

**NETZSCH**



# 热膨胀仪系列 DIL 402 Expedis Select and Supreme

方法，技术，应用

Leading Thermal Analysis ■

# Dilatometry



# 测定尺寸变化的方法

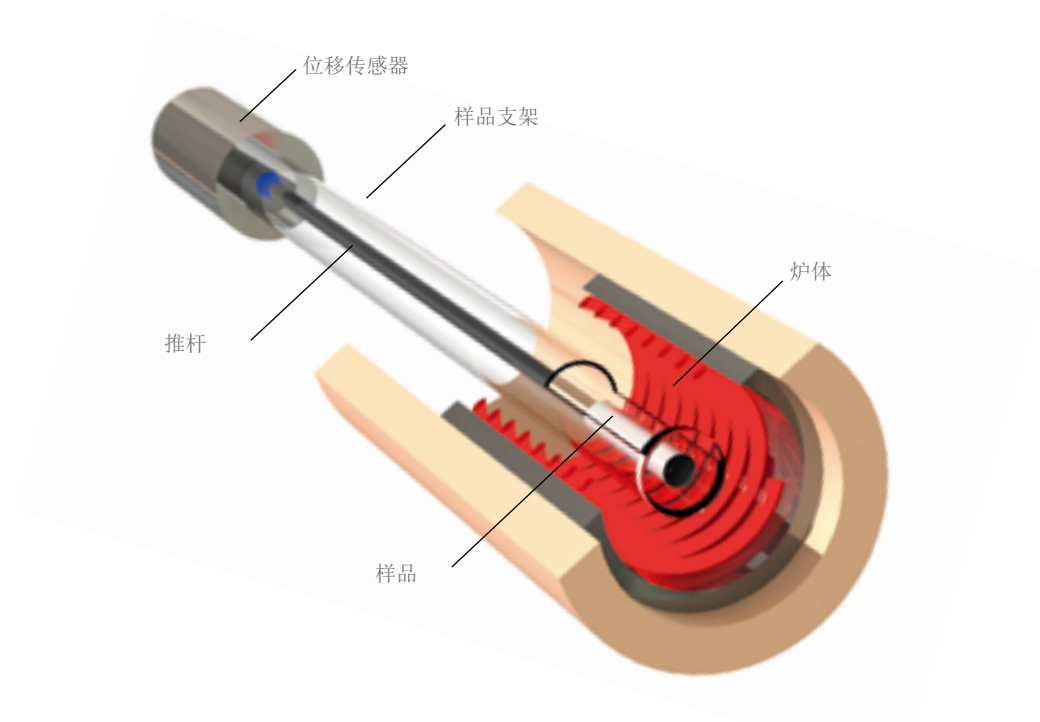
热膨胀法是将样品置于一定的温度程序之中，测量其尺寸的变化过程。引起样品尺寸收缩或伸长的原因，包括常规的热胀冷缩、相变、烧结过程等。

热膨胀法是研究陶瓷、玻璃、金属、复合材料、聚合物以及其他结构材料长度变化过程的首选方法，它可以提供关于样品的热行为、工艺参数或烧结（固化）动力学的相关信息。

热膨胀测试的操作过程是将待测样品放入样品支架中，使其与推杆接触。关闭炉体之后即可开始实验。推杆所连接的位移传感器可测得样品在升温过程中的尺寸变化。

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



# 重新定义热膨胀法

## 最大的灵活性

新款DIL 402 Expedis提供双炉体配置。若配备两个不同的炉体，可使仪器的测试温度范围拓展至-180°C到2000°C。若配备两个同类型炉体，则可大大提高测试效率。

## 创新的 多功能性

新的测试系统拥有宽广的动态量程，软硬样品皆可进行测试。此外，新款仪器还支持调制力模式，这是膨胀仪中前所未有的。





## NANO EYE

### - 最宽广的量程

### 最高的分辨率

耐驰独创的全新技术Nano Eye自反馈光电位移测量系统具有完美的线性度，且在全量程范围内拥有最高分辨率，在同行业内遥遥领先。

仪器型号	分辨率	量程
Select	1 nm	± 10 mm
Supreme	0.1 nm	± 25 mm

## 最优化的设计

DIL 402 Expedis提供宽广可调的接触力范围，因此可测量易碎样品。内置质量流量计，再加上测量元件周围的电子恒温系统，可有效避免周围环境的影响，简化操作，提高测量可靠性。

