das Thermoelement Kontakt mit dem Probekörper hat, oder weil dadurch das Umfeld des Probekörpers gestört wird, oder wegen der Ausführung des Systems, sollte die Spitze des Thermoelements so nahe wie praktisch möglich an den Probekörper in der gleichen Ebene gebracht werden.

4.5 Detektor zur Messung des transienten Temperaturanstiegs an der Rückseite des Probekörpers

Die Kurve des transienten Temperaturanstiegs an der Rückseite des Probekörpers muss mit einem berührungslosen Strahlungsthermometer oder Strahlungsdetektor beobachtet werden. Die Frequenzantwort des Detektors und von dessen zugehöriger Elektronik sollte schneller als 10 kHz sein. Der Solldurchmesser des Strahlungsdetektors sollte kleiner sein als 50 % des Durchmessers bei scheibenförmigen Probekörpern, oder 50 % der kürzesten Seitenlänge bei quadratischen und rechteckigen Probekörpern.

4.6 Umgebung für die Messungen

Messungen können in Luft, in einer Inertgasatmosphäre oder unter Vakuum bei Raumtemperatur durchgeführt werden. Für Messungen bei höheren Temperaturen muss, sofern erforderlich, eine geeignete inerte Atmosphäre oder ein Vakuum angewendet werden, um Ofenteile und Probenhalter vor Oxidation sowie den Probekörper und dessen Beschichtung vor Struktur- oder Phasenänderungen und Verträglichkeitsproblemen zu schützen.

4.7 Temperatursteuereinrichtung

Für Messungen bei höheren Temperaturen sollte der Probekörper mittels elektrischer Heizvorrichtungen vor dem gepulsten Erwärmen auf einer stabilen Temperatur gehalten werden. Die Drift und Schwankung der Temperatur sollten weniger als 0,01 K/s betragen.

4.8 Datenerfassungsgerät

Das Signal des Transientendetektors sollte verstärkt und mit einem digitalen Oszilloskop oder einem Analog-Digital-Wandler in das digitale Signal umgewandelt werden, welches als Eingabe in einen Computer für die Berechnung der Temperaturleitfähigkeit dient. Die Frequenzantwort des Verstärkers und des AD-Wandlers sollte schneller als 10 kHz sein. Die Auflösung der AD-Wandlung sollte größer als 10 Bit sein, und mehr als 1 000 Datenpunkte sollten mit einer schnelleren Abtastzeit als 1 % der Halbanstiegszeit $t_{1/2}$ abgetastet werden.

5 Probekörper

5.1 Form und Maße von Probekörpern

Der Probekörper muss eine flache Platte mit kreisförmiger, quadratischer oder rechteckiger Form sein. Der Durchmesser oder das Seitenmaß des Probekörpers muss größer als 5 mm und bis zu üblicherweise 20 mm sein.

Die Dicke des Probekörpers muss wie folgt gewählt werden:

- a) ausreichend dick, so dass der Wert $t_{1/2}$ größer ist als das Fünffache der Pulsbreite;

- b) das Durchmesser- oder Seite-Dicke-Verhältnis muss mindestens 5 : 2 betragen.

ANMERKUNG Erfahrungen zeigen, dass das Durchmesser- oder Seite-Dicke-Verhältnis in den meisten Fällen in der Größenordnung von 4 : 1 liegt. Jedoch enthalten einige vom Nationalen Metrologie-Institut Japans (NMI, en: National Metrology Institute of Japan) gelieferte Referenzmaterialien (siehe Anhang F) Probekörper mit 10 mm Durchmesser und 4,0 mm Dicke. Diese würden außerhalb des Verhältnisses 4 : 1 liegen. Um auch die Referenzmaterialien mit den vorstehend genannten Größen einzuschließen, wird das gewählte Verhältnis daher als 5 : 2 festgesetzt.

- c) die Ungleichmäßigkeit der Probekörperdicke muss unter 1,0 % liegen.

5.2 Dichte des Probekörpers

Die nach ISO 18754 ermittelte Porosität des Probekörpers muss geringer als 10 % sein.

Die Masse des Probekörpers muss vor und nach der Messung bestimmt werden, um insbesondere bei Hochtemperaturmessungen mögliche Masseänderungen aufgrund von Reaktionen, die während der Messungen stattfinden können, selbst wenn diese vermieden werden sollten, zu erkennen.

ANMERKUNG Falls die Porosität höher als 10 % ist, können andere Verfahren angewendet werden, siehe Literaturhinweise [43] bis [47].

5.3 Beschichtung auf dem Probekörper

Falls der Probekörper keinen hohen Absorptionskoeffizienten für den erwärmenden Laserstrahl-/Licht-Blitz oder keinen hohen Emissionsgrad bei Strahlungstemperaturerkennung aufweist, müssen die Oberflächen des Probekörpers mit einer dünnen, undurchsichtigen, vorzugsweise schwarzen Schicht beschichtet werden. Die Beschichtung muss dicht genug sein, um das Eindringen des Laserstrahl-/Licht-Blitzes oder der Wärmestrahlung bei der beobachteten Wellenlänge zu verhindern, und sollte einer Erwärmung durch den Laser-/Lichtpuls bei hohen Temperaturen widerstehen können. Die Dicke der Beschichtung sollte mindestens angemessen sein, um den direkt übertragenen Laser-/Lichtpuls auszuschließen.

Geeignete Beschichtungen für viele Keramikwerkstoffe schließen aufgedampften, gesputterten Kohlenstoff oder aufgesprühtes Kolloidgraphit ein. Falls der zu untersuchende Probekörper bei hohen Temperaturen mit Kohlenstoff reagiert, kann alternativ eine Metallbeschichtung wie beispielsweise Platin, Gold oder Nickel verwendet werden. Es kann vorteilhaft sein, die Oberfläche des zu untersuchenden Probekörpers aufzurauen, um die Haftung der Beschichtung zu verbessern. Die Abhängigkeit von der Beschichtungsstärke sollte für die beobachtete Temperaturleitfähigkeit beurteilt werden, sofern der Beitrag von Beschichtungen nicht vernachlässigbar ist.

