

DIN EN ISO 22007-1



ICS 83.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2016-09-01
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 22007-1:2012-04

**Kunststoffe –
Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der Temperaturleitfähigkeit –
Teil 1: Allgemeine Grundlagen (ISO/DIS 22007-1:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 22007-1:2016**

Plastics –

Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity –
Part 1: General principles (ISO/DIS 22007-1:2016);
German and English version prEN ISO 22007-1:2016

Plastiques –

Détermination de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique –
Partie 1: Principes généraux (ISO/DIS 22007-1:2016);
Version allemande et anglaise prEN ISO 22007-1:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-07-01 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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 fnk@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK), 10772 Berlin (Hausanschrift: 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 46 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22007-1:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN (Belgien) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 054-01-03 AA „Physikalische, rheologische und analytische Prüfungen“ im DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 22007-1 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen.

ISO 472 siehe DIN EN ISO 472

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 22007-1:2012-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 4 „Kurzbeschreibung“ wurde technisch überarbeitet;
- b) Abschnitt 5 „Prüfverfahren“ wurde technisch überarbeitet;
- c) Anhang A wurde aktualisiert;
- d) die Norm wurde gemäß den aktuellen Gestaltungsregeln angepasst.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 472, *Kunststoffe* — *Fachwörterverzeichnis*

**Kunststoffe — Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der
Temperaturleitfähigkeit — Teil 1: Allgemeine Grundlagen (ISO/DIS 22007-
1:2016)**

Plastiques — Détermination de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique — Partie 1 : Principes généraux (ISO/DIS 22007-1:2016)

Plastics — Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity — Part 1: General principles (ISO/DIS 22007-1:2016)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibungen	6
5 Prüfverfahren	8
5.1 Allgemeines	8
5.2 Heizdrahtverfahren	10
5.3 Linienquellenverfahren	11
5.4 Transientes Flächenquellenverfahren	12
5.5 Temperaturwellen-Analysenverfahren	13
5.6 Laserblitzverfahren	14
5.7 Stationäre Verfahren	15
5.7.1 Verfahren mit dem Plattengerät	15
5.7.2 Verfahren mit dem Wärmestrommessplattengerät und mit dem Wärmestrommessgerät	15
6 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Unsicherheitsquellen bei transienten Verfahren mit direktem Kontakt	18
A.1 Allgemeines	18
A.2 Einzelne Unsicherheitsquellen	19
A.3 Einsatz automatisierter Messgeräte	19
Literaturhinweise	23

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22007-1:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 22007-1:2012 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 22007-1:2016 wurde vom CEN als prEN ISO 22007-1:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

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

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

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

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

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 5, *Physical-chemical properties*.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 22007-1:2009), die technisch überarbeitet wurde.

ISO 22007-1, *Plastics — Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity*, besteht aus folgenden Teilen:

- *Part 1: General principles*
- *Part 2: Transient plane heat source (hot disc) method*
- *Part 3: Temperature wave analysis method*
- *Part 4: Laser flash method*
- *Part 5: Results of interlaboratory testing of poly(methyl methacrylate) samples [Technical Report]*
- *Part 6: Comparative method for low thermal conductivities using a temperature-modulation technique*

SICHERHEITSVORKEHRUNGEN — Die Anwender dieses Dokuments sollten gegebenenfalls mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument beansprucht nicht, sämtliche mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme, soweit diese gegeben sind, zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, die angemessenen Maßnahmen in Bezug auf den Gesundheits- und Arbeitsschutz einzuleiten und die Einhaltung jeglicher Sicherheitsanforderungen sicherzustellen.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 22007 beschreibt die Grundlagen für Verfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit polymerer Materialien. Für diese Messungen stehen unterschiedliche Verfahren zur Verfügung, und für einen bestimmten Materialtyp, eine bestimmte Materialbeschaffenheit oder -form können einige Verfahren geeigneter als andere sein. Dieser Teil von ISO 22007 gibt einen umfassenden Überblick über diese Verfahren. Die für diese Verfahren entwickelten Normen werden entsprechend den Verweisungen in diesem Teil von ISO 22007 für die Durchführung des jeweiligen Prüfverfahrens angewendet.

2 Normative Verweisungen

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

ISO 472, *Plastics — Vocabulary*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 472 und die folgenden Begriffe.

