

**DIN 51045-1****DIN**

ICS 17.200.10

Ersatz für  
DIN 51045-1:1989-09**Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper –  
Teil 1: Grundlagen**Determination of the thermal expansion of solids –  
Part 1: Basic rulesDétermination de la variation de longueur des solides sous l'effet de la température –  
Partie 1: Règles de base

Gesamtumfang 16 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

# Inhalt

	Seite
<b>Vorwort</b> .....	<b>3</b>
<b>1 Anwendungsbereich</b> .....	<b>3</b>
<b>2 Normative Verweisungen</b> .....	<b>3</b>
<b>3 Begriffe und Formelzeichen</b> .....	<b>3</b>
3.1 Begriffe.....	3
3.2 Formelzeichen .....	5
<b>4 Prüfverfahren</b> .....	<b>6</b>
4.1 Kurzbeschreibung.....	6
4.2 Geräte .....	7
4.3 Proben .....	8
4.4 Durchführung .....	10
4.5 Auswertung von Messungen .....	12
4.6 Prüfbericht .....	14
<b>Literaturhinweise</b> .....	<b>15</b>

## Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 814 „Thermische Analyse“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erstellt.

### Änderungen

Gegenüber DIN 51045-1:1989-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Terminologie wurde der überarbeiteten DIN 51005 angepasst. Weitere inzwischen überarbeitete Normen wurden berücksichtigt;
- b) die Norm wurde redaktionell überarbeitet und die Verweisungen aktualisiert.

### Frühere Ausgaben

DIN 51045-1: 1976-10, 1989-09

## 1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Bestimmung der thermischen Längenänderung von festen Körpern.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 51005, *Thermische Analyse (TA) — Begriffe*

## 3 Begriffe und Formelzeichen

### 3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 51005 und die folgenden Begriffe.

#### 3.1.1 Längenänderung

##### 3.1.1.1 temperaturabhängige Längenänderung $\Delta \ell$

Änderung der Länge eines Prüfkörpers von der Ausgangslänge  $\ell_0$  bei der Anfangstemperatur  $T_0$  (im Regelfall 20 °C) auf die Länge  $\ell_T$  bei der Temperatur  $T$

ANMERKUNG Die während der Messung auf den Prüfkörper einwirkenden Kräfte bewirken nur eine vernachlässigbar kleine Längenänderung.

$$\Delta \ell = \ell_T - \ell_0 \quad (1)$$

Die temperaturabhängige Längenänderung  $\Delta \ell$  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.

### **3.1.1.2**

#### **relative temperaturabhängige Längenänderung**

durch Temperatureinwirkung hervorgerufene Längenänderung, bezogen auf die Ausgangslänge  $\ell_0$

ANMERKUNG siehe Gleichung (2)

$$\frac{\Delta \ell}{\ell_0}(T) = \frac{\ell_T - \ell_0}{\ell_0} \quad (2)$$

$\frac{\Delta \ell}{\ell_0}$  kann auch in Prozent angegeben werden.

### **3.1.2**

#### **Längenausdehnungskoeffizient $\alpha$**

Maß der durch das Temperaturprogramm hervorgerufenen Längenänderung

#### **3.1.2.1**

##### **differentieller Längenausdehnungskoeffizient**

definiert durch Gleichung (3), wobei der Druck konstant ist:

$$\alpha(T)_{p=\text{const.}} = \frac{1}{\ell_0} \cdot \frac{\partial \ell}{\partial T} \quad (3)$$

#### **3.1.2.2**

##### **mittlerer Längenausdehnungskoeffizient**

wird im Allgemeinen für einen Temperaturbereich angegeben nach Gleichung (4)

$$\bar{\alpha}(T_0; T) = \frac{1}{\ell_0} \cdot \frac{\ell_T - \ell_0}{T - T_0} = \frac{\Delta \ell}{\ell_0 \cdot \Delta T} \quad (4)$$

Dabei ist

$T_0$  die Bezugstemperatur, im Regelfall 20 °C;

$T$  die Messtemperatur, in Grad Celsius;

$\ell_0$  die Prüfkörperlänge bei der Bezugstemperatur  $T_0$ , in Millimeter;

$\ell_T$  die Prüfkörperlänge bei der Messtemperatur  $T$ , in Millimeter;

$\Delta \ell$  die Längenänderung des Prüfkörpers bei Temperaturänderung  $\Delta T$  (siehe 7.3 und 7.4).

ANMERKUNG 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 °C bis 600 °C, angegeben wird.

