

NETZSCH

Proven Excellence.



Dilatometer-Serie DIL 402 *Expedis*[®] *Classic*

Methode, Technik, Applikationen

Analyzing & Testing



Dilatometrie

Jedes NETZSCH-Dilatometer liefert exakte Informationen über die Ausdehnung oder Schrumpfung von Materialien während einer thermischen Behandlung. Sie geben Einblicke in das Verhalten von Keramiken, Gläsern und Baumaterialien. Besonders die Kenntnis des Binderausbrands während des Brennvorgangs, des Sinterverhaltens und des Einflusses von Additiven im Sinterprozess spielt bei der Herstellung keramischer Erzeugnisse eine wichtige Rolle. Ebenso setzt die Entwicklung von Glasuren, z.B. für Porzellanprodukte, die genaue Kenntnis von Dimensionsänderungen der am Brennprozess beteiligten Materialien voraus.

Änderungen in der Glaszusammensetzung können schnell und einfach über die Messung von Ausdehnungskoeffizienten oder die Bestimmung der Glasübergangstemperatur erhalten werden. Bei unterschiedlichen, sich im Einbauzustand berührenden Gläsern ist eine Anpassung der thermischen Ausdehnung erforderlich, um Spannungen und mögliche Rissbildungen zu vermeiden.

Feuchtigkeit und Phasenübergänge beeinflussen das Ausdehnungs- und Schrumpfungsverhalten von Baumaterialien, wie z.B. Beton. Diese haben maßgebliche Auswirkungen auf die statische Zuverlässigkeit und Lebensdauer der Systeme, in denen sie eingesetzt werden.

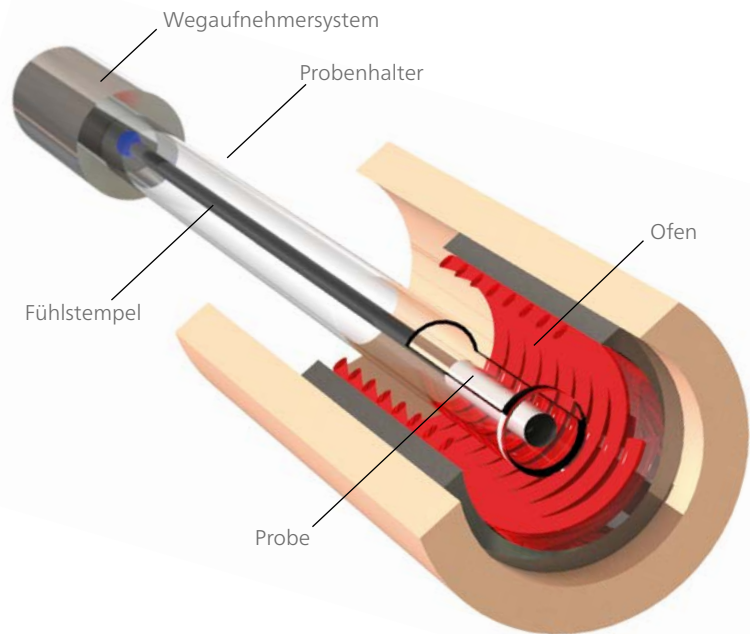
Mittels Dilatometrie lassen sich Untersuchungen von Dimensionsänderungen wie Ausdehnung, Schrumpfung einschließlich Volumenänderungen realisieren. Diese Methode wird bereits seit Jahrzehnten erfolgreich an Industrie- und Forschungszentren eingesetzt. Alle NETZSCH-Dilatometer basieren z.B. auf DIN EN 821, DIN 51045, ASTM E831, ASTM E228.

Die Methode zur Messung von Dimensionsänderungen

Die Schubstangendilatometrie ist eine Methode zur Bestimmung von Dimensionsänderungen in Abhängigkeit von der Temperatur oder Zeit, während die Probe einem kontrollierten Temperaturprogramm unterworfen wird. Die relative Längenänderung geteilt durch die Temperaturänderung wird als Ausdehnungskoeffizient (α) des Materials bezeichnet.

$$\alpha = \frac{1}{L_0} \left(\frac{\Delta l}{\Delta T} \right)$$

α Ausdehnungskoeffizient
 L_0 Ausgangsprobenlänge
 ΔT Temperaturänderung
 Δl Längenänderung



Zur Vorbereitung einer Dilatometermessung wird typischerweise eine einige cm lange stabförmige Probe in den Probenhalter eingelegt und in Kontakt mit dem Fühlstempel gebracht. Nach Schließen des Ofens kann das Experiment gestartet werden.