ALL-IN-ONE DESIGN  
MODULAR CONCEPT  
SINGLE OR DOUBLE DILATOMETER  
HIGH SAMPLE THROUGHPUT  
LOW COST OF OPERATION  
FAST START OF MEASUREMENT  
WIDE TEMPERATURE RANGE  
TUBE TYPE SAMPLE HOLDERS  
ROD TYPE SAMPLE HOLDERS  
FORCE MODULATION  
FURNACE VARIETY  
MOTORIZED FURNACE  
EXCHANGEABLE FURNACES  
ROBUST  
MULTITOUCH  
**NANO EYE**  
HIGHEST RESOLUTION  
PERFECT LINEARITY  
CONSTANT RESOLUTION  
**USER-OPTIMIZED DESIGN**  
EASE OF USE  
INNOVATIVE FORCE CONTROL  
HIGHEST PRECISION  
**FLEXIBILITY**  
VARIABLE CONTACT FORCE  
FRAGILE SAMPLES  
HIGHEST REPRODUCIBILITY  
**UTMOST VERSATILITY**  
AUTOMATIC LENGTH  
DETERMINATION  
SOFT SAMPLES  
CUSHIONING OF THE FURNACE  
ISOLATED MEASUREMENT CELL  
NO CHILLER  
PRECISE CONTACT FORCE  
CONSTANT CONTACT FORCE  
LARGE MEASUREMENT RANGE  
SLIDING THERMOCOUPLE  
LONG-TERM MEASUREMENTS  
DEMANDING APPLICATIONS  
GAS-TIGHT ENVIRONMENT  
DEFINED ATMOSPHERE  
MASS FLOW CONTROLLER  
SIMPLIFIED SAMPLE HOLDER CHANGE  
FAST & EASY FURNACE CHANGE  
SOLID SAMPLE HOLDERS  
EASY CLEANING

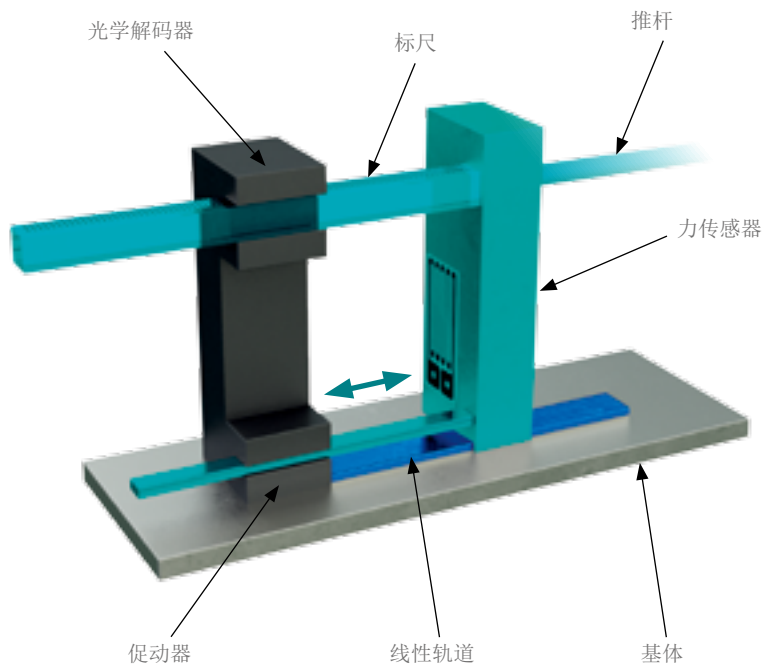
# NanoEye-量程与精度的新标杆

对于传统的热膨胀仪，测试量程与分辨率这两个参数很难两全：高分辨率只能在很小的量程中实现；如果要得到较大量程，只能牺牲一定的分辨率。

新型自反馈光电位移测量系统NanoEye克服了这一技术上的矛盾，能够同时提供最高的分辨率与无以匹敌的宽广量程。

## 工作原理

在测试过程中，如果样品发生膨胀，NanoEye系统可以检测到样品和推杆之间的接触力变化，接触力信号反馈到微位移马达，使图中所有的绿色部分将在线性导轨（图中蓝色部分）的引导下向后（样品膨胀）或向前（样品收缩）移动，以保持接触力恒定。由此，光学解码器可直接在标尺上读出相应的长度变化。



Nanoeye测量单元结构

## NanoEye包括如下组件：

- 促动器施加一个可控的接触力，并根据样品长度调节推杆位置
- 力传感器，检测接触力的大小，随后进行力反馈控制
- 光学解码器及栅格标尺系统，测定样品的初始长度和长度变化

