

DIN EN ISO 22007-2



ICS 83.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2021-05-26
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 22007-2:2015-12

**Kunststoffe –
Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der Temperaturleitfähigkeit –
Teil 2: Transientes Flächenquellenverfahren (Hot-Disk-Verfahren)
(ISO/DIS 22007-2:2021);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 22007-2:2021**

Plastics –

Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity –

Part 2: Transient plane heat source (hot disc) method (ISO/DIS 22007-2:2021);

German and English version prEN ISO 22007-2:2021

Plastiques –

Détermination de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique –

Partie 2: Méthode de la source plane transitoire (disque chaud) (ISO/DIS 22007-2:2021);

Version allemande et anglaise prEN ISO 22007-2:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-03-26 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 fnk@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 Kunststoffe (FNK), 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 52 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)
DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22007-2:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von 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 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 472	siehe	DIN EN ISO 472
ISO 22007-1	siehe	DIN EN ISO 22007-1

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 ISO 22007-2:2015-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Bild 2 aktualisiert;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN ISO 22007-1, *Kunststoffe* — *Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der Temperaturleitfähigkeit* — *Teil 1: Allgemeine Grundlagen*

<i>Titel de:</i>	Kunststoffe — Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der Temperaturleitfähigkeit — Teil 2: Transientes Flächenquellenverfahren (Hot-Disk-Verfahren) (ISO/DIS 22007-2:2021)
<i>Titel en:</i>	Plastics — Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity — Part 2: Transient plane heat source (hot disc) method (ISO/DIS 22007-2:2021)
<i>Titel fr:</i>	Plastiques — Détermination de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique — Partie 2: Méthode de la source plane transitoire (disque chaud) (ISO/DIS 22007-2:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	8
5 Prüfeinrichtung	8
6 Probekörper	10
6.1 Massengut-Probekörper	10
6.2 Anisotrope Massengut-Probekörper	11
6.3 Plattenprobekörper	12
6.4 Dünnschicht-Probekörper	12
7 Durchführung	13
8 Berechnung von thermischen Eigenschaften	15
8.1 Massengut-Probekörper	15
8.2 Anisotrope Massengut-Probekörper	18
8.3 Plattenprobekörper	19
8.4 Dünnschicht-Probekörper	20
8.5 Probekörper mit niedriger Wärmeleitfähigkeit	21
8.5.1 Einleitende Bemerkungen	21
8.5.2 Massengut-Probekörper mit niedriger Wärmeleitfähigkeit	21
8.5.3 Anisotrope Massengut-Probekörper mit niedriger Wärmeleitfähigkeit	23
8.5.4 Dünnschicht-Probekörper mit niedriger Wärmeleitfähigkeit	23
9 Kalibrierung und Verifizierung	23
9.1 Kalibrierung der Prüfeinrichtung	23
9.2 Verifizierung der Prüfeinrichtung	24
10 Präzision und systematische Messabweichung	24
11 Prüfbericht	25
Literaturhinweise	26

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22007-2:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 22007-2:2015 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 22007-2:2021 wurde von CEN als prEN ISO 22007-2:2021 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.

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 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 5, *Physical-chemical properties* erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 22007-2:2015), die technisch überarbeitet wurde.

Einleitung

Eine beträchtliche Zunahme in der Entwicklung und im Einsatz neuer und verbesserter Werkstoffe in den verschiedensten physikalischen, chemischen, biologischen und medizinischen Anwendungen hat bessere Leistungsdaten von Verfahren zur Messung von Wärmetransporteigenschaften erforderlich gemacht. Die Einführung alternativer Verfahren, die relativ einfach, schnell und von guter Präzision sind, würde für die wissenschaftlich-technische Gemeinschaft von großem Nutzen sein. [1]

Eine Reihe von Messverfahren, die als transiente Verfahren bezeichnet werden, wurde entwickelt und mehrere davon wurden kommerzialisiert. Diese sind weitverbreitet und für die Prüfung vieler Werkstoffarten geeignet. In einigen Fällen können diese Verfahren zur getrennten oder gleichzeitigen Messung mehrerer Eigenschaften eingesetzt werden. [2], [3]

Ein weiterer Vorteil einiger dieser Verfahren besteht darin, dass es möglich geworden ist, die wahren Masseneigenschaften eines Werkstoffs zu bestimmen. Diese Besonderheit ergibt sich aus der Möglichkeit, den Einfluss des Kontakt-Wärmedurchlasswiderstands (siehe 8.1.1), der an der Grenzfläche zwischen der Sonden- und Probekörperoberfläche vorhanden ist, auszuschließen. [1], [3], [4], [5], [6]

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit und somit der spezifischen Wärmekapazität je Volumeneinheit von Kunststoffen fest. Die experimentelle Anordnung kann so ausgeführt werden, dass Messungen an Probekörpern verschiedener Größe möglich sind. Die Messungen können in gasförmigen Umgebungen und unter Vakuum bei verschiedenen Temperaturen und verschiedenem Druck durchgeführt werden.