5.4 Referenzprobekörper

Referenzprobekörper können zur Beurteilung der Unsicherheit von Temperaturleitfähigkeitsmessungen mit einer Blitz-Prüfeinrichtung verwendet werden. Die Unsicherheit wird als Differenz zwischen dem gemessenen Wert und dem Referenzwert der Temperaturleitfähigkeit des Referenzprobekörpers ermittelt.

ANMERKUNG Mehrere Materialien werden als Referenz verwendet (siehe Anhang F).

Bei der Verwendung dieser Referenzen sollte darauf geachtet werden sicherzustellen, dass die Halbanstiegszeit und der Temperaturleitfähigkeitswert denen der Prüfmateriale ähneln.

6 Durchführung der Messungen

6.1 Messung der Probekörperdicke

Die Dicke des Probekörpers wird mit einer Messunsicherheit von 0,5 % oder besser mithilfe einer Bügelmessschraube nach ISO 3611 gemessen.

6.2 Oberflächenbehandlung

Die Oberflächenbehandlung wird nach 5.3 durchgeführt.

6.3 Bestimmung der Blitzdauer des Laser- oder Lichtpulses und des chronologischen Profils des Laser- oder Lichtpulses

Die chronologische Spur des Laser- oder Lichtpulses muss im Vergleich zum gleichen Triggersignal für die Auslösung von Temperaturleitfähigkeitsmessungen mittels Flashverfahren verfolgt werden. Falls die FWHM der Laser-/Lichtpulsdauer mehr als 1 % der Halbanstiegszeit beträgt, muss eine Berichtigung hinsichtlich der endlichen Pulsdauer nach einem der in Anhang B aufgeführten Verfahren vorgenommen werden.

6.4 Steuerung von Temperatur und Atmosphäre

Der zu untersuchende Probekörper wird in die Prüfeinrichtung eingesetzt und die Thermoelemente werden positioniert. Die Atmosphäre sollte so sein, dass der Probekörper im gemessenen Temperaturbereich keiner chemischen Änderung unterworfen wird.

6.5 Stabilität der Probekörpertemperatur

Die Temperatur des Probekörpers muss so geregelt werden, dass die Drift kleiner als 0,01 K/s ist.

6.6 Energie der gepulsten Erwärmung

Der Probekörper wird mit dem Laser- oder Lichtpuls bei einer Intensität mit so geringer Energie wie möglich bestrahlt, entsprechend einem annehmbaren Rauschpegel.

ANMERKUNG Siehe Anhang D bezüglich der Nichtlinearität der Spektralstrahldichte zur Temperatur.

6.7 Messtemperatur

Die Messtemperatur wird als $T_0 + \Delta T_{\max}$ aufgezeichnet, wobei T_0 die anfängliche stationäre Temperatur und $\Delta T_{\max}$ der höchste Temperaturanstieg des Probekörpers ist, der von dem mit dem Probekörper in Kontakt befindlichen Thermoelement oder dem kalibrierten Strahlungsthermometer aufgezeichnet wurde.

ANMERKUNG Ein Thermoelement mit einem Durchmesser unter 0,15 mm, das direkt mit der Rückseite oder Seitenfläche eines Probekörpers mechanisch oder mit einer Paste in Kontakt gebracht wird, ist für die Abschätzung von $\Delta T_{\max}$ zu bevorzugen.

6.8 Aufzeichnung

Die transiente Temperaturkurve sollte für eine Dauer von mindestens bis zum 10fachen der Halbanstiegszeit aufgezeichnet werden, um eine verlässliche Beurteilung der Messungen vorzunehmen, einschließlich einer Wärmeverlustkorrektur und der Beurteilung der Wirkung einer ungleichmäßigen Erwärmung.

7 Datenanalyse

7.1 Auf dem Halbanstiegszeitverfahren basierende Berechnung

Der Standardalgorithmus zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit mit dem Flash-Verfahren ist das Halbanstiegszeitverfahren, bei dem die analytische Gleichung an die transiente Temperaturkurve bei t , der Höhe einer Hälfte des höchsten Temperaturanstiegs der transienten Temperatur- oder Strahlungsverhaltenskurve über der Grundlinie $\Delta T_{\max}/2$ über der Halbanstiegszeit, angepasst wird.

Wenn die Messung bei Durchführung unter den vorstehend angegebenen idealen Anfangs- und Randbedingungen gültig ist, wird die Temperaturleitfähigkeit α auf der Grundlage des Halbanstiegszeitverfahrens durch Gleichung (1) dargestellt:

$$\alpha = \frac{0,138 \, 8 d^2}{t_{\frac{1}{2}}} \quad (1)$$

Dabei ist

d die Dicke des Probekörpers, in Meter;

$t_{\frac{1}{2}}$ die Zeitverzögerung, wenn die Temperatur der Rückseite die Hälfte des höchsten Temperaturanstiegs $\Delta T_{\max}$ erreicht, nachdem die Vorderseite durch den Laserpuls erwärmt wurde.