## NanoEye的优势

### 宽广量程

与传统的差动位移传感器（LVDT）或光学编码器相比，NanoEye传感器量程扩大10倍，可以测量不同长度的样品及各种热膨胀行为，而无需手动调整量程。

### 高分辨率

保证全量程亚微米级分辨率，而且系统温度漂移小，可以在任何温度下检测最微弱的尺寸变化。

### 完美的线性度

与传统的差动位移传感器（LVDT）或光学编码器相比，拥有无可匹敌的全量程线性度。

### 无摩擦的结构

无滑动或滚动摩擦，无粘滞效应，可以获取最佳的重复性。

### 全量程范围内接触力可控

可以测量小样品、精细样品、脆性或是泡沫样品，且保证样品不受破坏。

### 可施加极小的作用力

这一特性对于薄膜或松软样品的测量尤为重要。

### 免维护

DIL 402 Expedis特别提供两个版本：配置齐全的Supreme型号，扩展性强的Select型号，以适应各种应用，包括材料的研发、高端的工业应用等。

## 独特设计，把握未来

### 最佳的适应性

单炉体或双炉体、手动或马达驱动的炉体操作、单样品或双样品支架、管状或棒状样品支架……DIL 402 Expedis Select与Supreme提供了众多的可选特性，适应几乎所有的应用场合。

### 高测试效率

双炉体设计与双样品支架相结合，可极大提高测试速度，提高仪器的利用率。







### 接触力灵活可调

DIL 402 Expedis系列是市面上首创的支持调制力模式的卧式膨胀仪。由此开创了全新的应用领域。

对于静态力条件下的测量，可以选择不同的接触力。因此，两个型号既适合测试松软的样品，也适合测试坚硬的、脆性的样品。DIL 402 Expedis还可选配动态力（调制）功能。

### 最宽广的温度范围

为了覆盖-180°C到2000°C这一宽广的温度范围，仪器提供了多种可选的炉体。仪器可以配备单炉体，也可配备双炉体。

炉体类型/加热元件	温度范围
铜	-180°C ... 500°C
不锈钢	-150°C ... 1000°C
熔融石英 (SiO <sub>2</sub> )	RT ... 1150°C
碳化硅 (SiC)	RT ... 1600°C
石墨	RT ... 2000°C

# 智能的操作系统 不仅仅是易于操作

## 自动测量样品长度

DIL 402 Expedis配有自动检测样品尺寸的功能。仪器在测试前自动测量样品的初始长度。这尤其适合柔软的样品，因为此类样品的“表观”长度和测量时施加的力有关，手动测量时很难保证施加的力和测量施加的力是一致的，因此样品长度测量结果会有偏差。自动测量时软件控制加载与测试过程中大小相同的力，从而得到了准确的测量结果。

## 测量范围宽，分辨率固定

传统的热膨胀仪，通常需要根据样品的膨胀或收缩情况调整测量范围，以避免测试时信号超出量程。DIL 402 Expedis提供足够宽的检测范围，可以检测最大的尺寸变化，完美的解决了这个问题，而且全程保持最高分辨率。

## 完美温度稳定性能

NanoEye温度漂移小，并可选配精准的电子温度控制系统，测量系统不再受到环境温度变化的影响，稳定性更高。

### 检测样品真实温度

为了测试不同长度样品的温度，热电偶的位置设计为可调。通过导向杆调整热电偶至合适的位置（根据样品长短），无需弯曲热电偶。



### 多点触控

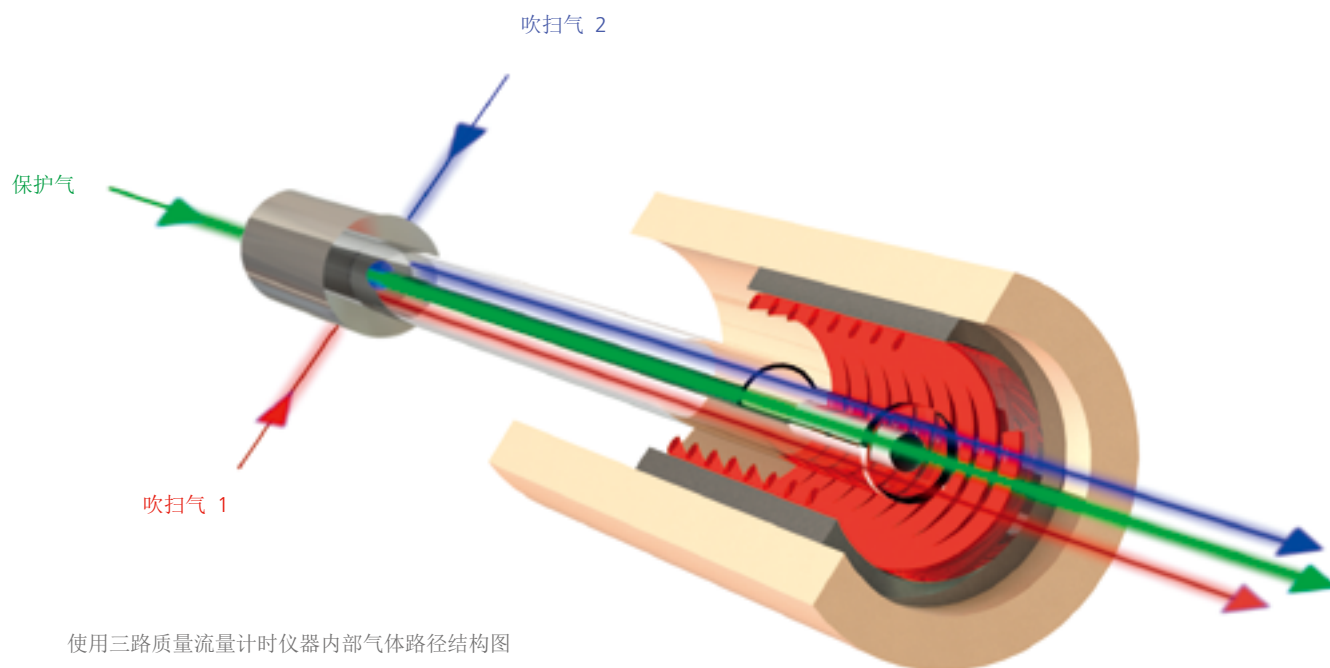
要得到可靠的测试结果，就必需保证样品在支架内的位置稳定。为此，仪器采用独特的多点触控（Multi-touch）设计，确保样品处于最稳固的位置。