Dieses Verfahren eignet sich für die Prüfung von homogenen und isotropen Werkstoffen sowie von anisotropen Werkstoffen mit einer einachsigen Struktur. Die Homogenität des Werkstoffs erstreckt sich über den gesamten Probekörper, und innerhalb des durch die Messtiefe(n) (siehe 3.2 nachstehend) festgelegten Bereichs liegen keine Wärmebarrieren vor (außer in der Nähe der Sonde).

Das Verfahren ist für Werkstoffe geeignet, die Wärmeleitfähigkeitswerte λ im annähernden Bereich $0,010 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1} < \lambda < 500 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, Temperaturleitfähigkeitswerte α im Bereich $5 \times 10^{-8} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1} < \alpha < 10^{-4} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ aufweisen, sowie für Temperaturen T im annähernden Bereich $50 \text{ K} < T < 1\,000 \text{ K}$.

ANMERKUNG 1 Die spezifische Wärmekapazität je Volumeneinheit C , $C = p \cdot c_p$, wobei p die Dichte und c_p die spezifische Wärme je Masseinheit und bei konstantem Druck ist, kann erhalten werden, indem die Wärmeleitfähigkeit λ durch die Temperaturleitfähigkeit α dividiert wird, d. h. $C = \lambda/\alpha$, und liegt im annähernden Bereich von $0,005 \text{ MJ}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{K}^{-1} < C < 5 \text{ MJ}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}$. Diese wird auch als volumenspezifische Wärmekapazität bezeichnet.

ANMERKUNG 2 Wenn die Absicht besteht, den thermischen Widerstand oder die scheinbare thermische Leitfähigkeit in der Dickenrichtung zu bestimmen, in Richtung eines inhomogenen Produktes (zum Beispiel einer hergestellten Platte) oder einer Platte aus einem inhomogenen Werkstoff, wird auf ISO 8301, ISO 8302 und ISO 472 hingewiesen.

Die Wärmetransporteigenschaften von Flüssigkeiten können ebenfalls bestimmt werden, vorausgesetzt, dass die Wärmekonvektion auf ein Mindestmaß reduziert wird.

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 22007-1, *Plastics — Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity — Part 1: General principles*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 22007-1 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

Eindringtiefe

Δp_{pen}

Maß dafür, wie weit eine Wärmewelle in den Probekörper in der Richtung des Wärmeflusses eingedrungen ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei diesem Verfahren ist die Eindringtiefe gegeben durch:

$$\Delta p_{\text{en}} = \kappa \sqrt{\alpha \cdot t_{\text{tot}}}$$

Dabei ist

- t_{tot} die gesamte Messdauer für die Transientenaufzeichnung;
- α die Temperaturleitfähigkeit des Probekörperwerkstoffs;
- κ eine Konstante, die von der Empfindlichkeit der Temperaturlaufzeichnungen abhängig ist.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Eindringtiefe wird in Meter (m) angegeben.

3.2

Messtiefe

Δp_{prob}

Maß dafür, wie weit eine Wärmewelle in den Probekörper in Richtung des Wärmeflusses während des Bestehens des für die Berechnung angewendeten Zeitfensters eingedrungen ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Messtiefe ist gegeben durch:

$$\Delta p_{\text{prob}} = \kappa \sqrt{\alpha \cdot t_{\text{max}}}$$

Dabei ist

- t_{max} die größte Zeitspanne des Zeitfensters, das für die Berechnung der Wärmetransporteigenschaften angewendet wurde.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Messtiefe wird in Meter (m) angegeben.

Anmerkung 3 zum Begriff: Ein typischer Wert bei den Hot-Disk-Messungen ist $\kappa = 2$, von dem im gesamten Dokument ausgegangen wird.

3.3

Empfindlichkeitskoeffizient

β_q

Koeffizient, bestimmt durch die Gleichung:

$$\beta_q = q \frac{\partial [\Delta T(t)]}{\partial q}$$

Dabei ist

- q die Wärmeleitfähigkeit λ , die Temperaturleitfähigkeit α oder die volumenspezifische Wärmekapazität C ;
- $\Delta T(t)$ der mittlere Temperaturanstieg der Sonde.