3.1

Wärmepuls

Wärmeänderung in Form eines durch eine Wärmequelle erzeugten Pulses

3.2

Wärmepulsenergie

Wärmemenge, die durch eine Wärmequelle innerhalb eines Wärmepulses erzeugt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Wärmepulsenergie wird in Joule (J) angegeben.

3.3

Wärmequelle

Heizelement in Form eines Drahts, Streifens, einer Platte oder Folie, die in einen Probekörper eingebettet oder an diesem befestigt ist, oder eine Fläche, die durch einfallendes Licht, z. B. einen Laser, bestrahlt wird

3.4

Wärmefluss

q

durch eine ebene Wärmequelle erzeugte Wärmemenge je Oberflächen- und Zeiteinheit

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Wärmefluss wird in Watt je Quadratmeter (W/m^2) angegeben.

3.5

linearer Wärmestrom

durch eine lineare Wärmequelle erzeugte Wärmemenge je Längen- und Zeiteinheit

Anmerkung 1 zum Begriff: Der lineare Wärmestrom wird in Watt je Meter (W/m) angegeben.

3.6

Eindringtiefe

charakteristische Tiefe, die zum Beschreiben des Grads der Wärmeeindringung in den Probekörper während eines transienten Messvorgangs angewendet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Eindringtiefe wird in Meter (m) angegeben.

3.7

Temperatur-Transiente

vorübergehende Störung der Temperatur eines Systems, das anfangs eine einheitliche Temperatur aufweist, infolge eines Wärmepulses, solange das System das Gleichgewicht nicht erreicht hat

3.8

volumenspezifische Wärmekapazität

Produkt aus der Dichte und der Wärmekapazität

Anmerkung 1 zum Begriff: Die volumenspezifische Wärmekapazität wird in Joule je Kubikmeter und Kelvin [$\text{J}/(\text{m}^3 \cdot \text{K})$] angegeben.

3.9

Wärmeeindringkoeffizient

b

Wärmetransporteigenschaft, die durch Quadratwurzel aus dem Produkt der Wärmeleitfähigkeit und der volumenspezifischen Wärmekapazität angegeben wird: $b = \sqrt{\lambda \cdot \rho \cdot c}$

Dabei ist

λ die Wärmeleitfähigkeit in Watt je Meter und Kelvin [$\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$];

ρ die Dichte in Kilogramm je Kubikmeter [kg/m^3];

c_p Die Wärmekapazität in Joule je Kelvin und Kilogramm [$\text{J}/(\text{K} \cdot \text{kg})$].

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Wärmeeindringkoeffizient wird in Joule je Quadratmeter, Kelvin und Quadratwurzel aus der Sekunde [$\text{J}/(\text{m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{s}^{1/2})$] angegeben.

3.10

spezifischer Wärmewiderstand

Kehrwert der Wärmeleitfähigkeit

Anmerkung 1 zum Begriff: Der spezifische Widerstand wird in Meter Kelvin je Watt [$(\text{m} \cdot \text{K})/\text{W}$] angegeben.

4 Kurzbeschreibungen

Die Wärmeleitfähigkeit bezieht sich vor allem auf die Art der Wärmeübertragung durch Leitung. Bei den Wärmeleitfähigkeitsmessungen können ebenfalls weitere Arten der Wärmeübertragung, wie z. B. Konvektion, Abstrahlung und Massetransport, vorkommen. Wenn diese Arten der Wärmeübertragung von Bedeutung sind, wird die gemessene Eigenschaft üblicherweise als eine scheinbare oder effektive Wärmeleitfähigkeit bezeichnet. Die Wärmeleitfähigkeit wird durch die Bedingungen beeinflusst, unter denen sie gemessen wird, wie z. B. Temperatur und Druck sowie Abweichungen in der Materialzusammensetzung und Probekörperausrichtung, da einige Materialien anisotrop sind.