Die thermische Ausdehnung der Probe während der Aufheizung, Abkühlung oder unter isothermen Bedingungen wird vom Längenmesssystem, das mit dem Fühlstempel verbunden ist, detektiert.

Informationen aus DIL-Messungen:

- Lineare thermische Ausdehnung
- Thermischer Ausdehnungskoeffizient (CTE)
- Volumenausdehnung
- Schrumpfung und Schrumpfstufe
- Erweichungspunkt
- Glasübergangstemperatur
- Phasenumwandlung
- Sintertemperatur und -stufe
- Dichteänderung
- Einfluss von Additiven und Rohstoffen
- Zersetzungstemperatur, z.B. von organischen Bindemitteln
- Anisotropie
- Optimierung von Brennprozessen
- Kalorische Effekte mittels c-DTA®

Anwenderoptimierte Arbeitsumgebung

BENUTZER- FREUNDLICHKEIT

Bereits die Vorbereitung der Messung ist wesentlich vereinfacht, da sich methodenbasierte Testroutinen durch den Anwender vordefinieren lassen. *MultiTouch* bringt die Probe automatisch in die optimale Messposition und die Ausgangsprobenlänge wird bei einer vordefinierten Anpresskraft automatisch bestimmt. Der einfache Ofentausch erfordert kein Vorwissen des Benutzers. Für den Start der Messung benötigt man nur wenige Klicks.



ALL-IN-ONE DESIGN

Das DIL *Expedis*® *Classic* ist als Einzel- oder Doppel-/Differenz-System erhältlich. Bei beiden Versionen beinhaltet das All-in-One-Design alle Hardware-Komponenten, die für genaue Dilatometer-Messungen notwendig sind. Es gibt keine störenden Kabel und ein externer Thermostat wird nicht benötigt.

LANGE LEBENSDAUER

Das *Expedis*® *Classic* unterstützt Ihren reibungslosen Produktionsablauf durch wartungsfreien Betrieb, geringen Messaufwand, lange Lebensdauer sowie vereinfachte und sichere Bedienung. Das optimierte Design des Systems ermöglicht den mühelosen Austausch und verdrehsicheren Einbau des Probenhaltersystems.



BESTE PROBEN- BEDINGUNGEN

Eine definierte Atmosphäre ist häufig Voraussetzung für präzise Messergebnisse. Solche Messbedingungen werden durch den gasdichten Aufbau und das integrierte Gasflusssystem realisiert. Die Gase können durch die Messzelle und die Probenkammer geleitet werden. Die an die Messmimik angepasste Isolierung der Probenkammer reduziert Einflüsse von Raumtemperaturschwankungen auf die Messergebnisse.

MODULARES KONSTRUKTIONSDISEIGN
 EINZEL- ODER DOPPELDURCHSATZ
 HOHER PROBENDURCHSATZ
 FLEXIBILITÄT
 SCHNELLER START DER MESSUNG
 GROBER TEMPERATURBEREICH
 ROHRPROBENHALTER
 STABPROBENHALTER
 OFENVIELFALT
 AUSTAUSCHBARE ÖFEN
 DÄMPFUNG DER OFENFÜHRUNG
 ROBUST
 NANO EYE
 AUTOMATISCHE BESTIMMUNG
 DER PROBELN LÄNGEN
 PERFEKTE LINEARITÄT
**BENUTZER-
FREUNDLICH**
 HOHE AUFLÖSUNG
**ALL-IN-ONE
DESIGN**
 KONSTANTE AUFLÖSUNG
MULTITOUCH
 GERINGE BETRIEBSKOSTEN
 HOHE REPRODUZIERBARKEIT
WARTUNGSFREI
 HOHE PRÄZISION
 VARIABLE ANPRESSKRAFT
GASDICHT
 FRAGILE PROBEN
 WEICHE PROBEN
 INNOVATIVE KRAFTREGELUNG
 ISOLIERTE MESSZELLE
 KEIN KÜHLTHERMOSTAT
 PRÄZISE ANPRESSKRAFT
 VERSTELLBARES THERMOELEMENT
 LANGZEIT-MESSUNGEN
 ANSPRUCHSVOLLE APPLIKATIONEN
 DEFINIERTE ATMOSPHÄRE
 SCHNELLER & EINFACHER DREH-
 ROBUSTE PROBENHALTER
 EINFACHER PROBEINLEGE-
 EINFACHE PROBEENTNAHME

Dilatometrie neu definiert

GEREGELTE ANPRESSKRAFT

Die geregelte Anpresskraft erlaubt dem Benutzer die Messung kleiner, weicher oder fragiler Proben ohne Bruchgefahr und verhindert jegliche nicht reproduzierbare Deformation. Die Anpresskraft bleibt über die gesamte Messung konstant, unabhängig von der Ausdehnung oder Schrumpfung der Probe. Gleitreibung/Rollwiderstand sowie Haft-Gleit-Effekte usw. werden dadurch im Messsystem vermieden.





