

DIN EN ISO 19629



ICS 81.060.30

Entwurf

Einsprüche bis 2022-01-19
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 1159-2:2003-12

**Hochleistungskeramik –
Thermophysikalische Eigenschaften keramischer Verbundwerkstoffe –
Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit (ISO 19629:2018);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 19629:2021**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Thermophysical properties of ceramic composites –
Determination of unidimensional thermal diffusivity by flash method (ISO 19629:2018);
German and English version prEN ISO 19629:2021

Céramiques techniques –
Propriétés thermophysiques des composites céramiques –
Détermination de la diffusivité thermique unidimensionnelle par la méthode flash
(ISO 19629:2018);
Version allemande et anglaise prEN ISO 19629:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-11-19 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 32 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 19629:2018 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 19629:2021 übernommen, dessen Sekretariat von DIN 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 beigefügt. 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	siehe	DIN EN ISO 3611
ISO 19634	siehe	DIN EN ISO 19634

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 1159-2:2003-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) identische Übernahme der aktuelleren ISO 19629;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN ISO 19634, *Hochleistungskeramik — Keramische Verbundwerkstoffe — Benennungen und Formelzeichen (ISO 19634:2017)*

<i>Titel de:</i>	Hochleistungskeramik — Thermophysikalische Eigenschaften keramischer Verbundwerkstoffe — Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit (ISO 19629:2018)
<i>Titel en:</i>	Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Thermophysical properties of ceramic composites — Determination of unidimensional thermal diffusivity by flash method (ISO 19629:2018)
<i>Titel fr:</i>	Céramiques techniques — Propriétés thermophysiques des composites céramiques — Détermination de la diffusivité thermique unidimensionnelle par la méthode flash (ISO 19629:2018)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Prüfeinrichtung	6
5.1 Wärmeimpulsquelle	6
5.2 Prüfkammer	6
5.3 Detektoren	6
5.3.1 Messung der absoluten Temperatur	6
5.3.2 Detektoren für den Temperaturanstieg	7
5.4 Datenerfassung	8
6 Probekörper	8
7 Probekörpervorbereitung	8
7.1 Maschinelle Bearbeitung und Vorbereitung	8
7.2 Anzahl der Probekörper	8
8 Durchführung	8
8.1 Kalibrieren der Prüfeinrichtung	8
8.2 Durchführung	9
9 Ergebnisse	9
9.1 Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit	9
9.2 Unsicherheitsquellen	10
10 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Eindimensionales Wärmemodell	13
Anhang B (informativ) Versuchskenngrößen für optimale Messungen	15
Literaturhinweise	16

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 19629:2018 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 19629:2021 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 19629:2018 wurde von CEN als prEN ISO 19629:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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.

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.

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.

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 beschreibt das Flash-Verfahren zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit von endlosfaserverstärkten Verbundwerkstoffen mit keramischer Matrix.

Um der Hypothese der eindimensionalen Wärmeübertragung zu entsprechen, werden die Versuchsbedingungen so festgelegt, dass sich der Werkstoff homogen verhält. Dabei werden Prüfungen in einer Symmetrieachse des Verbundwerkstoffs durchgeführt.

Das Verfahren gilt für Werkstoffe, die sich während der Messung physikalisch und chemisch nicht verändern, und berücksichtigt den Temperaturbereich von 100 K bis 2 800 K. Es ist für die Messung von Temperaturleitfähigkeitswerten im Bereich von $10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ bis $10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ geeignet.

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 20507, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Vocabulary*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 20507 und 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 <http://www.electropedia.org/>

3.1

Temperaturleitfähigkeit

a

Quotient aus der Wärmeleitfähigkeit und dem Produkt aus Rohdichte und spezifischer Wärmekapazität

3.2

Halbwertszeit des Temperaturanstiegs

t_{1/2}

Zeit von der Auslösung des Impulses bis zu dem Zeitpunkt, an dem auf der Probekörperrückseite die Hälfte des höchsten Temperaturanstiegs erreicht ist

3.3

Probekörperdicke

h

Maß des Probekörpers in Richtung der gemessenen Wärmeübertragung

4 Kurzbeschreibung

Eine Seite eines ebenen, planparallelen Probekörpers wird einem gleichmäßig verteilten Energieimpuls ausgesetzt, der im Vergleich zur Halbwertszeit des Temperaturanstiegs sehr kurz ist.

