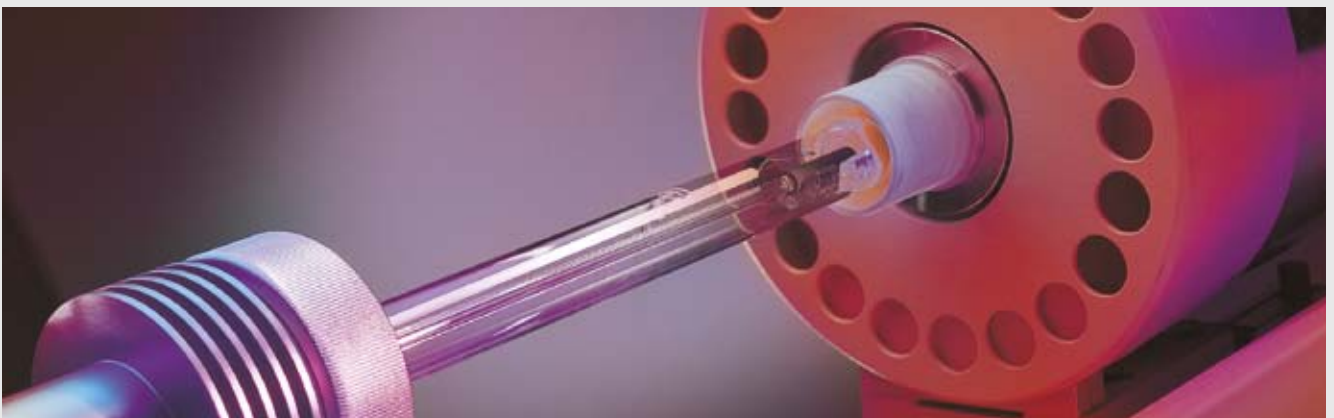
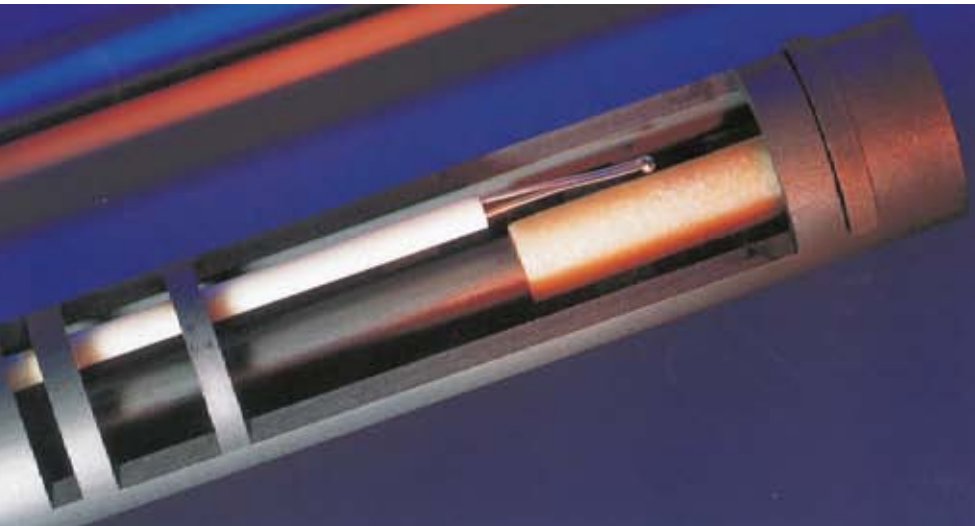


Dilatometrie

Methode, Geräte, Applikationen – -180 °C ... 2800 °C



Dilatometrie – Methode



Typische Anordnung einer Probe (beige) in einer Dilatometer-Probenhalterung (Grafit); das Thermoelement (mit heller Kapillare) befindet sich in der Nähe der Probe

Dilatometrie (DIL) ist eine thermoanalytische Messmethode zur Bestimmung der Dimensionsänderungen (Ausdehnung/Schrumpfen) eines Materials, während es einem kontrollierten Temperaturprogramm unterworfen ist.

Das genormte Verfahren arbeitet u.a. auf der Basis von DIN EN 821, DIN 51045, ASTM E831 oder ASTM E228. Außer Festkörpern können in speziellen Containern auch Pulver, Pasten oder sogar Flüssigkeiten als Proben eingesetzt werden.

