

DIN EN ISO 22007-4



ICS 83.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2016-11-30
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 22007-4:2012-04

Kunststoffe –**Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der Temperaturleitfähigkeit –
Teil 4: Laserblitzverfahren (ISO/DIS 22007-4:2015);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 22007-4:2016**

Plastics –

Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity –

Part 4: Laser flash method (ISO/DIS 22007-4:2016);

German and English version prEN ISO 22007-4:2016

Plastiques –

Détermination de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique –

Partie 4: Méthode flash laser (ISO/DIS 22007-4:2016);

Version allemande et anglaise prEN ISO 22007-4:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-09-30 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des 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, 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 43 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22007-4:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN (Sekretariat: Belgien) gehalten wird.

Das zuständige nationale Gremium 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 22007-4 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm- Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 291	siehe	DIN EN ISO 291
ISO 527-1	siehe	DIN EN ISO 527-1
ISO 22007-1	siehe	DIN EN ISO 22007-1

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 22007-4:2012-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) ISO-Vorwort hinzugefügt;
- b) normative Verweisungen und Literaturhinweise aktualisiert;
- c) Anhang C wurde hinzugefügt;
- d) Norm wurde den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 291, *Kunststoffe — Normalklimate für Konditionierung und Prüfung*

DIN EN ISO 527-1, *Kunststoffe — Bestimmung der Zugeigenschaften — Teil 1: Allgemeine Grundsätze*

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

**Kunststoffe — Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der
Temperaturleitfähigkeit — Teil 4: Laserblitzverfahren (ISO/DIS 22007-
4:2016)**

*Plastiques — Détermination de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique — Partie 4 : Méthode flash
laser (ISO/DIS 22007-4:2016)*

*Plastics — Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity — Part 4: Laser flash method
(ISO/DIS 22007-4:2016)*

ICS:

Deskriptoren:

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

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 Allgemeines	6
5.2 Ofen oder Klimakammer	6
5.3 Blitzquelle	8
5.4 Transientendetektoren	8
5.5 Vorrichtung zur Dickenmessung	9
6 Probekörper	9
6.1 Probekörperform und -maße	9
6.2 Herstellen und Konditionieren des Probekörpers	9
6.3 Beschichtung des Probekörpers	9
7 Kalibrierung und Verifizierung	10
7.1 Kalibrierung der Prüfeinrichtung	10
7.2 Verifizierung der Prüfeinrichtung	10
8 Durchführung	11
9 Datenanalyse	12
10 Messunsicherheit	14
11 Prüfbericht	14
Anhang A (informativ) Korrektur hinsichtlich der endlichen Pulsdauer	15
Anhang B (informativ) Alternative Verfahren zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit	16
Anhang C (normativ) Proben- und Probekörpervorbereitung für spritzgießbare Thermoplaste und Duroplaste	17
C.1 Allgemeines	17
C.2 Probenform und Abmessung	17
C.3 Probenherstellung	18
C.4 Probenprüfung	18
C.5 Probenanisotropie	18
C.6 Lage und Vorbereitung des Probekörpers	18
C.7 Prüfbericht	20
Literaturhinweise	21

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22007-4:2016) 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 22007-4:2012 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 22007-4:2016 wurde vom CEN als prEN ISO 22007-4:2016 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.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet.

Die Hauptaufgabe der Technischen Komitees besteht in dem Erarbeiten von Internationalen Normen. Die von den Technischen Komitees angenommenen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedsorganisationen zur Umfrage zur Verfügung gestellt. Für eine Veröffentlichung als Internationale Norm wird eine Zustimmung von mindestens 75 % der Mitgliedsländer, die abgestimmt haben, benötigt.

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.

ISO 22007-4 wurde vom Technischen Komitee ist ISO/TC 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 5, *Physical-chemical properties*, erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 22007-4:2008), deren Anhang C technisch überarbeitet wurde.