TEMPERATUR- MESSUNG AUF DEN PUNKT GEBRACHT

Das Thermoelement lässt sich leicht in seiner Längsposition verstellen und kann somit bei variablen Probenlängen schnell in die richtige Position geführt werden.



NanoEye BEOBACHTET IHRE PROBE

Das neue wegweisende *NanoEye* Messsystem besteht durch perfekte Linearität bei maximaler Auflösung über den gesamten Messbereich.

NanoEye, das Herzstück der *Expedis*® Geräte-Serie, basiert auf dem Zusammenspiel eines opto-elektronischen Messsensors und eines Aktuators, der definierte Anpresskräfte erzeugt. Ein solcher Messsensor garantiert, dass Auflösung, Genauigkeit und Linearität über den gesamten Mess- und Temperaturbereich stabil bleiben. Zudem wird mit *NanoEye* die Probenlänge automatisch im System mit einer definierten Anpresskraft gemessen.

Proteus[®]-Software

Best Practice für Messung und Auswertung

Die einzigartige Proteus[®]-Dilatometer-Software bietet alles, was sich Anwender schon immer gewünscht haben: Anhand der Messkurven lassen sich zuverlässige Ergebnisse einfach und schnell ermitteln. Die Software bietet dabei eine große Auswahl an Funktionen bei gleichzeitig übersichtlicher Benutzeroberfläche. Sie ist intuitiv und leicht bedienbar.

Weitere Optionen, die selbst den erfahrensten Anwender beeindrucken, sind besonders die *Density Determination*, das patentierte *c-DTA*[®], das ratenkontrollierte Sintern und das neue, innovative Software-Feature *Identify*.

Spezielle Eigenschaften der Proteus[®]-Software für das DIL 402 Expedis[®] Classic auf einen Blick

Softwaregesteuerte Kraftregelung
(konstante Anpresskraft)

Density Determination^{*}

c-DTA[®] ^{*} zur Temperaturkalibrierung oder Bestimmung
kalorischer Effekte

RCS^{*} ratenkontrolliertes Sintern

Identify^{*} Identifizierung unbekannter $\Delta L/L_0$ -Kurven
durch Datenbankvergleich

Advanced Software (für eine weiterführende Auswertung der Messdaten)

Kinetics Neo^{*}

PeakSeparation^{*} (verwendet die 1. Ableitung)

^{*} optional

Density Determination

Diese Programmerweiterung erlaubt die Bestimmung der Volumenausdehnung und Dichteänderung von Proben unterschiedlicher Konsistenz, d.h. von Festkörpern, viskosen Materialien wie Pasten, Flüssigkeiten oder sogar Metallen in den schmelzflüssigen Bereich.

Patentierte^{**} *c-DTA*[®]

Das *c-DTA*[®]-Signal ermöglicht die simultane Analyse von Längenänderungen sowie endothermen/exothermen Effekten und kann zur Temperaturkalibrierung herangezogen werden.

^{**} DE102013100686

Identify

Integrierte Kompetenz für thermische Analyse

Die innovative Software-Erweiterung *Identify* zur Identifizierung von Materialien und Interpretation von DIL-Messungen beinhaltet mehrere NETZSCH-Bibliotheken mit Hunderten von Einträgen aus den Bereichen Keramik, Anorganik, Metalle, Legierungen, Polymere und Organik. Zusätzlich lassen sich benutzerspezifische Bibliotheken erstellen, die mit anderen Anwendern innerhalb eines Computer-Netzwerks geteilt werden können. *Identify* erlaubt die Identifizierung unbekannter Proben anhand der Absolutwerte der relativen Längenänderung sowie der Steigung oder der Form der Messkurve. Dies eröffnet unter anderem die Möglichkeit, bekannte Proben mit einer Vielzahl anderer Proben zu vergleichen, um somit eine Aussage über prinzipielles Materialverhalten treffen zu können. Alle eigenen Messungen können in einer umfangreichen Datenbank gespeichert werden und stehen somit zur Identifizierung oder für einen Qualitätsvergleich mit künftigen Messungen zur Verfügung.