# 优化设计的吹扫气氛

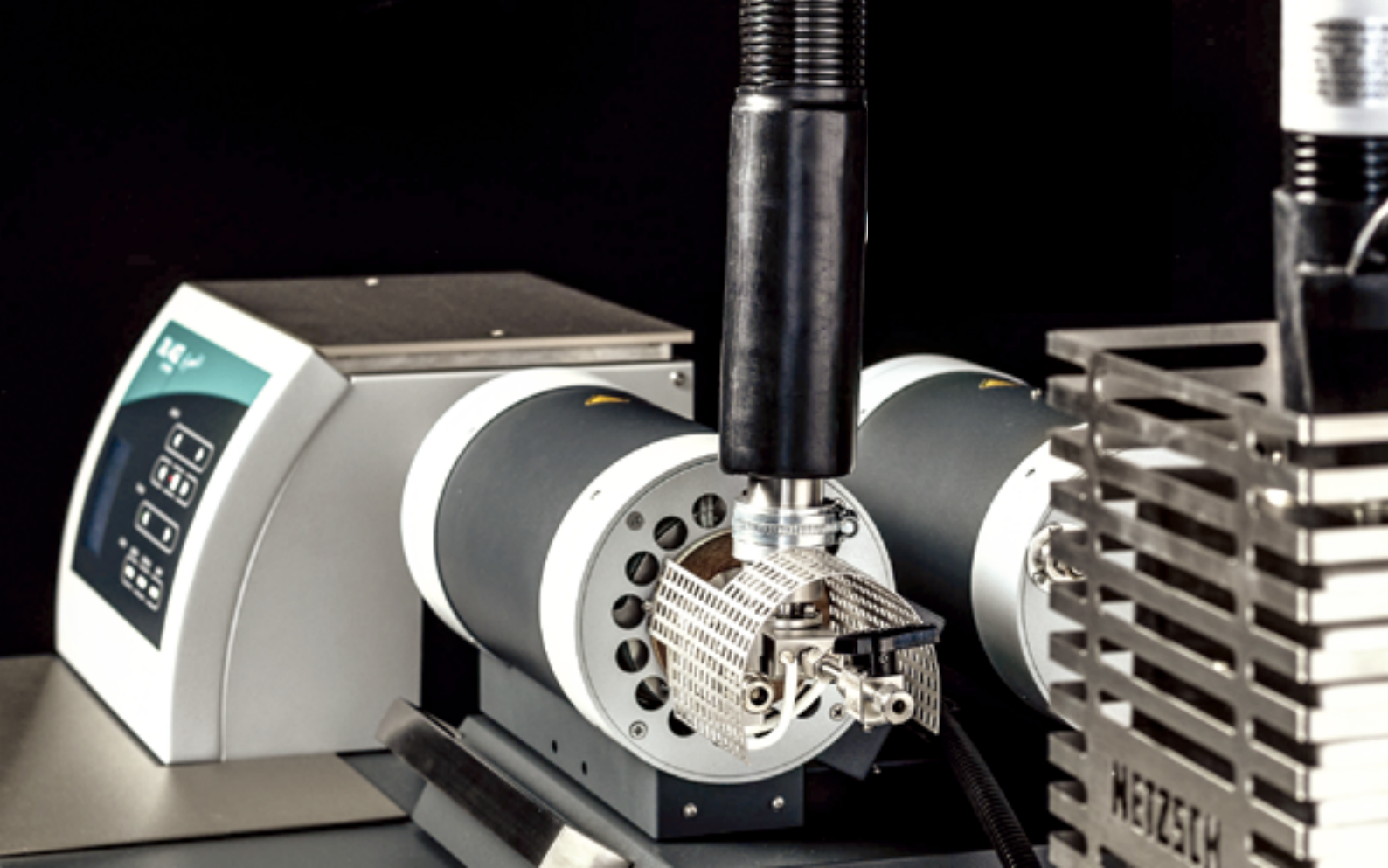
## 吹扫气和保护气

标准版本使用单路集成MFC，保护气和吹扫气先经过测量单元，然后进入样品室。也可以选配三路质量流量控制器（MFC），保护气先经过测量单元，然后进入样品室，而吹扫气（两路）则直接进入样品室，保护气和吹扫气都通过炉子的出气口排出。



使用三路质量流量计时仪器内部气体路径结构图





SiC炉体通过传输管道连接逸出气分析仪

### 真空密闭设计，保证纯净测试气氛

仪器可配备抽真空系统，使用该系统，可快速抽真空-填充气体，保证纯净的测试气氛，也可以在真空气氛下测试。

### 可彻底去除残余氧气

在测试过程中，如果样品对微量氧气敏感，选配OTS®附件（氧气吸附系统），以尽量降低残余氧气浓度。OTS®附件由陶瓷支撑管和吸氧环组成，将其安装在样品支架上，当吹扫气氛经过时，吸氧环可以吸附惰性气氛中残余的氧。

### 逸出气体分析

DIL 402 Expedis仪器炉体为真空密闭设计，配备的SiC炉体非常适合通过毛细管与QMS或者FTIR进行联用，对测试过程中逸出的杂质、添加剂、有机粘合剂及分解产物进行深入研究分析。