Bei stationären Verfahren wird ein Probekörper geeigneter Größe und einfacher Geometrie, der sich mit einer Wärmequelle und einem oder mehreren Temperaturmessfühlern in Kontakt befindet, die mit der Wärmequelle kombiniert oder von dieser separat sein können, bei einer gegebenen Temperatur liegen gelassen, bis das thermische Gleichgewicht erreicht ist. Die transienten Verfahren können mit direktem

Kontakt oder kontaktlos sein. Eine thermische Transiente wird durch einen Wärmepuls bewirkt, der ein dynamisches Temperaturfeld innerhalb des Probekörpers erzeugt. Die Temperaturänderung mit der Zeit (Temperaturansprechen) wird durch einen oder mehrere Messfühler gemessen, die, in einem festen Abstand von der Wärmequelle angeordnet, mit dieser kombiniert oder wie beim Laserblitzverfahren an der anderen Seite des Probekörpers angebracht werden können. Zur Messung sehr dünner Folien (mit Dicken im nm-Bereich) ist das thermische Reflexionsverfahren, eine ultraschnelle Variante der Laserblitzanalyse, gut geeignet. Zwei Arten sind verfügbar: Rückseitenheizung/Fronterkennung und Frontheizung/Fronterkennung [[16]]. In jedem Fall wird das Temperaturansprechen entsprechend einem Modell analysiert und für den repräsentativen Aufbau Lösungen entwickelt, die für spezifische Geometrie und die angenommenen Randbedingungen ausgelegt sind. In Abhängigkeit von der Geometrie des Probekörpers und der Wärmequelle sowie den Mitteln zur Temperaturfelderzeugung können eine oder mehrere thermophysikalische Eigenschaften voneinander getrennt oder gleichzeitig erhalten werden. Die Tabelle 1 gibt einen Überblick über die Merkmale verschiedener Arten von transientem Verfahren und die Eigenschaften, die durch deren Anwendung bestimmt werden können.

ANMERKUNG 1 Die meisten ungefüllten Kunststoffe fallen unter die Kategorie von Materialien mit mittlerer Wärmeleitfähigkeit ($0,1 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ bis $1 \text{ W/m}\cdot\text{K}$). Sie weisen eine um eine Größenordnung höhere Wärmeleitfähigkeit als Schaumstoffe und Dämmstoffe auf. Ihre Wärmeleitfähigkeit ist jedoch etwa fünfmal geringer als die von Keramik und Glas. Die Wärmeleitfähigkeit dieser Kunststoffe kann sich bei Zugabe von Füllstoffen sehr stark erhöhen. Eine Reihe von Prüfverfahren kann in Abhängigkeit von der Form und Beschaffenheit des Kunststoffes angewendet werden. Ein Überblick über diese Verfahren ist in Abschnitt 5 gegeben. Eine detaillierte Beschreibung dieser Prüfverfahren ist in anderen Teilen von ISO 22007 sowie den sonstigen Normen, auf die verwiesen wird, zu entnehmen.

ANMERKUNG 2 Für die Überprüfung der Leistungsfähigkeit primärer Verfahren und die Kalibrierung sekundärer Verfahren sind Referenzmaterialien erforderlich. Eine Reihe von Feststoffen wurde durch nationale Standard-Laboratorien, wie z. B. NPL, NIST, LNE, NMIJ und PTB, charakterisiert, derzeit weisen jedoch nur Polymethylmethacrylat und Pyrex® 7740¹⁾ Glas eine Wärmeleitfähigkeit auf, die im gleichen Bereich wie die der meisten Polymere und der polymergefüllten Materialien liegt. Polydimethylsiloxan und Glycerol sind gut charakterisierte flüssige Referenzmaterialien, deren Wärmeleitfähigkeit im gleichen Bereich wie die von Kunststoffen liegt.

Tabelle 1 — Grundmerkmale von transienten Verfahren

Verfahrenstyp	Wärmequelle / Geometrie der Wärmequelle	Art der Wärmeerzeugung	Wärmequelle / Temperaturmessfühleranordnung	Gemessene und/oder abgeleitete Parameter
Heizdrahtverfahren / Linienquellenverfahren / Heizstreifenverfahren	Kontakt / Linie, Streifen	schrittweise	kombiniert ^a oder getrennt ^b	λ, α (C_p und b in einigen Verfahrensvarianten)
Transientes Pulsverfahren	Ebene	Puls	getrennt	α, C_p, λ
Transientes Flächen- quellenverfahren	Kontakt / Ebene	Puls	kombiniert	α, C_p, λ
Laser oder Lichtblitz	Laser, Xenonlampe / Ebene	Puls	getrennt	α, C_p, λ
λ = Wärmeleitfähigkeit; α = Temperaturleitfähigkeit; b = Wärmeeindringkoeffizient; C_p = spezifische Wärme				
^a Ein Messfühler. ^b Zwei Messfühler.				