DIL-Messinformation

- Lineare thermische Ausdehnung
- Ermittlung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten (CTE)
- Sintertemperaturen und Sinterstufen
- Volumenausdehnung
- Dichteänderung
- Bestimmung von Glasumwandlungstemperaturen
- Erweichungspunkte
- Phasenumwandlungen
- Einflüsse von Additiven und Rohmaterialien
- Optimierung von Brennprozessen
- Kinetische Untersuchungen
- Rate-controlled sintering (RCS)



DIL 402 C als Beispiel eines Schubstangendilatometers

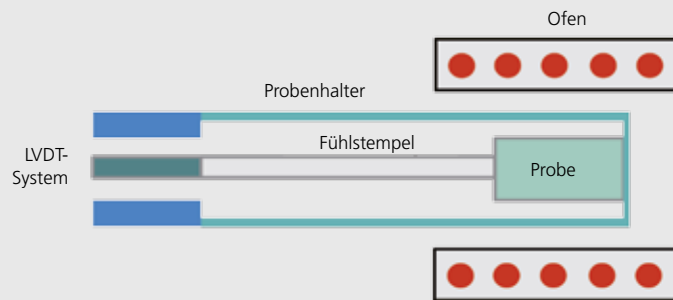
Funktionsprinzip

Ein Fühlstempel, auf einer Seite mit einem induktiven Wegaufnehmersystem (LVDT-System) verbunden, steht auf der anderen Seite in permanentem Kontakt mit einer Probe und registriert so jede Längenänderung des Probenmaterials während des Aufheizens oder Abkühlens.

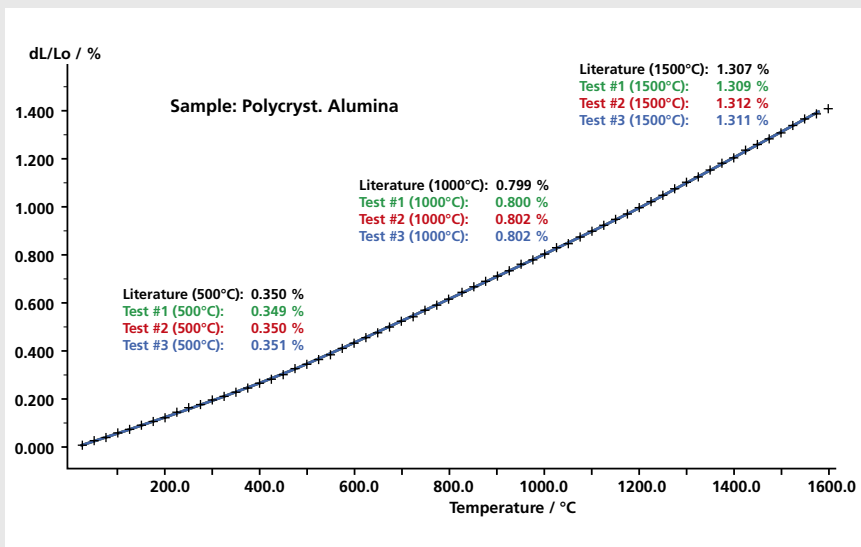
Da sowohl der Probenhalter als auch der Vorderteil des Fühlstempels dem gleichen Temperaturprogramm ausgesetzt sind wie die Probe, dehnen sie sich ebenfalls aus. Das resultierende Dilatometer-Signal entspricht daher der Summe der Längenänderungen von Probe, Probenhalter und Fühlstempel.

Um die tatsächliche Längenänderung der Probe zu erhalten, ist es aus diesem Grund notwendig, die Rohdaten zu korrigieren. Zwei Korrekturmethode stehen dazu zur Verfügung:

die Probenhalterkorrektur, die tabellierte Ausdehnungsdaten des Probenhaltermaterials benutzt oder die Korrektur mit einer Korrekturkurve, die in vielen Fällen genauere Ergebnisse liefert.



Schema eines Schubstangendilatometers



Vergleich zwischen den Ausdehnungsdaten von polykristallinem Aluminiumoxid und Literaturwerten

Ergebnisse und Messgenauigkeit

Die thermische Ausdehnung in Prozent und der thermische Ausdehnungskoeffizient sind wichtige Größen zur Beurteilung des Werkstoffverhaltens.

