

**NETZSCH**



# 热膨胀仪系列

## DIL 402 Expedis Classic

方法，技术，应用



# Dilatometry

耐驰热膨胀仪可以精确测量各种材料（如陶瓷、玻璃与建筑材料）在热处理过程中的膨胀、收缩信息。特别是陶瓷材料，在生产过程中粘合剂的烧失、烧结行为及烧结过程中添加剂的影响都可以通过热膨胀仪测得。热膨胀仪还可以用于釉料的研究，例如瓷器在烧制过程中就需要精确掌握釉料的热膨胀匹配。

通过测试热膨胀系数与玻璃化转变温度，可以快速便捷地了解玻璃的变化。在很多情况下，确保相互接触的不同玻璃的热膨胀行为相近非常重要，可以避免应力集中与开裂。

水分含量和相变都会影响建筑材料的膨胀与收缩行为，例如混凝土的膨胀特性会显著影响建筑的静态稳定性与使用年限。

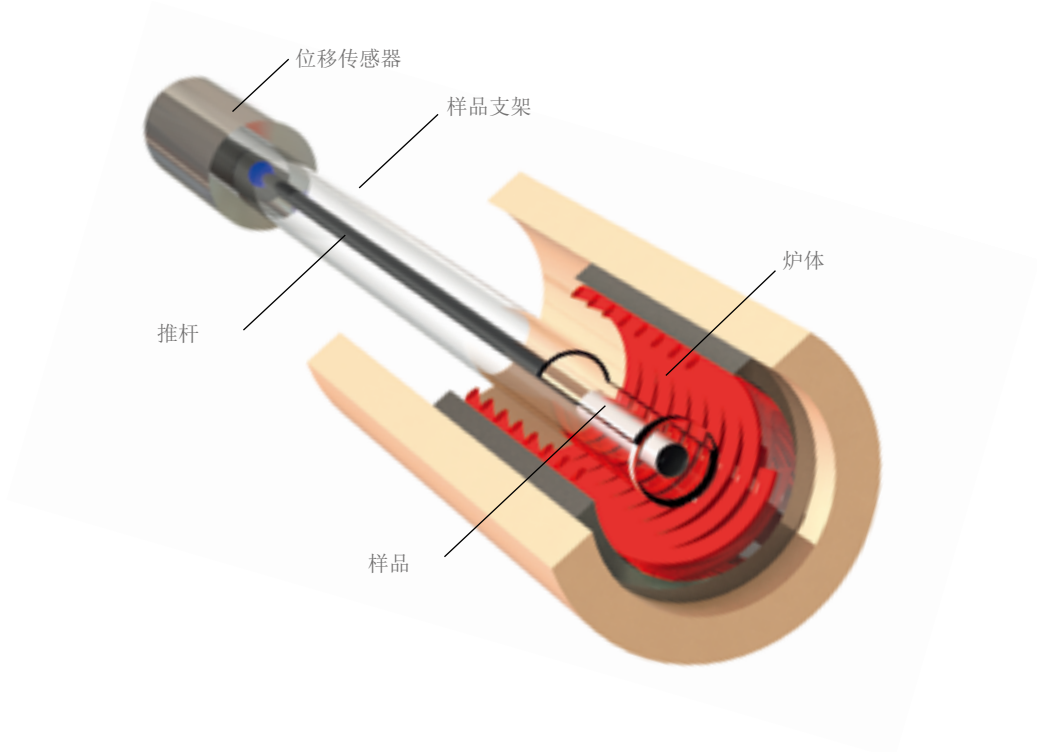
热膨胀仪能够得到样品尺寸的变化信息，如膨胀、收缩和体积变化。几十年来，这种方法广泛应用于工业领域及研究机构。耐驰所有的热膨胀仪都满足各种相关的国际标准，例如DIN EN 821，DIN 51045，ASTM E831，ASTM E228等。