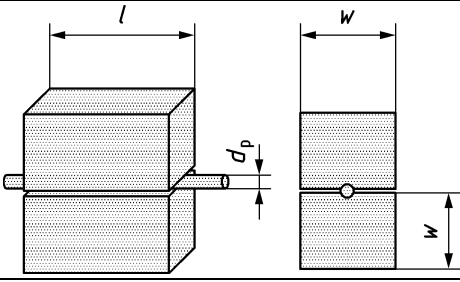
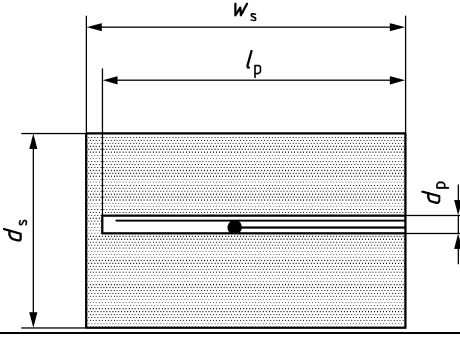
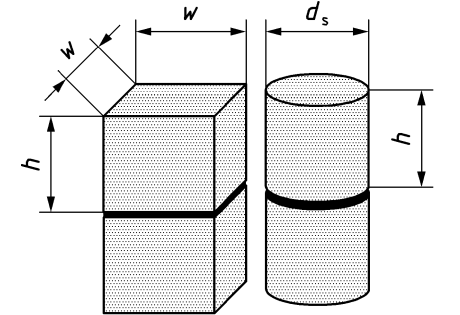
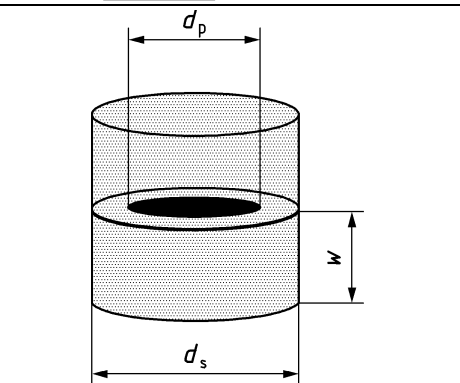
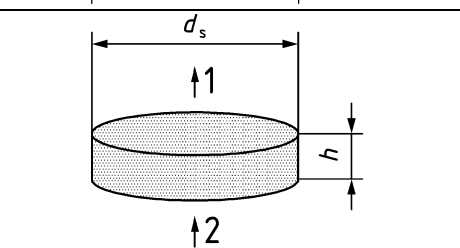
1) Pyrex ist ein eingetragenes Warenzeichen von Corning Incorporated. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Teils von ISO 22007 und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch ISO.

5 Prüfverfahren

5.1 Allgemeines

Eine Reihe von Prüfverfahren wurde entwickelt, um Mittel zur Messung der Wärmeleitfähigkeit und der Temperaturleitfähigkeit zur Verfügung zu stellen, die auf den vorstehend dargelegten Grundlagen basieren. Ein Überblick über diese Verfahren ist in den nachfolgenden Abschnitten gegeben. Einige der Verfahren mit direktem Kontakt sind in Tabelle 2 zusammenfassend dargestellt und anschließend detaillierter erklärt. Alle Einzelheiten zu den in 5.4 bis 5.6 beschriebenen Prüfverfahren mit direktem Kontakt und ohne direkten Kontakt können ISO 22007-2, ISO 22007-3, ISO 22007-4 und ISO 22007-6 entnommen werden.

Tabelle 2 — Schematische Darstellung verschiedener transienter experimenteller Verfahren unter Angabe kritischer Maße