# Proteus® 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。

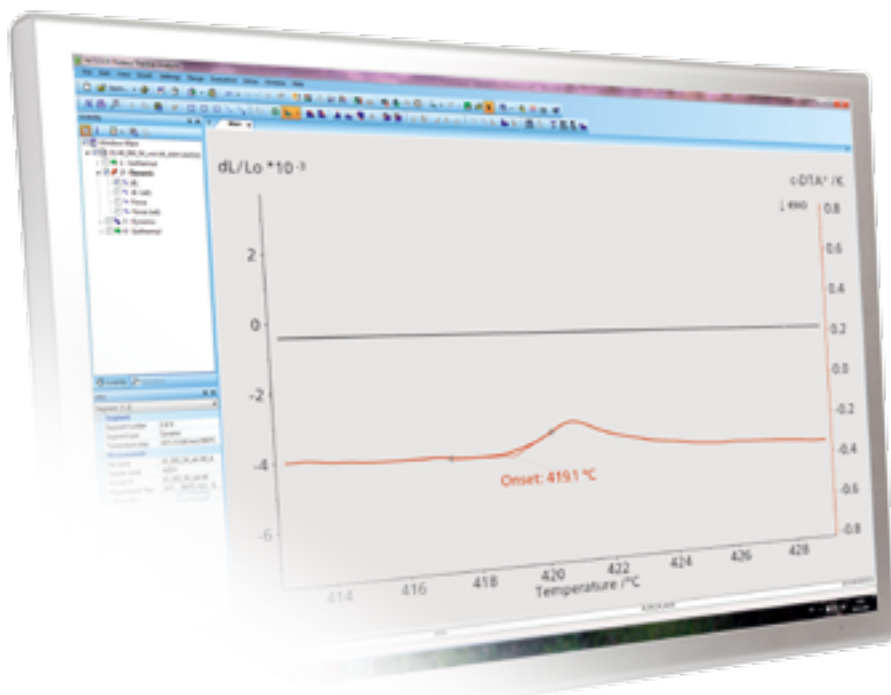
## 密度测量

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



## DIL 402 Expedis Select and Supreme 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)

力的调制

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, 具体请见第21页。

INFORMATION AT A GLANCE  
GRAPHICAL PRESENTATIONS  
SOPHISTICATED SOFTWARE  
MULTIPLE WINDOWS  
METHOD-BASED MEASUREMENTS  
COMPREHENSIVE TEMPERATURE PROGRAMS  
LOOP PROGRAMMING  
(MEASUREMENT) STATUS WINDOW  
COMPARATIVE ANALYSIS  
SIMULTANEOUS ANALYSIS  
TIME AND TEMPERATURE SCALING  
EXTRAPOLATION OF COEFFICIENTS  
CHANGE OF UNITS  
ZOOM FUNCTION  
SOFTENING POINT DETECTION  
**RATE-CONTROLLED SINTERING**  
DATA EXPORT  
TABULAR PRINTOUT OF RESULTS  
**IDENTIFY**  
OPTIMIZED DATA STORAGE  
**DENSITY DETERMINATION**  
EVALUATION OF ARRAY OF  
UNLIMITED CURVES  
XY-OFFSET SHIFT  
**c-DTA®**  
SET COMMENTS  
GET OFFSET FROM RAW DATA  
EXTRAPOLATION OF ONSET  
DIN AND ASTM CORRECTIONS  
GAS MANAGER  
CONTROLLABLE GAS BY SEGMENT  