# 测定尺寸变化的方法

推杆式热膨胀仪可以测量在设定的温度程序下，样品尺寸随时间或温度的变化。长度变化除以温度变化可以得到材料的膨胀系数：

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

$\alpha$  膨胀系数  
 $L_0$  初始样品长度  
 $\Delta T$  温度变化  
 $\Delta l$  长度变化



热膨胀仪测试的样品，一般为圆柱状，长度为数厘米。将样品放入支架里与推杆接触，关闭炉子后即可开始测试。

样品在升温、降温或恒温条件下的尺寸变化，通过与样品接触的推杆传递到位移传感器。

通过DIL测量可得到如下信息：

- 线性热膨胀
- 热膨胀系数（CTE）
- 体膨胀
- 收缩台阶
- 软化点
- 吸湿膨胀
- 玻璃化转变温度
- 相转变
- 烧结温度与台阶
- 密度变化
- 添加剂与原料的影响
- 各向异性行为
- 烧结过程的优化
- 通过c-DTA®得到热效应
- 速率控制烧结（RCS）
- 热动力学

# 优化的操作环境

## 操作简便

新款热膨胀仪在操作便捷性方面有很多创新。首先，使用者可建立测量方法，由此大大简化例行测样流程；其次，仪器独特的MultiTouch功能可提高样品与推杆的接触稳定性；第三，在预设定的接触力下，可自动测量样品的初始长度。只需几次点击操作，便能开始测试。炉体的更换也十分简单，无需专门的训练。

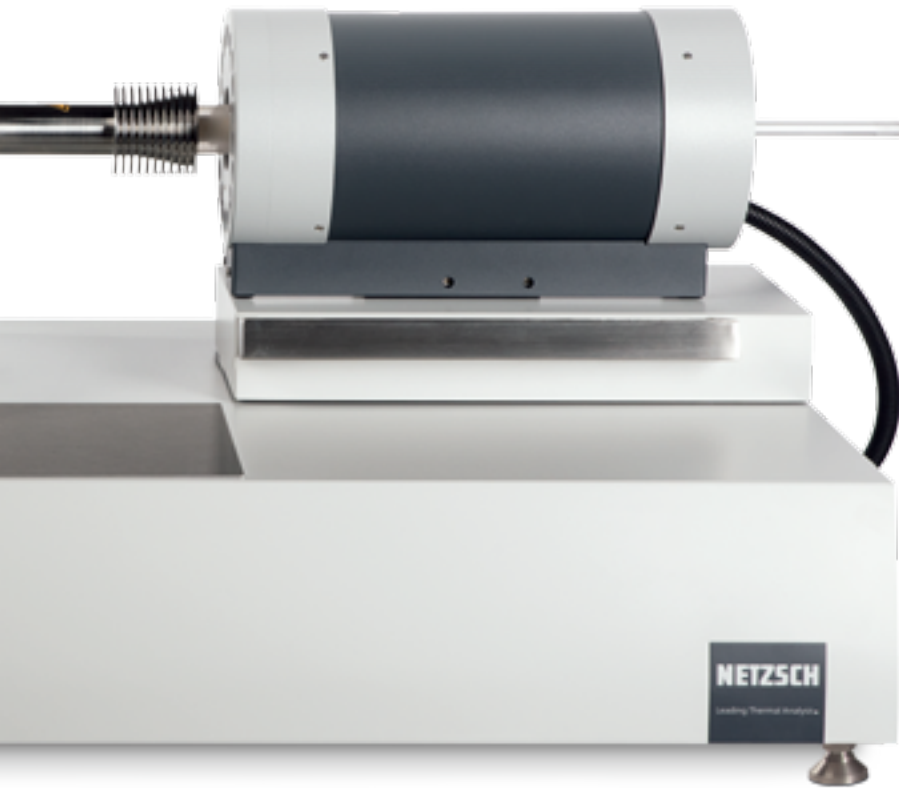
## 设计紧凑

DIL 402 Expedit Classic既可配备为单样品系统，也可配备为双样品/差动（differential）系统。仪器为一体化设计，主机集成了精确测量热膨胀所需的所有硬件。既没有多余的外部电缆，也不需要额外的冷却水浴。

