

Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper Grundlagen

DIN
51 045
Teil 1

Determination of the thermal expansion of solids; Basic rules

Ersatz für Ausgabe 10.76

Détermination de la variation de longueur des solides sous l'effet de la température;

Règles de base

Inhalt

1 Allgemeines	1
2 Anwendungsbereich	1
3 Begriffe	1
4 Geräte	2
5 Proben	2
6 Durchführung	3
7 Meßunsicherheiten	4
8 Prüfbericht	5
Anhang A Zusammenstellung der Formelzeichen	5
Zitierte Normen und andere Unterlagen	6

1 Allgemeines

Zur Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper dient das Dilatometer. Die Längenänderung Δl kann in folgender Weise ermittelt werden: Mechanische Übertragung mit Fühlern auf einen mechanischen oder elektrischen Wegaufnehmer sowie durch Anvisieren der Kopfflächen des Probenkörpers mit einem Kathetometer, Komparator oder Interferometer.

Die Darstellung der Längenänderung in Abhängigkeit von der Temperatur ergibt eine Ausdehnungskurve, wobei die Ausdehnung positiv oder negativ sein kann.

Wie bei jeder thermoanalytischen Kurve kann die Längenänderung auch als Funktion der Zeit dargestellt werden.

2 Anwendungsbereich

Die Festlegungen dieser Norm gelten für die Bestimmung der thermischen Längenänderung von allen festen Körpern.

3 Begriffe

3.1 Thermische Analyse

Thermische Analyse (TA) ist der Oberbegriff für Methoden, bei denen physikalische und chemische Eigenschaften einer Substanz, eines Substanzgemisches und/oder von Reaktionsgemischen als Funktion der Temperatur oder der Zeit gemessen werden, wobei die Probe einem kontrollierten Temperaturprogramm unterworfen ist (aus DIN 51 005 11.83).

3.2 Temperaturabhängige Längenänderung

Die temperaturabhängige Längenänderung Δl ist die Änderung der Länge eines Probekörpers von der Ausgangslänge l_0 bei der Anfangstemperatur T_0 (im Regelfall 20 °C) auf die Länge l_T bei der Temperatur T . Die während der Messung auf

den Probenkörper einwirkenden Kräfte dürfen nur eine vernachlässigbar kleine Längenänderung bewirken.

Die temperaturabhängige Längenänderung Δl ist die Summe aus der reversiblen thermischen Längenänderung, den Längenänderungen aus reversiblen Modifikationsänderungen und den irreversiblen Anteilen der Längenänderung, die durch Stoffaustausch, Modifikationsänderung, Umkristallisation, Schmelzphasenbildung und Kristallisation hervorgerufen werden.

3.3 Längenausdehnungskoeffizient und relative Längenänderung

Als Maß der durch das Temperaturprogramm hervorgerufenen Längenänderung kann der Längenausdehnungskoeffizient α verwendet werden.

Er ist definiert durch Gleichung (1), wobei der Druck konstant ist:

$$\alpha(T) = \frac{1}{l_0} \cdot \frac{\partial l}{\partial T} \quad (1)$$

Im allgemeinen wird der mittlere Längenausdehnungskoeffizient für einen Temperaturbereich angegeben nach Gleichung (2):

$$\bar{\alpha}(T_0; T) = \frac{1}{l_0} \cdot \frac{l_T - l_0}{T - T_0} = \frac{\Delta l}{l_0 \cdot \Delta T} \quad (2)$$

Hierin bedeuten:

T_0 Bezugstemperatur, im Regelfall 20 °C

T Meßtemperatur

l_0 Probenkörperlänge bei der Bezugstemperatur T_0

l_T Probenkörperlänge bei der Meßtemperatur T

Δl korrigierte Längenänderung des Probenkörpers bei Temperaturänderung ΔT (siehe die Abschnitte 6.3 und 6.4)

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

Die Meßtemperatur T wird dem speziellen Untersuchungszweck entsprechend festgelegt. T_0 kann auch andere Werte als 20 °C annehmen, z. B. wenn der Längenausdehnungskoeffizient für einen Temperaturbereich, z. B. 200 bis 600 °C, angegeben werden soll.

Die durch Temperatureinwirkung hervorgerufene Längenänderung kann auch als relative temperaturabhängige Längenänderung, bezogen auf die Ausgangslänge l_0 , angegeben werden, siehe Gleichung (3).

$$\frac{\Delta l}{l_0}(T) = \frac{l_T - l_0}{l_0} \quad (3)$$

$\Delta l/l_0$ kann auch in % angegeben werden.