In der Graphik sind die Ausdehnungskurven dreier Messungen (Linien) an polykristallinem Aluminiumoxid (Al_2O_3) zusammen mit den entsprechenden Literaturdaten (Kreuzsymbole) dargestellt. Die Unterschiede bei 500 °C, 1000 °C und 1500 °C sind kleiner als 1 %, was die hohe Genauigkeit des verwendeten NETZSCH-Dilatometers DIL 402 PC widerspiegelt.

DIL 402 C

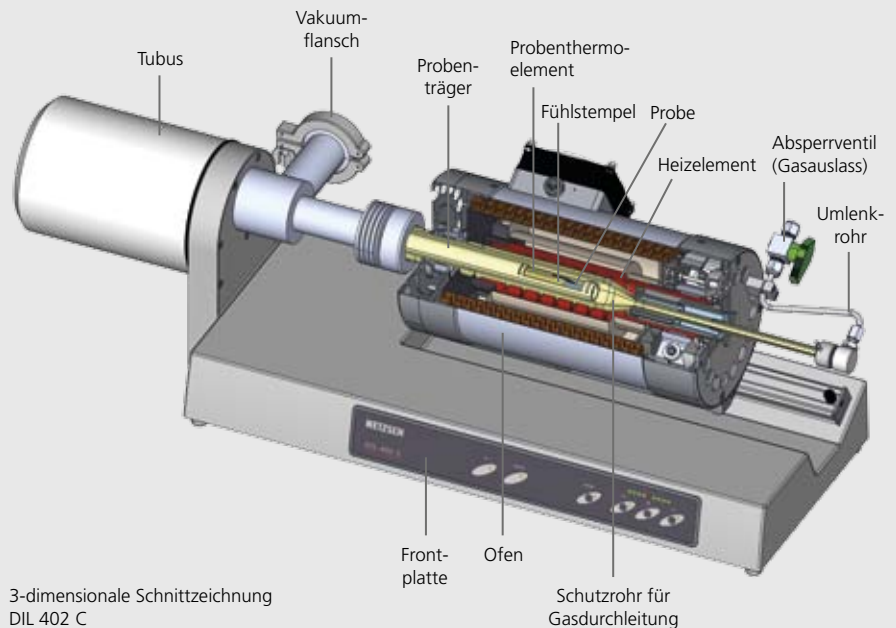
Das vakuumdichte Schubstangendilatometer DIL 402 C – das perfekte Gerät für alle anspruchsvollen Messaufgaben

Das DIL 402 C ist das Ergebnis einer mehr als 50-jährigen Erfahrung von NETZSCH im Bau von Dilatometern. Dieses Premium-Gerät wurde sowohl für den Einsatz im traditionellen Keramik- und Glasbereich als auch für die Anwendung in der Forschung von Hochleistungskeramiken und Pulvermetallen optimiert.

Das Invar-Mess-System des DIL 402 C mit seinem hochauflösenden Wegaufnehmer und seiner umfassenden Thermostatisierung bietet höchste Genauigkeit, Wiederholbarkeit und Langzeitstabilität für Anwendungstemperaturen bis 2000 °C.

Sein horizontales Design mit dem motorgetriebenen Fühlstempel und dem leicht zu bewegenden Ofen vereinfacht das Einlegen der Proben, auch bei nicht-idealer Probengeometrie. Die Messung der Probentemperatur erfolgt reproduzierbar mit einem Thermoelement in unmittelbarer Nähe zur Probe. Diese Anordnung erlaubt die Anwendung der *c-DTA*[®]-Software zur Darstellung von endothermen und exothermen Probeneffekten.

Damit besteht die Möglichkeit – neben der Ermittlung von charakteristischen Ausdehnungsdaten – auch zusätzliche Informationen über Phasenumwandlungen, Festkörperreaktionen oder Wechselwirkungen mit der Umgebung, wie z. B. Oxidationen, zu erhalten.