## 使用寿命长

DIL 402 Expedit Classic操作安全简便，免维护，使用寿命长。系统独特的设计使得样品支架更换十分简便，避免了损坏支架的风险。





## 最佳样品 测试条件

良好的气流条件和温度均匀性是得到精确结果的重要条件。DIL 402 Expedis Classic通过气密性设计和集成的气体流量装置实现最佳的测试条件。此外，样品室良好的隔热避免了外界温度波动对结果的影响。

MODULAR CONFIGURATION  
SINGLE OR DOUBLE DILATATION  
HIGH SAMPLE THROUGHPUT  
FLEXIBILITY  
FAST START OF MEASUREMENT  
WIDE TEMPERATURE RANGE  
TUBE TYPE SAMPLE HOLDERS  
ROD TYPE SAMPLE HOLDERS  
FURNACE VARIETY  
EXCHANGEABLE FURNACES  
CUSHIONING OF THE FURNACE  
ROBUST  
NANO EYE  
AUTOMATIC SAMPLE  
LENGTH DETERMINATION  
PERFECT LINEARITY  
**EASE OF USE**  
HIGH RESOLUTION  
**ALL-IN-ONE  
DESIGN**  
CONSTANT RESOLUTION  
**MULTITOUCH**  
LOW COST OF OPERATION  
HIGH REPRODUCIBILITY  
**MAINTENANCE  
FREE**  
HIGH PRECISION  
VARIABLE CONTACT FORCE  
**GAS-TIGHT**  
FRAGILE SAMPLES  
SOFT SAMPLES  
INNOVATIVE FORCE CONTROL  
INSULATED  
MEASUREMENT CELL  
NO CHILLER  
PRECISE CONTACT FORCE  
SLIDING THERMOCOUPLE  
LONG-TERM MEASUREMENTS  
DEMANDING APPLICATIONS  
FAST & EASY TO USE  
SOLID & EASY TO MAINTAIN

# 创新的热膨胀测量

## 接触力控制

精确的接触力控制使得操作者能够测试小尺寸、精细、脆弱的样品或是泡沫样品，且保证样品不被破坏或发生不可恢复的形变。无论样品膨胀还是收缩，在整个测试过程中都可保持恒定的接触力。这个测量系统可以有效避免滑动、滚动摩擦以及粘滞效应。





## 准确测量 样品温度

热电偶位置可调，以适应不同长度的样品。通过导杆可以调节热电偶的位置，使其能够移动到指定位置，无需弯曲。



## NanoEye - 精确测量 样品形变

创新的Nanoeye位移传感系统使得仪器在全量程范围内都具有完美的线性度和最高的分辨率，这在之前是无法实现的。Nanoeye的核心是光电传感器，它能够精确感测样品长度变化并转化为数字信号。线性编码器的优点是分辨率、精度和线性度在测量全程以及全温度范围内都能保持恒定。此外，Nanoeye稳定性高，无需特殊维护。

此外，Nanoeye稳定性高，无需特殊维护。

# Proteus® 软件-最佳的测试分析软件

独特的Proteus® 7软件提供了用户所需的一切：运行流畅，结果可靠，响应快捷，操作简便。不仅具有丰富功能，而且用户界面清晰、直观、易学。

但这还不是全部。无论是新手还是有经验的操作者，都会被软件的特殊选配功能打动，例如密度测量，c-DTA®专利技术，速率控制烧结，以及创新性的谱图检索识别功能Identify。

## DIL 402 Expedis Proteus® 软件特殊功能一览

软件控制接触力的调整  
(包括：恒定力，线性变化力，步阶变化力)

密度测量 \*

c-DTA® \* 用于温度校正和检测热效应的功能

RCS \* 速率控制烧结

Identify \* 通过数据库对比识别未知的 $\Delta L/L_0$ 曲线

## 高级软件 (对测量数据的扩展分析)

动力学软件 \*

峰分离软件 \* (用于处理一阶微分信号)