Der transiente Temperaturanstieg (ΔT) auf der gegenüberliegenden Seite (Probekörperrückseite) oder eine Messgröße, die zu ΔT direkt proportional ist, wird als Funktion der Zeit (t) aufgezeichnet (siehe Bild 1).

Die Temperaturleitfähigkeit wird durch den Vergleich des experimentell bestimmten Thermogramms mit einem theoretischen Modell ermittelt, das ein eindimensionales, analytisches Wärmemodell mit zwei Parametern, wie das in Anhang A beschriebene, ist. Falls andere Modelle verwendet werden, sind sie im Prüfbericht zu beschreiben.

5 Prüfeinrichtung

5.1 Wärmeimpulsquelle

Die Wärmeimpulsquelle darf eine Blitzröhre oder ein Impuslaser sein.

Der Impulsenergie muss über die Probekörpervorderseite möglichst gleichmäßig sein.

5.2 Prüfkammer

Die Prüfkammer muss entweder ein Ofen oder ein Kryostat sein, der im erforderlichen Temperaturbereich betrieben werden kann, bzw. ein zugluftfreies Gehäuse für Messungen bei Raumtemperatur.

Die Prüfkammer muss folgende Anforderungen erfüllen:

- a) sie muss einen Arbeitsraum aufweisen, in dem der räumliche Temperaturgradient ausreichend klein ist (≤ 5 K über die Arbeitsraumbreite), um eine homogene Temperatur des Probekörpers sicherzustellen;
- b) im stationären Zustand muss die Temperaturdrift kleiner sein als 0,01 K/s;
- c) die Wärmeimpulsquelle darf entweder innerhalb oder außerhalb des Ofens angebracht sein; für den letztgenannten Fall muss der Ofen mit einem für die Impulsstrahlung durchlässigen Fenster ausgestattet sein;
- d) für die Messung von ΔT oder einer zu ΔT direkt proportionalen Messgröße muss der Ofen einen angemessenen Zugang zur Probekörperrückseite ermöglichen.

Bei einer Prüfung unter Schutzgas sollte der Probekörper waagrecht eingesetzt werden, um Konvektionswirkungen des Gases auf den Probekörper zu verringern.

ANMERKUNG Durch eine Messung im Vakuum werden die Konvektionsverluste verringert und die Oxidationsereignisse bei hohen Temperaturen begrenzt.

5.3 Detektoren

5.3.1 Messung der absoluten Temperatur

Die Temperatur des Probekörpers ist entweder mit einem Thermoelement (nach EN 60584-1) oder einem Teilstrahlungs-pyrometer zu messen.

5.3.2 Detektoren für den Temperaturanstieg

Der Detektor muss entweder ein Quantenstrahlungsdetektor, ein Thermoelement oder eine andere Einrichtung sein, die die Messung des Übertragungsverhaltens des Probekörpers nicht beeinflusst. Er muss in der Lage sein, Temperaturänderungen von 0,05 K des Probekörpers mit einem linearen Ansprechverhalten in dem Bereich der Temperaturänderung von kleiner oder gleich 5K zu erfassen.

Die Auswahl des Detektors ist in erster Linie abhängig vom Temperaturbereich, in dem die Messung durchzuführen ist, und von der charakteristischen Zeit des Probekörpers. Der erste Parameter legt den Spektralbereich fest, in dem die Erfassungsempfindlichkeit des Detektors am höchsten sein muss; der zweite Parameter legt seine Zeitkonstante fest.

Die Ansprechzeit des Detektors muss Gleichung (1) entsprechen.

$$t_d \leq 0,002 h^2/a \quad (1)$$

Dabei ist

t_d die Ansprechzeit, in Sekunden (s);

h die Probekörperdicke, in Meter (m);

a die Temperaturleitfähigkeit, in Quadratmeter je Sekunde ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$).

Die Erfüllung dieser Bedingung ist nach der Messung zu überprüfen und bei Nichterfüllung muss ein größerer Probekörper eingesetzt werden.

Der Infrarot-Detektor, falls verwendet, ist entsprechend der niedrigsten Probekörpertemperatur auszuwählen, z. B.:

- a) HgCdTe- oder PbSnTe-Zellen, mit flüssigem Stickstoff gekühlt, für Probekörpertemperaturen zwischen 300 K und 800 K;
- b) PbS- oder InSb-Zellen für Probekörpertemperaturen über 500 K.