4 Geräte

4.1 Längenmessung

Jede dilatometrische Untersuchung setzt die Messung der Ausgangslänge des Probenkörpers bei der Bezugstemperatur T_0 (im Regelfall 20 °C) voraus. Je nach den Genauigkeitsanforderungen an die Messung (siehe Abschnitt 7.3) werden Meßschieber, Bügelmeßschrauben oder elektromechanische Meßständer benutzt, mit denen die Probenlänge mit einem Endmaß verglichen werden kann.

4.2 Längenänderungsmessung

Meist werden Längenänderungen mit Schubstangendilatomern ermittelt, bei denen die Längenänderung einer in einer Haltevorrichtung gelagerten Probe mit Hilfe einer beweglichen Schubstange mechanisch auf ein Anzeigegerät wie Meßuhr oder elektrischer bzw. optischer Wegaufnehmer übertragen wird. Sogenannte Differenzdilatometer verwenden zwei Schubstangen, die von der Probe bzw. einem Vergleichskörper betätigt werden. Die Werkstoffe von Schubstangensystemen müssen im verwendeten Temperaturbereich in ihrem Temperaturverhalten definiert sein und ein reversibles Verhalten zeigen; Kieselglas und Sinterkorund (Al_2O_3) sind hierfür bewährte Werkstoffe, wobei reines Kieselglas erst nach der Standardtemperatur (siehe Tabelle 1) diesen Bedingungen hinreichend genügt. Bei Temperaturen oberhalb 900 °C bei Kieselglas bzw. oberhalb 1500 °C bei Sinterkorund muß mit irreversiblen Änderungen des Meßsystems gerechnet werden. Bei Verwendung von Sinterkorund bei Temperaturen oberhalb 1500 °C ist die Einhaltung der obigen Bedingungen durch Kalibriermessungen nachzuweisen. Das gleiche gilt bei Verwendung von Haltevorrichtungen und Schubstangen aus anderen Werkstoffen, die insbesondere für Messungen im Temperaturbereich über 1500 °C geeignet sind.

Die Anpreßkraft der Einrichtung zum Messen der Längenänderung auf den Probenkörper muß so groß sein, daß eine zuverlässige Ankopplung der Übertragungselemente an den Probenkörper gesichert ist. Andererseits darf die Anpreßkraft nicht so groß sein, daß sie selbst eine meßbare Längenänderung verursacht. Die Anpreßkraft und der daraus resultierende Anpreßdruck auf die Probe sind im Prüfbericht zu nennen und gegebenenfalls zu begründen.

Die mit dem Probenkörper in Berührung kommenden Übertragungselemente, z. B. Meßfühler, Schubstangen und Plättchen, müssen aus einem Werkstoff bestehen, der auch bei maximaler Versuchstemperatur nicht erweichen und mit dem Probenkörper nicht reagieren kann. Gegebenenfalls sind Platinfolien oder Platinscheiben als Trennschicht zu verwenden, die als Bestandteil der Versuchseinrichtung gelten und in die Korrektur einbezogen werden müssen.

Bis zu den höchsten Temperaturen eignen sich Komparatoren oder Kathetometer, mit denen die Enden der Probe oder in geeigneter Weise angebrachte Marken anvisiert werden und ihre gegenseitige Verschiebung gemessen wird. Ferner

ist es möglich, die Längenänderung von Probenkörpern in Dilatomern, die nach dem Interferenz-Verfahren arbeiten, zu ermitteln. Bei Anwendung des Komparator-Verfahrens bestimmt die Ofenkonstruktion die obere Temperaturgrenze. Bei diesem „absoluten“ Verfahren entfällt die Meßwertkorrektur über Vergleichswerte. Es ist jedoch die Erfüllung der anderen Genauigkeitsanforderungen nachzuweisen.

4.3 Temperaturmessung

Für die Temperaturmessung sind Temperaturfühler zu verwenden, deren zulässige Liefertoleranzen den entsprechenden Normen, z.B. für die meist benutzten Thermoelemente nach DIN IEC 584 Teil 1 und Teil 2, zu entnehmen sind. Bei der Bestimmung der Probenkörpertemperatur aus der Ofentemperatur muß die Temperaturgenauigkeit mittels geeigneter Kalibriersubstanzen im interessierenden Temperaturbereich überprüft werden.

Das Ablesen der Probenkörpertemperatur muß mit einer derartigen Genauigkeit möglich sein, wie sie durch die gewünschte Meßunsicherheit erforderlich ist, siehe die Abschnitte 4.5 und 7.3.