ISO 22007 besteht unter dem allgemeinen Titel *Plastics — Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity* aus den 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 (ISO/TR)*
- *Part 6: Comparative method for low thermal conductivities using a temperature-modulation technique*

1 Anwendungsbereich

1.1 Der vorliegende Teil von ISO 22007 legt ein Verfahren zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit dünner fester Kunststoffscheiben in der Dickenrichtung mit dem Laserblitzverfahren fest. Dieses Verfahren beruht auf der Messung des Temperaturanstiegs an der Rückseite des Probekörpers in Form einer dünnen Scheibe, das durch einen kurzen Energiepuls an der Vorderseite bewirkt wird.

1.2 Das Verfahren kann auf homogene Kunststoffe im festen Zustand und Verbundstoffe angewendet werden, die eine isotrope oder orthotrope Struktur aufweisen. Allgemein deckt es Werkstoffe ab, die eine Temperaturleitfähigkeit α im Bereich von $1 \times 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} < \alpha < 1 \times 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ aufweisen. Die Messungen können in gasförmigen Umgebungen und unter Vakuum in einem Temperaturbereich von -100°C bis $+400^\circ\text{C}$ durchgeführt werden.

ANMERKUNG Bei inhomogenen Probekörpern können die Messwerte von der Probekörperdicke abhängen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 291, *Plastics — Standard atmospheres for conditioning and testing*

ISO 527-1, *Plastics — Determination of tensile properties — Part 1: General principles*

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

ISO/IEC Guide 98-3, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

3 Begriffe

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

3.1

Pulsbreite

t_p

Zeitdauer, während der die Laserpulsintensität größer als die Hälfte deren Höchstwertes ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese wird in Sekunden (s) angegeben.

3.2

Zeitbeginn

t_0

Beginn des Laserpulses

Anmerkung 1 zum Begriff: Dieser wird in Sekunden (s) angegeben.

3.3

maximaler Temperaturanstieg

ΔT_{max}

Differenz zwischen der maximalen Temperatur, die an der Rückseite des Probekörpers, nachdem der Laserpuls durchlaufen ist, erreicht wird, und dessen konstanter Temperatur vor dem Puls

Anmerkung 1 zum Begriff: Dieser wird in Kelvin (K) angegeben.

3.4 Halbanstiegszeit

$t_{1/2}$
Zeit vom Zeitbeginn bis zum Zeitpunkt, an dem die Temperatur an der Rückseite um die Hälfte von $\Delta T_{\max}$ gestiegen ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese wird in Sekunden (s) angegeben.

3.5 Thermogramm

Temperatur-Zeit-Kurve für die Rückseite des Probekörpers

3.6 Dicke

d

Maß des Probekörpers in Richtung der Messung der Wärmeübertragung

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

4 Kurzbeschreibung

Eine Seite eines in Form einer ebenen Platte vorliegenden Probekörpers wird einem Energiepuls ausgesetzt, der eine sehr kurze Dauer im Vergleich zur Halbanstiegszeit (siehe 6.1) und eine gleichmäßige räumliche Energieverteilung hat. Der transiente Temperaturanstieg an der gegenüberliegenden Seite (Rückseite) wird als eine Funktion der Zeit (siehe Bild 1) aufgezeichnet. Die Temperaturleitfähigkeit wird durch Vergleich des experimentellen Thermogramms mit einem theoretischen Modell erhalten (siehe Abschnitt 9 und Anhang B).

5 Prüfeinrichtung

5.1 Allgemeines

Die Prüfeinrichtung muss so ausgeführt sein, dass die Temperaturleitfähigkeit, wie in Abschnitt 4 beschrieben, erhalten werden kann, und muss sich aus den folgenden Hauptbestandteilen, wie in Bild 2 dargestellt, zusammensetzen. Diese sind ein Ofen oder eine Klimakammer mit einer Probekörperhalterung und einer Temperaturmesseinrichtung (z. B. Thermoelement), eine Blitzquelle (z. B. Laser), ein Pulsdetektor, ein Transientendetektor (IR-Detektor) und eine Steuerungs-, Datenerfassungs- und Analyseneinheit.

