

DIN EN ISO 19628



ICS 81.060.30

Entwurf

Einsprüche bis 2020-12-23
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 1159-3:2008-06

**Hochleistungskeramik –
Thermophysikalische Eigenschaften von keramischen
Verbundwerkstoffen –
Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität (ISO 19628:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 19628:2020**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Thermophysical properties of ceramic composites –
Determination of specific heat capacity (ISO 19628:2017);
German and English version prEN ISO 19628:2020

Céramiques techniques –
Propriétés thermophysiques des composites céramiques –
Détermination de la capacité thermique spécifique (ISO 19628:2017);
Version allemande et anglaise prEN ISO 19628:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-10-23 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 64 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 19628:2017 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 19628:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-94 AA „Prüfung von Hochleistungskeramik - Keramische Verbundwerkstoffe“ 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:

IEC 60584-1 siehe DIN EN 60584-1

ISO/IEC 17025 siehe DIN EN ISO/IEC 17025

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 1159-3:2008-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) identische Übernahme der aktuelleren ISO 19628;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 60584-1, *Thermoelemente — Teil 1: Thermospannungen und Grenzabweichungen*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

<i>Titel de:</i>	Hochleistungskeramik — Thermophysikalische Eigenschaften von keramischen Verbundwerkstoffen — Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität (ISO 19628:2017)
<i>Titel en:</i>	Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Thermophysical properties of ceramic composites — Determination of specific heat capacity (ISO 19628:2017)
<i>Titel fr:</i>	Céramiques techniques — Propriétés thermophysiques des composites céramiques — Détermination de la capacité thermique spécifique (ISO 19628:2017)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Verfahren A – Fallkalorimetrie	7
4.1 Kurzbeschreibung	7
4.2 Prüfeinrichtung	7
4.3 Standard-Referenzmaterialien	7
4.4 Proben	8
4.5 Kalibrierung des Kalorimeters	8
4.5.1 Allgemeines	8
4.5.2 Elektrische Kalibrierung	8
4.5.3 Kalibrierung mit Standard-Referenzmaterial	8
4.6 Prüfverfahren	8
4.6.1 Prüfung ohne Tiegel	8
4.6.2 Prüfung mit Tiegel	9
4.6.3 Beschreibung der Prüfung	10
4.7 Berechnungen	10
4.7.1 Allgemeines	10
4.7.2 Bestimmung des kalorimetrischen Kalibrierfaktors	10
4.7.3 Bestimmung der mittleren spezifischen Wärmekapazität C_p	11
5 Verfahren B – Dynamische Differenz-Kalorimetrie	11
5.1 Kurzbeschreibung	11
5.1.1 Allgemeines	11
5.1.2 Stufenförmiges Aufheizverfahren	12
5.1.3 Kontinuierliches Aufheizverfahren	12
5.2 Prüfeinrichtung	13
5.2.1 Dynamisches Differenz-Kalorimeter	13
5.3 Standard-Referenzmaterialien, SRM	13
5.4 Proben	13
5.5 Temperatur-Kalibrierung	14
5.6 Prüfverfahren zur Bestimmung von C_p	14
5.6.1 Allgemeines	14
5.6.2 Verfahren 1: Messungen, bei denen der K -Faktor bekannt sein muss	14
5.6.3 Verfahren 2: Messungen, die die Verwendung eines Standard-Referenzmaterials (SRM) erfordern	17
5.7 Berechnung der Ergebnisse	20
5.7.1 Verfahren, bei dem der K -Faktor bekannt sein muss	20
5.7.2 Verfahren unter Verwendung eines SRM	21
6 Prüfbericht	23
Anhang A (normativ) Fallkalorimetrie — Bestimmung des Kalibrierfaktors mittels Standard-Referenzmaterial	24
Anhang B (informativ) Standard-Referenzmaterial	26

Anhang C (informativ) Materialien für die Kalibrierung des Kalorimeters	32
Literaturhinweise.....	33

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 19628:2017 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 19628:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 1159-3:2003 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 19628:2017 wurde von CEN als prEN ISO 19628:2020 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-Direktiven, 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-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 erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

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

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

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

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument 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 Höchsttemperatur 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

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 19634, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Ceramic composites — Notations and symbols*

IEC 60584-1, *Thermocouples — Part 1: Reference tables*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 19634 und die folgenden Begriffe.