### 3.2 Formelzeichen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Formelzeichen:

$A_x$	Ablesung beim Komparatorverfahren, $x = L$ für die linke, $x = R$ für die rechte Bezugsmarke;
$a, b, c, d$	Koeffizienten einer Polynomdarstellung;
$\alpha(T)$	Längenausdehnungskoeffizient nach Gleichung (3) in Kelvin <sup>-1</sup> ;
$\bar{\alpha}(T_0; T)$	Mittlerer Längenausdehnungskoeffizient nach Gleichung (4) in Kelvin <sup>-1</sup> ;
$\alpha_Q$	Längenausdehnungskoeffizient des Gerätewerkstoffs in Kelvin <sup>-1</sup> ;
$B$	Verschiebung eines Interferenzsystems in Streifenanteilen;
$\Delta\ell$	Längenänderung einer Probe in Millimeter;
$\Delta\ell(T)$	Korrigierte Längenänderung des Prüfkörpers bei der Temperaturänderung $\Delta T$ in Millimeter;
$\Delta\ell_B(T)$	Angezeigte Längenänderung im Blindversuch mit Gerätewerkstoff als Probe bei der Temperaturänderung $\Delta T$ in Millimeter;
$\Delta\ell_K(T)$	Angezeigte Längenänderung mit dem Referenzkörper als Probe bei der Temperaturänderung $\Delta T$ in Millimeter;
$\Delta\ell_M(T)$	Angezeigte Längenänderung mit der Probe bei der Temperaturänderung $\Delta T$ in Millimeter;
$\Delta\ell_Q(T)$	Längenänderung von einem Stück Gerätewerkstoff der Länge $\ell_0$ bei der Temperaturänderung $\Delta T$ in Millimeter;
$\Delta\ell_V(T)$	Längenänderung des Referenzkörpers bei der Temperaturänderung $\Delta T$ in Millimeter;
$\Delta\ell/\ell_0$	Relative Längenänderung nach Gleichung (2) in Millimeter;
$\Delta T$	Temperaturdifferenz $T - T_0$ in Kelvin;
$\ell_0$	Prüfkörperlänge bei der Bezugstemperatur $T_0$ in Millimeter;
$\ell_V$	Referenzkörperlänge bei der Bezugstemperatur $T_0$ in Millimeter;
$\lambda$	Wellenlänge des Messlichts in Nanometer;
$m$	Konstruktionsfaktor des Interferenzsystems;
$n$	Anzahl der Messungen zur Bestimmung einer Größe $x$ ;
$s_{\Delta\ell}$	Standardabweichung einer Längenänderung, in Millimeter;
$s_{\Delta\ell_B}$	Standardabweichung einer Längenänderung im Blindversuch, in Millimeter;
$s_{\Delta\ell_K}$	Standardabweichung einer Längenänderung im Kalibrierlauf, in Millimeter;
$s_{\Delta\ell_M}$	Standardabweichung einer Längenänderung im Messlauf, in Millimeter;
$s_{\Delta\ell_Q}$	Standardabweichung einer Längenänderung für den Gerätewerkstoff, in Millimeter;

$s_{\Delta\ell_V}$	Standardabweichung der Probenlängenmessung für den Referenzkörper, in Millimeter;
$s_{\ell_0}$	Standardabweichung der Probenlängenmessung bei Bezugstemperatur, in Millimeter;
$s_S$	Standardabweichung einer Skalenablesung beim Komparatorverfahren;
$s_T$	Standardabweichung bei der Temperaturmessung, in Grad Celsius;
$s_{T_0}$	Standardabweichung der Bezugstemperaturmessung, in Grad Celsius;
$s_{T^*}$	Standardabweichung bei der Bruchteilbestimmung von Interferenzstreifen in Teilen eines Streifens;
$s_w$	Standardabweichung des Wegmesssystems, in Millimeter;
$s_{\bar{\alpha}}$	Standardabweichung des mittleren Ausdehnungskoeffizienten, in Kelvin <sup>-1</sup> ;
$s_{\lambda}$	Standardabweichung der Wellenlänge des Messlichts, in Nanometer;
$T^*$	Bruchteil eines Interferenzstreifens;
$T_0$	Bezugstemperatur in Grad Celsius;
$T$	Messtemperatur in Grad Celsius;
$t^*$	Studentfaktor;
$u_{\bar{\alpha}}$	Unsicherheit des mittleren Längenausdehnungskoeffizienten, in Kelvin <sup>-1</sup> ;
$Z$	Anzahl der durchgewanderten Interferenzstreifen;
$u_{\Delta\ell}$	Unsicherheit einer Längenänderung, in Millimeter;
$\Delta\ell_{\text{ber}}$	Berechnete Längenänderung in Millimeter;
$\Delta\ell_{\text{gem}}$	Gemessene Längenänderung in Millimeter.

