DIN EN ISO 18755:2024-01 (D)

Hochleistungskeramik - Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit monolithischer Keramik mit dem Flash-Verfahren (ISO 18755:2022); Deutsche Fassung EN ISO 18755:2023

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 8

Vorwort ... 9

1 Anwendungsbereich ... 11

2 Normative Verweisungen ... 11

3 Begriffe ... 11

4 Prüfeinrichtung ... 13
4.1 Allgemeines ... 13
4.2 Probenhalter ... 14
4.3 Blitzquelle ... 15
4.4 Thermometer zur Messung der stationären Temperatur des Probekörpers ... 15
4.5 Detektor zur Messung des transienten Temperaturanstiegs an der Rückseite des Probekörpers ... 15
4.6 Umgebung für die Messungen ... 15
4.7 Temperatursteuereinrichtung ... 15
4.8 Datenerfassungsgerät ... 15

5 Probekörper ... 16
5.1 Form und Maße von Probekörpern ... 16
5.2 Dichte des Probekörpers ... 16
5.3 Beschichtung auf dem Probekörper ... 16
5.4 Referenzprobekörper ... 17

6 Durchführung der Messungen ... 17
6.1 Messung der Probekörperdicke ... 17
6.2 Oberflächenbehandlung ... 17
6.3 Bestimmung der Blitzdauer des Laser- oder Lichtpulses und des chronologischen Profils des Laser- oder Lichtpulses ... 17
6.4 Steuerung von Temperatur und Atmosphäre ... 17
6.5 Stabilität der Probekörpertemperatur ... 17
6.6 Energie der gepulsten Erwärmung ... 17
6.7 Messtemperatur ... 17
6.8 Aufzeichnung ... 18

7 Datenanalyse ... 18
7.1 Auf dem Halbanstiegszeitverfahren basierende Berechnung ... 18
7.2 Kriterien für die Anwendbarkeit des Halbanstiegszeitverfahrens ... 18

8 Messbericht ... 21

Anhang A (informativ) Kurzbeschreibung von mittels Flash-Verfahren durchgeführter Messungen der Temperaturleitfähigkeit ... 24
A.1 Idealzustand ... 24

Anhang B (normativ) Korrektur hinsichtlich nicht idealer Anfangs- und Randbedingungen ... 25
B.1 Allgemeines ... 25
B.2 Wirkung der endlichen Pulsdauer ... 25
B.2.1 Allgemeines ... 25

B.2.2 Schwerpunkt-Verfahren [9] ... 25
B.2.3 Bestimmung des chronologischen Schwerpunktes des Laser-/Lichtpulses ... 26
B.2.4 Dreieckimpuls-Approximation [6] ... 26
B.3 Wirkung von Strahlungswärmeverlusten ... 27
B.3.1 Allgemeines ... 27
B.3.2 Verfahren nach Cowan ... 29
B.3.3 Verfahren nach Azumi und Takahashi [17] ... 30
B.3.4 Verfahren nach Clark und Taylor [15] ... 31
B.3.5 Verfahren der Anpassung mit der Methode der kleinsten Quadrate ... 31
B.3.6 Verfahren der nichtlinearen Anpassung nach der Methode der kleinsten Quadrate [19] ... 31
B.4 Wirkung des direkten Strahlungswärmetransports im Probekörper ... 32
B.5 Korrektur hinsichtlich der Wärmeausdehnung ... 33

Anhang C (informativ) Datenanalyse-Algorithmen zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit anhand der beobachteten transienten Temperaturkurve unter nicht idealen Anfangs- und Randbedingungen ... 34
C.1 Logarithmisches Verfahren ... 34
C.2 Flächengleichheitsverfahren ... 34