Anmerkung 1 zum Begriff: Für die Wärmeleitfähigkeit, Temperaturleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität je Volumeneinheit werden unterschiedliche Empfindlichkeitskoeffizienten bestimmt. [7]

Anmerkung 2 zum Begriff: Um das Zeitfenster festzulegen, das zur Bestimmung sowohl der Wärmeleitfähigkeit als auch der Temperaturleitfähigkeit aus einem einzigen Versuch angewendet wird, wird die Theorie der Empfindlichkeitskoeffizienten angewendet. Durch diese Theorie, die eine große Anzahl an Versuchen einschließt und die Konstanten q als Variablen betrachtet, wurde festgestellt, dass

$$0,30 < t_{\max} \cdot \alpha / r^2 < 1,0$$

Dabei ist

r der mittlere Radius der äußersten Spirale der Sonde.

Unter Annahme $\kappa = 2$ kann dieser Ausdruck wie folgt umgeformt werden:

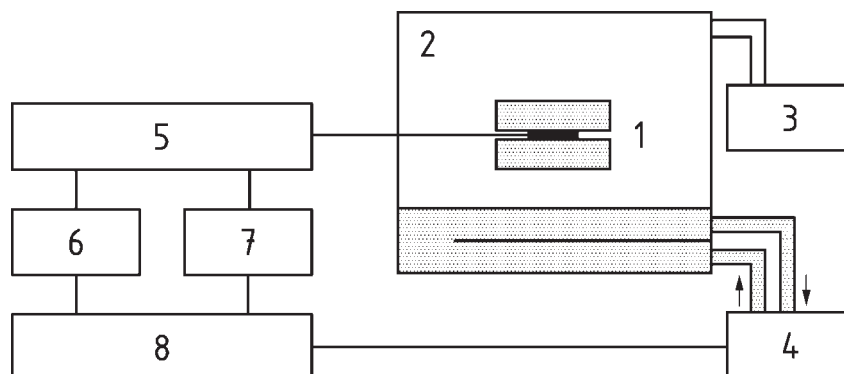
$$1,1r < \Delta p_{\text{prob}} < 2,0r$$

4 Kurzbeschreibung

Ein Probekörper mit einer eingebetteten Hot-Disk-Sonde mit einer vernachlässigbaren Wärmekapazität darf bei einer bestimmten Temperatur bis zum Erreichen des thermischen Gleichgewichts liegen gelassen werden. Um ein dynamisches Temperaturfeld innerhalb des Probekörpers aufzubauen, wird ein Wärmepuls in Form einer schrittweisen Funktion durch den durch die Sonde durchgeleiteten elektrischen Strom erzeugt. Der Temperaturanstieg in der Sonde wird als eine Funktion der Zeit gemessen. Die Sonde agiert als ein Temperatur-Messfühler, der mit einer Heizquelle vereint ist (d. h. ein selbstheizender Messfühler). Das Temperaturansprechen wird anschließend nach dem für eine bestimmte Sonde und die angenommenen Randbedingungen entwickelten Modell analysiert.

5 Prüfeinrichtung

5.1 Ein schematisches Diagramm der Prüfeinrichtung ist in Bild 1 dargestellt.



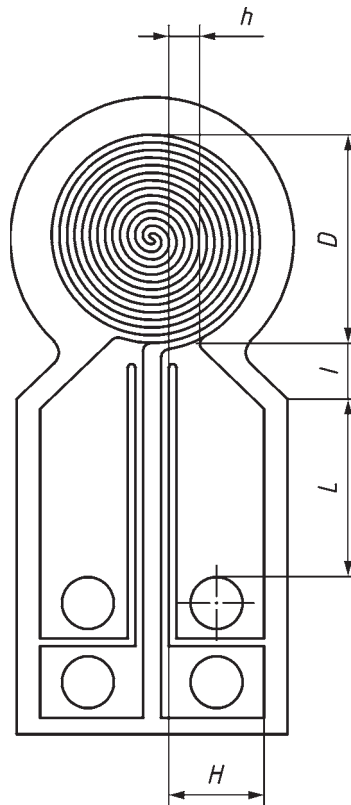
Legende

- | | | | |
|---|-----------------------|---|--------------------|
| 1 | Probekörper mit Sonde | 5 | Brückenschaltung |
| 2 | Prüfkammer | 6 | Spannungsmessgerät |
| 3 | Vakuumpumpe | 7 | Spannungsquelle |
| 4 | Thermostat | 8 | Computer |