3-dimensionale Schnittzeichnung DIL 402 C

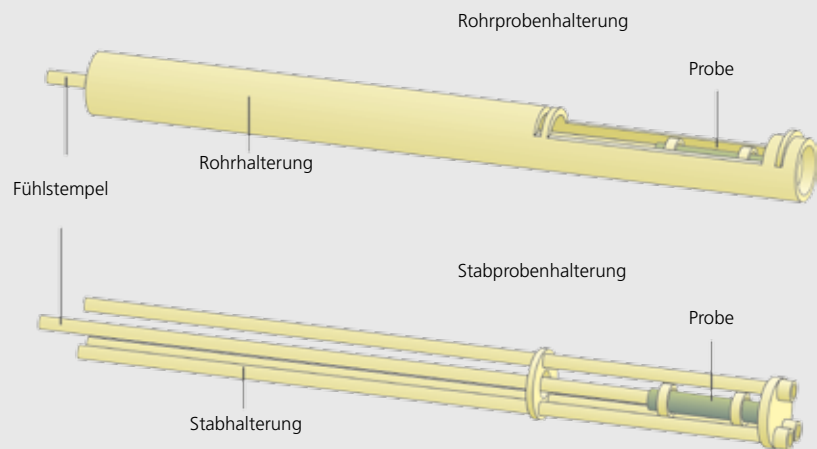
Auf einen Blick

Das DIL 402 C zeichnet sich aus durch:

- einen weiten Temperaturbereich (-180 °C bis 2000 °C – austauschbare Öfen)
- große Proben (Länge: bis zu 50 mm, Durchmesser: bis zu 19 mm)
- die regelbare Anpresskraft (15 cN bis 45 cN)
- eine extrem geringe Drift sowie eine hohe Auflösung
- Vakuumdichtigkeit
- die Kopplungsmöglichkeit für Gasanalytik

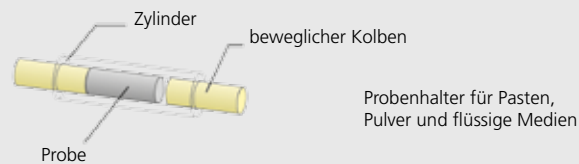
Probenhalterungen

Standardmäßig ist das DIL 402 C mit einer Rohrprobenhalterung ausgestattet. Sie ist erhältlich in Quarzglas (max. 1100 °C), Aluminiumoxid (max. 1680 °C) oder Graphit (max. 2000 °C). Spezielle Auflagen werden verwendet um die Probe im Rohr zu zentrieren. Optional kann die Rohrprobenhalterung durch eine Stabprobenhalterung ersetzt werden. Dieses Probenhaltersystem gewährleistet durch seinen Aufbau einen geringen Temperaturgradienten zwischen dem Probenhalter und der Probe. Durch die symmetrische Wärmeankopplung wird die Genauigkeit im Bereich niedriger Temperaturen erhöht.



Spezielle Probencontainer

Für Messungen an Pasten, Pulvern oder flüssigen Metallen sind spezielle Probenaufnahmen aus Quarzglas, Saphir, Aluminiumoxid oder Graphit erhältlich.



DIL 402 C

DIL 402 PC

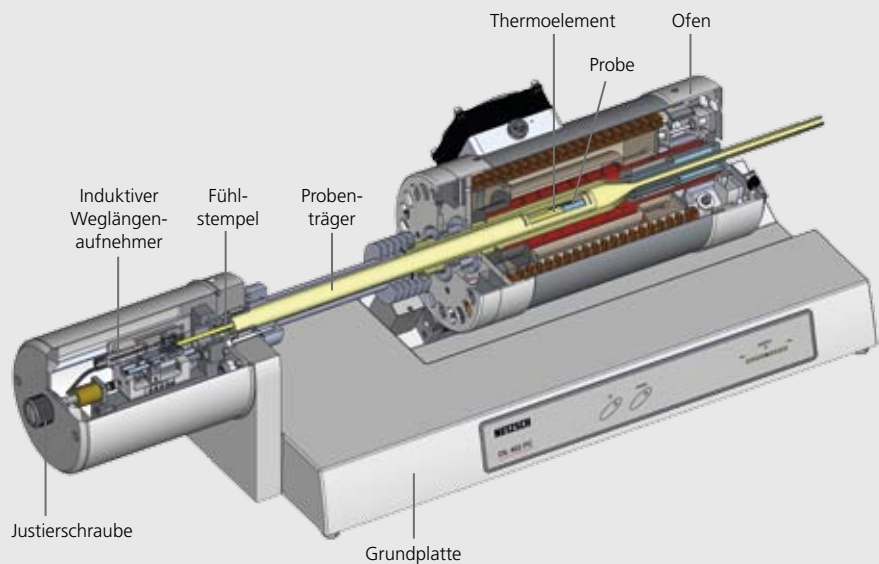
DIL 402 PC – präzise Ausdehnungsmessungen für den Routinebetrieb

Das DIL 402 PC ist speziell auf die Anforderungen der Keramik- und Glasindustrie zugeschnitten. Hohe Auflösung und Stabilität gepaart mit Robustheit und einer kompakten Bauweise sind nur einige Vorteile dieses kostengünstigen Gerätes.