## **4 Prüfverfahren**

### **4.1 Kurzbeschreibung**

Zur Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper dient das Dilatometer. Die Längenänderung  $\Delta\ell$  kann in folgender Weise ermittelt werden: Mechanische Übertragung mit Fühlern auf einen mechanischen oder elektrischen Wegaufnehmer sowie durch Anvisieren der Kopfflächen des Prüfkörpers 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 (siehe DIN 51005) kann die Längenänderung auch als Funktion der Zeit dargestellt werden.

## 4.2 Geräte

### 4.2.1 Geräte zur Längenmessung

Jede dilatometrische Untersuchung setzt die Messung der Ausgangslänge des Prüfkörpers bei der Bezugstemperatur  $T_0$  (im Regelfall 20 °C) voraus. Je nach den Genauigkeitsanforderungen an die Messung (siehe 4.5.4) werden Messschieber, Bügelmessschrauben oder elektromechanische Messständer benutzt, mit denen die Probenlänge mit einem Endmaß verglichen werden kann.

### 4.2.2 Geräte zur Längenänderungsmessung

Meist werden Längenänderungen mit Schubstangendilatometern 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. So genannte Differenzdilatometer verwenden zwei Schubstangen, die von der Probe bzw. einem Referenzkörper betätigt werden. Die Werkstoffe von Schubstangensystemen müssen im verwendeten Temperaturbereich in ihrem Temperaturverhalten definiert sein und ein reversibles Verhalten zeigen; Kieselglas und Sinterkorund ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 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 1 500 °C bei Sinterkorund muss mit irreversiblen Änderungen des Messsystems gerechnet werden. Bei Verwendung von Sinterkorund bei Temperaturen oberhalb 1 500 °C ist die Einhaltung des reversiblen Verhaltens durch Kalibriermessungen nachzuweisen.

Das Gleiche gilt bei Verwendung von Haltevorrichtungen und Schubstangen aus anderen Werkstoffen, die insbesondere für Messungen im Temperaturbereich über 1 500 °C geeignet sind.

Die Anpresskraft der Einrichtung zum Messen der Längenänderung auf den Prüfkörper muss so groß sein, dass eine zuverlässige Ankopplung der Übertragungselemente an den Prüfkörper 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 Prüfkörper 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 Prüfkörper nicht reagieren kann. Gegebenenfalls sind Folien oder Scheiben aus geeigneten Materialien wie z. B.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  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 Prüfkörpern 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 Einhaltung der anderen Genauigkeitsanforderungen nachzuweisen.

### 4.2.3 Geräte zur Temperaturmessung

Für die Temperaturmessung sind Temperatursensoren zu verwenden, deren zulässige Genauigkeiten den entsprechenden Normen, z. B. für die meist benutzten Thermoelemente DIN EN 60584-1 und DIN EN 60584-2, zu entnehmen sind. Bei der Bestimmung der Prüfkörpertemperatur aus der Ofentemperatur muss die Temperaturgenauigkeit mittels geeigneter Kalibriersubstanzen im interessierenden Temperaturbereich geprüft werden.

Das Ablesen der Prüfkörpertemperatur muss mit einer derartigen Genauigkeit möglich sein, wie sie durch die gewünschte Messunsicherheit erforderlich ist, siehe 4.2.5 und 4.5.3.

#### **4.2.4 Probenhalterung**

Die Positionierung der Proben in der Haltevorrichtung muss kippstabil und wackelfrei sein (siehe [1]). Eine definierte Probenhalterung bei horizontal arbeitenden Geräten besteht z. B. aus einer rohrförmigen Halterung, einem Führungsstab und einem geeigneten Anschlag für eine der beiden Stirnflächen oder eine ausreichend große und ebene Auflagefläche bei vertikal arbeitenden Dilatometern.

Sofern es die Probeneigenschaften erfordern, Zwischenlagen (Platinfolie, Druckplättchen usw.) zu verwenden, müssen diese Teile in der gleichen Anordnung bei der Gerätekalibrierung nach 4.4.3 benutzt werden. Ihre Längenänderungen müssen reversibel sein und erscheinen in den Dilatometerkorrekturen  $\Delta l_B$  und  $\Delta l_K$  und werden somit bei der Berechnung der Ergebnisse erfasst.