\* 选配

### 密度测量

这一功能可以测量样品密度的连续变化，应用于固体、粘稠材料（如涂料）、液体、熔体，以及各向同性材料的体膨胀。

### c-DTA® 专利技术

在分析长度变化的同时，c-DTA®信号能够得到样品的吸放热效应，同时也能用于温度校正。

\* DE102013100686



# 曲线识别-热分析专家系统

Identify是业界独创的DIL曲线识别技术，包含检索软件以及耐驰多个数据库中成百上千的测试数据，涉及陶瓷、无机、金属、合金、高分子及有机物领域。除了耐驰提供的数据库，客户也可自行创建特定的数据库，通过网络与其他用户共享。

利用曲线识别技术，从测试曲线的绝对膨胀量、形状及斜率可以对未知样品进行鉴定分析。也可将某个已知样品作为标准，一批未知样品与其进行比较并评估，以进行质量控制。最后，所有的测试数据都可存储在一个庞大的数据库中，用于后续的样品鉴别或质量控制。

## 只需轻轻一击，Identify便能提供所需信息

### 识别

未知的测量曲线

### 质量控制

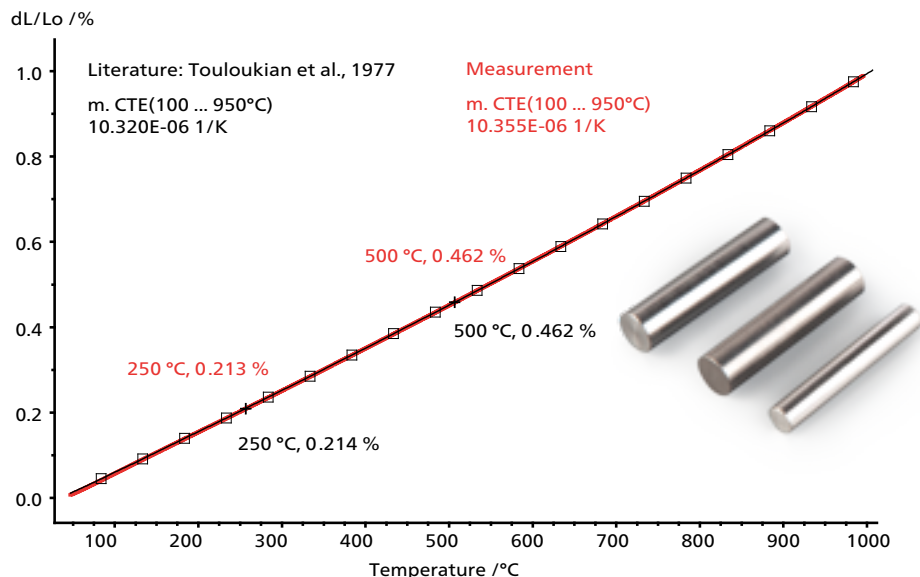
测试曲线和所选数据库曲线的对比

### 归档功能

添加当前测试曲线至已有数据库



# 应用



Pt理论值与实际测量值的比对。测量条件：升温速率5K/min，动态N<sub>2</sub>气氛（20ml/min）。

## 高精度

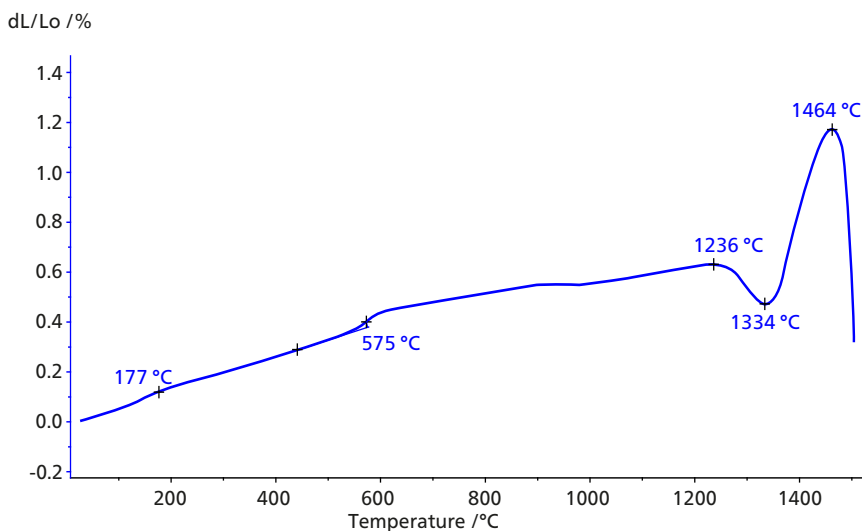
红色曲线为室温到990°C间Pt标样的测量曲线，测量条件：升温速率5K/min，动态N<sub>2</sub>气氛（20ml/min）。黑色曲线为文献数据，在100-950°C间的CTE值与文献数据相比偏差小于4E-8 1/K [1]。软件中包含常用标样材料的膨胀数据，为方便比较，这些数据可以曲线的形式载入DIL分析软件中，并可以在图中标注精度。