Das optimierte Design des Mess-Systems mit einem induktiven Wegaufnehmer bietet ein Höchstmaß an Reproduzierbarkeit.

Austauschbare Öfen mit Maximaltemperaturen von 1200 °C oder 1600 °C eröffnen vielseitige Anwendungsmöglichkeiten für Expansionstests an Festkörpern, Grünkörpern, Pulvern und Pasten in der Qualitäts- und Produktionskontrolle.

Mit der automatischen Erweichungspunkterkennung (erhältlich für alle NETZSCH-Dilatometer) lassen sich auch Gläser oder Glasuren, die beim Aufheizen erweichen oder schmelzen können, ohne spezielle Schutzmaßnahmen vermessen. Sobald ein vorab definierter Schwellwert erreicht wird, bricht die Software die Messung ab oder springt alternativ ins nächste Temperatur-Segment.



3-dimensionale Schnittzeichnung
DIL 402 PC

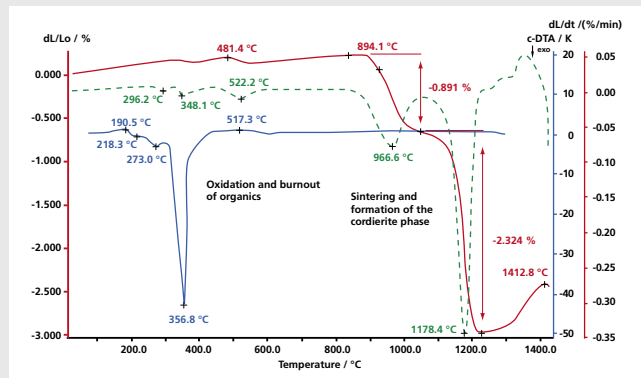
Auf einen Blick

Das DIL 402 PC zeichnet sich aus durch:

- hohe Flexibilität, zwei austauschbare Öfen, vielfältiges Zubehör
- große Proben (Länge: bis zu 50 mm, Durchmesser: bis zu 19 mm)
- einfache Bedienung
- hohe Reproduzierbarkeit der Ergebnisse

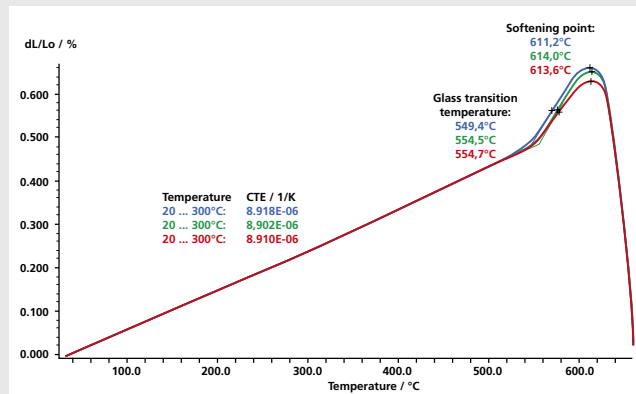
Simulation des Herstellungsprozesses von Cordierit

Während des Brennprozesses des Grünkörpers unter oxidierender Atmosphäre werden die organischen Additive ausgebrannt; die Cordierit-Phase bildet sich bei hohen Temperaturen. Mit dem DIL 402 PC in Verbindung mit der *c-DTA*®-Software (ebenfalls erhältlich für DIL 402 C und DIL 402 CD) kann der Fertigungsprozess detailliert analysiert werden.



Glas

In der Abbildung sind drei Untersuchungen am gleichen Glasmaterial aus verschiedenen Chargen dargestellt. Klar ersichtlich ist die (im Rahmen der Messgenauigkeit) gute Übereinstimmung der thermischen Ausdehnungskoeffizienten. Die Glasumwandlungstemperatur und der Erweichungspunkt von Probe #3 (blaue Kurve) zeigen geringfügig niedrigere Werte, was ein Anzeichen für eine leicht unterschiedliche Zusammensetzung ist.