Anhang D (informativ) Weitere Fehlerquellen ... 36
D.1 Wirkung einer ungleichmäßigen Erwärmung ... 36
D.1.1 Allgemeines ... 36
D.1.2 Beobachtung der räumlichen Energieverteilung des Pulslaserstrahles ... 36
D.1.3 Beurteilung der Wirkung einer ungleichmäßigen Erwärmung ... 37
D.2 Messungen von Werten der scheinbaren Temperaturleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Energie des Lichtpulses ... 39
D.3 Messungen von Werten der scheinbaren Temperaturleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Dicke des Probekörpers ... 39
D.4 Unsicherheit im Zusammenhang mit Strahlungswärmeverlusten ... 39
D.5 Konstante Temperatur des Probekörpers ... 39
D.5.1 Unsicherheit von Thermometern ... 39
D.5.2 Temperaturunterschied zwischen dem Probekörper und dem Messfühler des Thermometers ... 39
D.5.3 Effektive Temperatur des Probekörpers nach der Erwärmung durch den Lichtpuls ... 40
D.5.4 Unsicherheit der effektiven Temperatur des Probekörpers ... 40
D.5.5 Extrapolation des Wertes der scheinbaren Temperaturleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Energie des Laser-/Lichtpulses ... 40
D.6 Transiententemperatur des Probekörpers ... 40
D.6.1 Nichtlinearität der Planck'schen Gleichung ... 40
D.6.2 Kalibrierung des Strahlungsthermometers ... 41
D.6.3 Mit einzelnen Messungen verbundene Unsicherheit ... 41
D.7 Zeitantwort von Transienten-Temperaturmessungen ... 41
D.7.1 Beobachtung ... 41
D.8 Unsicherheit im Zusammenhang mit der Beschichtung ... 41

Anhang E (informativ) Verfahren zur Bestimmung der intrinsischen Temperaturleitfähigkeit ... 43

Anhang F (informativ) Referenzdaten und Referenzmaterialien für die Temperaturleitfähigkeit ... 46
F.1 Referenzdaten ... 46
F.2 Referenzmaterialien ... 46
F.3 Verfahren zu Validierung der Prüfeinrichtung durch Verwendung von Referenzmaterialien ... 47

Anhang G (informativ) Beurteilung der spezifischen Wärmekapazität und Wärmeleitfähigkeit ... 49
G.1 Beurteilung der Wärmeleitfähigkeit ... 49
G.2 Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität mit dem Flash-Verfahren ... 50
G.3 Bericht ... 50

Anhang H (informativ) Beispieldaten einschließlich Präzision und Unsicherheit bis zu hohen Temperaturen ... 52
H.1 Ringversuch ... 52

H.2 Präzisionsdaten **52**
H.3 Unsicherheit **53**

Literaturhinweise **55**

Bilder

Bild 1 — Transiente Temperaturkurve der Rückseite des Probekörpers nach einer Erwärmung durch den Lichtpuls auf der Vorderseite des Probekörpers **13**

Bild 2 — Blockdiagramm einer Laserflash-Prüfeinrichtung zur Messung der Temperaturleitfähigkeit **14**

Bild 3 — Gemittelte Abweichung der transienten Temperaturkurve von der Gleichung nach Parker, die die beobachtete Halbanstiegszeit zeigt **20**

Bild B.1 —Grafische Darstellungen von Gleichung (B.3) für verschiedene Werte des Parameters Y **29**

Bild C.1 — Grundsatz des Flächengleichheitsverfahrens zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit anhand einer mit dem Laserflash-Verfahren erhaltenen transienten Temperaturkurve **35**

Bild D.1 — Berechnete scheinbare Temperaturleitfähigkeit, wenn die Temperatur in der Mitte des Probekörpers in Abhängigkeit von „p“ mit einem Parameter „c_1“ gemessen wird **38**

Bild E.1 — Beispiel für eine grafische Darstellung der scheinbaren Temperaturleitfähigkeit in Abhängigkeit vom Temperaturanstieg **44**

Tabellen

Tabelle 1 — Werte der Konstante K_X für einen Bereich von Transientenzeiten **19**

Tabelle B.1 — Konstanten für die Korrektur hinsichtlich der endlichen Pulsdauer **27**

Tabelle F.1 — Referenzwerte der Temperaturleitfähigkeit von Kupfer **46**

Tabelle H.1 — Wiederholpräzision und Vergleichspräzision für Temperaturleitfähigkeitsmessungen mit dem Flash-Verfahren **53**

Tabelle H.2 — Erweiterte Unsicherheit von Messungen der Temperaturleitfähigkeit von isotropem Graphit **54**