Verfahren	Probekörperanordnung	Charakteristische Parameter	Ideales Modell
Heizdraht-verfahren^a		l = Probekörperlänge w = Probekörperbreite, Probekörperdicke d_p = Durchmesser des Drahtprüfkopfes	$200d_p < w$ $l > 4w$
Linienquellen-verfahren^a		w_s = aktiver Bereich l_p = Prüfkopflänge d_p = Prüfkopfdurchmesser d_s = Probekörperdurchmesser	$w_s > 1,5l_p$ $l_p > 33d_p$ $d_s > 6d_p$
Heizplatten-verfahren^b		w = Breite, Dicke h = Höhe d_s = Probekörperdurchmesser	$w, h, d_s > 3\sqrt{\alpha t_{\max}}$ Dabei ist $t_{\max}$ die maximale Messdauer
Transientes Flächenquellen-verfahren^b		d_p = Heizquellendurchmesser d_s = Probekörperdurchmesser w = Probekörperdicke	$d_s - d_p > 4\sqrt{\alpha t_{\max}}$ Dabei ist $t_{\max}$ die maximale Messdauer
Laser oder Lichtblitz^c		h = Probekörperdicke d_s/h = Verhältnis zwischen Probekörperdurchmesser (d_s) und Dicke (h) 1 = IR-Detektor 2 = Stromquelle (Laser oder Xenonlampe)	$d_s/h > 5$ Der Durchmesser d_s oder Seitenlänge der Probe muss > 10 mm sein
^a Bei nicht flüssigen Probekörpern muss beim Heizdraht- oder Linienquellenverfahren eine geeignete Auskehlung oder Bohrung angefertigt werden. ^b Zwischen dem Streifen oder der Scheibe und dem Probekörper muss ein guter thermischer Kontakt hergestellt werden. ^c Runde oder rechteckige Probengeometrien sind möglich.			

Bei Verfahren mit direktem Kontakt hängt die Genauigkeit der Messergebnisse stark von einem guten thermischen Kontakt zwischen dem Messfühler und der Probe ab. Ein ausreichender einaxialer Druck sollte aufgebracht werden, um die verschiedenen Teile des Probekörpers und die Wärmequelle zusammenzudrücken. Um den Kontakt zu verbessern, kann eine Wärmeleitpaste verwendet werden, außerhalb des Heizelements sollte jedoch keine Wärmeleitpaste vorhanden sein, oder das Temperaturfeld kann gestört werden. Darüber hinaus kann eine Verwendung von Wärmeleitpasten zur Messunsicherheit beitragen, und deren Auswirkung muss in geeigneter Weise quantitativ bestimmt werden, um fehlerfreie Ergebnisse zu erzielen.

Das Laserblitzverfahren ist ein Verfahren ohne direkten Kontakt. Hier wird durch einen kurzen Energieimpuls die Vorderseite des Probekörpers erhitzt und der resultierende Temperaturanstieg wird von einem Infrarotdetektor erkannt.

5.2 Heizdrahtverfahren

Dieses Verfahren kann angewendet werden, um die Wärmeleitfähigkeit von Polymeren als eine Funktion der Temperatur zu bestimmen. Es ist ausschließlich auf isotrope Materialien in jeglicher Form, wie z. B. Platten, Schaumstoffe, Pellets oder Pulver, anwendbar.

ANMERKUNG Das Heizdrahtverfahren wird hauptsächlich auf Feststoff-Polymere angewendet, da beim Arbeiten mit flüssigen Polymeren der Temperaturmessfühler beschädigt werden kann.

Das Heizdrahtverfahren ist ein transientes Verfahren. Ein Draht-Heizelement wird in einem Probekörper oder zwischen zwei Probekörpern aus demselben Material angeordnet. Die Temperatur wird entweder durch den Draht selbst gemessen, der als Widerstandstemperaturmessfühler aus Platin funktioniert, oder durch ein in unmittelbarer Nähe des Drahts angebrachtes Thermoelement. Die Stromversorgung des Heizelements wird eingeschaltet, und der Temperaturanstieg im Thermoelement wird als Funktion der Zeit gemessen.

Mit der Fourier-Differentialgleichung ist es möglich, den transienten Wärmestrom für einen unendlich langen Draht wie folgt zu beschreiben:

$$\Delta T(r, t) = -\frac{\phi}{4\pi L \lambda} \text{Ei}\left(-\frac{r^2}{4\alpha t}\right) \quad (1)$$

Dabei ist

t	die Zeit, in s;
ϕ	die durch den Draht erzeugte Wärmestromrate, in W;
r	der Abstand zwischen dem Heizelement und Thermoelement, in m;
L	die Drahtlänge, in m;
λ	die Wärmeleitfähigkeit, in W/(m K);
α	die Temperaturleitfähigkeit, in m ² /s ($\alpha = \lambda/\rho C_p$);
ρ	die Dichte, in kg/m ³ ;
C_p	die isobare spezifische Wärme, in J/(kg · K);
$\text{Ei}(x)$	das Exponentialintegral, gegeben durch folgende Gleichung:

$$-\text{Ei}(x) = \int_x^\infty \frac{e^{-u}}{u} du \quad (2)$$

Bei Werten von $r^2/4\alpha t$ kleiner als 1 kann die Gleichung (1) wie folgt vereinfacht werden:

$$\Delta T(r, t) = -\frac{\phi}{4\pi L\lambda} \ln \frac{4\alpha t}{r^2 C} \quad (3)$$

Dabei ist

$C = e^\gamma$, wobei γ die Eulersche Konstante ($= 0,577\ 216$) ist.