DIL 402 PC

DIL 402 E / DIL 402 CD

DIL 402 E – zuverlässige Ausdehnungsmessungen bis 2800 °C

Das vielseitige Hochtemperatur-Dilatometer DIL 402 E ist in verschiedenen Versionen erhältlich:

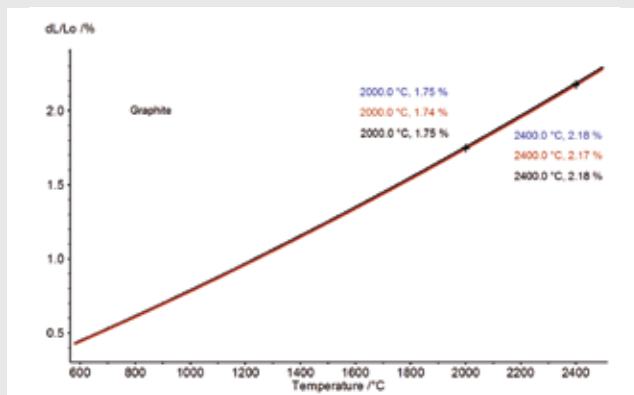
- Die 2800 °C-Ausführung ist mit einem optischen Pyrometer ausgestattet, das kontaktlos die Temperatur des Probenhalter-Endstücks erfasst. Auf diese Weise hat die Emissivität der Probe keinen Einfluss auf das Messergebnis.
- Das Design der 2400 °C-Variante ist der 2800 °C-Version sehr ähnlich. Die Länge des Graphit-Ofens und die Heizelemente unterscheiden sich jedoch voneinander.
- Die Ofenkontrolle und die Messung der Probentemperatur der 2000 °C-Ausführung basieren auf W/Re-Thermoelementen.

Werden die Graphit- oder Glaskohlenstoff-Probenhalterung und das Schutzrohr des Graphit-Ofens durch Probenhalterung und Schutzrohr aus Aluminiumoxid ersetzt, ist es sogar möglich, Messungen in oxidierender Atmosphäre bis 1680 °C vorzunehmen.

Für ein sicheres Arbeiten überprüft ein durchdachtes Sicherheitssystem permanent den Kühlwasser- und Schutzgasstrom.



DIL 402 E



Vergleich des Ausdehnungsverhaltens zweier POCO-Graphit-Proben (blau und rot) mit den zugehörigen Literaturdaten (schwarz). Die Ergebnisse bei 2000°C und 2400°C stimmen hervorragend überein.

Auf einen Blick

Das DIL 402 E zeichnet sich aus durch:

- ein flexibles, modulares Konzept
- hohe Genauigkeit bis 2800°C
- einfache Umrüstmöglichkeiten von einer Variante in die andere
- kurze Kühlzeiten zurück auf Raumtemperatur
- vakuumdichtes Design
- die Kopplungsmöglichkeit an ein Massenspektrometer

Weitere Informationen

www.netzsch.com/dil402e

Das Doppel- und Differenzdilatometer DIL 402 CD – zwei Geräte in einem

In allen Fällen, in denen ein hoher Probendurchsatz, ein direkter Probenvergleich (Doppeldilatometer), eine Online-Kalibrier-Korrektur der Ausdehnungsdaten oder eine verbesserte Langzeit-Drift-Stabilität (Differenzmodus) wichtig sind, ist das DIL 402 CD erste Wahl.

Die horizontale Anordnung des Dilatometers bietet spezifische Vorteile hinsichtlich des Temperaturprofils über den Proben, der Handhabung sowie der Sicherheit. Es findet keine Wärmeübertragung durch Konvektion zwischen dem Mess-System (zwei hochauflösende induktive Weglängenaufnehmer) und dem Probenbereich statt. Dadurch sind eine geringe Drift und ein minimales Rauschen gewährleistet.

Zersetzt sich die Probe oder schmilzt sie, ist das Weglängenaufnehmer-System aufgrund seiner Bauart effektiv geschützt.

Das DIL 402 CD erlaubt Messungen von Proben mit einer Länge von bis zu 25 mm und einem Durchmesser von bis zu 6 mm. Andere Probengeometrien wie z. B. dünne Stäbchen oder Plättchen sind jedoch ebenfalls möglich.

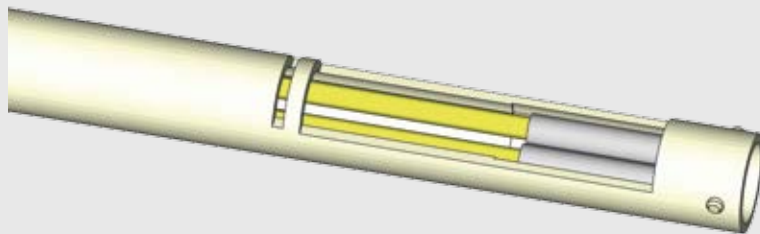
Motorgetriebene Fühlstempel und ein automatischer Nullabgleich der Weglängenaufnehmersysteme für beide Probenpositionen sind Standard-Features des Gerätes.