Identify liefert alle Informationen mit einem einzigen Mausklick

Identifizierung

unbekannter Messkurven

Qualitätskontrolle

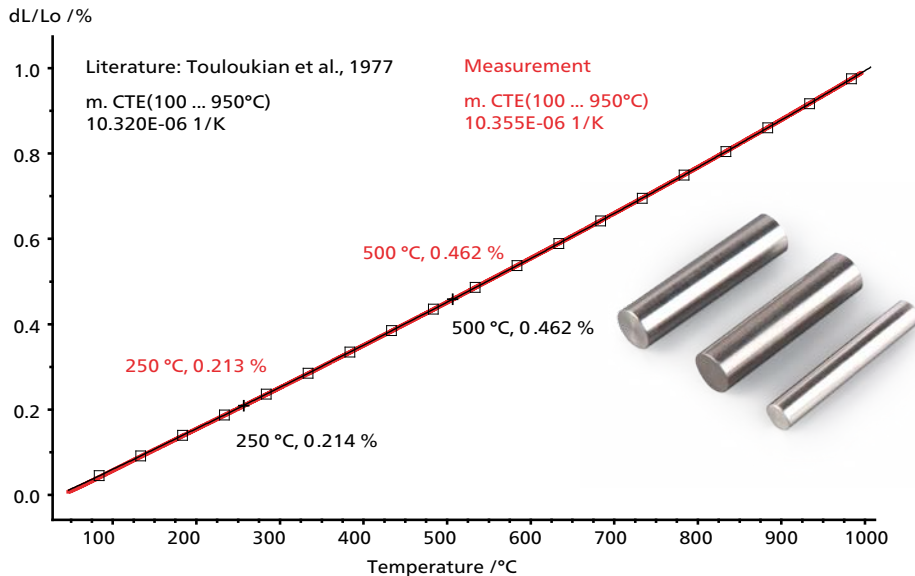
durch Vergleich der aktuellen Messung mit ausgewählten Datenbankeinträgen

Archivierungsfunktion

für vorhandene und neue Messungen



Leistungsfähigkeit und Applikationen



Platinmessung im Vergleich zu Literaturwerten. Messbedingungen: Heizrate 5 K/min, dynamische Stickstoffatmosphäre (20 ml/min).

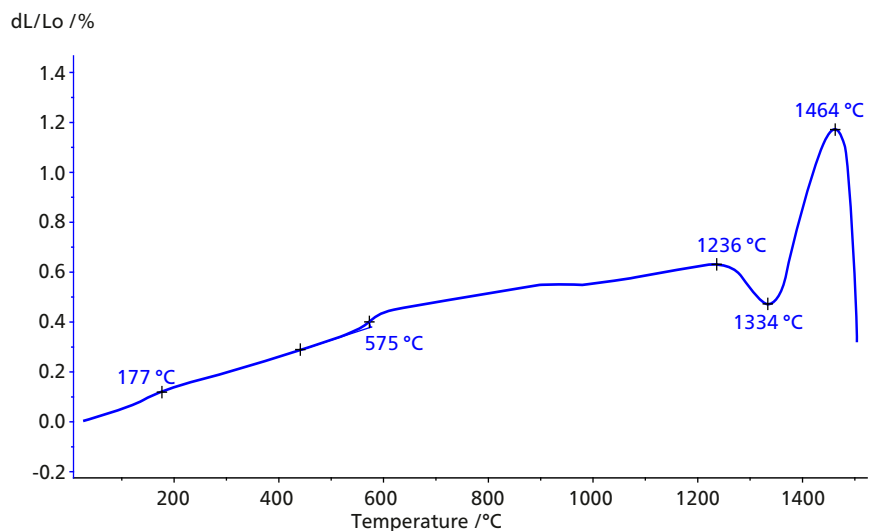
Hohe Genauigkeit

Dieser Plot zeigt die Messung (rote Kurve) an einem Referenzmaterial aus Platin zwischen Raumtemperatur und 990 °C. Die schwarze Kurve entspricht den Literaturwerten. Die Abweichung des bestimmten CTE-Mittelwertes zwischen 100 °C und 950 °C beträgt weniger als $4 \cdot 10^{-8}$ 1/K im Vergleich zu den Literaturdaten [1]. Die Software beinhaltet bereits Ausdehnungsdaten handelsüblicher Referenzmaterialien. Diese Tabellen können für Vergleichszwecke als Kurven in das Auswertfenster der *Proteus*®-Software zur grafischen Veranschaulichung der Genauigkeit geladen werden.