5.2 Ofen oder Klimakammer

Der Ofen oder die Klimakammer muss die folgenden Anforderungen erfüllen:

- a) Der Temperaturbereich muss für die Auswahl der zu untersuchenden Werkstoffe geeignet sein. In Abhängigkeit vom Temperaturbereich wird eine konstante Temperatur am Probekörper durch einen Kryostaten oder einen Ofen aufrechterhalten.
- b) Dieser muss in der Lage sein, die Prüftemperatur auf $\pm 0,5$ K oder weniger mindestens 30 min konstant zu halten.
- c) Die Temperaturmesseinrichtung muss eine Messung der Ofentemperatur mit einer Auflösung von $\pm 0,1$ K und einer Präzision von $\pm 0,5$ K oder besser ermöglichen.

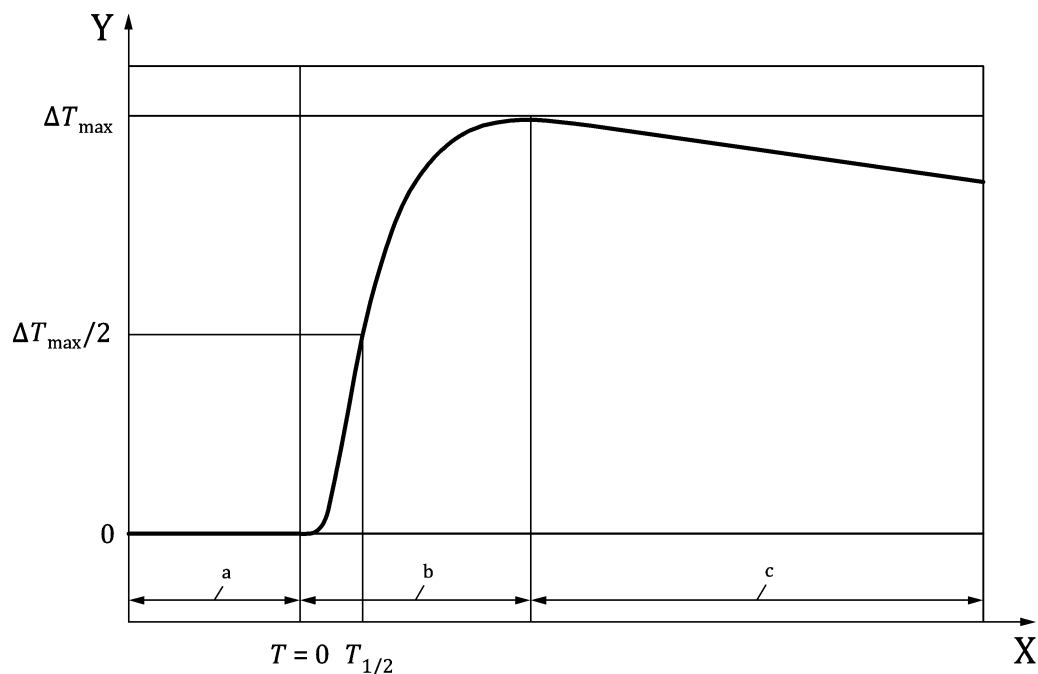
- d) Der Ofen muss mit zwei Fenstern ausgestattet sein, wobei das eine Fenster für die Pulsstrahlung und das andere für den Arbeitswellenlängenbereich des IR-Detektors durchlässig sein muss.
- e) Falls erforderlich, muss die Umgebung im Ofen ein Vakuum oder eine Inertgasatmosphäre sein, um einen oxidativen Abbau beim Erwärmen und Prüfen des Probekörpers zu vermeiden. Bei kryoskopischen Messungen muss darauf geachtet werden, dass kein Wasser an den Fenstern kondensiert.