Weitere Informationen

www.netzsch.com/dil402cd



DIL 402 CD



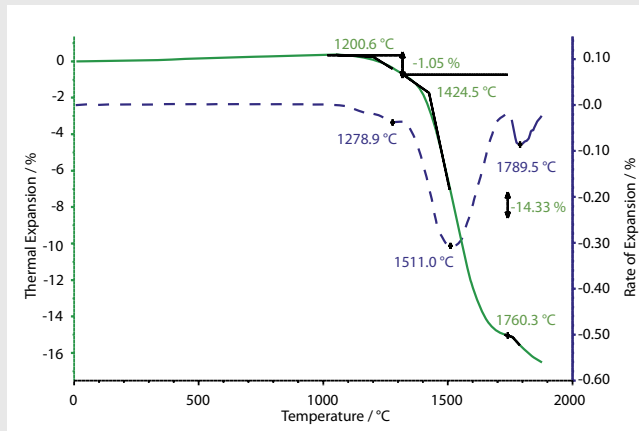
Die DIL 402 CD-Probenhalterung mit zwei Proben (Darstellung ohne Probenthermoelement).

Auf einen Blick

Das DIL 402 CD zeichnet sich aus durch:

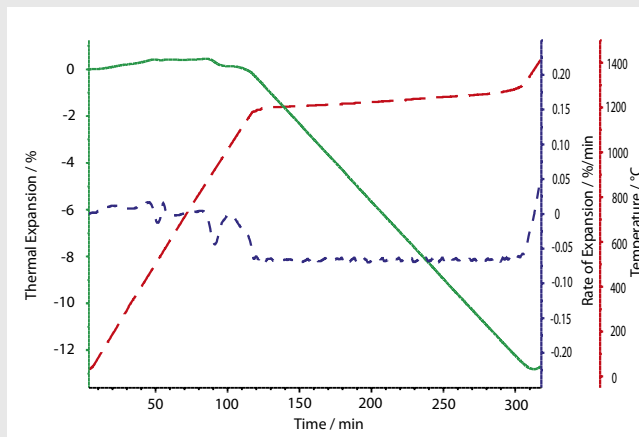
- einen weiten Temperaturbereich (-180°C bis 2000°C – austauschbare Öfen)
- zwei Probenpositionen
- vakuumdichtes Design
- ein homogenes Temperaturprofil
- die Kopplungsmöglichkeit an ein Gasanalyse-System (QMS, FTIR)

Applikationen und Technische Spezifikationen



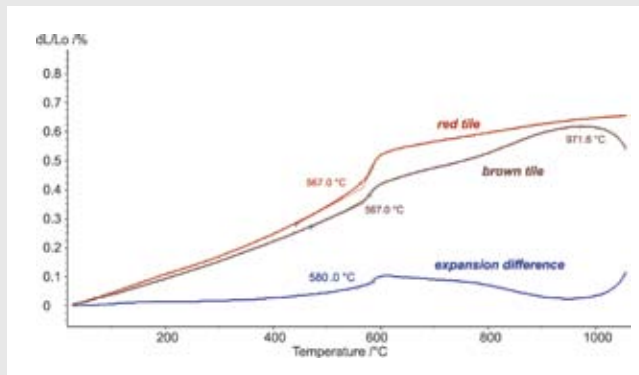
Silizimnitrid

Die Eigenschaften von Keramik-Bauteilen hängen häufig von den Produktionsbedingungen/dem Sinterprozess ab. In der Grafik dargestellt sind die thermische Ausdehnung und die Ausdehnungsrate eines Si_3N_4 -Grünkörpers, untersucht mit einem DIL 402 C. Die Sinterstufe, die bei 1201 °C beginnt, ist auf den Einfluss von Sinteradditiven zurückzuführen. Die hauptsächliche Sinterung setzt bei 1424 °C (extrapolierte Onset-Temperatur) ein. Der Effekt oberhalb von 1760 °C ist wahrscheinlich auf das Ausgasen von Additiven zurückzuführen.