Es ist darauf zu achten, dass der Detektor das Messsignal nur in der Mitte der Probekörperrückseite erfasst, mit einer Grenزابweichung von 5 % des Probekörperdurchmessers.

Werden Thermoelemente verwendet, müssen sie aus zwei getrennten Thermodrähten bestehen, deren Kontakt durch die Probekörperrückseite geschlossen wird. Sie müssen EN 60584-1 entsprechen. Elektrisch nichtleitende Werkstoffe müssen auf der Vorderseite und auf der Rückseite mit einer dünnen Beschichtung eines thermisch hochleitfähigen Werkstoffes versehen werden, um die exakte Messung der Oberflächentemperaturen sicherzustellen.

Um Wärmeverluste auf ein Mindestmaß zu verringern, wird die Verwendung von Thermoelementen mit Drähten des kleinstmöglichen Durchmessers empfohlen.

Die am häufigsten verwendeten Thermoelemente für Messungen von Raumtemperatur bis 1 100 K sind aus Chromel-Alumel. Halbleiterthermoelemente dürfen ebenfalls verwendet werden: Bi_2Te_3 von 90 K bis 400 K und FeSi_2 für Temperaturen bis 1 100 K. Für Temperaturen über 1 100 K wird ein kontaktloses Messverfahren empfohlen.

5.4 Datenerfassung

Es darf ein analoges oder ein digitales Datenerfassungssystem verwendet werden. Es muss mit einer Einrichtung zur Aufzeichnung der Temperaturänderung gegen die Zeit (vor, während und nach dem Impuls) und den Beginn des Temperaturanstiegs ausgerüstet sein. Diese Einrichtung darf Fehlergrenzen von höchstens 0,02 ms aufweisen.

6 Probekörper

Die Größe der Probekörper ist so festzulegen, dass die Anforderungen an die Anwendung des gewählten Wärmemodells (z. B. das im Anhang A beschriebene) erfüllt werden. Üblicherweise wird eine Scheibe mit einem Durchmesser zwischen 1 mm und 8 mm verwendet.

Die Dicke des Probekörpers muss im Verhältnis zu den Eigenschaften der Wärmeimpulsquelle festgelegt werden, um die Unsicherheitsfaktoren zu minimieren, die durch schlecht kontrollierte Grenzbedingungen entstehen, wie z. B. (i) die Impulsdauer, (ii) die Ungleichmäßigkeit des einfallenden Lichtstroms, (iii) die Wärmeverluste und (iv) die Nichtlinearität (siehe das in Anhang B dargestellte Diagramm).

7 Probekörpervorbereitung

7.1 Maschinelle Bearbeitung und Vorbereitung

Die Probekörper sind mit ihrer Längsachse in einer der Hauptrichtungen der Verstärkung zu schneiden. Die Stirnflächen senkrecht zur Messfläche müssen eben und planparallel sein. Die Abweichung der beiden Stirnflächen von der Parallelität muss kleiner als 0,05 mm sein.

Ist die Probe gegenüber der Infrarot-Strahlung mit der vorgesehenen Wellenlänge der Wärmequelle durchlässig, ist eine Beschichtung notwendig. Diese Beschichtung muss undurchsichtig, absorbierend, festhaftend und probenkompatibel sein. Die Dicke der Beschichtung muss so gering wie möglich sein, damit die Messung der Temperaturleitfähigkeit nicht beeinflusst wird.

Wenn der Probekörper elektrisch nichtleitend ist und die Messung der Temperatur auf der Probekörperrückseite mit einem Thermoelement erfolgt, ist eine geeignete leitfähige Beschichtung aufzutragen.

7.2 Anzahl der Probekörper

Mindestens drei Probekörper müssen geprüft werden.

8 Durchführung

8.1 Kalibrieren der Prüfeinrichtung

Da es sich bei der Messung der Temperaturleitfähigkeit um ein Absolutverfahren handelt, können zur Überprüfung des Messsystems Referenzwerkstoffe mit bekannten Temperaturleitfähigkeitswerten herangezogen werden. Die Homogenität des Laserstrahls kann mithilfe einer Photozelle oder einer Photodiode überprüft werden.

ANMERKUNG Es gibt keinen anerkannten Standard-Referenzwerkstoff für die Messung der Temperaturleitfähigkeit, obwohl eine Reihe von Werkstoffen (z. B. POCO-Graphit, ARMCO-Eisen) als solches benutzt wird.