[1] Thermophysical Properties of Matter, Touloukian et al. (1977) Vol. 12

Ausdehnungsverhalten eines Feuerfestmaterials

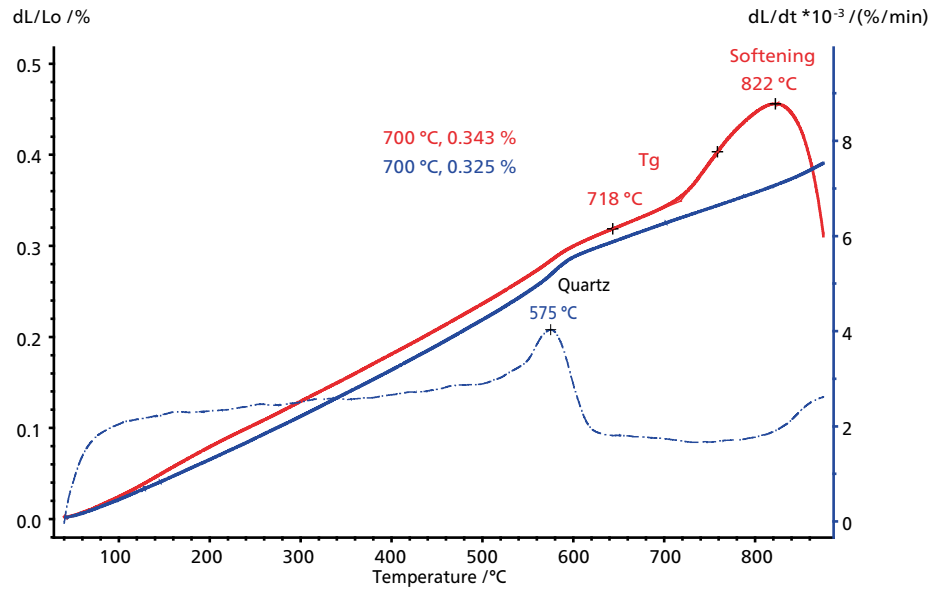
Wichtigstes Kriterium bei der Beurteilung von Feuerfestmaterialien hinsichtlich ihrer Temperaturwechselbeständigkeit ist deren thermische Ausdehnung zusammen mit der Hochtemperaturbeständigkeit. Hier ist die thermische Ausdehnung eines solchen Materials gezeigt. Eine Phasenumwandlung des im Feuerfestmaterial enthaltenen Tridymits wurde bei 177 °C detektiert. Dieser Umwandlung folgt die α - β -Umwandlung des freien Quarzes bei 575 °C (Onsettemperatur). Zwischen 1230 °C und 1334 °C kann eine weitere Phasenumwandlung beobachtet werden. Nach einer kurzen Ausdehnungsstufe beginnt das Material bei einer Peaktemperatur von 1464 °C zu erweichen.



Phasenumwandlungen und Erweichen eines Feuerfestmaterials zwischen Raumtemperatur und 1500 °C. Messbedingungen: Heizrate 5 K/min, Luftatmosphäre.

Spannungen in Glasuren

Passen Scherben und Glasur in ihrem Ausdehnungsverhalten nicht zueinander, kann dies zu Glasurrissen führen, die ein Spinnennetzmuster in der Glasur bilden. Dies kann durch Anpassung des Ausdehnungsverhaltens vermieden werden. Der Plot zeigt die relative Längenänderung der Glasur (rote Kurve) im Vergleich mit der des dazugehörigen Scherbens (blaue Kurve). Bei 700 °C – kurz vor der Glasübergangstemperatur der Glasur bei 718 °C – beträgt der Unterschied in der Ausdehnung 0,02 %. Die Erweichung der Glasur setzt bei 822 °C ein. Die höhere Ausdehnung der Glasur kann zu kritischen Zugspannungen während der Abkühlung führen.



Vergleich der thermischen Ausdehnung einer Glasur (rot) und des Scherbens (blau), auf dem sie aufgebracht werden soll. Die $\alpha \rightarrow \beta$ -Umwandlung von Quarz wurde bei 575 °C detektiert. Die 1. Ableitung der Messung am Scherben wird durch die blau gestrichelte Kurve dargestellt. Messbedingungen: Heizrate 5 K/min, Luftatmosphäre.