AUTOMATIC SAMPLE LENGTH DETECTION  
INPUT ASSISTANT  
SNAPSHOT  
JUMP FUNCTIONS  
STATUS MESSAGES BY EMAIL  
SIMULTANEOUS LOADING OF MULTIPLE FILES  
PIP AND FLIP  
AUTO-ARRANGING OF CURVES  
IMPORT OF STANDARD TABLES  
EVALUATION ACROSS ALL SEGMENTS  
IMPORT AND EXPORT ROUTINES  
ADJUSTABLE SMOOTHING FILTERS  
SPLINE INTERPOLATION

# 曲线识别

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参考数据，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

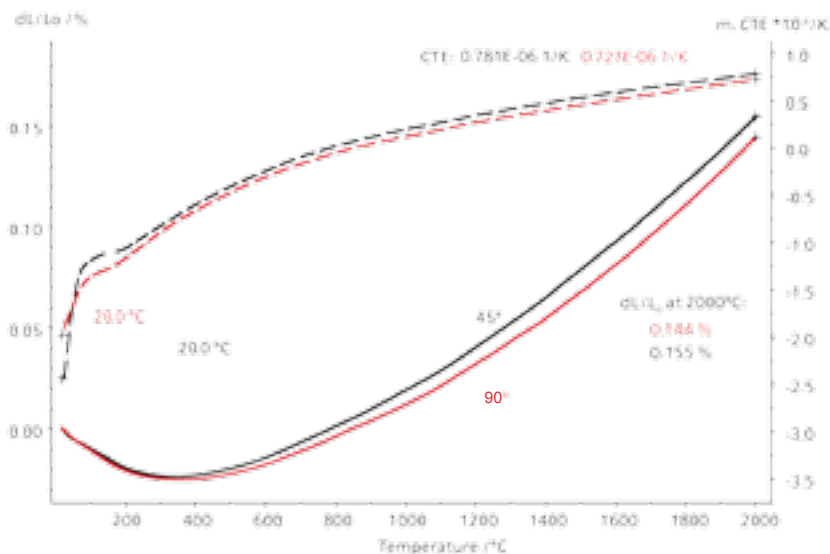
## 归档功能

添加当前测试曲线至已有数据库



# 应用

## 碳纤维增强碳材料（碳-碳材料）的热膨胀



分别沿纤维90度排列方向（红色）和45度排列方向（黑色）取样，对比不同方向C/C材料的膨胀性能。升温速率：5K/min，He气氛，恒定接触力：225mN，石墨样品支架。图示为相对长度变化曲线（实线）和以20度为参考温度的平均热膨胀系数曲线（m.CTE）（虚线）。

这种复合材料由作为基体的纯碳和作为添加剂的碳纤维构成。它具有良好的机械强度和热稳定性。最初，这种材料仅应用于航空航天领域。目前，它也被广泛应用于锅炉设备制造、中空玻璃和半导体等行业中。

C/C材料的热膨胀系数取决于其纤维结构。本例中，测试了45度纤维方向（黑线）和90度纤维方向（红线），两条曲线都展现出纤维增强复合材料的特征行为：在300-400°C附近达到最小尺寸，随后膨胀。

在2000°C时，45度纤维方向样品的相对长度变化（ $dL/L_0$  %）及对应的平均CTE分别为0.155%和 $0.781 \times 10^{-6} \text{ 1/K}$ （黑线），而垂直纤维方向样品的相对长度变化（ $dL/L_0$  %）及对应的平均CTE分别为0.144%和 $0.727 \times 10^{-6} \text{ 1/K}$ ，前者仅比后者高7%，这说明材料性能在不同空间取向向上变化不大。