Bild 1 — Grundaufbau der Prüfeinrichtung

5.2 Eine übliche Hot-Disk-Sonde ist in Bild 2 dargestellt. Zweckdienliche Sonden können mit Durchmessern von 2 mm bis 200 mm ausgeführt sein, in Abhängigkeit von der Probekörpergröße und den Wärmetransporteigenschaften des zu prüfenden Werkstoffs. Die Sonde ist als eine bifilare Spirale ausgeführt, die aus einer Metallfolie mit einer Dicke von $(10 \pm 2) \mu\text{m}$ geätzt und an den beiden Seiten mit einer dünnen (von $7 \mu\text{m}$ bis $100 \mu\text{m}$) Isolierfolie abgedeckt wurde. Es wird empfohlen, Nickel oder Molybdän als Metallfolie für das Heizelement/den Temperatur-Messfühler zu verwenden, weil diese einen relativ

hohen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands aufweisen und eine Stabilität über einen weiten Temperaturbereich zeigen. Es wird empfohlen, Polyimid, Glimmer, Aluminiumnitrid oder Aluminiumoxid als Isolierfolie zu verwenden, in Abhängigkeit von der höchsten Temperatur bei der Anwendung. Die Leiterbahnen der bifilaren Spirale, die eine im Wesentlichen kreisförmige Sonde formen, müssen bei Sonden mit einem Außendurchmesser von 15 mm oder weniger eine Breite von $(0,20 \pm 0,03)$ mm und bei Sonden mit einem größeren Durchmesser eine Breite von $(0,35 \pm 0,05)$ mm aufweisen. Der Abstand zwischen den Leiterbahnenrändern muss der Leiterbahnenbreite entsprechen.



Legende

D Messfühler-Durchmesser

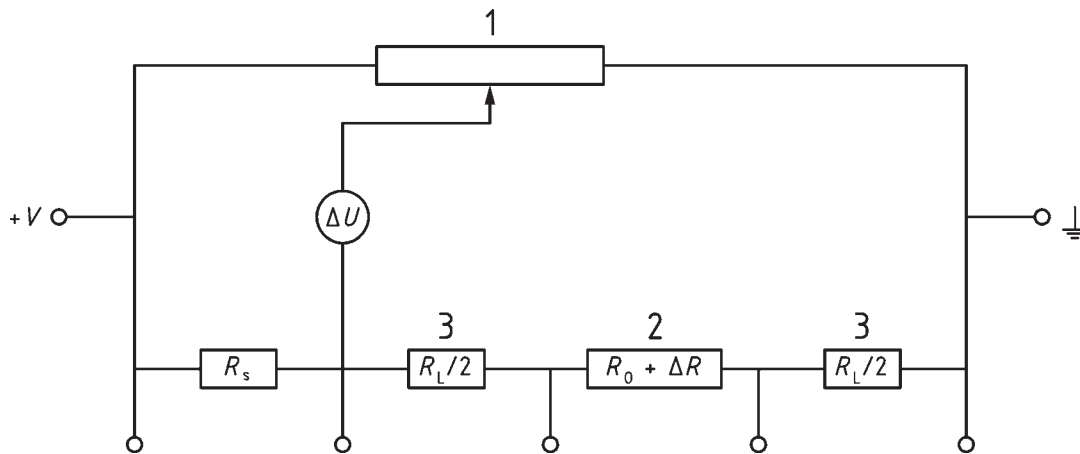
H, h, L, l Maße von Einzelheiten des Messfühlers

ANMERKUNG Üblicherweise können Messfühler-Durchmesser von 2 mm bis 200 mm angewendet werden, in Abhängigkeit von der vorhandenen Probekörpergröße. Die in diesem Bild angegebenen Abstände sollten in einer beliebigen, jedoch der gleichen Längeneinheit gemessen werden, wenn diese zur Berechnung des Wärmeverlustes über die elektrischen Anschlussleitungen nach Gleichung (16) herangezogen werden.

Bild 2 — Hot-Disk-Sonde mit bifilarer Spirale als Heizelement/Messfühler

5.3 Um den transienten Anstieg des Sondenwiderstandes aufzuzeichnen, muss eine elektrische Brücke angewendet werden. Mithilfe der Brücke, die anfangs abgeglichen ist, muss im Anschluss an die Erhöhung des Widerstands der Sonde eine Aufzeichnung des Ungleichgewichts der Brücke mit einem empfindlichen Spannungsmessgerät (siehe Bild 3) erfolgen. Bei dieser Anordnung wird die Sonde mit einem Widerstand in Reihe geschaltet, der so ausgeführt sein muss, dass dessen Widerstand durch die Transiente hindurch streng konstant gehalten wird. Diese 2 Komponenten werden mit einem Präzisionspotentiometer verbunden, dessen Widerstand etwa 100mal größer sein muss, als die Summe der Widerstände der Sonde und des Vorschaltwiderstandes. Die Brücke muss an eine Stromversorgung angeschlossen werden, die eine Spannung von 20 V und einen Strom von bis zu 1 A liefern kann. Das Digitalspannungsmessgerät, mit dem die Differenzspannungen aufgezeichnet werden, muss eine Auflösung haben, die bei einer Integrationszeit von einer Netzperiode 6,5 Digits entspricht. Um die Ausgangsleistung der Sonde während der Messung