Al_2O_3 -Grünkörper

Ein Grünkörper aus Aluminiumoxid wurde mit dem DIL 402 C unter Anwendung der NETZSCH Rate-Controlled Sintering (RCS) – Software im Start-/ Stop-Modus vermessen. Das Ziel einer konstanten Schrumpfungsrates, kann mit der RCS-Software durch Verringerung der Heizrate erreicht werden. Bis ca. 1150 °C ist in der Abbildung der Einfluss von Additiven (z. B. organische Binder, Tone) erkennbar; die Hauptsinterstufe tritt zwischen 1150 °C und 1350 °C auf.



Fliesen mit unterschiedlichem Ausdehnungsverhalten

Zwei farbige Fliesen wurden in einem DIL402 CD simultan mit 3 K/min auf 1100°C aufgeheizt. Die Kurven der relativen Ausdehnung der gebrannten Fliesen (braun und rot) zeigen signifikante Unterschiede in Längenänderung und Quarzanteil (> 567 °C). Die leistungsfähige NETZSCH Proteus® Meß- und Auswerte-Software erlaubt auch die grafische Darstellung der Ausdehnungsdifferenz (blau).

Technische Spezifikationen (Änderungen vorbehalten)

	DIL 402 C	DIL 402 PC	DIL 402 CD	DIL 402 E
Temperaturbereich	-180 °C bis 2000 °C	RT bis 1600 °C	-180 °C bis 2000 °C	RT bis 2800 °C
Öfen	-180 °C bis 500 °C -150 °C bis 1000 °C RT bis 1000 °C RT bis 1600 °C RT bis 2000 °C Öfen sind austauschbar mit DIL 402 CD	RT bis 1200 °C RT bis 1600 °C	-180 °C bis 500 °C -150 °C bis 1000 °C RT bis 1600 °C RT bis 2000 °C Öfen sind austauschbar mit DIL 402 C	RT bis 1600 °C RT bis 2400 °C RT bis 2800 °C (Daten ab 700 °C) Bis 2000 °C mit Thermoelement
Probenhalter	Quarzglas, Aluminiumoxid, Grafit	Quarzglas, Aluminiumoxid	Quarzglas, Aluminiumoxid, Grafit	Grafit, Glaskohlenstoff, Al ₂ O ₃
Probendimensionen	Länge: bis 50 mm ø: max. 19 mm Standard ø: max. 12 mm	Länge: bis 50 mm ø: max. 19 mm Standard ø: max. 12 mm	Länge: bis 25 mm ø: max. 6 mm	Länge: bis 25 mm (bis 1680 °C bis 50 mm Länge) ø: max. 12 mm (im Pyrometerbetrieb 6 mm)
Gasatmosphäre	Inert, oxid. (bis 1680 °C), red., vak.	Oxid. (statisch/dynamisch), inert (dynamisch)	Inert, oxid. (bis 1680 °C), red., vak.	Inert (He > 2000 °C), oxid. (mit Al ₂ O ₃ -Schutzrohr bis 1680 °C)

Alle NETZSCH-Dilatometer werden mit der *Proteus*®-Software, inkl. Erweichungspunktabschaltung und – optional – *c-DTA*®, Rate-Controlled Sintering (RCS), Dichteänderung oder Thermokinetics geliefert.



Die NETZSCH-Gruppe ist ein inhabergeführtes, international tätiges Technologieunternehmen mit Hauptsitz in Deutschland.

Die Geschäftsbereiche Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme stehen für individuelle Lösungen auf höchstem Niveau. Mehr als 2.500 Mitarbeiter in weltweit 130 Vertriebs- und Produktionszentren in 23 Ländern gewährleisten Kundennähe und kompetenten Service.

NETZSCH-Technologie ist weltweit führend im Bereich der thermischen Charakterisierung von annähernd allen Werkstoffen. Wir bieten Komplettlösungen für die Thermische Analyse, die adiabatische Reaktionskalorimetrie und die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften. Basierend auf mehr als 50 Jahren Applikationserfahrung, einer breiten Produktpalette auf dem neuesten Stand der Technik und umfassenden Serviceleistungen erarbeiten wir für Sie Lösungen und Gerätekonfigurationen, die Ihren täglichen Anforderungen mehr als gerecht werden.

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42
95100 Selb
Deutschland
Tel.: +49 9287 881-0
Fax: +49 9287 881 505
at@netsch.com

www.netsch.com