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

## 耐火材料的膨胀行为

评估耐火材料抗热冲击性的一个重要标准就是热膨胀及耐高温性。

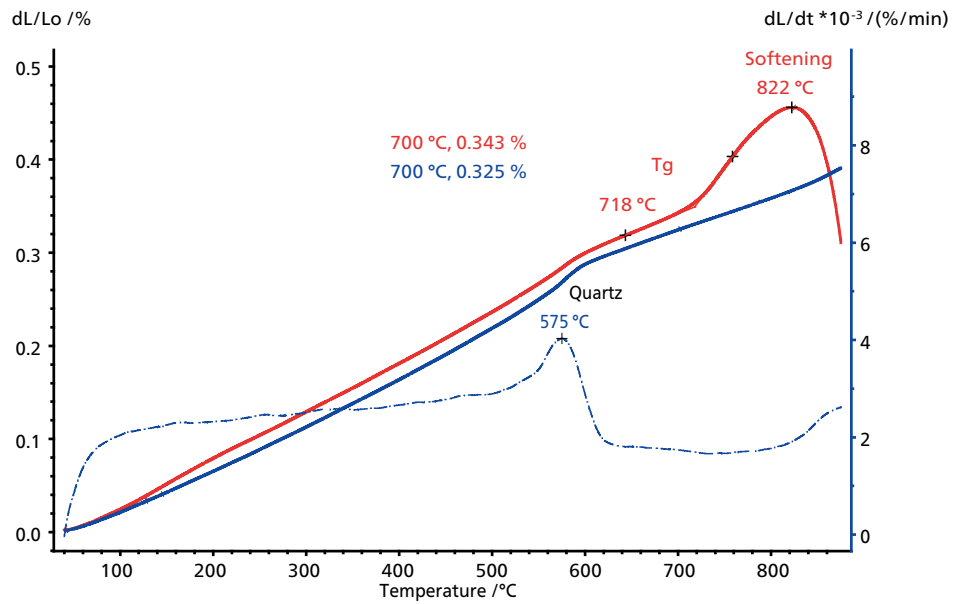
图中显示的是此类材料的热膨胀曲线，177°C为鳞石英组分的相转变温度，其后575°C（起始点温度）是游离石英的α-β转变，还有一个相转变在1230-1334°C之间，之后有一个短暂的膨胀过程，材料在1464°C（峰值）开始软化。



样品室温到1500°C间发生的相变与软化。测量条件：升温速率5K/min，空气气氛。

## 膨胀匹配度测试

釉料与基体的匹配性差是造成开裂（蛛网式的裂缝布满釉面）的主要原因，对于热膨胀匹配性差引起的开裂，可以通过调整釉料和基体的热膨胀行为来预防。图中显示的是基体（蓝色曲线）与釉料（红色曲线）的热膨胀曲线对比，在700°C（略低于釉料的玻璃化转变温度718°C）时两者膨胀系数的差异为0.02%。釉料的软化发生在822°C。由于釉料的膨胀系数高于基体，冷却过程中会产生表面张力（与膨胀成比例），导致开裂。