möglichst konstant zu halten, muss der Widerstand des Vorschaltwiderstandes R_S nahe am Anfangswiderstand der Sonde mit deren Anschlussleitungen $R_0 + R_L$ liegen.



Legende

- | | | | |
|---|------------------------------|------------|---|
| 1 | Potentiometer | R_L | Gesamtwiderstand der Anschlussleitungen der Sonde |
| 2 | Sonde | R_S | Vorschaltwiderstand |
| 3 | Anschlussleitungen der Sonde | R_0 | Anfangswiderstand der Sonde vor Beginn der transienten Erwärmung |
| | | ΔR | Erhöhung des Widerstands der Sonde während der transienten Erwärmung |
| | | ΔU | Spannungsunsymmetrie, die durch die Erhöhung des Widerstands der Sonde hervorgerufen wird |

ANMERKUNG Diese experimentelle Anordnung ermöglicht eine Bestimmung der Temperaturabweichungen von der Iterationsgeraden (siehe Aufbereitung der experimentellen Daten unter 8.1) bis auf 50 μK oder besser.

Bild 3 — Schaltplan der elektrischen Brücke für die Aufzeichnung der Erhöhung des Widerstands der Sonde

5.4 Für die Dauer einer Messung muss eine Umgebung mit konstanter Temperatur geschaffen werden, die auf $\pm 0,1 \text{ K}$ oder besser geregelt wird (siehe Bild 1). Die Prüfkammer braucht nur dann entlüftet zu werden, wenn mit Plattenprobekörpern (siehe 6.3) gearbeitet wird.

6 Probekörper

6.1 Massengut-Probekörper

6.1.1 Bei Massengut-Probekörpern hängt die Anforderung an die Probekörperdicke von den thermischen Eigenschaften des Werkstoffs ab, aus dem der Probekörper hergestellt ist. Der Ausdruck für die Messtiefe enthält die Temperaturleitfähigkeit, die vor der Messung unbekannt ist. Das heißt, dass die Messtiefe nach der Durchführung eines Vorversuchs berechnet werden muss. Wenn die aus diesen neuen Informationen erhaltene Messtiefe außerhalb der in 8.1.3 angegebenen Grenzwerte liegt, muss die Prüfung mit einer angepassten Gesamtmessdauer wiederholt werden, bis die geforderten Bedingungen erfüllt sind.

Die Form des Probekörpers kann zylindrisch, quadratisch oder rechteckig sein. Eine maschinelle Herstellung einer bestimmten Form ist nicht erforderlich, solange eine ebene Oberfläche (siehe 6.1.4) jeder der 2 Probekörperhälften am Messfühler anliegt und die in 8.1.3 festgelegten Anforderungen an die Messfühlergröße erfüllt sind.

6.1.2 Die Messung muss so durchgeführt werden, dass die Messtiefe im Probekörper mindestens 20mal größer als die charakteristische Länge der Bestandteile ist, aus denen sich der Werkstoff zusammensetzt, oder als jegliche Inhomogenität des Werkstoffs, z. B. der mittlere Teilchendurchmesser, wenn der Probekörper ein Pulver ist.

6.1.3 Die Probekörpermaße müssen so gewählt werden, dass die Auswirkung von dessen Außenflächen auf die Messung auf ein Mindestmaß verringert wird. Die Probekörpergröße muss so gewählt werden, dass der Abstand eines beliebigen Abschnitts der bifilaren Spirale der Hot-Disk-Sonde zu jedem Abschnitt der Außengrenze des Probekörpers größer als der mittlere Außenradius der bifilaren Spirale (siehe 5.2) ist. Eine Erhöhung dieses Abstands über die Größe des Spiraldurchmessers hinaus verbessert nicht die Präzision der Ergebnisse.

6.1.4 Die Oberflächen des Probekörpers, die sich im Kontakt mit dem Messfühler befinden, müssen eben und glatt sein. Die Probekörperhälften müssen an beiden Seiten der Hot-Disk-Sonde befestigt werden.