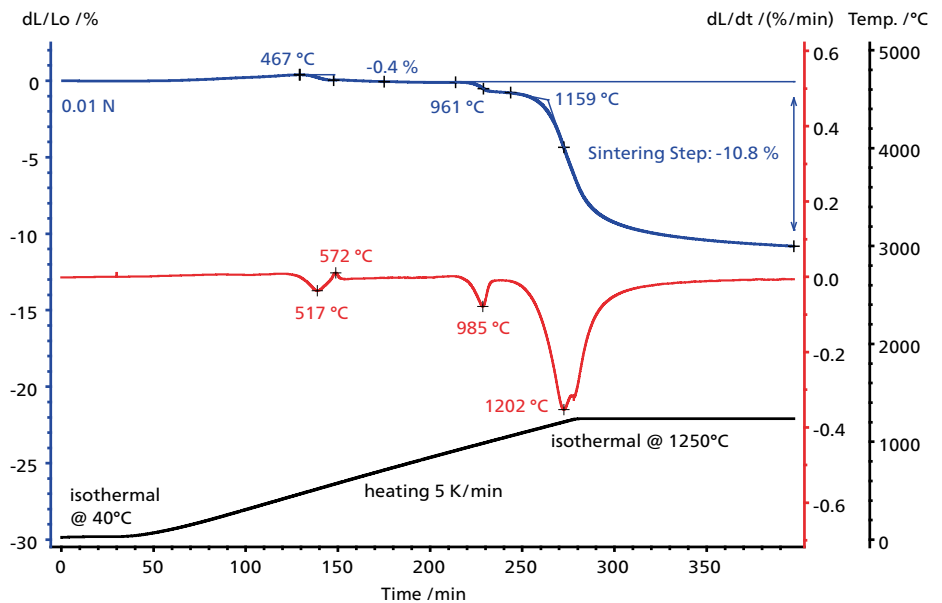
Applikationen

Sinterverhalten von Porzellan

Porzellan ist ein Keramikmaterial unterschiedlicher Zusammensetzung, das jedoch in den meisten Fällen Kaolinit, Feldspat und Quarz enthält. Die Bildung von Glas und Mullit innerhalb des gebrannten Scherbens bei hohen Temperaturen ($>1200\text{ °C}$) ist verantwortlich für die Härte, Festigkeit und Transluzenz des Porzellans.

Während der Aufheizung des Porzellan-Grünkörpers tritt zwischen 450 °C und 570 °C die Dehydratation des Kaolinites auf, was zur Bildung von Metakaolinit führt (Effekt bei 467 °C in der thermischen Ausdehnung (blau), zugehörig zum Peak bei 517 °C in der 1. Ableitung (rot)). Der Temperaturbereich zeigt die Freisetzung von chemisch gebundenem Wasser der Tonkristallstruktur an, die eine Schrumpfung von ca. $0,4\%$ verursacht. Der Peak bei 572 °C in der 1. Ableitung weist auf die $\alpha \rightarrow \beta$ -Umwandlung des Quarzes hin. Ein weiterer Effekt bei 961 °C (blau) steht mit dem Peak bei 985 °C in der 1. Ableitung (rot) in Verbindung. Dieser kann dem strukturellen Zusammenbruch des Metakaolinites und der Bildung von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ [1] zugeschrieben werden. Mit dem vollständigen Schmelzen des Feldspats und der Bildung von Mullit beginnt ein zweistufiges Sintern oberhalb von 1159 °C . Die gesamte Schrumpfung beträgt 10% .

[1] Classic and Advanced Ceramics: From Fundamentals to Applications, Robert B. Heimann, 2010 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

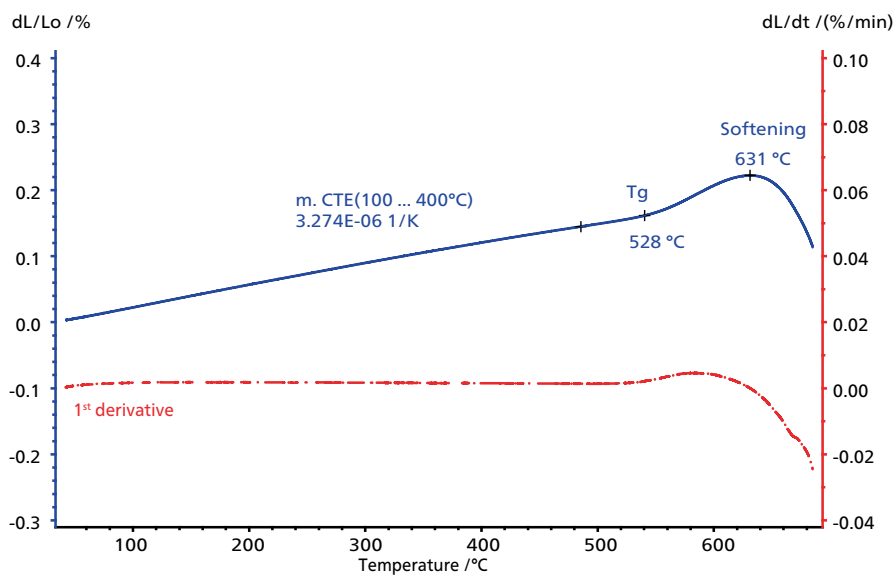


Porzellan-Grünkörper (blaue Kurve: relative Längenänderung; rote Kurve: 1. Ableitung); Messbedingungen: RT bis 1250 °C , Heizrate 5 K/min , dynamische Luftatmosphäre (20 ml/min), Anpresskraft der Schubstage $0,01\text{ N}$