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

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

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

Mindestvolumen, das für den betrachteten Werkstoff repräsentativ ist

4 Verfahren A – Fallkalorimetrie

4.1 Kurzbeschreibung

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 nahekommen.

4.2 Prüfeinrichtung

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 betrieben 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 mehrerer Proben besitzen und eine ausreichende Temperaturträgheit haben, damit die Temperaturveränderung, bedingt durch das Fallen, begrenzt wird.

Strahlungswärmeverluste während des Fallens der Probe müssen, weitestgehend vermieden werden.

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 IEC 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.

Dieses Kriterium wird allgemein von Proben erfüllt, die die maximale Anzahl an repräsentativen Volumenelementen, die mit dem Volumen des Tiegels verträglich sind, enthalten. 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 in Stücke geschnitten werden; eine Anzahl vergleichbarer Proben sollte 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 aus einem Standard-Referenzmaterial mit bekannter spezifischer Wärmekapazität hergestellte Probe wird nach dem in 4.6 beschriebenen Prüfverfahren fallen gelassen. (Siehe Anhang B zu Standard-Referenzmaterialien). Der Kalibrierfaktor wird nach Anhang A bestimmt.

4.6 Prüfverfahren

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 die Prüfung des Standard-Referenzmaterials;
- T die Prüfung der Probe.

Jede Prüfung wird wie in 4.6.3 beschrieben durchgeführt.

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 wird wie in 4.6.3 beschrieben durchgeführt.

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

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 wird wie in 4.6.3 beschrieben durchgeführt.

4.6.2.3 Prüfung mit elektrischer Kalibrierung

Die Prüfung mit einem Tiegel bei Kalibrierung durch Energieableitung an einen Widerstand wird in folgender Reihenfolge 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 wird wie in 4.6.3 beschrieben durchgeführt.

4.6.3 Beschreibung der Prüfung

Der Probekörper (Probe, Standardmaterial oder leerer Tiegel) und das Referenzmaterial müssen bei $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ getrocknet werden, bis der Unterschied der Massen von zwei aufeinander folgenden Wägungen geringer ist als 0,2 mg:

- wenn kein Tiegel benutzt wird, wird die Masse auf $\pm 0,1$ mg oder $\pm 0,1$ %, je nachdem welcher Wert der geringere ist, bestimmt;
- bei Verwendung eines Tiegels wird die Masse jeder fallen gelassenen Zusammenstellung (leerer Tiegel, Tiegel mit Standard-Referenzmaterial, Tiegel mit Probe) bestimmt;
- der Probekörper (Probe, Standardmaterial oder leerer Tiegel) wird in die Konditionierkammer bei einer Temperatur T_1 gesetzt; dann wird ausreichend lange (etwa 15 min) gewartet, damit der Probekörper das thermische Gleichgewicht mit seiner Umgebung erreicht;
- T_1 und T_2 werden bestimmt;
- die Aufzeichnung des Messsignals des Kalorimeters wird vor dem Fallenlassen des Probekörpers gestartet;
- der Probekörper wird fallen gelassen;
- die Messwertaufzeichnung wird beendet, wenn das Gleichgewichtszustandssignal erreicht wird.

4.7 Berechnungen

4.7.1 Allgemeines

Die Wärmeänderung Q , die dem Fall des Probekörpers entspricht, ist nach folgender Gleichung direkt proportional zur Fläche A unter dem Ausgangssignal des Kalorimeters:

$$Q = K \cdot A$$

Dabei ist K der Kalibrierfaktor des Kalorimeters.