ANMERKUNG Wärmeleitpaste sollte nicht angewendet werden, weil

- a) es schwierig ist, eine ausreichend dünne Schicht der Wärmeleitpaste zu erhalten, die den thermischen Kontakt tatsächlich verbessert;
- b) die Wärmeleitpaste die Wärmekapazität der Isolierschicht offensichtlich erhöht und den Aufbau einer konstanten Temperaturdifferenz zwischen dem Messfühlerwerkstoff und der Probekörperoberfläche verzögert;
- c) es schwierig ist, eine exakt gleiche Dicke der Wärmeleitpaste an beiden Seiten der Sonde zu erhalten und einen streng symmetrischen Wärmestrom vom Heizelement-/Messfühlerwerkstoff durch die Isolation zu den 2 Probekörperhälften zu erzielen.

6.1.5 Für Flüssigkeiten sind geeignete Behälter mit entsprechenden Abdichtungen erforderlich, und Luftbläschen und Verdampfung müssen vermieden werden.

Die Aufbewahrung und Konditionierung der Flüssigkeit können deren Eigenschaften beeinträchtigen, z. B. durch eine Absorption von Wasser oder Gas. Eine Vorbehandlung des Probekörpers vor der Prüfung könnte erforderlich sein, z. B. durch eine Entgasung. Vorbehandlungen dürfen jedoch nicht angewendet werden, wann immer sie den zu prüfenden Werkstoff beeinträchtigen könnten, z. B. durch eine Zersetzung.

6.1.6 Bei Werkstoffen, die zu beträchtlichen Änderungen der Maße neigen, die durch Messungen über weite Temperaturbereiche, Wärmeausdehnung, Zustandsänderung, Phasenübergang oder aufgrund sonstiger Ursachen initiiert werden, muss sichergestellt werden, dass die Eigenschaften des Probekörpers, wenn dieser mit der Hot-Disk-Sonde in Kontakt gebracht wird, bei der angewendeten Beanspruchung nicht beeinträchtigt werden.

Bei weichen Werkstoffen darf der Probekörper durch den Spanndruck nicht zusammengepresst werden, um dessen Wärmetransporteigenschaften nicht zu verändern.

6.1.7 Der Probekörper muss entsprechend der Normvorschrift, die für die Art des Werkstoffs und dessen spezielle Anwendung gilt, konditioniert werden.

6.2 Anisotrope Massengut-Probekörper

6.2.1 Falls ein Werkstoff anisotrop ist, müssen die Probekörper so geschnitten (oder auf andere Weise hergestellt) werden, dass die Sonde in die Hauptrichtungen ausgerichtet werden kann (z. B. die Faserrichtungen in faserverstärkten Kunststoffen, die Hauptrichtungen in Schichtanordnungen oder die Hauptachsen in Kristallen). [4], [8] Das Hot-Disk-Verfahren ist auf Werkstoffe beschränkt, bei denen die thermischen Eigenschaften entlang von 2 orthogonalen Hauptachsen gleich sind, sich jedoch von denen entlang der dritten Achse unterscheiden.

6.2.2 Die Größe anisotroper Probekörper muss so gewählt werden, dass die Anforderungen von 8.1.3 entlang den Hauptachsen erfüllt sind.

6.3 Plattenprobekörper

Das sogenannte Verfahren für Platten (Slab-Verfahren) wird bei tafelförmigen Probekörpern angewendet, die sich in 2 Richtungen erstrecken, die jedoch eine beschränkte und gut definierte Dicke im Bereich von 1 mm bis 10 mm aufweisen. [9] Die Dicke des Plattenprobekörpers muss auf 0,01 mm bekannt sein. Werden 2 gleich dicke Platten eines Werkstoffs um eine Sonde herum befestigt und an den Außenseiten thermisch isoliert, so können die Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit derartiger Probekörper gemessen werden. Die Bedingung hinsichtlich der Messtiefe (siehe 3.2) muss in der Ebene der Sonde, jedoch nicht in der Dickenrichtung erfüllt werden. Dieses Verfahren ist besonders für Untersuchungen von Werkstoffen mit Wärmeleitfähigkeiten höher als $10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ geeignet, kann jedoch auch für Werkstoffe mit so geringen Wärmeleitfähigkeiten wie $1 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ eingesetzt werden, vorausgesetzt, dass eine gute Wärmeisolation der Platten sichergestellt werden kann (beispielsweise durch die Durchführung der Messungen unter Vakuum).