#### **4.2.5 Ofen**

Der Ofen muss so konstruiert sein, dass die Prüfkörpertemperatur über Prüfkörperlänge und -durchmesser um nicht mehr differiert, als dies die geforderte Messunsicherheit zulässt, siehe 4.5.3. Damit dies erreicht wird, sind Rohröfen zu verwenden, deren temperaturkonstante Zone die oben angegebenen Anforderungen erfüllt und die probenkörpernahen Bereiche des Schubstangensystems mitefasst. Weiterhin sind zentrischer Einbau des Prüfkörpers, geringe Kaminwirkung bei Vertikalöfen und Abstimmung der Heizrate auf Wärmeleitvermögen und Durchmesser des Prüfkörpers 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 reproduzierbar sein.

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

### **4.3 Proben**

#### **4.3.1 Prüfkörper**

Die Herstellung der Prüfkörper und ihre Maße richten sich nach der Problemstellung, der Art und Herkunft der Proben, den Anforderungen an die Genauigkeit und die daraus resultierende, zulässige Unsicherheit des mittleren Längenausdehnungskoeffizienten. Generell gilt, dass die Stirnflächen der Prüfkörper eben und rechtwinklig zur Prüfkörperlängsachse [2] sowie frei von Graten und Fremdpartikeln sein sollten.

Für verschiedene Werkstoffe bestehen Prüfnormen, die die Prüfkörper festlegen (z. B. DIN 51045-2 bis DIN 51045-5, DIN 53752 und DIN ISO 7991).

#### **4.3.2 Referenzkörper**

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

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

**ANMERKUNG** Gläser können als Referenzkörper nur dann verwendet werden, wenn sichergestellt ist, dass bei allen Kalibrierungsvorgängen das gleiche Temperaturprogramm angewendet wird.



**Tabelle 1 — Relative Längenänderung einiger geeigneter Referenzkörper in Abhängigkeit von der Temperatur**

Messtemperatur °C	Relative Längenänderung eines Referenzkörpers beim Übergang von der Bezugstemperatur 20 °C auf die Messtemperatur nach Spalte 1			
	$\frac{\Delta l}{l_0} \cdot 100$ % bei			
	Korund-Einkristall <sup>a</sup> 59°	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , polykristallin <sup>b</sup>	Platin <sup>c</sup>	Kieselglas <sup>d</sup>
– 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		
<b>Unsicherheit bei Vertrauensniveau 1 – <math>\alpha = 95</math> %</b>				
	0,003	0,04	0,008	0,0004
<p><sup>a</sup> Als Referenzkörper 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 Standard [3] durch Interpolation errechnet.</p> <p><sup>b</sup> Als Referenzkörper kann ein polykristallines Produkt mit 99,5 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> benutzt werden. Die angegebenen Werte sind ausgeglichene Werte nach [4], [5], [6], [7], [8], [9].</p> <p><sup>c</sup> Als Referenzkörper ist ein polykristallines Produkt mit 99,999 % Pt zu verwenden. Der Referenzkörper darf niemals über 1 000 °C erhitzt werden. Die angegebenen Werte sind ausgeglichene Werte nach [4], [10], [11], [12].</p> <p><sup>d</sup> Als Referenzkörper eignet sich reines, aus Bergkristall hergestelltes Kieselglas, das zuvor einer Standard-Temperatur unterworfen wurde: Aufheizen bis 1 100 °C mit Heizrate 1 K min<sup>–1</sup> bis 10 K min<sup>–1</sup>, 7 h Haltezeit bei 1 100 °C, und Abkühlen mit einer Kühlrate von 0,2 K/min auf 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 [9] bis [14].</p>				

## 4.4 Durchführung

### 4.4.1 Stationäres Verfahren

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

### 4.4.2 Verfahren mit kontinuierlicher Temperaturänderung

Wird mit kontinuierlich steigender oder fallender Temperatur gemessen, so tritt eine von der Temperatur und der Heizrate abhängige Temperaturdifferenz zwischen Probe, Haltevorrichtung und Thermosensor auf, die, stark von den Ofen- und Probeneigenschaften abhängig, durch den Wärmetransport (Strahlung, Leitung, Konvektion) beeinflusst wird. In diesem Fall muss zur Ermittlung des Korrekturwertes ein Referenzkörper mit möglichst probenähnlichen wärmetechnischen Eigenschaften verwendet werden.