Nach Gleichung (3) ist die Temperaturänderung $\Delta T(r, t)$ eine lineare Funktion des natürlichen Logarithmus der Zeit, und die Wärmeleitfähigkeit der Probe kann mithilfe der folgenden Gleichung bestimmt werden:

$$\lambda = \frac{\phi}{4\pi LK} \quad (4)$$

Dabei ist K der Anstieg des linearen Teils der Kurve, an der die Temperaturänderung gegen den natürlichen Logarithmus der Zeit aufgetragen ist.

Bei korrekten Maßen des Probekörpers und Heizelements, wie in Tabelle 2 angegeben, kann die Gleichung (4) für praktische Anwendungen herangezogen werden.

Einzelheiten zum Prüfverfahren können ISO 8894-1 [[12]] und ISO 8894-2 [[13]]. und ASTM C1113 [[19]] entnommen werden.

5.3 Linienquellenverfahren

Dieses Verfahren [[2]], auch als Nadelmessfühler-Verfahren bezeichnet, ist eine Variante des Heizdrahtverfahrens. Bei diesem Verfahren wird ein Linienquellen-Prüfkopf in Form einer Nadel verwendet, der wiederholte Messungen der Wärmeleitfähigkeit ermöglicht, ohne dass der Messfühler beschädigt wird. Dieses transiente Verfahren ermöglicht sehr schnelle Messungen und ist sowohl für die Messungen der Wärmeleitfähigkeit im geschmolzenen als auch festen Zustand geeignet. Es ist nicht geeignet für die Messung richtungsabhängiger Eigenschaften anisotroper Materialien im festen Zustand.

Eine Linienquelle wird in der Mitte des zu prüfenden Probekörpers angeordnet. Sowohl bei der Linienquelle als auch beim Probekörper wird eine konstante Anfangstemperatur aufrechterhalten. Im Verlauf der Messung wird von der Linienquelle eine bekannte Wärmemenge erzeugt, die in einer Wärmewelle resultiert, die sich im Probekörper radial ausbreitet. Die zugrunde liegenden Gleichungen sind die gleichen wie die für das Heizdrahtverfahren. Die Linienquelle nimmt die Form eines Nadelmessfühler-Prüfkopfes mit begrenzter Länge und Durchmesser an. Typische Prüfköpfe weisen eine Länge von 50 mm bis 100 mm und einen Durchmesser von etwa 1,5 mm bis 2 mm auf und enthalten ein Heizelement, das sich über die gesamte Länge der Nadel erstreckt. Ein Thermoelementmessfühler, der innerhalb der Nadel angeordnet ist und dessen Messpunkt sich auf der halben Länge des Prüfkopfes befindet, misst den mit der Transiente zusammenhängenden Temperaturanstieg. Abweichungen vom Modell, wie z. B. endliche Prüfkopfmaße, erfordern eine Kalibrierung des Prüfkopfes gegen ein Referenzmaterial. Eine Prüfkopf-Konstante C wird in die Gleichung (4) einbezogen; sie stellt ein Verhältnis der tatsächlichen Wärmeleitfähigkeit des Referenzmaterials zu der vom Messgerät gemessenen Wärmeleitfähigkeit dar:

$$\lambda = \frac{C\phi}{4\pi LK} \quad (5)$$

ANMERKUNG 1 Als Referenzmaterialien wurden Silikonflüssigkeiten und Glycerol verwendet [[3]]. Bei Verwendung von Glycerol als Referenzmaterial ist Vorsicht angebracht, weil dessen Eigenschaften feuchtigkeitsempfindlich sind.