7.2 Kriterien für die Anwendbarkeit des Halbanstiegszeitverfahrens

Damit es zulässig ist, die Anstiegszeit anzuwenden, müssen die folgenden Anfangs- und Randbedingungen erfüllt werden:

- Die Dauer des Laser-/Lichtpulses ist kurz im Vergleich zur charakteristischen Dauer der Wärmediffusion ($\text{FWHM} < 1 \, \%$ von $t_{1/2}$).
- Die Vorderseite des Probekörpers wird gleichmäßig vom Laser-/Lichtpuls erwärmt.
- Der Probekörper ist während der Messdauer nach dem Erwärmen durch den Laser-/Lichtpuls adiabatisch.
- Der Probekörper ist (hinsichtlich seiner Geometrie) gleichmäßig und ist homogen.
- Der Probekörper ist für den Laser-/Lichtpuls und für Wärmestrahlung undurchlässig (nicht transparent und nicht durchscheinend).

Wenn diese Bedingungen erfüllt sind, wird der Wärmefluss eindimensional, und die Temperatur der Rückseite des Probekörpers ändert sich entsprechend einer analytischen Gleichung (siehe Anhang A).

Der Temperaturleitfähigkeitswert muss durch Anpassung dieser Gleichung an die beobachtete transiente Temperaturkurve ermittelt werden. Theoretisch sollte der berechnete Temperaturleitfähigkeitswert, sofern die Messung unter den vorstehend genannten idealen Bedingungen durchgeführt wird, unabhängig von der Position entlang der Transientenkurven sein. Daher kann jeder Punkt auf der transienten Temperaturkurve analysiert werden, um die Temperaturleitfähigkeit α zu ergeben. Diese ist durch Gleichung (2) gegeben.

$$\alpha = \frac{K_x d^2}{t_x} \quad (2)$$

Dabei ist

d die Dicke des Probekörpers, in Meter;

t_x die Zeit, die vergeht, bis die Rückseite des Probekörpers einen Bruchteil des höchsten Temperaturanstiegs erreicht, in Sekunden (siehe Tabelle 1);

x der prozentuale Anteil am höchsten Temperaturanstieg;

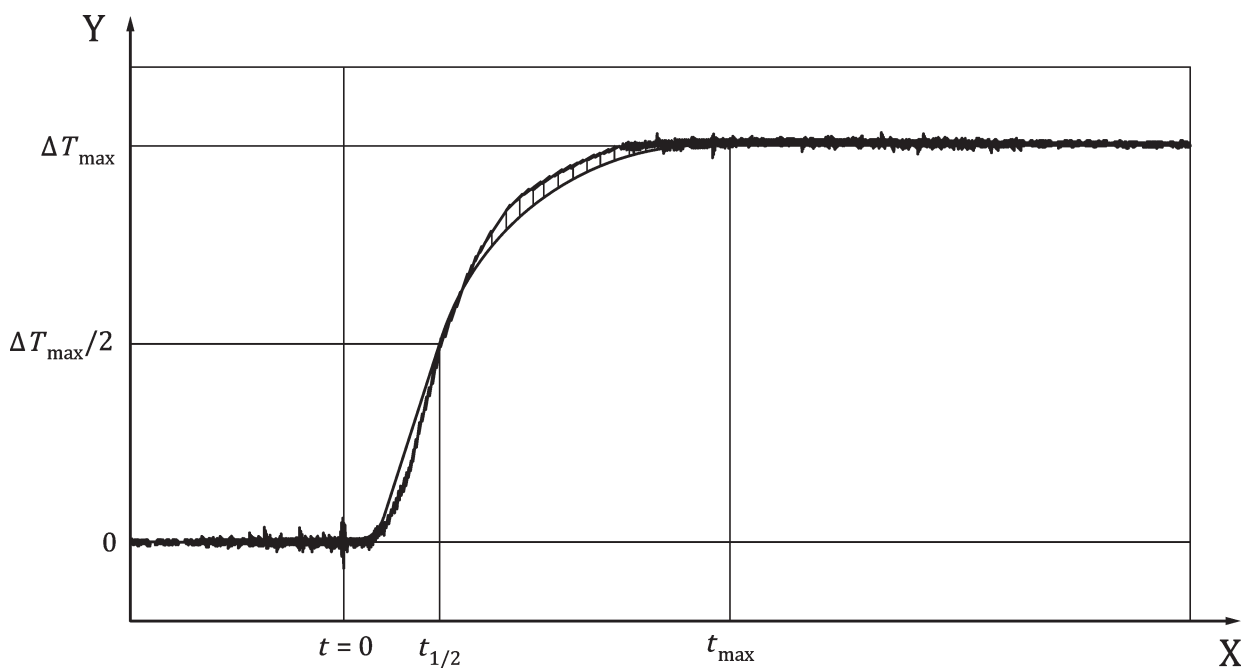
K_x eine Konstante, die im Falle idealer Messungen α zu d und t_x in Bezug setzt.

Die Temperaturleitfähigkeit wird bei anderen anteiligen Temperaturanstiegen als $t_{1/2}$ berechnet. Wenn die Werte bei $t_{0,3}$, $t_{0,5}$ und $t_{0,7}$, die unter Anwendung der entsprechenden Werte für K_x in Tabelle 1 berechnet wurden, alle innerhalb von $\pm 2 \, \%$ liegen, kann davon ausgegangen werden, dass das Halbanstiegszeit-Verfahren ohne jede Korrektur anwendbar ist. Wenn die Streuung der auf diese Weise berechneten Temperaturleitfähig-

keitswerte größer ist als $\pm 2\%$, muss die Möglichkeit nicht idealer Anfangs- und/oder Randbedingungen, einer fehlerhaften Konstruktion und/oder des fehlerhaften Betriebs der Blitz-Prüfeinrichtung oder von Problemen im Zusammenhang mit dem Probekörper berücksichtigt werden.