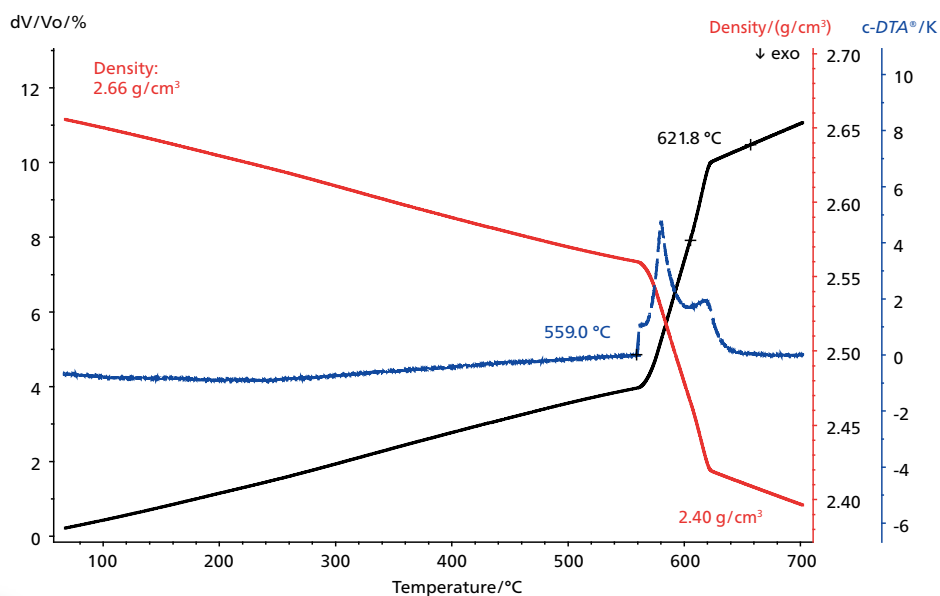
### 铝合金样品熔融过程体膨胀测量

此例为铝基金属在加热过程中的膨胀行为，图中的体膨胀曲线（ $dV/V_0$ ，黑）和密度变化曲线（红），均可以通过测得的热膨胀数据，利用耐驰密度测量软件（Density Determination）计算得到。

铝合金经过最初线性膨胀过程后在  $559^\circ\text{C}$ （c-DTA<sup>®</sup>的外推起始温度，蓝色虚线）开始融化，此类测试须使用特殊的容器（此处为  $\text{Al}_2\text{O}_3$  容器，见下图）进行。

样品在熔融过程中有明显膨胀，此时液态和固态两相共存， $622^\circ\text{C}$  以上样品完全熔融。此过程中样品体积增大的同时，密度减小  $10\%$ （从  $2.66\text{g}/\text{cm}^3$  变为  $2.40\text{g}/\text{cm}^3$ ）。

从 c-DTA<sup>®</sup> 曲线（蓝色）可以明显看出在熔融过程中有吸热效应。



铝合金的热膨胀行为。升温速率： $5\text{K}/\text{min}$ ，He气氛，恒定接触力： $250\text{mN}$ ，氧化铝样品支架，氧化铝容器，图示为体积膨胀曲线（黑色实线），计算所得密度曲线（红色实线），c-DTA<sup>®</sup> 曲线（蓝色虚线）。

# 应用

## 无氧化的高温测试

钨是易氧化金属，DIL Expedis Supreme 的真空密封设计，使得样品可以在纯净的He气氛下测试以获得其真实的膨胀行为。测试采用了独特的OTS®系统，可以进一步消除残余氧气的影响，测量时不需要还原性气氛来抑制表面氧化，测量成本更低，安全性更高。