4.7.2 Bestimmung des kalorimetrischen Kalibrierfaktors

4.7.2.1 Elektrische Kalibrierung

Siehe Anhang A.

$$K = \frac{\text{abgeleitete Energie}}{\text{Fläche unter dem Kalorimeterausgangssignal}} = \frac{H}{A}$$

4.7.2.2 Mit Standard-Referenzmaterial

Siehe Anhang B.

4.7.3 Bestimmung der mittleren spezifischen Wärmekapazität $\overline{C_p}$

Die mittlere spezifische Wärmekapazität wird mit Hilfe folgender Gleichung bestimmt:

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

Dabei ist

T_1	die Ausgangstemperatur, bei der die Probekörper konditioniert werden;
T_2	die Kalorimetertemperatur;
$Q_i(T_1, T_2)$	die Wärmeänderung zwischen T_1 und T_2 ;
m_i	die Masse des Probekörpers, bestimmt durch Wägen;
$\overline{C_p}(T_1, T_2)$	die mittlere spezifische Wärmekapazität zwischen T_1 und T_2 .

Der Index i hat unterschiedliche Bedeutungen, je nach Art des Probekörpers:

- $i = c$ für einen leeren Tiegel;
- $i = t$ für einen Probekörper;
- $i = t + c$ für einen Probekörper und Tiegel.

ohne Tiegel:

$$\overline{C_{pt}} = \frac{K \cdot A_t}{m_t(T_2 - T_1)}$$

mit Tiegel:

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

Dabei ist

A_t	der Integralwert des Kalorimeterausgangssignals der Probe;
A_c	der Integralwert des Kalorimeterausgangssignals des Tiegels;
A_{c+t}	der Integralwert des Kalorimeterausgangssignals der Probe einschließlich Tiegel.

5 Verfahren B – Dynamische Differenz-Kalorimetrie

5.1 Kurzbeschreibung

5.1.1 Allgemeines

Das Verfahren basiert auf der Bestimmung der Energiedifferenz, die notwendig ist, um die Temperatur einer Probe in ihrem Tiegel im Vergleich zu einem identischen leeren Tiegel zu erhöhen, wobei das gleiche Aufheizprogramm benutzt wird, das entweder stufenförmig oder kontinuierlich gefahren werden kann.

Das stufenförmige Aufheizprogramm gestattet nur die Bestimmung der mittleren spezifischen Wärmekapazität $\overline{C_p}(T_1, T_2)$ über einen Temperaturbereich (T_1, T_2) , während kontinuierliche Aufheizung die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität C_p bei einer gegebenen Temperatur erlaubt.

5.1.2 Stufenförmiges Aufheizverfahren

Die mittlere spezifische Wärmekapazität $\overline{C_p}(T_1, T_2)$ wird in einem Temperaturintervall, das durch die beiden isothermen Temperaturniveaus T_1 und T_2 definiert ist, gemessen. Die Wärmemenge Q_E , die notwendig ist, um die Temperatur von T_1 auf T_2 zu erhöhen, wird durch Integration der thermischen Energie P_E in Abhängigkeit von der Zeit bestimmt. Die entsprechende Wärmemenge Q_E ist:

$$Q_E = \int_0^t P_E dt = (m_t \overline{C_p}(T_1, T_2) + C_c + C_o)(T_2 - T_1)$$

Dabei ist

m_t die Masse der Probe;

$\overline{C_p}(T_1, T_2)$ die mittlere spezifische Wärmekapazität der Probe;

C_o die Wärmekapazität des Kalorimeters;

C_c die Wärmekapazität des Tiegels.