Tabelle 1 — Werte der Konstante K_x für einen Bereich von Transientenzeiten

x %	K_x	t_x
10	0,066 2	$t_{0,1}$
20	0,084 3	$t_{0,2}$
30	0,101 2	$t_{0,3}$
40	0,119 0	$t_{0,4}$
50	0,138 8	$t_{1/2}$
60	0,162 2	$t_{0,6}$
70	0,191 9	$t_{0,7}$
80	0,233 2	$t_{0,8}$
90	0,303 6	$t_{0,9}$



Legende

X Zeit
Y Temperaturanstieg
durchgezogene Kurve transiente Temperaturkurve
gestrichelte Kurve beobachtete Halbanstiegszeit

Bild 3 — Gemittelte Abweichung der transienten Temperaturkurve von der Gleichung nach Parker, die die beobachtete Halbanstiegszeit zeigt

Die Anwendbarkeit des Halbanstiegszeit-Verfahrens kann alternativ durch die gemittelte Abweichung der transienten Temperaturkurve von der Gleichung nach Parker überprüft werden, welche der experimentell ermit-

telten Halbanstiegszeit entspricht, wie in Bild 3 gezeigt. Die gemittelte Abweichung wird über den Bereich vom Halbanstiegspunkt bis zum höchsten Punkt, normiert durch den höchsten Temperaturanstieg $\Delta T_{\max}$, berechnet. Wenn die gemittelte Abweichung innerhalb von ± 1 % liegt, kann davon ausgegangen werden, dass keine Korrektur anzuwenden ist.

Wenn die gemittelte Abweichung mehr als ± 1 % beträgt, muss die Möglichkeit nicht idealer Anfangs- und/oder Randbedingungen, einer fehlerhaften Konstruktion und/oder des fehlerhaften Betriebs der Blitz-Prüfeinrichtung oder von Problemen im Zusammenhang mit dem Probekörper wie folgt berücksichtigt werden:

- a) fehlerhafte Konstruktion und/oder fehlerhafter Betrieb der Blitz-Prüfeinrichtung:
 - 1) Überlagerung von Streulicht oder elektrischem Rauschen auf der transienten Temperaturverlaufskurve;
 - 2) übermäßige Drift der stationären Temperatur;
 - 3) unzureichende Ansprechzeit des Strahlungsdetektors und/oder Verstärkers;
 - 4) nicht vernachlässigbarer Wärmeaustausch mit dem Probenhalter;
 - 5) Wirkung der Nichtlinearität der Spektralstrahldichte.
- b) Probleme im Zusammenhang mit dem Probekörper:
 - 1) Wärmedurchlasswiderstand der Beschichtung;
 - 2) unzureichende Ebenheit des Probekörpers;
 - 3) große Poren oder inhomogene Verteilung der Poren.
- c) nicht ideale Anfangs- und Randbedingungen:
 - 1) Wirkungen einer ungleichmäßigen Erwärmung;
 - 2) Wirkung der endlichen Pulsdauer;
 - 3) Strahlungswärmeverlust.

Zuerst werden die Punkte a), b) und c) 1) überprüft und diesbezüglich Verbesserungen vorgenommen, damit die Messungen den idealen Bedingungen näherkommen.

ANMERKUNG Während der praktischen Messung mit dem Flash-Verfahren ist es schwierig, stets die idealen Anfangs- und Randbedingungen zu erfüllen. Anhang C und die Literaturhinweise enthalten Beispiele für Analysen von nicht idealen Bedingungen, die als geeignet angewendet werden können. Anhang D enthält Angaben zu weiteren Fehlerquellen. Falls die Position immer noch nicht annehmbar ist, sind Korrekturen bei den Punkten c) 1) und c) 2) über geeignete Algorithmen erforderlich.

Beispiele für derartige Analysen sind in Anhang C angegeben. Die Einzelheiten aller angewendeten Verfahren müssen im Messbericht angegeben werden.

Anhang F enthält Angaben zu einem Verfahren, welches die Beurteilung der intrinsischen Temperaturleitfähigkeit unabhängig von den Messbedingungen ermöglicht.

Schließlich enthält Anhang H Einzelheiten bezüglich der Präzisionsdaten, der Vergleichspräzision und Wiederholpräzision der Temperaturleitfähigkeitsmessungen.

8 Messbericht

Die folgenden Angaben sollten im Messbericht aufgezeichnet werden:

a) allgemeine Angaben

- 1) der Name und die Anschrift der Prüfstelle;
- 2) das Datum der Messungen;
- 3) eine eindeutige Kennzeichnung des Berichtes;
- 4) eine Verweisung auf dieses Dokument;
- 5) die Bezeichnung der verwendeten Blitz-Prüfeinrichtung.

b) Lichtpuls

- 1) die Art der Pulslichtquelle;
- 2) Dauer des Lichtpulses in der Halbwertsbreite (freigestellt);
- 3) Energie eines Lichtpulses (freigestellt);
- 4) Angabe des räumlichen Profils des Laserstrahls.

c) Probekörper

- 1) eine Beschreibung des Werkstoffs (Werkstoffart, Herstellungscode, Losnummer, Eingangsdatum);
- 2) Verfahren zum Schneiden, Schleifen und/oder Polieren von Probekörpern aus dem gelieferten Werkstoff;
- 3) Form des Probekörpers (Scheibe, quadratische Platte oder rechteckige Platte);
- 4) Dichte oder Porosität des Probekörpers;
- 5) Durchmesser oder Seitenlänge des Probekörpers;
- 6) Dicke des Probekörpers.

d) Beschichtung

- 1) Anwendung einer Beschichtung (ja oder nein);
- 2) Beschichtungswerkstoff;
- 3) Beschichtungsverfahren;
- 4) Dicke der Beschichtung (freigestellt).

e) Thermometrie

- 1) für Messungen der stationären Temperatur verwendetes Thermometer;
- 2) für die Messung des transienten Temperatur- oder Strahlungsanstiegs der Rückseite des Probekörpers nach dem Erwärmen durch den Lichtpuls verwendetes Thermometer.