ANMERKUNG Das Messen unter Vakuum schließt Konvektionseffekte aus.

Die Probekörperhalterung muss so ausgeführt sein, dass der Wärmekontakt mit dem Probekörper verringert und das vom Laserstrahl an den IR-Detektor übertragene Streulicht unterdrückt wird.

Die Prüftemperatur muss mit einer kalibrierten Temperaturmesseinrichtung gemessen werden, die sich vorzugsweise in Kontakt mit dem Probekörper oder der Probekörperhalterung befindet, jedoch wenigstens innerhalb von 1 mm von der Probekörperhalterung entfernt ist.

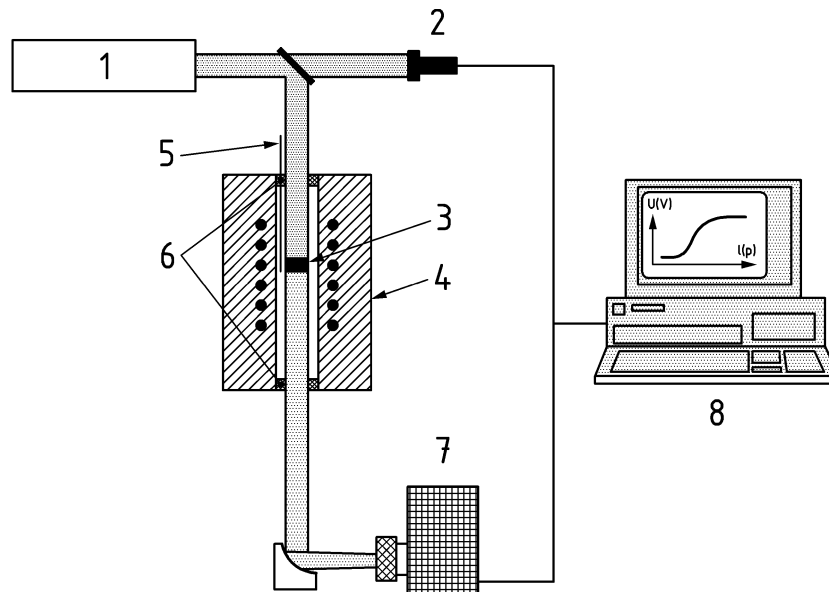
Die Temperaturmesseinrichtung muss so ausgeführt sein, dass das im Probekörper durch den Laserpuls erzeugte Temperaturfeld nicht beträchtlich gestört wird.



Legende

- X Zeit
Y Temperaturanstieg
a Grundlinie
b Zeitraum des transienten Anstiegs
c Abkühlungszeitraum

Bild 1 — Beispiel eines Thermogramms



Legende

- 1 Blitzquelle
- 2 Pulsdetektor
- 3 Probekörper
- 4 Ofen oder Klimakammer
- 5 Temperaturmesseinrichtung
- 6 Fenster
- 7 Transientendetektor
- 8 Steuerungs-, Datenerfassungs- und Analyseneinheit

Bild 2 — Schematisches Diagramm einer Laserblitz-Anordnung zur Messung der Temperaturleitfähigkeit

5.3 Blitzquelle

Mit dem Energieniveau der Blitzquelle muss an der Rückseite des Probekörpers ein Temperaturanstieg erzielt werden, der 3 K nicht überschreitet.

Beim gepulsten Erwärmen muss die räumliche Energieverteilung an der Vorderseite des Probekörpers möglichst gleichmäßig sein.

Die Pulsdauer muss kürzer als 1 ms sein.

Die Wärmepulsquelle kann ein Laser (vorzugsweise) oder eine Blitzlichtröhre sein.

Zur Bestimmung der Pulsdauer und -form und des Zeitbeginns kann eine Photodiode verwendet werden.