Zur Bestimmung der Basislinie wird ein anderes Experiment durchgeführt, bei dem ein leerer Tiegel mit einer identischen Aufheizsequenz beaufschlagt wird. Die entsprechende Wärmemenge Q_B ist gegeben durch:

$$Q_B = \int_0^t P_B dt = [C_c + C_o](T_2 - T_1)$$

Aus den zuvor genannten Gleichungen kann die mittlere spezifische Wärmekapazität wie folgt berechnet werden:

$$\overline{C_p}(T_1 - T_2) = \frac{Q_E - Q_B}{m_t(T_2 - T_1)}$$

5.1.3 Kontinuierliches Aufheizverfahren

Die Temperatur wird linear in Abhängigkeit von der Zeit bei konstanter Aufheizrate β erhöht. Werden die gleichen Bezeichnungen wie in 5.1.2 benutzt, so ist die thermische Energie P_E , die dem System kontinuierlich zugeführt wird:

$$K \cdot S_{c+t} = (m_t C_p + C_c + C_o) \beta$$

Ein weiteres Experiment zur Bestimmung der Basislinie wird mit einem leeren Tiegel durchgeführt. Die entsprechende thermische Energie ist gegeben durch:

$$K \cdot S_c = (C_c + C_o) \beta$$

Die spezifische Wärmekapazität kann berechnet werden aus:

$$C_p = \frac{K (S_{c+t} - S_c)}{m_t \beta}$$

Dabei ist

- K der Kalibrierfaktor des Kalorimeters;
- S_c, S_{c+t} die Ausgangssignale;
- $K \cdot S_c$ und $K \cdot S_{c+t}$ die dem System zugeführten thermischen Energien.

5.2 Prüfeinrichtung

5.2.1 Dynamisches Differenz-Kalorimeter

5.2.1.1 Es gibt zwei Arten von dynamischen Differenz-Kalorimetern, die auf einer Energiekompensation oder auf einem Wärmestromverfahren basieren; beide sind für den Betrieb unter adiabatischen Bedingungen ausgelegt.

In beiden Verfahren werden zwei Messzellen verwendet, die in einem Ofen untergebracht sind, der das gesamte System beheizt. Eine Zelle enthält die Probe und ihren Tiegel, die andere enthält nur einen leeren Tiegel.

5.2.1.2 Energiekompensationsverfahren: Jede Zelle hat einen zusätzlichen Heizer, um Temperaturschwankungen vom Gesamtheizprogramm zu kompensieren. Die Energie, die jedem der beiden Zellheizsysteme zugeführt wird, um die Temperaturen während des Aufheizens gleichzuhalten, wird gemessen.

5.2.1.3 Wärmestromverfahren: Die Energie wird zwischen jeder Zelle und ihrer betreffenden Umgebung während des Aufheizprogramms ausgetauscht. Die Differenz des Energieaustausches zwischen den beiden Zellen wird gemessen.

5.2.2 Waage mit einer Messgenauigkeit besser als 0,1 mg.

5.2.3 Temperaturmessfühler: Thermopaare nach IEC 60584-1 müssen zur Temperaturmessung benutzt werden.

5.2.4 Datenerfassungssystem: Die Zeitdauer zwischen zwei aufeinander folgenden Messungen muss kleiner als 0,5 s sein.

5.3 Standard-Referenzmaterialien, SRM

Für die Kalibrierung müssen Standard-Referenzmaterialien verwendet werden. In Anhang B ist ein Beispiel angegeben.

5.4 Proben

Die Proben müssen für das jeweilige Material repräsentativ sein.

Dieses Kriterium wird allgemein von Proben erfüllt, die die maximale Anzahl an repräsentativen Volumenelementen, die mit dem Volumen des Tiegels verträglich sind, enthalten. Falls diese Anzahl geringer als fünf ist, sind mehrere Lösungen möglich:

- a) die Proben sollten eine exakte Anzahl an repräsentativen Volumenelementen aufweisen;
- b) das Material sollte in Stücke geschnitten werden, von denen eine Anzahl vergleichbarer Probekörper geprüft und ein Mittelwert bestimmt werden sollte.

5.5 Temperatur-Kalibrierung

Bei der gleichen Aufheizrate, wie sie zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität benutzt wird, wird eine Temperatur-Kalibrierkurve für den Ofen durch Aufheizen von Standard-Referenzmaterialien bis zu deren Schmelzpunkt aufgenommen (Beispiel siehe Anhang C).

Thermopaare müssen nach IEC 60584-1 kalibriert sein.