6.4 Dünnschicht-Probekörper

Das sogenannte Dünnschicht-Verfahren wird bei Probekörpern, wie z. B. Papier, Textilien, Polymerfolien oder aufgetragenen Dünnschichten (wie z. B. Keramikbeschichtungen), mit Dicken im Bereich von 0,05 mm bis etwa 5,0 mm eingesetzt. [10] Die Dicke von Dünnschicht-Probekörpern (die an beiden Seiten der Sonde angebracht sind) muss auf $\pm 1 \text{ } \mu\text{m}$ bekannt sein.

ANMERKUNG 1 Bei der Durchführung einer Messung an einem Werkstoff mit einer hohen Wärmeleitfähigkeit erfährt die Temperatur ganz zu Beginn der Transiente eine schnelle Zunahme, gefolgt von einer allmählicheren Zunahme der Temperatur. Diese schnelle Zunahme wird durch die Isolierschichten, zwischen denen sich die Messfühler-Spirale befindet, verursacht. Sowohl experimentell als auch durch Computersimulationen wurde nachgewiesen, dass die Temperaturdifferenz über die Isolierschicht innerhalb einer sehr kurzen Zeit konstant wird und während der Messung konstant bleibt. Die Ursache dafür ist, dass die Gesamtausgangsleistung, die Fläche des Messfühlerwerkstoffs und die Dicke der Isolierschicht bei der Prüfung konstant sind.

Werden Dünnschichten eines Werkstoffs zwischen der Sonde und einem Hintergrundwerkstoff mit einer hohen Wärmeleitfähigkeit (in Form eines „unendlichen“ Festkörpers) angeordnet, kann die scheinbare Wärmeleitfähigkeit des Dünnschicht-Werkstoffs gemessen werden, vorausgesetzt, dass die scheinbare Wärmeleitfähigkeit der Isolierschicht, mit der die Sonde überzogen ist, in einem separaten Versuch bestimmt wurde. [10]

ANMERKUNG 2 Es kann erforderlich sein, Messungen an Dünnschichten unterschiedlicher Dicke und mit den gleichen Eigenschaften oder mit verschiedenem Spanndruck durchzuführen, um mathematisch den Einfluss des Kontakt-Wärmedurchlasswiderstands auszuschließen.

Die Wärmeleitfähigkeit des Hintergrundwerkstoffs muss ungefähr 10mal größer als die des Dünnschicht-Werkstoffs sein.

Um eine ebene Wärmequelle bei der Prüfung von Dünnschichten besser zu simulieren, muss eine ähnliche Sonde wie die in Bild 2 dargestellte verwendet werden. Die ringförmigen Streifen sollten jedoch vorzugsweise eine Breite von 0,8 mm aufweisen, und die Lücken zwischen den Streifen sollten lediglich 0,2 mm betragen. Wird eine Sonde mit einer Wärmeisolation an beiden Seiten der bifilaren Spirale verwendet, muss eine Vorprüfung zur Bestimmung der tatsächlichen Wärmeleitfähigkeit der Isolation und des Klebstoffs, der die Sonde zusammenhält, durchgeführt werden.

7 Durchführung

7.1 Die Sonde wird zwischen den ebenen Oberflächen von 2 Probekörperhälften des Werkstoffs angeordnet, dessen thermische Eigenschaften zu bestimmen sind. Es gibt keine Anforderung bezüglich der Form der Außenflächen, solange die Bedingung bezüglich der Messtiefe erfüllt ist (siehe 8.1.3).

Die Anordnung Probekörper/Sonde wird im Prüfstand fest eingespannt oder zusammengebaut.

ANMERKUNG 1 Beim Untersuchen von Flüssigkeiten wird die Sonde einfach in die Flüssigkeit eingetaucht, häufig mit einer Einrichtung zur Aufrechterhaltung der flachen Form der Sonde.

ANMERKUNG 2 Der gesamte Temperaturanstieg im Probekörper beträgt üblicherweise weniger als 2 K. Das heißt, dass sich der thermodynamische Zustand des untersuchten Werkstoffs während der Messung kaum verändert und die thermischen Eigenschaften somit der vor der Prüfung erreichten Gleichgewichtstemperatur zugeordnet werden können.

7.2 Das gesamte System wird in einer Prüfkammer mit konstanter Temperatur aufgestellt und bis zum Erreichen der Temperaturstabilität, wie in 5.4 festgelegt, stehen gelassen.

7.3 Die elektrische Brücke wird vor der Prüfung abgeglichen. Bei einer Sonde mit einem Anfangswiderstand zwischen 1 Ω und 50 Ω muss die Spannung für die Abgleichung der Brücke so gewählt werden, dass der Strom 1 mA nicht überschreitet.