f) Datenerfassung (freigestellt)

- 1) Ansprechzeit der Messungen der transienten Temperatur;
- 2) Ansprechzeit der Messungen der transienten Temperatur.

g) Datenanalyse

- 1) die Art der analytischen Lösung, auf der die Datenanalyse begründet ist;
- 2) der Datenanalyse-Algorithmus (Halbanstiegszeit-Verfahren, Verfahren der Anpassung nach der Methode der kleinsten Quadrate, Verfahren der nichtlinearen Anpassung nach der Methode der kleinsten Quadrate, Verfahren der Flächengleichheit oder logarithmisches Verfahren).

h) Korrekturen

- 1) berechnete Werte für Wärmeverlust-Korrekturen, falls zutreffend, mit Angabe der vollständigen Einzelheiten, falls die Verfahren nicht in Anhang B oder Anhang C angegeben sind;
- 2) berechnete Werte von Korrekturen hinsichtlich einer ungleichmäßigen Erwärmung, falls zutreffend, mit Angabe der vollständigen Einzelheiten, falls die Verfahren nicht in Anhang B oder Anhang C angegeben sind;
- 3) berechnete Werte der Korrektur hinsichtlich der endlichen Pulsdauer, falls zutreffend, mit Angabe der vollständigen Einzelheiten, falls die Verfahren nicht in Anhang B angegeben sind;
- 4) berechnete Werte der Korrektur hinsichtlich der Nichtlinearität der Spektralstrahldichte, falls zutreffend, mit Angabe der vollständigen Einzelheiten, falls die Verfahren nicht in Anhang B oder Anhang C angegeben sind;
- 5) berechnete Werte von Korrekturen hinsichtlich des Wärmedurchlasswiderstands der Beschichtung, falls zutreffend, mit Angabe der vollständigen Einzelheiten.

i) Messergebnisse

- 1) die Messtemperatur(en), in Kelvin oder Grad Celsius;
- 2) die Halbanstiegszeit, in Sekunden;
- 3) der/die berechnete(n) Wert(e) der Temperaturleitfähigkeit, in m^2/s ;

j) weitere wichtige Angaben

- 1) Fehlerdiskussion und Korrekturverfahren;
- 2) Bemerkungen hinsichtlich der Messung und der Messergebnisse.

Anhang A (informativ)

Kurzbeschreibung von mittels Flash-Verfahren durchgeführter Messungen der Temperaturleitfähigkeit

A.1 Idealzustand

Die analytische Lösung für Messungen der Temperaturleitfähigkeit mittels Flash-Verfahren ist in Parker et al. [1] angegeben, unter den folgenden Bedingungen.

- a) Die Dauer des Pulses ist vernachlässigbar kurz im Vergleich zur charakteristischen Dauer der Wärmediffusion.
- b) Die Vorderseite des Probekörpers wird gleichmäßig durch einen Lichtpuls erwärmt.
- c) Der Probekörper ist während der Messung nach dem Erwärmen durch den Lichtpuls adiabatisch.
- d) Der Probekörper ist (hinsichtlich seiner Geometrie) gleichmäßig und homogen.
- e) Der Probekörper ist für den Lichtpuls und für Wärmestrahlung undurchlässig (nicht transparent und nicht durchscheinend).

Wenn diese Bedingungen erfüllt sind, wird der Wärmefluss eindimensional, und die Temperatur der Rückseite des Probekörpers ändert sich entsprechend Gleichung (A.1):

$$T(t) = \Delta T \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp \left(-(\pi n)^2 \frac{t}{\tau_0} \right) \right] \quad (\text{A.1})$$

Dabei ist

$$\Delta T = \frac{Q}{C}$$

Q die gesamte vom Probekörper absorbierte Energie;

C die Wärmekapazität des Probekörpers;

$\tau_0 = \frac{d^2}{\alpha}$ die charakteristische Dauer der Wärmediffusion durch den Probekörper;

α die Temperaturleitfähigkeit des Probekörpers.

Anhang B (normativ)

Korrektur hinsichtlich nicht idealer Anfangs- und Randbedingungen

B.1 Allgemeines

Die Berechnung der Temperaturleitfähigkeit nach Gleichung (1) wird modifiziert, wenn die Pulslaufzeit weniger als das 100fache der Dauer des Wärmepulses beträgt, oder falls Wärme aus dem Probekörper verloren geht. Beispiele für Modifizierungen, die für das Berechnungsverfahren gelten, sind in B.2 und B.3 angegeben.

Die in Anhang A angegebene mathematische Herleitung setzt voraus, dass während der Zeit, die der Wärmepuls zum Durchqueren des Probekörpers benötigt, keine Wärme aus dem Probekörper verloren geht [2 bis 5]. Für gute Wärmeleiter bei Temperaturen nahe der Umgebungstemperatur ist dies eine angemessene Näherung, für schlechte Wärmeleiter und für die meisten Proben bei hohen Temperaturen ist es jedoch fast sicher, dass hinsichtlich der Wärmeverluste Korrekturen anzuwenden sind.

Unter der Voraussetzung, dass durch Anwendung einer geeigneten Konstruktion des Probenhalters die durch Wärmeleitung aus dem Probekörper verloren gegangene Wärme auf ein Mindestmaß verringert wurde, und dass die Transientendauer kurz genug ist, damit der konvektionsbedingte Wärmeverlust vernachlässigt werden kann (wenn die Messung in einem Vakuum durchgeführt wird, gibt es keine konvektiven Verluste), ist die Hauptquelle für den Wärmeverlust die Strahlung von den Oberflächen des Probekörpers. Die beste Möglichkeit, um den Wärmeverlust zu analysieren, ist ein Vergleich der gesamten Versuchskurve mit einem oder mehreren der zahlreichen zur Verfügung stehenden theoretischen Modelle. Beispiele für analytische Verfahren sind in Anhang C angegeben.