5.6 Prüfverfahren zur Bestimmung von C_p

5.6.1 Allgemeines

In Abhängigkeit davon, ob die Anwendung eines Kalibrierfaktors K für das Kalorimeter notwendig ist oder nicht, können zwei Verfahren angewendet werden:

Verfahren 1: Messungen, bei denen der K -Faktor bekannt sein muss; in diesem Fall muss sichergestellt werden, dass die Kalibrierung für sämtliche durchzuführenden Messungen gültig ist.

ANMERKUNG Im Allgemeinen kann das durch die Durchführung einer Prüfung mit einer Probe mit gut bekannten Eigenschaften erfolgen.

Verfahren 2: Messungen, die in einer Versuchsreihe die Verwendung eines Standard-Referenzmaterials erfordern.

5.6.2 Verfahren 1: Messungen, bei denen der K -Faktor bekannt sein muss

5.6.2.1 Bestimmung des K -Faktors

Der Kalibrierfaktor K wird durch elektrische Kalibrierung erhalten. Er wird aus dem Verhältnis einer bekannten Menge an Energie, die an einen Widerstand abgeleitet wurde, zum Gleichgewichtsausgangssignal des Kalorimeters bestimmt.

5.6.2.2 Messungen mit der Probe zur Bestimmung von C_p

5.6.2.2.1 Allgemeines

Eine Messreihe muss immer auf eine Basislinienbestimmung bezogen werden, die unter experimentellen Bedingungen durchgeführt wurde, die mit den anderen Messungen der Messreihe identisch sind. Die Art des einzusetzenden Tiegels hängt von der Art der Probe und dem jeweiligen Temperaturbereich ab und muss gleich sein für die entsprechenden Messreihen. Die Masse aller innerhalb der Messreihen benutzten leeren Tiegel darf nicht um mehr als 5 % abweichen.

5.6.2.2.2 Prüfablauf für das stufenförmige Aufheizverfahren (siehe Bild 1)

5.6.2.2.2.1 Ermittlung der Basislinie

Siehe Bild 1.

- die zwei leeren Tiegel werden auf 0,1 mg gewogen;
- die zwei Tiegel werden in das Kalorimeter eingesetzt;
- die Aufheizrate des Kalorimeters, die Anfangs- und die Endtemperatur sowie die Abkühlrate werden eingestellt;

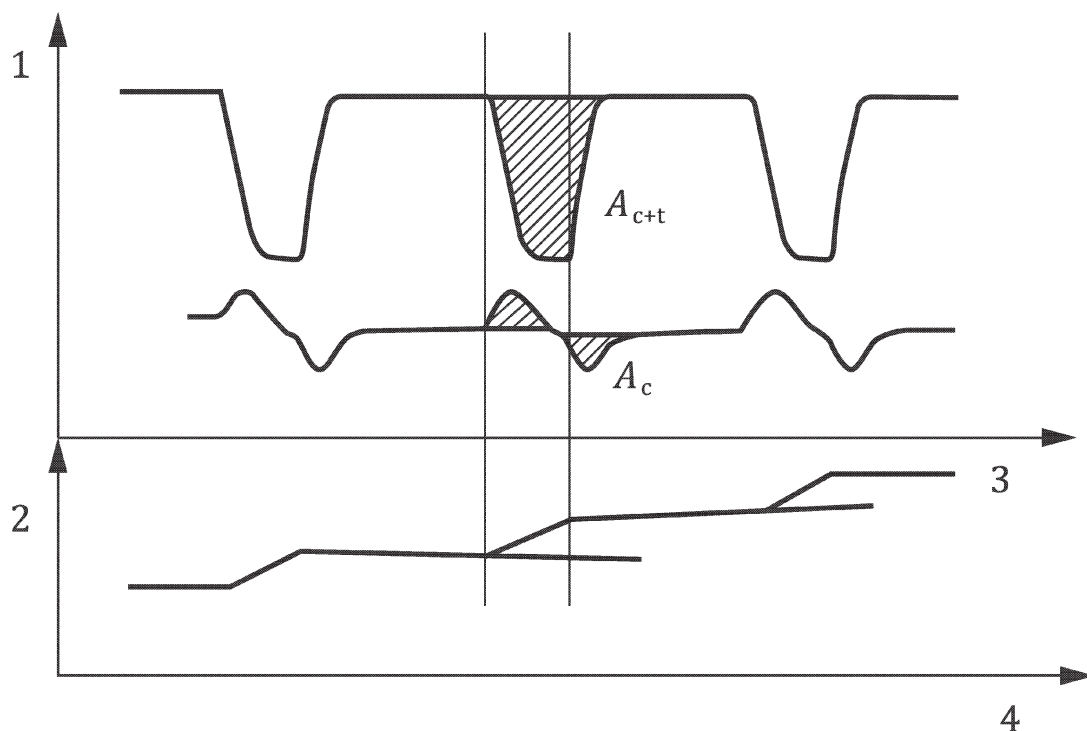
ANMERKUNG Die Aufheizrate beträgt gewöhnlich 1 K/min bis 20 K/min.