Typische Transienten zeigen eine anfängliche Nichtlinearität aufgrund der Wärmewelle, die sich durch die endliche Wärmekapazität des Prüfkopfes ausbreitet. Das ist ein Bereich hoher Leitfähigkeit und somit mit einem geringen Anstieg. Bei typischen Transienten in der Schmelze, bei denen der Probekörper keinen Kontakt-Wärmedurchlasswiderstand hat, erreicht die Transiente die Linearität, direkt nachdem dieser Effekt überwunden ist, üblicherweise innerhalb einiger Sekunden. Der interessierende Anstieg ist der lineare Bereich, der auf den anfänglichen nichtlinearen Bereich folgt. Die Erfassungsdauer liegt üblicherweise zwischen 30 s bis 60 s. Das ist bei der Erfassung von Daten zur Wärmeleitfähigkeit in der Schmelze sehr wichtig, weil es die Möglichkeit des thermischen Abbaus sehr stark herabsetzt.

ANMERKUNG 2 Es wurden Abtastverfahren entwickelt, die eine automatische Datenerfassung bei verschiedenen Temperaturen ermöglichen, so dass Messungen über einen weiten Temperaturbereich möglich sind. Bei derartigen Verfahren kann derselbe Probekörper, der für die Messungen in der Schmelze verwendet wurde, für die Messungen im festen Zustand verwendet werden, und somit werden Messungen im Übergangsbereich aus dem geschmolzenen in den festen Zustand ermöglicht.

Einzelheiten zu diesem Prüfverfahren können ASTM D5930 [[14]] entnommen werden.

5.4 Transientes Flächenquellenverfahren

Das transiente Flächenquellenverfahren ermöglicht Messungen im festen Zustand an Materialtafeln. Es kann in den Fällen angewendet werden, in denen Ausrichteffekte eine Rolle spielen und kann ebenfalls auf dünne Folien ausgeweitet werden.

Bei diesem Verfahren [[4]] wird ein dünnes, ebenes, elektrisch isoliertes Widerstandselement sowohl als Heizquelle als auch als Temperaturmessfühler zur Messung der Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit aus einer Transienten-Aufzeichnung verwendet. Dieser Widerstandselement-Messfühler wird in den thermischen Kontakt mit den beiden Hälften eines Probekörpers des untersuchten Materials gebracht. Jede der Probekörperhälften muss eine ebene Oberfläche aufweisen, damit der Messfühler zwischen diesen Oberflächen gut angeordnet werden kann.

Indem der Messfühler mit einem bekannten Radius mit einem konstanten elektrischen Strom versorgt wird und der Widerstandsanstieg als Funktion der Zeit aufgezeichnet wird, ist es möglich, sowohl die Wärmeleitfähigkeit als auch die Temperaturleitfähigkeit aus einer einzigen Transienten-Aufzeichnung abzuleiten. Um diese beiden Wärmetransporteigenschaften aus einer einzigen Transienten-Aufzeichnung ableiten zu können, ist es wichtig, dass die in der Prüfung angewendete Messtiefe Δp_{prob} – die als $\Delta p_{\text{prob}} = 2(\alpha t)^{1/2}$ definiert ist, wobei α die Temperaturleitfähigkeit des Probenmaterials und t die gesamte Transientendauer ist – größer als der Radius und jedoch kleiner als der Durchmesser des Messfühlers ist.

Der Messfühler kann von unterschiedlicher Ausführung sein und sich aus unterschiedlichen Werkstoffen zusammensetzen. Üblicherweise wird ein spiralförmiges Muster angewendet. Als Messfühler-Werkstoffe wurden Nickel und Molybdän verwendet, wobei die Messfühler-Spirale und deren Anschlussleitungen angeätzt oder aus einer dünnen Folie mit einer Dicke von etwa 10 µm ausgeschnitten wurden. Andere Messfühler-Werkstoffe können unter der Voraussetzung verwendet werden, dass der Messfühler-Werkstoff einen ausreichend großen Temperaturkoeffizienten des spezifischen Widerstands aufweist. Der Grund für diese Anforderung ist, dass der Messfühler nicht nur für die Erhöhung seiner eigenen Temperatur und der Temperatur des in der unmittelbaren Umgebung liegenden Probekörpers, sondern auch für die Aufzeichnung der Temperaturänderungen verwendet wird.

Um den Messfühler-Werkstoff elektrisch zu isolieren, können zahlreiche Werkstoffe verwendet werden: Bisher wurden dünne Folien eines Polymers (Kapton®²⁾), ein glimmerhaltiger Werkstoff und fester Saphir verwendet. Werden isolierende Folien ausgewählt, ist es wichtig, diese möglichst dünn zu halten,

2) Kapton ist ein eingetragenes Warenzeichen von DuPont. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Teils von ISO 22007 und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch ISO.