### 4.4.3 Korrekturen

Die Messabweichungen von Wegaufnehmern, Temperatursensoren und Anzeigegeräten 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 Probenvorrichtung, welches der Probenlänge  $\ell_0$  entspricht, bzw. die Dehnung eines Referenzkörpers muss bei der Ermittlung der Probendehnung berücksichtigt werden. Deshalb müssen Haltevorrichtung und Schubstange aus einem Werkstoff mit reversibler Dehnung bestehen, dessen Dehnung  $\Delta\ell_Q$  bekannt sein oder separat ermittelt werden muss. Bei Dilatometern aus Kieselglas werden die reversible Dehnung und Konstanz von  $\Delta\ell_Q$  durch eine Standard-Temperatur des kompletten Messsystems erreicht, siehe Tabelle 1.

Sowohl die Haltevorrichtung als auch die Schubstange(n) durchqueren ein inhomogenes Temperaturfeld zwischen den homogenen Temperaturfeldern im Probenraum und dem meist auf 20 °C befindlichen Raum des Wegaufnehmers. Es ist sehr wichtig, dieses inhomogene Feld bei der Messung und Kalibrierung gleich zu halten. Infolge der Inhomogenität wird eine unterschiedliche Längenänderung der Dilatometerteile bewirkt. Die Differenz dieser Längenänderung muss als Dilatometerkorrektur  $\Delta\ell_B$  berücksichtigt und in der Praxis genügend oft kontrolliert werden (Blindversuch).

Wenn die Längenänderung  $\Delta\ell_Q$  der Haltevorrichtung nicht bekannt ist, muss sie im Dilatometer ermittelt werden, wobei eine Probe mit bekannter Längenänderung  $\Delta\ell_V$  (Referenzkörper) gemessen wird.  $\Delta\ell_K$  ist die Geräteanzeige bei der Ermittlung des Korrekturwertes.

$$\Delta\ell_Q = \Delta\ell_V + \Delta\ell_B - \Delta\ell_K \quad (5)$$

### 4.4.4 Berechnung von Längenänderung und Längenausdehnungskoeffizienten

Für jede Messtemperatur ergibt sich die Längenänderung  $\Delta\ell$  einer Probe aus dem Messwert  $\Delta\ell_M$  bekannter Dehnung der Haltevorrichtung  $\Delta\ell_Q$  und der aus dem Blindversuch bekannten Korrektur  $\Delta\ell_B$  nach

$$\Delta\ell = \Delta\ell_M - \Delta\ell_B + \Delta\ell_Q \quad (6)$$

oder bei unbekannter Längenänderung der Haltevorrichtung und Bestimmung des Korrekturwertes nach

$$\Delta\ell = \Delta\ell_M - \Delta\ell_K + \Delta\ell_V \quad (7)$$

Sind die Längen von Probe  $\ell_0$  und Referenzkörper  $\ell_V$  jedoch unterschiedlich, so muss hierfür korrigiert werden:

$$\Delta\ell = \Delta\ell_M - \Delta\ell_K + \Delta\ell_V + (\ell_0 - \ell_V) \cdot \alpha_Q \cdot (T - T_0) \quad (8)$$

mit  $\alpha_Q$  Längenausdehnungskoeffizient des Gerätewerkstoffs. Bei Benutzung der Gleichung (6) ist eine solche Korrektur nicht erforderlich.

Die Gleichungen (7) und (8) gelten auch für die Differenzdilatometer, bei denen der Wegaufnehmer nicht an der Probenhaltevorrückung, sondern an einer zweiten Schubstange befestigt ist und letztere ständig an einem Referenzkörper anliegt. Die Überlegungen hinsichtlich des inhomogenen Temperaturfeldes in der Übergangzone gelten in entsprechender Erweiterung.  $\Delta\ell_K$  vertritt hier den Fall des Blindversuchs und wird entsprechend mit zwei identischen Referenzkörpern bzw. identischen Proben erhalten.

Für das Komparatorverfahren gilt:

$$\Delta\ell = [A_R(T) - A_L(T)] - [A_R(T_0) - A_L(T_0)] \quad (9)$$

wobei  $A$  der Ablesewert für linke (L) und rechte (R) Probenkante bzw. Marke, jeweils bei den Temperaturen  $T_0$  und  $T$  ist.