釉料和基体的膨胀曲线对比，一阶微分曲线（蓝色点画线）上的峰值温度575°C为石英α-β转变。测量条件：升温速率5K/min，空气气氛。



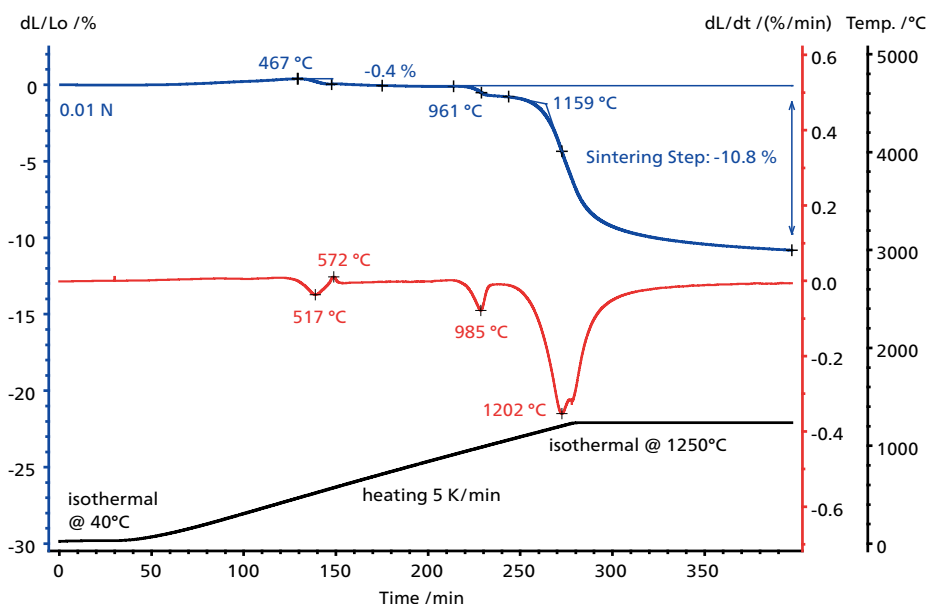
# 应用

## 了解烧结行为

瓷器主要由高岭土、长石和石英等成分组成。烧结坯体在高温下 (>1200°C) 形成的玻璃相和莫来石相会影响瓷器的韧性、强度和透明度。

瓷器生坯加热过程中，高岭土在450°C至570°C之间脱水，生成偏高岭土（对应蓝色热膨胀曲线467°C峰值温度和红色一阶微分曲线的517°C峰值温度）；在这个温度范围内，由于羟基脱水导致样品收缩了约0.4%。一阶微分曲线（红色曲线）上572°C的峰为石英 $\alpha$ 晶型 $\rightarrow$  $\beta$ 晶型的转变。蓝色热膨胀曲线961°C的峰和红色一阶微分曲线上985°C的峰，对应为偏高岭土的结构坍塌和 $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的形成[1]。随着长石的完全熔化和莫来石的形成，从1159°C开始两步烧结收缩，总收缩量为10.8%。