B.2 Wirkung der endlichen Pulsdauer

B.2.1 Allgemeines

Mehrere analytische Berechnungen wurden beschrieben, um die Wirkung der endlichen Dauer der Wärmeenergie des Laser-/Lichtpulses zu korrigieren [6 bis 8]. Wenn die Pulsbreite wesentlich kürzer als die Halbanstiegszeit der transienten Temperaturkurve ist, kann die Erwärmung durch den Laser-/Lichtpuls durch die Dirac'sche Deltafunktion, die am chronologischen Schwerpunkt der Laser-/Lichtpulsenergie angeordnet ist, approximiert werden [9].

Wenn $t_{1/2}$ weniger als das 100-fache der Wärmepulsdauer beträgt, sollte die Wirkung der endlichen Pulsdauer korrigiert werden. Zwei weit verbreitete Korrekturverfahren sind das Schwerpunkt-Verfahren und das Dreieckimpuls-Verfahren, die nachstehend beschrieben werden.

B.2.2 Schwerpunkt-Verfahren [9]

Falls $t_{1/2}$ größer ist als das Dreifache der Pulsbreite (τ_p), kann die Wirkung der endlichen Pulsdauer durch Verschieben des Zeitursprungs der Datenanalyse auf den chronologischen Schwerpunkt des Laser-/Lichtpulses (t_g) korrigiert werden. Somit sollte $t_{1/2}$ durch $t_{1/2} - t_g$ ersetzt werden.

B.2.3 Bestimmung des chronologischen Schwerpunktes des Laser-/Lichtpulses

B.2.3.1 Allgemeines

Der chronologische Schwerpunkt des Laserstrahl-/Licht-Blitzes (t_g) sollte nach einem der folgenden Verfahren bestimmt werden.

B.2.3.2 Echtzeitverfahren

Die Wellenform des Laserstrahl-/Lichtpulses wird mit einem Detektor gemessen, dessen Frequenzantwort schneller als 10 µs ist, und der Schwerpunkt wird direkt anhand der beobachteten Wellenform berechnet.

B.2.3.3 Integrationsverfahren

Es wird ein Metallblech vorbereitet, das dünn genug ist, damit die Dauer der Wärmediffusion durch das Blech kürzer als 3 µs ist. Dann ist die chronologische Spur des Temperaturanstiegs der Metallschicht proportional zur integrierten Energie des Laserstrahls vom Ausgangspunkt des Laserstrahl-/Lichtpulses. Die Wellenform des Laserstrahl-/Lichtpulses wird als Ableitung der chronologischen Spur des Temperaturanstiegs abgeleitet.

B.2.4 Dreieckimpuls-Approximation [6]

Die Form des Wärmepulses von einem Neodym-Glas-Laser und einer Blitzlampe kann durch einen Dreieckimpuls der Dauer τ mit einem Maximum bei β approximiert werden, wobei β ein Bruchteil zwischen null und eins ist.

Dies ist am einfachsten zu erreichen, indem eine schnell ansprechende Fotodiode (wie sie in mehreren Laserkalorimetern verwendet wird) genutzt wird, oder durch Messen der Änderung des Widerstandes eines (etwa 25 µm) dünnen Tantal-Folienstreifens, wenn dieser dem Wärmepuls ausgesetzt wird. Die Parameter τ und β ändern sich gewöhnlich mit der Leistung des Wärmepulses und sollten daher bei der anzuwendenden Leistung bestimmt werden.

Wenn τ und β bekannt sind, ist die Temperaturleitfähigkeit α durch Gleichung (B.1) gegeben:

$$\alpha = \frac{C_1 d^2}{C_2 t_{1/2} - \tau} \quad (\text{B.1})$$

Dabei ist/sind

die Konstanten C_1 und C_2 für Werte von β in Tabelle B.1 angegeben;

d die Dicke des Probekörpers.

Die in Gleichung (B.1) angegebene Korrektur hinsichtlich der endlichen Pulsdauer sollte nicht verwendet werden, wenn $t_{1/2}$ kleiner als 10τ ist.

Tabelle B.1 — Konstanten für die Korrektur hinsichtlich der endlichen Pulsdauer

β	C_1	C_2
0,15	0,348 44	2,510 6
0,28	0,315 50	2,273 0
0,29	0,311 10	2,245 4
0,30	0,306 48	2,237 5

B.3 Wirkung von Strahlungswärmeverlusten

B.3.1 Allgemeines

Die Temperaturleitfähigkeit muss nach Gleichung (B.2) berechnet werden, wobei Korrekturfaktoren eingeführt werden, falls Strahlungswärmeverluste nicht vernachlässigt werden können.

$$\alpha = 0,138\,8\,k_{\text{rhl}}\,d^2/t_{1/2} \quad (\text{B.2})$$

Dabei ist

α die Temperaturleitfähigkeit (m^2/s);

d die Dicke des Probekörpers bei Raumtemperatur (m);

k_{rhl} der Korrekturfaktor, der sich auf den Wärmeverlust aus dem Probekörper bezieht.

Die folgende Randbedingung wird anstelle der adiabatischen Randbedingung eingeführt, um eine analytische Lösung unter den Strahlungswärmeverlusten zu formulieren. Die anderen Annahmen entsprechen den idealen Bedingungen.

Wärmeverluste aus dem Probekörper können mit dem Newtonschen Abkühlungsgesetz angegeben werden, und die Biot-Zahl kann festgelegt werden.