Entsprechend gilt für das Interferometer

$$\Delta\ell = [Z - T^*(T_0) + T^*(T)] \cdot \frac{\lambda}{m} = B \cdot \frac{\lambda}{m} \quad (10)$$

Dabei ist

$T^*$  Bruchteil eines Interferenzstreifens bei den Temperaturen  $T_0$  bzw.  $T$ ;

$Z$  die Anzahl der durchgewanderten Interferenzstreifen im Interferometer;

$m$  der Konstruktionsfaktor (2, 4, 8, 16), der von der optischen Konstruktion des Interferometers abhängt. Voraussetzung ist eine konstante Wellenlänge  $\lambda$ . Dies gelingt in der Regel nur im Vakuum bei einem Druck  $\leq 1$  Pa.

Nach Bestimmung von  $\Delta\ell$  nach den Gleichungen (6) bis (10) kann die Berechnung der relativen Längenänderung nach Gleichung (2) und des mittleren Längenausdehnungskoeffizienten nach der Gleichung (4) erfolgen.

Die Berechnung des Längenausdehnungskoeffizienten nach Gleichung (3) erfordert die Differenzierung der Längenänderungs-Temperaturkurve. Manche Dilatometer erlauben eine elektrische Differenzierung und Aufzeichnung, jedoch nur bei der Benutzung des Verfahrens nach 4.4.2 mit bekannten Messunsicherheiten.

Wird das stationäre Verfahren nach 4.4.1 angewendet, so wird  $\alpha$  auf folgendem Wege erhalten:

Durch die Messpunkte  $\Delta\ell(T)$  wird eine empirische Gleichung

$$\Delta\ell_{\text{ber}} = \alpha + bT + cT^2 + dT^3 + \dots \quad (11)$$

gelegt, zweckmäßigerweise nach dem Verfahren der kleinsten Quadrate, für das die Bedingung gilt:

$$\sum [\Delta\ell_{\text{ber}} - \Delta\ell_{\text{gem}}]^2 = \text{Minimum} \quad (12)$$

Hierbei steht der Index ber für berechnet, der Index gem für gemessen.

Meist genügt es, bei Gleichung (11) bis zur 3. Potenz zu rechnen. Dann ergibt sich der Längenausdehnungskoeffizient nach Gleichung (3) zu

$$\alpha(T) = \frac{1}{\ell_0} (b + 2cT + 3dT^2) \quad (13)$$

## 4.5 Auswertung von Messungen

### 4.5.1 Allgemeines

Siehe DIN 1319-3 und DIN 1319-4.

### 4.5.2 Fortpflanzung von Standardabweichungen

Bei den am häufigsten benutzten Schubstangen- und Differenzdilatomern ergibt sich aufgrund des Fehlerfortpflanzungsgesetzes für die relative Standardabweichung  $\frac{s_{\bar{\alpha}}}{\bar{\alpha}}$  des mittleren Längenausdehnungskoeffizienten  $\bar{\alpha}$ :

$$\frac{s_{\bar{\alpha}}}{\bar{\alpha}} = \sqrt{\left(\frac{s_{\ell_0}}{\ell_0}\right)^2 + \left(\frac{s_{\Delta\ell}}{\Delta\ell}\right)^2 + \frac{s_T^2 + s_{T_0}^2}{(T - T_0)^2}} \quad (14)$$

Bei der Durchführung einer Dilatometermessung setzt sich  $s_{\Delta\ell}$  aus Anteilen der Kalibrierung des Wegaufnehmers  $s_w$ , der Ermittlung der Dilatometerkorrektur  $s_{\Delta\ell_B}$  bzw.  $s_{\Delta\ell_K}$ , der Messung der Probe  $s_{\Delta\ell_M}$  und der Unsicherheit der Kenntnis der Längenänderung des Probenhalters  $s_{\Delta\ell_Q}$  bzw. des Referenzkörpers  $s_{\Delta\ell_V}$  zusammen:

$$s_{\Delta\ell} = \sqrt{s_{\Delta\ell_M}^2 + s_w^2 + s_{\Delta\ell_B}^2 + s_{\Delta\ell_Q}^2} \quad (15)$$

bzw.

$$s_{\Delta\ell} = \sqrt{s_{\Delta\ell_M}^2 + s_w^2 + s_{\Delta\ell_K}^2 + s_{\Delta\ell_V}^2} \quad (16)$$

Beim Komparatorverfahren wird  $\Delta\ell$  aus vier Einstellungen gewonnen, deren jede einen Beitrag der Standardabweichung einer Skalenablesung beim Komparatorverfahren  $s_S$  liefert. Somit wird

$$s_{\Delta\ell} = 2s_S \quad (17)$$

Die interferometrischen Verfahren benutzen die Wellenlänge  $\lambda$  eines monochromatischen Messlichtes als Maßstab, deren Unsicherheit  $s_\lambda$  zusammen mit der Unsicherheit der Ermittlung der Bruchteile  $s_T$  der Interferenzstreifen

$$s_{\Delta\ell} = \sqrt{\frac{B^2}{4} \cdot s_\lambda^2 + \lambda^2 \cdot s_T^2} \quad (18)$$

ergibt, wobei  $B$  die Verschiebung der Interferenzstreifen nach Gleichung (10) ist.