4.4 Probenlagerung

Die Lagerung der Proben in der Haltevorrichtung soll kippstabil und wackelfrei sein [1]. Eine definierte Probenlagerung bei waagrecht arbeitenden Geräten besteht aus einer rohrförmigen Halterung, einem Führungsstab und einem geeigneten Anschlag für eine der beiden Stirnflächen oder eine ausreichend große und ebene Auflagefläche bei senkrecht arbeitenden Dilatomern.

Sofern es die Probeneigenschaften erfordern, Zwischenlagen (Platinfolie, Druckplättchen usw.) zu verwenden, müssen diese Teile in der gleichen Anordnung bei der Gerätekalibrierung nach Abschnitt 6.3 benutzt werden. Ihre Längenänderungen müssen reversibel sein und erscheinen in den Dilatometerkorrekturen Δl_B bzw. Δl_K und werden somit bei der Berechnung der Ergebnisse erfaßt.

4.5 Ofen

Der Ofen muß so konstruiert sein, daß die Probenkörpertemperatur über Probenkörperlänge und -durchmesser um nicht mehr differiert, als dies die geforderte Meßunsicherheit zuläßt, siehe Abschnitt 7.3. Damit dies erreicht wird, sind Rohröfen zu verwenden, deren temperaturkonstante Zone die oben angegebenen Anforderungen erfüllt und die probenkörpfernahen Bereiche des Schubstangensystems mit-erfaßt. Weiterhin sind zentrischer Einbau des Probenkörpers, geringe Kaminwirkung bei Vertikalöfen und Abstimmung der Heizrate auf Wärmeleitvermögen und Durchmesser des Probenkörpers notwendig. Für Messungen in verschiedenen Temperaturbereichen sind vielfach unterschiedliche Rohröfenkonstruktionen erforderlich.

Bei einer Überprüfung der Temperaturkonstanz ist dafür zu sorgen, daß durch die Messung das Temperaturprofil im Ofen nicht wesentlich verfälscht wird.

Die Positionierung des Ofens muß sowohl axial als auch radial besser als $\pm 0,5$ mm reproduzierbar sein.

Falls die Untersuchung dies erfordert, muß die Atmosphäre im Probenraum einstellbar sein (neutrale, oxidierende oder reduzierende Atmosphäre, Vakuum).

5 Proben

5.1 Probenkörper

Die Herstellung der Probenkörper und ihre Maße richten sich nach der Problemstellung, der Art und Herkunft der Proben, den Anforderungen an Genauigkeit und die daraus resultierende, zulässige Unsicherheit des mittleren Längenausdehn-

nungskoeffizienten. Generell gilt, daß die Flächen der Probenkörper eben und rechtwinklig zur Probenlängsachse [2] sowie frei von Graten und Fremdpartikeln sein sollen.

Für verschiedene Werkstoffe bestehen Prüfnormen, die die Probenkörper näher beschreiben (z.B. DIN 51 045 Teil 2 bis Teil 5, DIN 52 328 und DIN 53 752).

5.2 Vergleichskörper

Bei dilatometrischen Messungen mit mechanischer Übertragung der Längenänderung dient ein Vergleichskörper zur Ermittlung der Korrekturfunktion des Gerätes. Sein Ausdehnungsverhalten wird als bekannt vorausgesetzt und soll keine irreversiblen Anteile enthalten. Der Vergleichskörper soll in seinen Abmessungen und thermischen Eigenschaften dem zu untersuchenden Probenkörper möglichst ähnlich sein.

Für die Ermittlung der Gerätekorrektur sind relative Längenänderungen nach der Tabelle 1 für Vergleichskörper und Probenhalterung zu berücksichtigen.

Anmerkung: Gläser können als Vergleichskörper nur dann verwendet werden, wenn sichergestellt ist, daß bei allen Kalibrierungsvorgängen das gleiche Temperaturprogramm angewendet wird.

Tabelle 1. **Relative Längenänderung einiger geeigneter Vergleichskörper in Abhängigkeit von der Temperatur**

Relative Längenänderung $100 \cdot \Delta l/l_0$ eines Vergleichskörpers beim Übergang von der Bezugstemperatur 20 °C auf die Temperatur der Spalte 1				
Temperatur °C	Korund-Einkristall ¹⁾ 59 °C %	α -Al ₂ O ₃ , polykristallin ²⁾ %	Platin ³⁾ %	Kieselglas ⁴⁾ %
– 190			– 0,179	– 0,0026
– 100			– 0,104	– 0,0011
0		– 0,01	– 0,018	– 0,0009
20	0	0	0	0
100	0,049	0,06	0,072	0,0043
200	0,117	0,13	0,164	0,0103
300	0,190	0,21	0,259	0,0162
400	0,268	0,29	0,357	0,0215
500	0,350	0,37	0,458	0,0263
600	0,436	0,45	0,562	0,0306
700	0,525	0,54	0,669	0,0344
800	0,617	0,63	0,779	0,0390
900	0,710	0,72	0,891	0,0429
1000	0,806	0,82	1,007	0,0468
1100	0,904	0,91		
1200	1,004	1,01		
1300	1,107	1,11		
1400	1,211	1,20		
1500	1,318	1,31		
Unsicherheit bei Vertrauensniveau P 95 %				
	0,003	0,04	0,008	0,0004