5.4 Transientendetektoren

Der transiente Temperaturanstieg an der Rückseite des Probekörpers muss mit einem IR-Detektor gemessen werden. Der Transientendetektor muss eine Abweichung von 5 mK in der Temperatur des Probekörpers an der Rückseite erfassen können. Dessen Ansprechverhalten gegenüber Temperatur muss über einen Temperaturbereich von mindestens 3 K linear sein.

Die Frequenzantwort des Detektors und der zugehörigen Elektronik (Verstärker, Analog-Digital-Wandler usw.) muss schneller als 10 kHz sein. Werden elektronische Filter eingesetzt, so müssen diese die vorstehend festgelegten Anforderungen erfüllen und dürfen die Präzision der Temperaturmessung nicht verschlechtern, anderenfalls könnten sie die Form der Temperatur-Zeit-Kurve verzerren.

ANMERKUNG Die Auswahl eines IR-Detektors hängt ebenfalls vom Temperaturbereich ab. Für den Bereich von -100 °C bis $+400\text{ °C}$ kann ein photovoltaischer oder photoleitender Detektor eingesetzt werden.

Die Temperatur an der Rückseite oder eine Größe, die zu dieser direkt proportional ist (z. B. Spannung), muss während der gesamten Prüfung kontinuierlich gemessen und aufgezeichnet werden. Das Datenerfassungssystem, das analog oder digital sein kann, muss mehr als 1 000 Datenpunkte auf dem Thermogramm mit einer Abtastfrequenz, die höher als $100/t_{1/2}$ ist, erfassen können. Die Präzision der Zeitbasis muss besser sein als $\pm 1 \times 10^{-5}\text{ s}$.

5.5 Vorrichtung zur Dickenmessung

Die Probekörperdicke muss mit einer kalibrierten Vorrichtung zur Dickenmessung, die eine Auflösung von $\pm 1\text{ }\mu\text{m}$ aufweist, mit einer Präzision von $\pm 5\text{ }\mu\text{m}$ gemessen werden. Für weiche Werkstoffe ist ein Mikrometer mit reproduzierbar geringer Stauchung erforderlich.

6 Probekörper

6.1 Probekörperform und -maße

Der Probekörper muss eine dünne Scheibe sein. Der Probekörperdurchmesser beträgt üblicherweise 5 mm bis 20 mm. Die Probekörperdicke muss entsprechend der Pulsbreite und der Temperaturleitfähigkeit des Werkstoffs gewählt werden. Diese muss so gewählt werden, dass die Pulsbreite weniger als 0,01 der Halbanstiegszeit beträgt. Üblicherweise beträgt die Dicke 0,5 mm bis 3 mm. Das Aspektverhältnis des Probekörpers muss so gewählt werden, dass 2D-Effekte bei der Prüfung vernachlässigbar sind. Das Verhältnis von Durchmesser und Dicke muss größer als 3 : 1 sein.

Die Seiten müssen eben und parallel sein. Jegliche Abweichung bei der Dicke des Probekörpers sollte vorzugsweise weniger als 1 % der mittleren Dicke betragen. Die Auswirkung einer größeren Ungleichmäßigkeit kann bei der Messunsicherheit beurteilt werden.

6.2 Herstellen und Konditionieren des Probekörpers

Der Probekörper muss für den untersuchten Werkstoff repräsentativ sein und muss mit Sorgfalt hergestellt und gehandhabt werden. Wird der Probekörper einer Probe durch Schneiden entnommen, muss darauf geachtet werden, dass ein Erwärmen, Änderungen in der Molekulantorientierung oder sonstige Auswirkungen, die die Eigenschaften der Probe verändern können, vermieden werden.

Ein Verfahren zur Probenvorbereitung von ausgerichteten, anisotropen Probekörpern wird in Anhang C angegeben. Vor der Messung muss der Probekörper, wie in der entsprechenden Werkstoffnorm oder in dem zwischen den beteiligten Parteien vereinbarten Verfahren festgelegt, konditioniert werden. Sofern keine anderen Bedingungen festgelegt sind, wird empfohlen, den Probekörper nach ISO 291 zu konditionieren.