#### 4.5.3 Berechnung von Messunsicherheiten

Die Standardabweichung  $s_{\bar{\alpha}}$  berücksichtigt bei korrekter Ermittlung nach 4.5.2 alle zufallsbedingten und systematischen Abweichungen des Messverfahrens.

Nach DIN 1319-3 kann die Unsicherheit  $u_{\bar{\alpha}}$  des Ergebnisses einer Messreihe, bestehend aus  $n$  Messungen, nach der Gleichung

$$u_{\bar{\alpha}} = \frac{t^*}{\sqrt{n}} \cdot s_{\bar{\alpha}} \text{ bzw. } u_{\Delta\ell} = \frac{t^*}{\sqrt{n}} \cdot s_{\Delta\ell} \quad (19)$$

ermittelt werden.

Dabei ist

$t^*$  der Studentfaktor, der vom gewünschten Vertrauensniveau  $1 - \alpha$  abhängt. Für  $1 - \alpha = 95\%$  sind  $t^*$  bzw.  $t^*/\sqrt{n}$  aus Tabelle 2 zu entnehmen (siehe auch DIN 1319-3).

**Tabelle 2 — Studentfaktoren  $t^*$  für das Vertrauensniveau  $1 - \alpha = 95\%$**

$n$	$t^*$	$\frac{t^*}{\sqrt{n}}$
3	4,30	2,48
4	3,18	1,59
5	2,78	1,24
6	2,57	1,05
7	2,45	0,92
8	2,37	0,84
9	2,31	0,77
10	2,26	0,71
20	2,09	0,48

#### 4.5.4 Festlegung von Geräteanforderungen

Die Anforderungen an das Dilatometer und an die Messung der Ausgangslänge können mittels der Gleichungen (14) und (19) ermittelt werden. Für eine gewünschte Messunsicherheit müssen die Anteile unter der Wurzel etwa gleich groß werden.

BEISPIEL Ist die Anforderung  $u_{\bar{\alpha}} / \bar{\alpha} = 5\%$  bei  $1 - \alpha = 95\%$  und  $n = 3$ , ergibt sich nach Gleichung (19) und

Tabelle 2  $s_{\bar{\alpha}} / \bar{\alpha} = 0,02$  und nach Gleichung (14) mit

$$s_{\ell_0} = 0,0115 \cdot \ell_0 = 0,58 \text{ mm bei } \ell_0 = 50 \text{ mm.}$$

Für einen angenommenen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha = 6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  und  $T = 300 \text{ °C}$  ergeben sich weiterhin  $s_{\ell_0} = 0,0115 \cdot \Delta\ell = 0,001 \text{ mm}$  und

$$s_T = 0,0115 \frac{T - T_0}{\sqrt{2}} = 2,3 \text{ °C bei } T = 300 \text{ °C.} \quad (20)$$

#### 4.6 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

- a) Art der Prüfkörperherstellung (Formgebungsverfahren) oder Probenahme (Orientierung zu Vorzugsrichtungen);
- b) thermische Vorgeschichte;
- c) Prüfkörpermaße;
- d) Art des verwendeten Dilatometers und Werkstoff des Messsystems sowie gegebenenfalls Standardabweichung des Wegemesssystems  $s_w$ ;
- e) Sondengeometrie;
- f) Lage des Temperatursensors im Temperaturfeld sowie gegebenenfalls Standardabweichung der Temperaturmesseinrichtung  $s_T$ ;
- g) Art und Durchführung des Messverfahrens mit Anzahl und Höhe der Temperaturstufen, Haltezeit oder Heizrate in K/min, Atmosphäre;
- h) gegebenenfalls Art des Referenzkörpers;
- i) Anpresskraft oder -druck;
- j) Längenänderung des Prüfkörpers als Funktion der Temperatur und deren Unsicherheit nach Gleichung (19):
  - entweder tabellarisch oder
  - als empirische Funktion wie Gleichung (11) oder
  - als Diagramm in solchem Maßstab, dass die Unsicherheit nach Gleichung (19) 0,5 mm beträgt.