Es gibt einige Algorithmen zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit anhand der mittels Laser-/Lichtpulsverfahren gewonnenen Daten, die den Strahlungswärmeverlust berücksichtigen [10 bis 17]. Cape und Lehman [14] geben eine allgemeine Lösung für die Temperaturleitfähigkeitsmessungen mit dem Laser-Flashverfahren an, bei der die Strahlungswärmeverluste berücksichtigt werden. Der Beitrag des Strahlungswärmeverlustes wird in Form eines dimensionslosen Parameters angegeben, der als Biot-Zahl bezeichnet wird. Cape und Lehman stellen eine Näherungsgleichung für ihre allgemeine Lösung vor. Josell et al. sind der Auffassung, dass Koeffizienten von Termen höherer Ordnung in der Gleichung von Cape und Lehman nicht korrekt sind, und stellen die korrigierte Gleichung in Form von Gleichung (B.3) vor [16]:

$$T(t) = \Delta T \sum_{n=0}^{\infty} A_n \exp\left(-X_n^2 \frac{t}{\tau_0}\right) \quad (\text{B.3})$$

$$A_n = 2(-1)^n \cdot X_n^2 (X_n^2 + 2Y + Y^2)^{-1},$$

$$X_0 = (2Y)^{1/2} (1 - Y/12 + 11Y^2/1440),$$

$$X_n = \frac{n\pi + \frac{2Y}{n\pi} - \frac{4Y^2}{(n\pi)^3}}{+ \left\{ \frac{16}{(n\pi)^5} - \frac{2}{3(n\pi)^3} \right\} Y^3} + \left\{ -\frac{80}{(n\pi)^7} + \frac{16}{3(n\pi)^5} \right\} Y^4 \quad (n \geq 1),$$

Dabei ist

$$\Delta T = \frac{Q}{C};$$

Q die gesamte vom Probekörper absorbierte Energie;

C die Wärmekapazität des Probekörpers;

$\tau_0 = \frac{d^2}{\alpha}$ die charakteristische Dauer der Wärmediffusion durch den Probekörper;

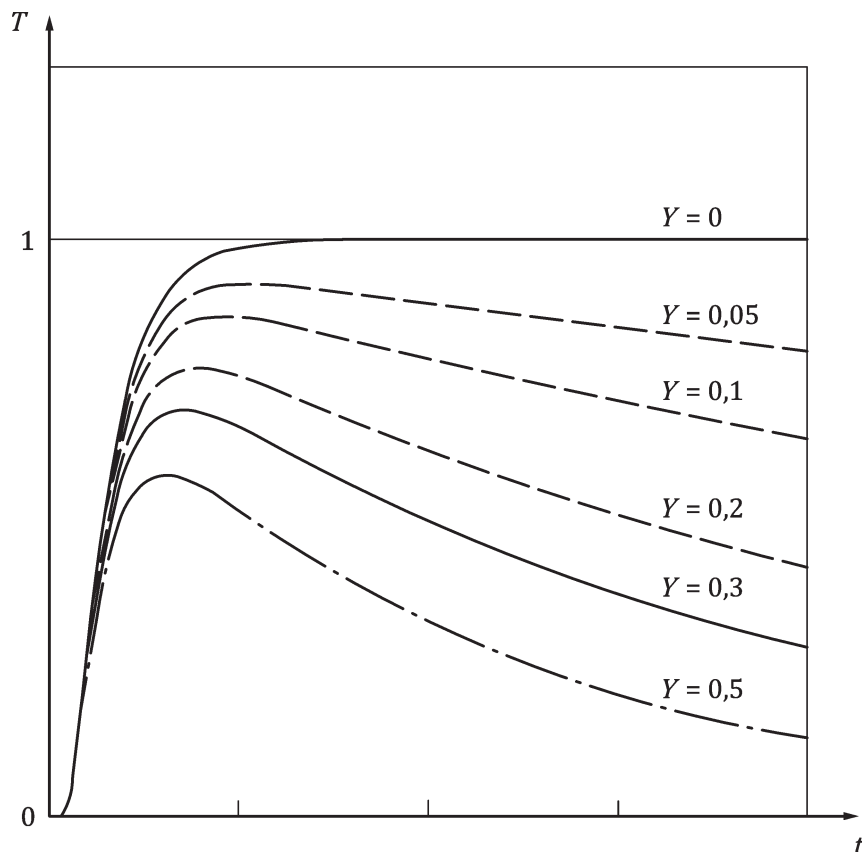
α die Temperaturleitfähigkeit des Probekörpers;

$Y = kd/\lambda$ die Biot-Zahl.

In Bild B.1 werden grafische Darstellungen von Gleichung (B.3) für verschiedene Werte des Parameters Y gezeigt.

Es gibt einige Algorithmen zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit anhand der mittels Laser-/Lichtpulsverfahren gewonnenen Daten, die den Strahlungswärmeverlust berücksichtigen. Unter diesen werden das Verfahren von Cowan [13] und das Verfahren von Clark und Taylor [15] am häufigsten angewendet. Deren Verfahren stehen im Gegensatz zueinander, da ersterer für die Korrektur hinsichtlich des Strahlungswärmeverlustes den Abkühlungsteil der Kurve nutzt, während letztere den Erwärmungsteil der Kurve nutzen. Takahashi et al. [17] haben ein ähnliches Korrekturverfahren wie das Verfahren nach Cowan vorgeschlagen. Ihr Verfahren berechnet den Korrekturfaktor für den Strahlungswärmeverlust aus dem Verhältnis von $t_{1/2}$ zu τ_c , welches die charakteristische Dauer des Wärmeverlustes ist.

Um das Verfahren nach Cowan oder das Verfahren nach Takahashi erfolgreich anzuwenden, müssen die Drift der stationären Temperatur und der Wärmeverlust durch Wärmeleitung gering sein. Andererseits erfordert das Verfahren nach Clark und Taylor ein hohes Signal-Rausch-Verhältnis.