ANMERKUNG In Abhängigkeit vom Werkstoff und dessen thermischer Vorgeschichte kann das Verfahren der Probekörperherstellung für die Konsistenz der Ergebnisse und deren Aussagekraft entscheidend sein.

6.3 Beschichtung des Probekörpers

Probekörper, die für die Laserstrahlung bei der angewendeten Wellenlänge durchlässig sind, müssen mit einer geeigneten Beschichtung (beispielsweise einer Metallbeschichtung) versehen werden, um das Eindringen des Laserstrahls in den Probekörper zu verhindern. Die Auswirkung der Beschichtung auf die Wärmeübertragung muss vernachlässigbar sein (d. h. sie muss eine hohe Leitfähigkeit und im Vergleich zum

Probekörper eine geringe Dicke aufweisen). Die Gesamtdicke der Beschichtung muss so gewählt werden, dass die Halbanstiegszeit für die Beschichtung allein weniger als 2 % der gesamten Halbanstiegszeit für den Probekörper beträgt.

ANMERKUNG 1 Die Halbanstiegszeit $t_{1/2}$ für die Beschichtung kann aus deren Dicke d und der Temperaturleitfähigkeit α unter Anwendung der Gleichung (1) einfach berechnet werden, die durch Umformen der Gleichung (B.1) erhalten wurde:

$$t_{1/2} = 0,13879 \frac{d^2}{\alpha} \quad (1)$$

ANMERKUNG 2 Um die Absorption des Energiepulses und die Emission der Wärmestrahlung zu optimieren, können die beiden Seiten des Probekörpers mit einer dünnen, undurchsichtigen, schwarzen Schicht (d. h. einer Graphitschicht) überdeckt werden.

7 Kalibrierung und Verifizierung

7.1 Kalibrierung der Prüfeinrichtung

Das Laserblitzverfahren ist ein absolutes Verfahren, das dem Anwender ermöglicht, die Messungen durchzuführen, die ohne eine Kalibrierung mit Referenzmaterialien direkt auf die ursprünglichen SI-Einheiten (wie z. B. Temperatur, Zeit, Länge und Spannung) zurückverfolgbar sind. Sämtliche Elemente der Laserblitz-Prüfeinrichtung müssen wie folgt getrennt kalibriert werden:

- Das für die Messung der Probekörperdicke verwendete Mikrometer ist zu kalibrieren.
- Die für die Messung der Probekörpertemperatur im stationären Zustand verwendete Temperaturmesseinrichtung ist zu kalibrieren.
- Die Zeitbasis und die Spannung des Datenerfassungssystems, das für die Messung des Signals vom IR-Detektor verwendet wird, sind zu kalibrieren.
- Der IR-Detektor ist zu kalibrieren, um anstelle der transienten spektralen Bestrahlungsstärke die transiente Temperaturänderung an der Rückseite des Probekörpers messen zu können. Diese Kalibrierung ist hauptsächlich für Temperaturen, die weniger als 200 °C betragen, durchzuführen, bei denen das nichtlineare Verhalten der Ausgangstemperatur nicht vernachlässigt werden kann (siehe ISO 18755 [1]). Ist diese Kalibrierung nicht möglich (z. B. weil der IR-Detektor unzugänglich ist oder aufgrund der Differenzen zwischen den optischen Weglängen der IR-Detektor-Kalibrierungskonfiguration und der Temperaturleitfähigkeits-Messkonfiguration), müssen die Auswirkungen der Nichtlinearität in der Messunsicherheit berücksichtigt werden.

7.2 Verifizierung der Prüfeinrichtung

Die Prüfeinrichtung sollte vorzugsweise periodisch verifiziert werden, indem die Temperaturleitfähigkeit eines oder mehrerer Referenzmaterialien gemessen wird, die den Temperaturleitfähigkeitsbereich der zu prüfenden Werkstoffe abdecken. Weichen die gemessenen Werte von den Referenzwerten um mehr als 5 % ab, sind verschiedene Elemente der Prüfeinrichtung nach 7.1 erneut zu kalibrieren.