- d) bis zur Anfangstemperatur aufheizen und warten, bis Temperaturkonstanz bei der Anfangstemperatur erreicht ist;
- e) mit einer konstanten Geschwindigkeit bis zur Endtemperatur der ersten Stufe aufheizen, wobei das Kalorimeter-Ausgangssignal aufgezeichnet wird, bis die Endtemperatur erreicht ist und gleich bleibt, um eine Basislinie zu erhalten;
- f) die Punkte c) bis e) werden für die erforderlichen Stufen wiederholt;
- g) auf Anfangstemperatur abkühlen;
- h) die Tiegel werden aus der Messzelle entnommen.

5.6.2.2.2 Bestimmung an der Probe

Siehe Bild 1.

Die Probe wird gewogen und in den Tiegel, der in die Messzelle eingebracht wird, überführt. Die Arbeitsschritte b) bis h) von 5.6.2.2.1 zum Ermitteln der Basislinie werden wiederholt. Dieses Verfahren wird für mindestens drei Proben wiederholt.



Legende

- 1 Ausgangssignal
- 2 Temperatur
- 3 Zeit
- 4 Zeit

Bild 1 — Stufenförmiges Aufheizverfahren (mit Kalibrierfaktor)

5.6.2.2.3 Prüfablauf für das kontinuierliche Aufheizverfahren

5.6.2.2.3.1 Ermittlung der Basislinie

Siehe Bild 2.

- a) die zwei leeren Tiegel werden auf 0,1 mg gewogen;
- b) die zwei Tiegel werden in das Kalorimeter eingesetzt;
- c) die Aufheizrate des Kalorimeters, die Anfangs- und die Endtemperatur sowie die Abkühlrate werden eingestellt;