Legende

t Zeit

T normierter Temperaturanstieg

Bild B.1 — Grafische Darstellungen von Gleichung (B.3) für verschiedene Werte des Parameters Y

B.3.2 Verfahren nach Cowan

Entsprechend dem Algorithmus von Cowan ist der Korrekturfaktor k_{rhl} durch Gleichung (B.4) gegeben:

$$k_{\text{rhl}} = A + Bn + Cn^2 + Dn^3 + En^4 + Fn^5 + Gn^6 + Hn^7 \quad (\text{B.4})$$

$$n = 2\Delta T_{10}/\Delta T_{max}$$

Dabei ist

ΔT_{10} der Temperaturanstieg bei $10t_{1/2}$;

$$A = 0,394\,99;$$

$$B = 1,203\,01;$$

$$C = -2,060\,77;$$

$$D = 2,042\,96;$$

$$E = -0,965\,65;$$

$$F = 0,173\,47;$$

$$G = 0;$$

$$H = 0.$$

wenn ΔT_5 : Temperaturanstieg bei $5t_{1/2}$

$$A = -0,747\,29;$$

$$B = 8,927\,44;$$

$$C = -28,656\,31;$$

$$D = 49,634\,25;$$

$$E = -49,030\,07;$$

$$F = 27,787\,76;$$

$$G = -8,414\,14;$$

$$H = 1,055\,79.$$

B.3.3 Verfahren nach Azumi und Takahashi [17]

Entsprechend diesem Algorithmus ist der Korrekturfaktor k_{rhl} durch Gleichung (B.5) gegeben:

$$k_{rhl} = 1 - B_1 \left(\sqrt{1 + A_1 \cdot c \cdot t_{1/2}} - 1 \right) \quad (B.5)$$

Dabei sollten die folgenden Werte für A_1 und B_1 eingesetzt werden:

Wenn $L \leq 0,4$:

$$A_1 = 96/(1 + L);$$

$$B_1 = 0,084.$$

Wenn $0,4 < L \leq 1,0$:

$$A_1 = 89 [1 + 1,24 (1 - L) - 2,70 (1 - L)^2];$$

$$B_1 = 0,08 [1 - 1,13 (1 - L) + 2,01 (1 - L)^2].$$

Wenn $L > 1,0$:

$$A_1 = 89;$$

$$B_1 = 0,080.$$

Dabei ist

$$L = d/r;$$

r der Radius des Probekörpers, oder der Radius des Kreises, der die gleiche Fläche wie der Probekörper hat, falls der Probekörper nicht exakt kreisförmig ist.

B.3.4 Verfahren nach Clark und Taylor [15]

Bei Wärmeverlustkorrekturen auf der Grundlage der Anstiegskurvendaten nach Clark und Taylor werden ebenfalls Verhältnis-Techniken angewendet. Für das Verhältnis $t_{0,75}/t_{0,25}$, das die Zeit bis zum Erreichen von 75 % von $\Delta T_{\max}$, dividiert durch die Zeit bis zum Erreichen von 25 % von $\Delta T_{\max}$ darstellt, ist der Idealwert 2 272. Dieses Verhältnis wird anhand von experimentellen Daten ermittelt. Dann wird der Korrekturfaktor k_{rhl} nach Gleichung (B.6) berechnet:

$$k_{\text{rhl}} = -0,346\,146\,7 + 0,361\,578 (t_{0,75}/t_{0,25}) - 0,065\,205\,43 (t_{0,75}/t_{0,25})^2 \quad (\text{B.6})$$

Korrekturen auf der Grundlage vieler weiterer Verhältnisse können ebenfalls angewendet werden.

B.3.5 Verfahren der Anpassung mit der Methode der kleinsten Quadrate

Eine beobachtete transiente Temperaturkurve nach dem Erwärmen durch einen Puls sollte mittels Methode der kleinsten Quadrate an die analytische Lösung der Wärmediffusionsgleichung mit veränderlichen Parametern angepasst werden, einschließlich des Wertes der Temperaturleitfähigkeit, unter den Anfangs- und Randbedingungen, die der Messbedingung entsprechen [18]. Der Wert der Temperaturleitfähigkeit wird als einer der festen Parameter in der nach der Methode der kleinsten Quadrate angepassten analytischen Lösung bestimmt.

B.3.6 Verfahren der nichtlinearen Anpassung nach der Methode der kleinsten Quadrate [19]

Watt [11] lieferte den theoretischen Hintergrund zur breiten Anwendbarkeit der Pulserwärmungs-Verfahren, wobei das Temperaturverhalten $T(x,r,t)$ zum Zeitpunkt t in Zylinderkoordinaten (x,r) [siehe Gleichung (B.7)] von zwei Nebengleichungen, Gleichung (B.8) und Gleichung (B.9) begleitet wird.

$$\begin{aligned} T(x,r,t) = \Delta T_{0,\max} \left\{ \sum_{n=1}^{\infty} Y_n(x) \int_0^b f(x') Y_n(x') dx' \right\} \\ \left\{ \sum_{j=1}^{\infty} \frac{2}{a^2} \frac{\mu_j^2 j_0 \left(\mu_j \frac{r}{a} \right)}{(\mu_j^2 + Lr^2) j_0^2(\mu_j)} \int_0^a r' g(r') j_0 \left(\mu_j \frac{r'}{a} \right) dr' \right\} \cdot \\ \int_{t_1}^{t_2} \exp \left\{ -\alpha \left(\frac{\mu_j^2}{a^2} + \frac{\beta_n^2}{b^2} \right) (t - t') \right\} \psi(t') dt' \end{aligned} \quad (\text{B.7})$$