Bestimmung der Qualitätsparameter in der Glasherstellung

Borosilikatglas zeichnet sich durch einen geringen thermischen Ausdehnungskoeffizienten aus, der für eine gute Temperaturwechselbeständigkeit sorgt. Zusätzlich weist dieses Glas ausgezeichnete optische, chemische und mechanische Eigenschaften auf, wodurch sich hochwertige Erzeugnisse wie medizintechnische Implantate sowie Produkte in der Weltraumforschung realisieren lassen. Dieser Plot zeigt die thermische Ausdehnung eines Borosilikatglases zwischen Raumtemperatur und 700 °C. Der Glasübergang wurde bei 528 °C (extrapolierter Onset) bestimmt, die Erweichung setzt bei 631 °C ein.



Thermische Ausdehnungskurve (blaue Kurve) und 1. Ableitung (rote Kurve) eines Borosilikatglases; Messbedingungen: Heizrate 5 K/min, Luftatmosphäre.

Technische Daten

DIL 402 Expedis® Classic	
Design	Schubstangen-Dilatometer, Einzel- oder Doppelsystem
Öfen	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Quarzglas: RT bis 1150°C ▪ SiC: RT bis 1600°C (Ofen für schnelle Kühlung optional erhältlich)
Heizraten	0,001 ... 50 K/min
Kühlsysteme	Luftkompressor oder Verbindungsset (ballistische Kühlung; für optionalen SiC-Ofen für schnelle Kühlung)
Probenhaltersysteme	Austauschbar, aus Quarzglas und Aluminiumoxid, in zwei Versionen <ul style="list-style-type: none"> ▪ Einzelsystem (ein Fühlstempel) ▪ System mit zwei Fühlstempeln im Doppel- oder Differenzmodus ▪ Al₂O₃ Zugprobenhalterung*
Probendimensionen	Max. Probenlänge: 52 mm <ul style="list-style-type: none"> ▪ Ø 12 mm Standard (optional Ø 19 mm max.) ▪ Ø 8 mm im Doppel-Probenhaltersystem
Automatische Detektion der Probenlänge	Ja
Wegaufnehmersystem	<i>NanoEye</i>
Temperaturgenauigkeit	1 K
Temperaturpräzision	0,1 K
Temperatureauflösung	0,001 K
Thermische Stabilität (isotherm)	± 0,02 K
Temperaturkalibrierung	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Längenänderungsmethode durch Verwendung von Referenzmetallen ▪ c-DTA® (optional, inkl. endo-/exotherme Effekte)
Messbereich	± 5000 µm
ΔL Auflösung	2 nm (über den gesamten Messbereich)
ΔL/L ₀ Präzision	0,002 %, absoluter Wert
ΔL/L ₀ Richtigkeit	0,003 %, absoluter Wert
Kraftbereich (an der Probe)	0,01 N ... 3 N (gültig für Druck- und Zugkraft in Abhängigkeit vom Probenhalter)
Kraftauflösung	0,001 mN
Gasatmosphäre	Inert, oxidierend unter statischen oder dynamischen Bedingungen
Gasregelung	1-Weg-, optional 3-Weg-Schalter
Gasdicht	Ja
Software	Windows 7 32/64 bit Professional®, Windows 7 32/64 bit Enterprise®, Windows 7 32/64 bit Ultimate®, Windows 8.1 Pro® und Enterprise®, Windows 10 Pro® und Enterprise®

* Bitte beachten Sie, dass die Zugprobenhalterung Einfluss auf das Rauschverhalten haben kann.



Der Name NETZSCH steht weltweit für umfassende Betreuung und kompetenten, zuverlässigen Service – vor und nach dem Gerätekauf. Unsere qualifizierten Mitarbeiter aus den Bereichen Applikation, Technischer Service und Beratung freuen sich darauf, Ihre Fragen im direkten Gespräch persönlich zu beantworten. In speziellen, auf Sie und Ihre Mitarbeiter zugeschnittenen Trainingsprogrammen lernen Sie, die Möglichkeiten Ihres Gerätes auszuschöpfen.

Zur Erhaltung Ihrer Investition begleitet Sie unser sachverständiges Serviceteam während des gesamten Lebenszyklus' Ihres Analysengerätes.