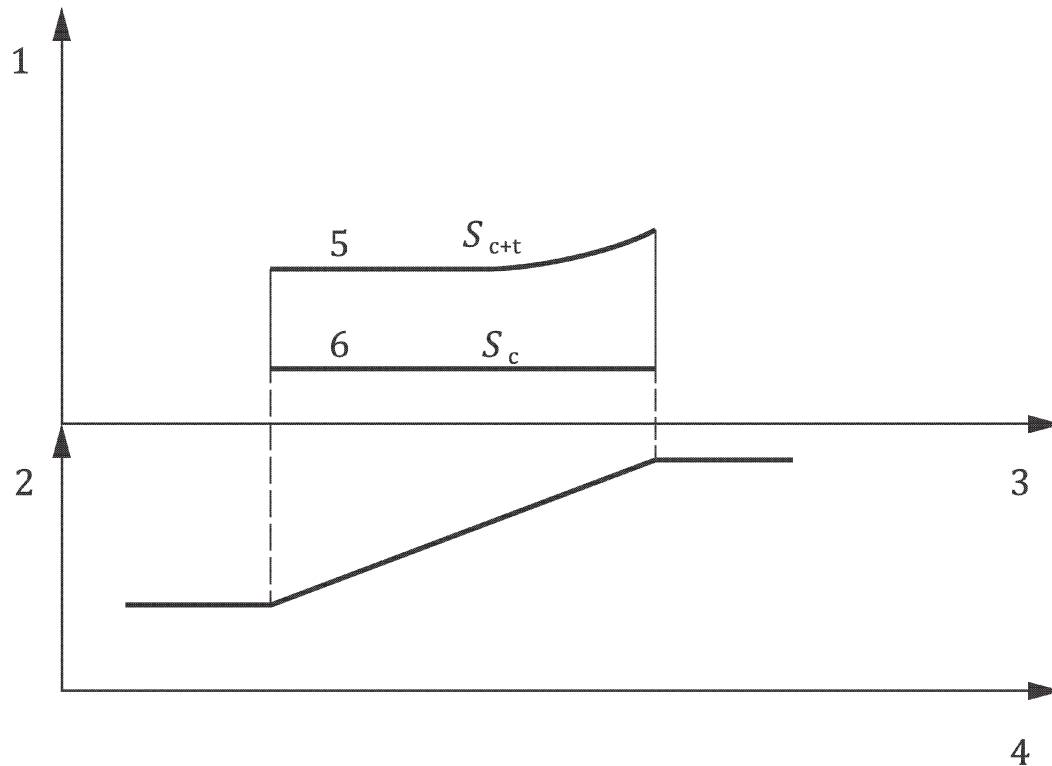
ANMERKUNG Die Aufheizrate beträgt gewöhnlich 1 K/min bis 20 K/min.

- d) bis zur Anfangstemperatur aufheizen und warten, bis Temperaturkonstanz bei der Anfangstemperatur erreicht ist;
- e) mit einer konstanten Geschwindigkeit bis zur Endtemperatur der ersten Stufe aufheizen, wobei das Kalorimeter-Ausgangssignal aufgezeichnet wird, bis die Endtemperatur erreicht ist und gleich bleibt, um eine Basislinie zu erhalten;
- f) auf Anfangstemperatur abkühlen;
- g) die Tiegel werden aus der Messzelle entnommen.

5.6.2.2.3.2 Bestimmung an der Probe

Siehe Bild 2.

Die Probe wird gewogen und in den Tiegel, der in die Messzelle eingebracht wird, überführt. Die Arbeitsschritte b) bis g) des zuvor aufgeführten Abschnitts zum Ermitteln der Basislinie werden wiederholt. Dieses Verfahren wird für mindestens drei Proben wiederholt.



Legende

- 1 Ausgangssignal
- 2 Temperatur
- 3 Zeit
- 4 Zeit
- 5 Probekörper
- 6 Basislinie

Bild 2 — Kontinuierliches Aufheizverfahren (mit Kalibrierfaktor)

5.6.3 Verfahren 2: Messungen, die die Verwendung eines Standard-Referenzmaterials (SRM) erfordern

5.6.3.1 Allgemeines

Beide in 5.6.3.2 und 5.6.3.3 beschriebenen Verfahren erfordern:

- Messungen mit zwei leeren Tiegeln zur Ermittlung der Basislinie;
- Messungen mit einem leeren Tiegel und einem Tiegel mit dem SRM;
- Messungen mit einem leeren Tiegel und einem Tiegel mit der Probe.

5.6.3.2 Prüfablauf für das stufenförmige Aufheizverfahren

5.6.3.2.1 Ermittlung der Basislinie

Siehe Bild 3.