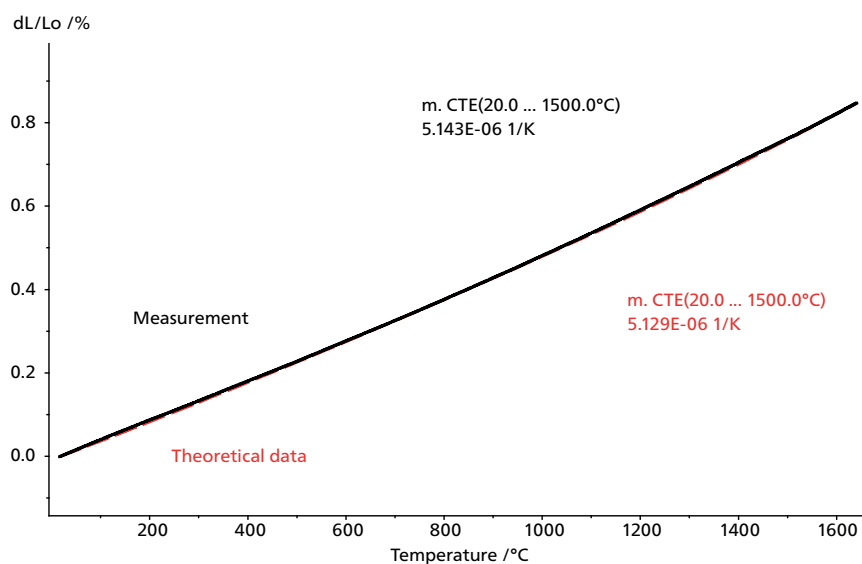
### CTE实测值和理论值比较

20°C ... 1500°C

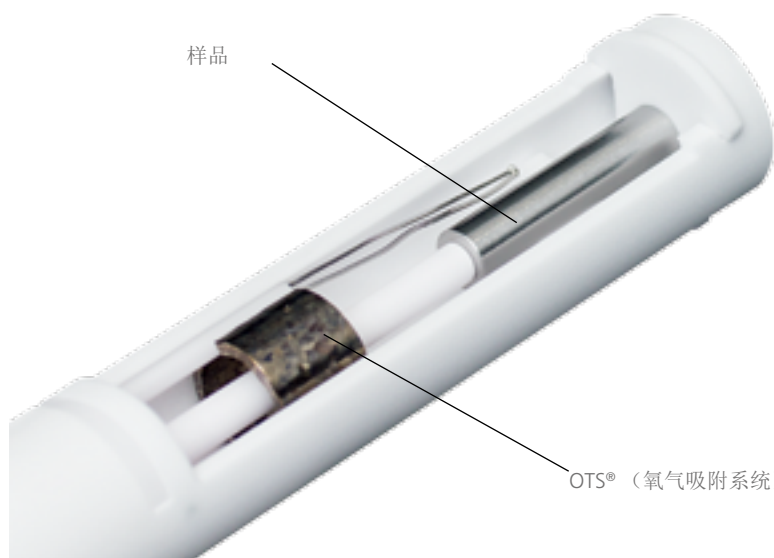
$5.143 \times 10^{-6} \text{ 1/K}$

理论值（NIST标准数据表）

$5.129 \times 10^{-6} \text{ 1/K}$



钨的热膨胀曲线。样品长度：25.00mm，升温速率：5K/min，He气氛，恒定接触力：250mN，氧化铝样品支架。图示为样品长度变化（黑色实线），理论数据（红色虚线，NIST标准数据表）。



左图显示的是测试完成后的两种钨合金样品，测试最高温度为1640°C。右侧的样品测试过程中被吹扫气中的微量氧气氧化；而左侧的样品测试时采用OTS®系统，在纯净无氧的环境下测试，依然闪耀着金属光泽。



## 配置

特点	Supreme	Select
温度范围	-180°C ... 2000°C (不同炉体)	-180°C ... 1600°C (不同炉体)
测量范围	50 mm (± 25 000 µm)	20 mm (± 10 000 µm)
位移分辨率(全量程)	0.1 nm	1 nm
双炉体滑动支架	■	■
自动炉体操作	□	□
真空密闭设计	■	■
自动真空系统-自动真空	□	□
质量流量计 (MFC) -1路	■	■
质量流量计 (MFC) - 3路	□	□
可选冷却装置	Vortex, 液氮	Vortex, 液氮
测量单元电子控温	■	■
可变量 (斜变, 分段)	■	■
调制力	■	□
单/双样品DIL	■ / □	■ / □
样品长度自动检测	■	■
软化点监测	■	■
密度测定	■	□
c-DTA®	■	□
RCS (速率控制烧结)	■	□
Identify	■	□
逸出气体分析 (与GC-MS/QMS和/或FIR联用) -适合碳化硅炉体	□	□

两种型号都符合DIN 51045, ASTM E228, ASTM D696, DIN EN 821标准。

■ 标配  
□ 选配

# 主要技术参数

DIL 402 Expedis Supreme and Select	
设计	推杆式膨胀仪
炉体	不同炉体类型，可更换：不锈钢，铜，熔融石英，碳化硅，石墨
升温速率	取决于炉体类型： <ul style="list-style-type: none"> <li>• 不锈钢，铜，熔融石英，碳化硅：0.001 ... 50 K/min</li> <li>• 石墨：0.001 ... 100 K/min</li> </ul>
冷却系统	Vortex，液氮
样品支架系统	熔融石英，氧化铝，石墨，用户可更换 可用于单样品系统/双样品系统
样品尺寸	原始长度：0 ... 52 mm（2000°C石墨炉为0 ... 25 mm） 直径（单）：标准12 mm，可选19 mm 直径（双）：8 mm
位移系统	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	± 10000 μm（Select） ± 25000 μm（Supreme）
分辨率（全量程）	1 nm（Select） 0.1 nm（Supreme）
力范围（样品负载力）	10 mN ... 3 N，步长0.2 mN
力分辨率	0.001 mN
气氛	惰性，氧化性，还原，真空
真空度	10 <sup>-5</sup> mbar
气体控制	MFC <ul style="list-style-type: none"> <li>• 标准：1路保护气</li> <li>• 选项：1路保护气；2路吹扫气</li> </ul>
除氧系统（OTS®）	选配，适合单样品或者双样品系统
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和专业可靠的售前售后服务。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