Expertise in SERVICE

TECHNISCHER SERVICE



Wartung und
Reparatur



Software-
Updates



Austausch-
Service



IQ/OQ-
Dokumente



Kalibrier-
Service



Ersatzteil-
Service



Umzugs-
Service

SCHULUNG



Individualschulung/
Grundlagenseminare

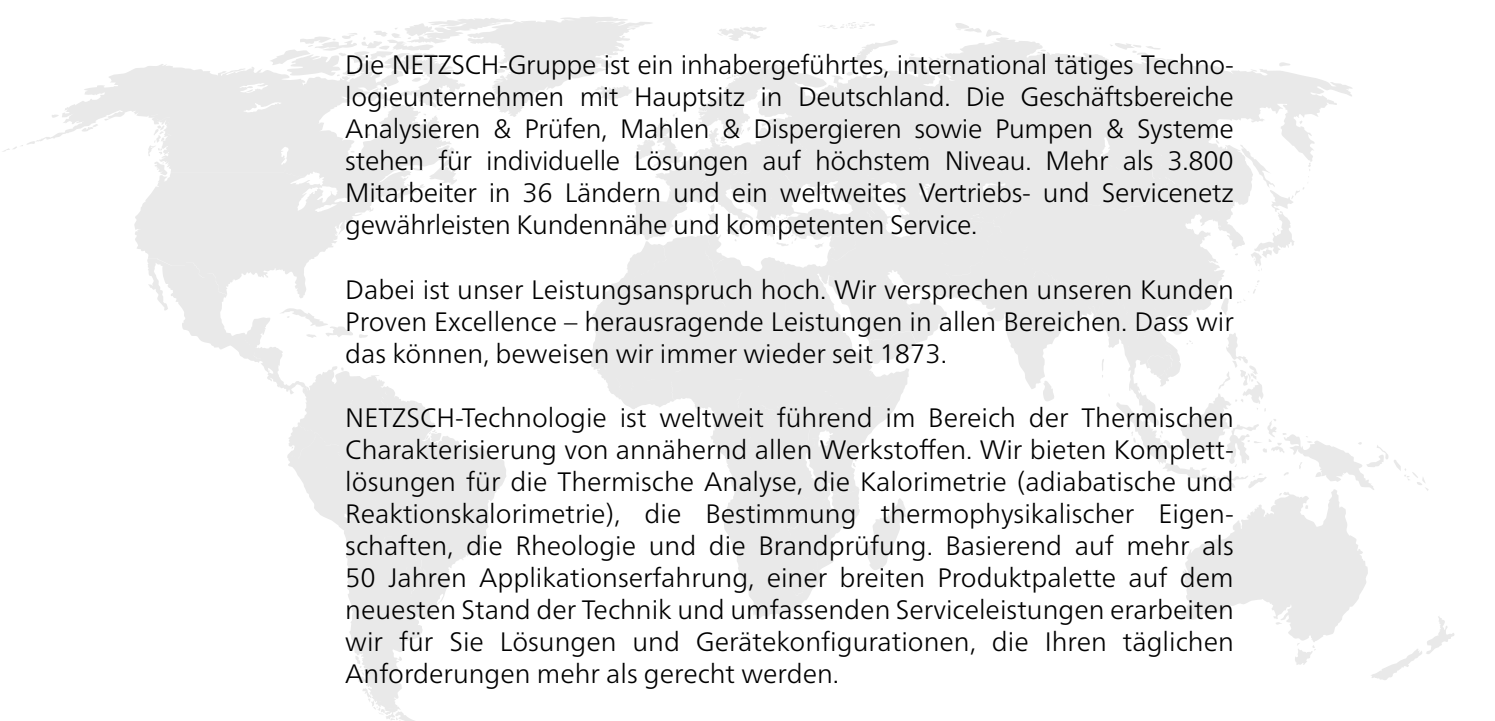


Individualschulung
und Anwenderseminare

LABOR



Applikationsservice
und Auftragsmessungen



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 3.800 Mitarbeiter in 36 Ländern und ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleisten Kundennähe und kompetenten Service.

Dabei ist unser Leistungsanspruch hoch. Wir versprechen unseren Kunden Proven Excellence – herausragende Leistungen in allen Bereichen. Dass wir das können, beweisen wir immer wieder seit 1873.

NETZSCH-Technologie ist weltweit führend im Bereich der Thermischen Charakterisierung von annähernd allen Werkstoffen. Wir bieten Komplettlösungen für die Thermische Analyse, die Kalorimetrie (adiabatische und Reaktionskalorimetrie), die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften, die Rheologie und die Brandprüfung. 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.

Proven Excellence.

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

Prager
Elektronik

Traunstraße 21, A-2120 Wolkersdorf
T: +43 2245 6725 F: +43 2245 559633
office@prager-elektronik.at
www.prager-elektronik.at

NETZSCH®

www.netsch.com