- a) die zwei leeren Tiegel werden auf 0,1 mg gewogen;
- b) die zwei Tiegel werden in das Kalorimeter eingesetzt;

- c) die Aufheizrate des Kalorimeters, die Anfangs- und die Endtemperatur sowie die Abkühlrate werden eingestellt;

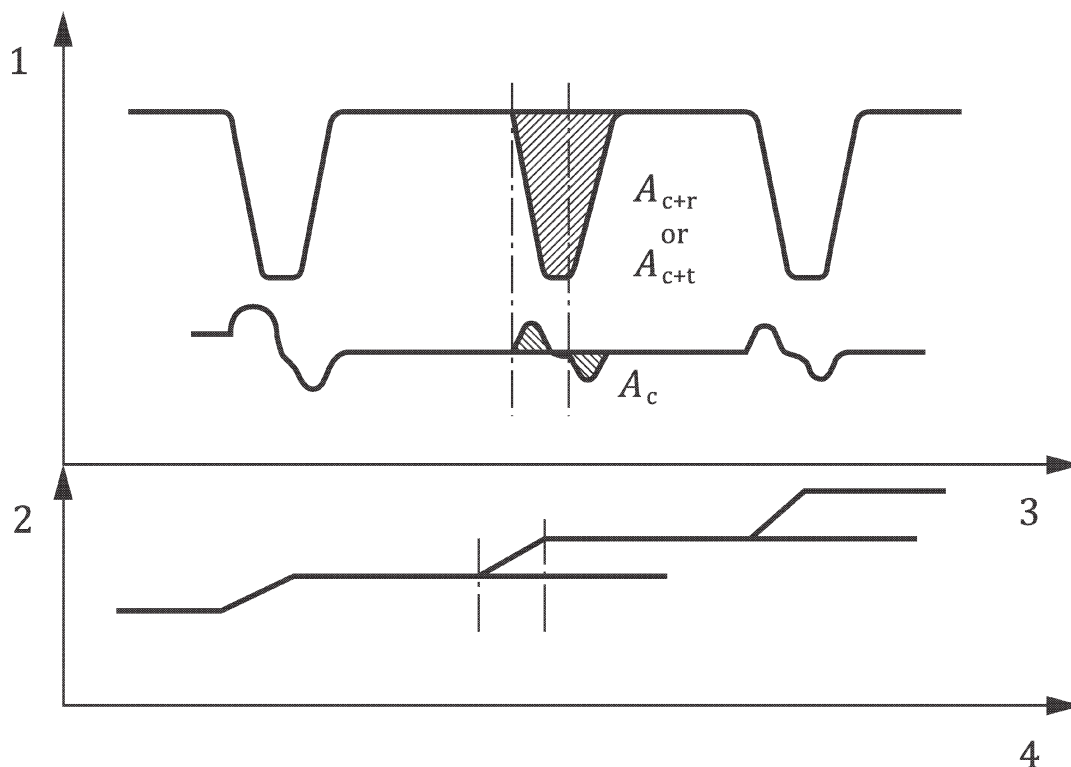
ANMERKUNG Die Aufheizrate beträgt gewöhnlich 1 K/min bis 20 K/min.

- d) bis zur Anfangstemperatur aufheizen und warten, bis Temperaturkonstanz bei der Anfangstemperatur erreicht ist;
- e) mit einer konstanten Geschwindigkeit bis zur Endtemperatur der ersten Stufe aufheizen, wobei das Kalorimeter-Ausgangssignal aufgezeichnet wird, bis die Endtemperatur erreicht ist und gleich bleibt, um eine Basislinie zu erhalten;
- f) c) bis e) werden für die erforderlichen Stufen wiederholt;
- g) auf Anfangstemperatur abkühlen;
- h) die Tiegel werden aus der Messzelle entnommen.

5.6.3.2.2 Bestimmung an der Probe oder einem SRM

Siehe Bild 3.

Die Probe oder das SRM werden gewogen und in den Tiegel, der in die Messzelle eingebracht wird, überführt. Die Arbeitsschritte b) bis h) von 5.6.3.2.1 zum Ermitteln der Basislinie werden wiederholt. Dieses Verfahren wird für mindestens drei Proben wiederholt.



Legende

- 1 Ausgangssignal
2 Temperatur
3 Zeit
4 Zeit

Bild 3 — Stufenförmiges Aufheizverfahren (mit Standard-Referenzmaterial)