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

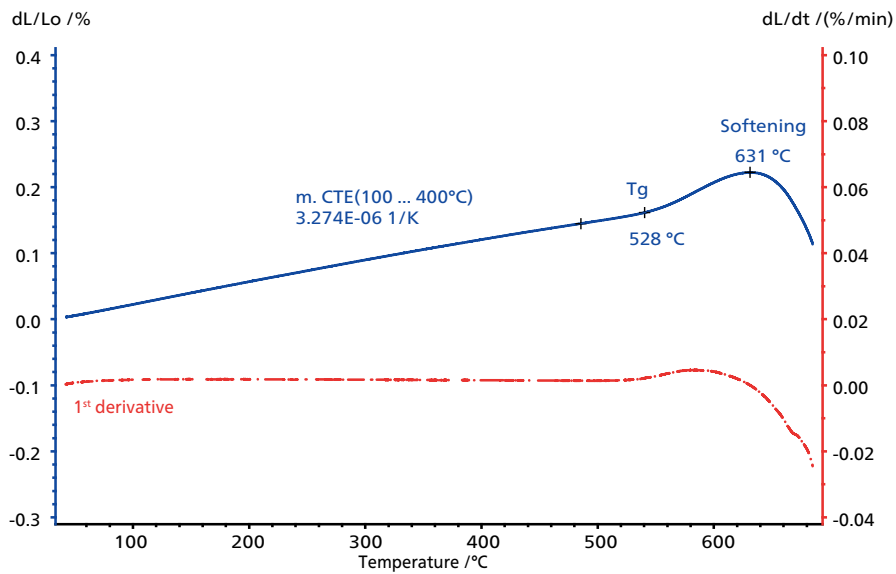


陶瓷生坯在空气气氛下 (20ml/min)，以5K/min的速率从室温升至1250°C，推杆接触力为0.01N。



## 玻璃生产过程中质量参数的确定

硅酸硼盐玻璃具有较低膨胀系数，因此耐热冲击性能良好。此外，这种玻璃制品还具有优异的光学、化学和机械性能，能够应用在植入式医疗器械和太空探索等对产品具有较高要求的领域。下图显示了硅酸硼盐玻璃在室温至700°C之间的热膨胀过程。528°C时（外推起始点）样品发生玻璃化转变，软化则发生在631°C。



硼硅酸盐玻璃的热膨胀曲线和一阶微分曲线。测试条件：空气气氛，5K/min升温速率。

# 主要技术参数

DIL 402 Expedis Classic	
原理	推杆式膨胀仪
炉体	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 熔融石英: RT ... 1150 °C</li> <li>• SiC: RT ... 1600 °C (可选快速冷却附件)</li> </ul>
升温速率	0.001 ... 50 K/min
冷却系统	空气压缩机或连接装置 (仅用于带冷却附件的SiC炉体)
样品支架系统	可更换, 熔融石英和氧化铝材质 <ul style="list-style-type: none"> <li>• 单样品支架系统</li> <li>• 双样品支架/差动系统</li> </ul>
样品尺寸	原始长度: 0 ... 52 mm <ul style="list-style-type: none"> <li>• 标准直径: 最大Ø 12 mm (可选最大直径 Ø 19 mm)</li> <li>• 双样品支架系统最大样品直径Ø 8 mm</li> </ul>
位移测量系统	NanoEye
温度精度	0.1 K
温度分辨率	0.001 K
温度稳定性 (恒温)	± 0.02 K
温度校正	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 位移法 (通过金属标样)</li> <li>• c-DTA® (通过吸放热效应)</li> </ul>
测量范围	± 5000 µm
分辨率 (全量程)	2 nm
自动样品长度测量	有
气氛	惰性, 氧化性, 静态或动态
气体控制	1路, 可选3路
气密性	密封
软件	Win 7 32/64位专业版, Win 7 32/64位企业版, Win 7 32/64位旗舰版, Win 8.1专业版和企业版

# 专业服务

在世界各地，耐驰提供全面的技术支持专业可靠的售前和售后服务。同时，我们技术服务与应用部门的员工也会随时提供咨询服务。

在为用户量身定制的培训计划中，您和您的员工将会掌握如何最大限度地开发仪器的潜力。为维护您的利益，在仪器的整个运行周期内都有我们经验丰富的服务团队为您保驾护航。

耐驰公司的热分析应用实验室经验丰富，能够帮助您解决几乎所有的热分析问题。在我们应用实验室的协助下，您将获得高精度的测量结果和深入的数据分析。通过精确表征新材料和组分，您能够在实际开展项目之前最大限度地降低失败的风险，并获得超越竞争对手的决定性优势。对于实际生产中的疑难问题，我们会与您共同分析并制定解决方案。

- 安装和调试
- 培训
- 热线服务
- 预防性维护
- 常规维修服务
- 校准服务
- IQ/OQ
- 现场紧急维修/更换部件
- PC支持诊断
- 邮件报告
- 搬家/更换服务
- 技术咨询
- 备件
- 附件
- 软件升级
- 应用支持
- 仪器回收