5.3 Fußnoten zu Tabelle 1

1) Als Vergleichskörper ist ein aus der Schmelze gezogener Einkristall von Aluminiumoxid zu verwenden, dessen Stabachse mit der kristallographischen c-Achse des Korund einen Winkel von 59° bildet.

Die Werte wurden aus Meßwerten des National Bureau of Standards [3] durch Interpolation errechnet.

Als neuer Vergleichskörper wird von der „Gesellschaft für Thermische Analyse e.V.“ (GEFTA) und der „Physikalisch-technischen Bundesanstalt“ (PTB) Braunschweig ein Einkristall aus Aluminiumoxid vorbereitet, dessen Stabachse der kristallographischen c-Achse des Korund entspricht.

2) Als Vergleichskörper kann ein polykristallines Produkt mit $\geq 99,5\%$ Al₂O₃ benutzt werden.

Die angegebenen Werte sind ausgeglichene Werte nach [4], [5], [6], [7], [8], [9].

3) Als Vergleichskörper ist ein polykristallines Produkt mit $\geq 99,999\%$ Pt zu verwenden. Der Vergleichskörper soll niemals über 1000 °C erhitzt werden.

Die angegebenen Werte sind ausgeglichene Werte nach [4], [10], [11], [12].

4) Als Vergleichskörper eignet sich reines, aus Bergkristall hergestelltes Kieselglas des Typs I*), das zuvor einer Standard-Temperatur unterworfen wurde: Aufheizen bis 1100 °C mit Heizrate 1 bis 10 K/min, 7 h Haltezeit bei 1100 °C, Kühlrate 0,2 K/min bis 900 °C. Wird die Temperatur von 900 °C im Gebrauch überschritten, muß erneut bis 900 °C mit 0,2 K/min abgekühlt werden [13]. Dasselbe gilt für Dilatometersysteme aus diesem Werkstoff.

Die angegebenen Daten wurden der Literatur [1] und [14] entnommen.

Bei polykristallinen Materialien ändern sich die Längenausdehnungskoeffizienten durch Rekristallisationsvorgänge und bei Gläsern sind sie abhängig von der thermischen Vergangenheit. Hieraus ergibt sich die höchste zulässige Gebrauchstemperatur. Anstelle der Daten von ausgesuchtem, jedoch nicht mehr erhältlichem Werkstoff sind für die Tabellenwerte Literaturdaten durch Ausgleichsrechnung gemittelt. Die Streubreite verschieden hergestellter und durch verschiedene Laboratorien gemessener Werkstoffe wird damit realistischer erfaßt.

6 Durchführung

6.1 Stationäres Verfahren

Die Messung erfolgt nach stufenweiser Temperaturänderung. Bei jeder Temperaturstufe ist Konstanz der Anzeigen für Temperatur und Längenänderung abzuwarten.

6.2 Verfahren mit kontinuierlicher Temperaturänderung

Soll mit kontinuierlich steigender oder fallender Temperatur gemessen werden, so tritt eine von der Temperatur und der Heizrate abhängige Temperaturdifferenz zwischen Probe, Haltevorrichtung und Thermofühler auf, die, stark von den Ofen- und Probeneigenschaften abhängig, durch den Wärmetransport (Strahlung, Leitung, Konvektion), beeinflußt wird. In diesem Fall muß zur Kalibrierung ein Vergleichskörper mit möglichst probenähnlichen wärmetechnischen Eigenschaften verwendet werden.

6.3 Korrekturen und Gerätekalibrierung

Die Meßunsicherheit von Wegaufnehmern, Thermofühlern und Anzeigegegeräten müssen bekannt sein und gegebenenfalls zur Korrektur benutzt werden. Dilatometer, bei denen der Meßwert mit Hilfe einer oder mehrerer Schubstange(n) auf Wegaufnehmer übertragen wird, sind Relativmeßgeräte. Die Dehnung desjenigen Stücks der Probenhaltervorrichtung,

*) Über Bezugsquellen gibt Auskunft: DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN, Burggrafenstraße 6, 1000 Berlin 30.