7.4 Der Wärmepuls wird angewendet, und die Temperatur wird während einer vorgegebenen Messdauer aufgezeichnet. Die in Tabelle 1 angegebenen Werte werden als Anfangsrichtwerte für die Ausgangsleistung und Messdauer angewendet.

ANMERKUNG Im Allgemeinen wird eine geringere Ausgangsleistung bevorzugt, um eine Störung des Systems auf ein Mindestmaß zu verringern. Die Empfindlichkeit der Temperaturoaufzeichnung erhöht sich jedoch mit einer höheren Ausgangsleistung (und folglich einem höheren Strom), was beim Untersuchen von Werkstoffen mit einer hohen Wärmeleitfähigkeit der Fall ist. Aus diesem Grund kann eine gute Präzision bei Messungen an derartigen Werkstoffen erzielt werden, selbst wenn der Temperaturanstieg lediglich einen Bruchteil eines Grads beträgt.

7.5 Die Spannungsunsymmetrie wird in geeigneten Zeitabständen über die Messdauer bestimmt und aufgezeichnet. Es wird empfohlen, die Frequenz der Datenerfassung so zu wählen, dass während der Messdauer mindestens 100 Datenpunkte aufgezeichnet werden. Wird das Verfahren zur Messung der Wärmetransporteigenschaften von Flüssigkeiten angewendet, muss die Messdauer auf 1 s beschränkt sein, damit die Wärmekonvektion in der Flüssigkeit die Messung nicht stört.

Tabelle 1 — Übersicht über empfohlene experimentelle Parameter für eine Reihe von Werkstoffen mit verschiedenen Wärmeleitfähigkeiten

	Metall- legierung	Dichte Keramik	Stahl	Keramik	Polymer	Isolier- werkstoff
Wärmeleitfähigkeit [W/(m·K)]	170	40	14	1,5	0,19	0,028
Temperaturleitfähigkeit (mm ² /s)	69	11	3,7	0,96	0,11	0,75
Temperaturanstieg (K)	0,3	0,5	1,0	0,8	1,3	2,5
Radius der Sonde (mm)	15	6,4	6,4	6,4	6,4	15
Probekörperdicke (mm)	30	10	10	10	15	30
Probekörperdurchmesser (mm)	90	40	40	40	40	90
Messdauer (s)	5	10	10	40	160	160
Ausgangsleistung (W)	4	3	2	0,5	0,25	0,1

7.6 Die Auflösung der Prüfeinrichtung muss besser als 0,001 K sein.

7.7 Der Temperaturanstieg wird aus den Spannungs-Messwerten $\Delta U(t)$ mithilfe von Gleichung (1) berechnet:

$$\Delta T(t) = (R_S + R_L + R_0) \Delta U(t) [J_0 R_S - \Delta U(t)]^{-1} (a R_0)^{-1} \quad (1)$$

Dabei ist

- R_L der Gesamtwiderstand der Anschlussleitungen;
- R_S der Vorschaltwiderstand (siehe 5.3);
- R_0 der Anfangswiderstand der Sonde;
- a der Temperaturkoeffizient des Widerstands (TCR) der Sonde;
- J_0 der Strom durch den Messfühler zu Beginn der Transiente; dieser Strom kann einfach ermittelt werden, indem die Spannung über der Brücke am Ende der Transiente vor dem Abschalten des Heizstroms gemessen und durch $(R_S + R_L + R_0)$ dividiert wird. [1]

7.8 Die Prüftemperatur wird der Reihe nach verändert, um die erwünschten Temperaturen für den Probekörper abzudecken, wobei sichergestellt wird, dass bei jeder Temperatur ein Temperaturgleichgewicht erreicht wird.

Es sollten vorzugsweise Mehrfachmessungen unter den gleichen experimentellen Bedingungen durchgeführt werden. Mindestens 3 Messungen werden bei derselben Temperatur empfohlen. Jede nachfolgende Messung sollte durchgeführt werden, nachdem sich das System bei der zunächst gewählten Temperatur stabilisiert hat. Die für das Erreichen des thermischen Gleichgewichts erforderliche Dauer schwankt in Abhängigkeit von der Größe, Form und den thermischen Eigenschaften des Probekörpers.

Es wird empfohlen, nach Beendigung der Prüfung bei der höchsten Temperatur eine Wiederholprüfung nach dem Abkühlen auf eine oder mehrere tiefer liegende Temperaturen durchzuführen. Dies ermöglicht, einen Abbau in den Eigenschaften des Probekörpers festzustellen, der aufgrund einer Beanspruchung bei höheren Temperaturen stattgefunden haben könnte.