Die Verifizierung kann durch Messungen an Werkstoffen durchgeführt werden, die wohldefinierte und reproduzierbare thermische Eigenschaften aufweisen, wie z. B. Armco¹⁾ Eisen, Poco¹⁾-Graphit, Pyroceram¹⁾ 9606 oder PMMA. Pyroceram 9606 (ein Keramikwerkstoff) wurde für die Messungen der Temperaturleitfähigkeit als Teil eines internationalen Programms unter Beteiligung von europäischen metrologischen Laboratorien zertifiziert [2]. Dieses zertifizierte Referenzmaterial ist vom IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements) [3] erhältlich.

Es wird empfohlen, die Referenzmaterialien so auszuwählen, dass deren Eigenschaften (Halbanstiegszeit und Temperaturleitfähigkeit) dicht an den Eigenschaften der zu prüfenden Werkstoffe liegen.

8 Durchführung

8.1 Die Prüfeinrichtung ist mindestens 1 h vor der Prüfung einzuschalten, damit diese das Gleichgewicht erreichen kann.

8.2 Die Probekörperdicke ist mit einer kalibrierten Vorrichtung zur Dickenmessung bei der Umgebungstemperatur zu messen. Wird eine Probekörperbeschichtung angewendet, muss die Messung der Probekörperdicke vor der Beschichtung erfolgen.

8.3 Der Probekörper ist in der Probekörperhalterung zu befestigen. Diese Anordnung ist in den Ofen zu legen.

8.4 Falls erforderlich, ist im Ofen ein Vakuum oder eine Inertgas-Umgebung zu schaffen.

8.5 Die Ofentemperatur ist auf die gewünschte Temperatur einzustellen, und es ist abzuwarten, bis die Stabilität der Probekörpertemperatur besser als 0,05 K/s ist.

8.6 Die stationäre Probekörpertemperatur ist zu messen.

8.7 Die Probekörperdicke ist bei der Prüftemperatur zu berechnen, wobei die Änderung der Dicke aufgrund der Wärmedehnung zu berücksichtigen ist.

8.8 Der Probekörper ist mit dem Laserpuls zu bestrahlen, wobei entsprechende Sicherheitsmaßnahmen zu ergreifen sind. Es muss sichergestellt werden, dass der Laserstrahl keine örtliche Zersetzung des Probekörpers verursacht. Der Probekörper muss nach der Entnahme aus der Prüfeinrichtung auf jegliche Anzeichen der Zersetzung überprüft werden.

8.9 Die Temperatur an der Rückseite des Probekörpers oder eine Größe, die zu dieser direkt proportional ist, ist vor, während und nach dem Laserpuls kontinuierlich zu messen und aufzuzeichnen. Das erhaltene Thermogramm muss die Grundlinie, den Zeitraum des transienten Anstiegs und den Abkühlungszeitraum enthalten (siehe Bild 1).

8.10 Falls erforderlich, ist die zeitbezogene Form des unter 8.8 angewendeten Laserpulses zu messen, um eine Korrektur hinsichtlich des Effekts der endlichen Pulsdauer (siehe Anhang A) vorzunehmen.

8.11 Aus dem erhaltenen Thermogramm ist die Temperaturleitfähigkeit nach Abschnitt 9 zu berechnen.

8.12 Die unter 8.8 bis 8.11 beschriebenen Arbeitsschritte sind bei derselben Temperatur mindestens dreimal zu wiederholen, und der mittlere Wert der Temperaturleitfähigkeit und die Wiederholpräzision der Messungen sind zu berechnen.

1) Beispiele für handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Teils von ISO 22007 und bedeutet keine Anerkennung der genannten Produkte durch ISO.