Ferner sind auch entsprechende Angaben für  $\Delta\ell/\ell_0$  in %,  $\bar{\alpha}(T_0; T)$  und  $\alpha(T)$  zulässig.

Es sind jeweils so viel wertanzeigende Ziffern gegebenenfalls in Potenzschreibweise anzugeben, dass die Unsicherheit nach Gleichung (19) in der letzten wertanzeigenden Ziffer erscheint.

## Literaturhinweise

DIN 1319-3, *Grundlagen der Messtechnik — Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Messgröße, Messunsicherheit*

DIN 1319-4, *Grundlagen der Messtechnik — Teil 4: Auswertung von Messungen; Messunsicherheit*

DIN 51045-2, *Bestimmung der Längenänderung fester Körper unter Wärmeeinwirkung — Prüfung gebrannter feinkeramischer Werkstoffe*

DIN 51045-3, *Bestimmung der Längenänderung fester Körper unter Wärmeeinwirkung — Prüfung ungebrannter feinkeramischer Werkstoffe*

DIN 51045-4, *Bestimmung der Längenänderung fester Körper unter Wärmeeinwirkung — Prüfung gebrannter grobkeramischer Werkstoffe*

DIN 51045-5, *Bestimmung der Längenänderung fester Körper unter Wärmeeinwirkung — Prüfung ungebrannter grobkeramischer Werkstoffe*

DIN 53752, *Prüfung von Kunststoffen — Bestimmung des thermischen Längenausdehnungskoeffizienten*

DIN EN 60584-1, *Thermopaare — Teil 1: Grundwerte der Thermospannungen*

DIN EN 60584-2, *Thermopaare — Teil 2: Grenzabweichungen der Thermospannungen*

DIN EN 61143-1, *Elektrische Messgeräte — X-t-Schreiber — Teil 1: Begriffe und Anforderungen*

DIN EN 61143-2, *Elektrische Messgeräte — X-t-Schreiber — Teil 2: Zusätzliche empfohlene Prüfverfahren*

DIN ISO 7991, *Glas — Bestimmung des mittleren thermischen Längenausdehnungskoeffizienten*

- [1] Gorski, W., *Konstruktionsmerkmale und Fehlerquellen von Schubstangendilatometern*. Feinwerktechnik & Messtechnik **92** (1984), S. 137–140
- [2] Thormann, P., *Bestimmung der Planparallelität der Endflächen eines Prüfkörpers und ihrer rechtwinkligen Lage zur Prüfkörperlängsachse*. Tonindustriezeitung **93** (1969), S. 398–400
- [3] Hahn, T. A., *Thermal Expansion of Single Crystal Sapphire from 293 to 2000 K*. Standard Reference Material 732. Thermal Expansion 6. Hg.: I. D. Peggs Plenum Press, New York (1978), S. 191–201
- [4] Fitzer, E., *Thermophysical properties of solid materials: Cooperative thermal expansion measurements up to 1000 °C. Project section 1 A*. Advisory Group for Aerospace Research and Development of the North Atlantic Treaty Organization Advisory Report **31** (1971) (AGARD AR-31-71).
- [5] Ebert, H., Tingwaldt, C., *Ausdehnungsmessungen bei Temperaturen bis 2000 °C*. Phys. Z. **37** (1936), S. 471–475
- [6] Gerdien, H., *Aluminiumoxyd als hochfeuerfester Werkstoff*. Z. Elektrochem. **39** (1933), S. 13–20
- [7] Schwiete, H. E., Metzger, C., *Ausdehnungsmessungen an feuerfesten Baustoffen bis zu hohen Temperaturen*. Ber. dt. Keram. Ges. **41** (1964), S. 334–341
- [8] Ebert, H., *Bestimmung der Wärmeausdehnung von einigen Aluminium- und Magnesiumlegierungen sowie von Rhodium*. Phys. Z. **39** (1938), S. 6–9

- [9] Whittemore, O. J., Ault, N.N., *Thermal expansion of various ceramic materials to 1500 °C*. J. Amer. Ceram. Soc. **39** (1956), S. 443–444
- [10] Holborn, L., Day, A., *Über das Luftthermometer bei hohen Temperaturen*. Ann. Phys. 4. F. **2** (1900), S. 505–545
- [11] Benoît, J. R., *Nouvelles études et mesures de dilatations par la méthode de M. Fizeau*. Trav. Mém. Bw. Intern. Poids. **6** (1888), S. 1–193
- [12] Benoît, J. R., *Comparaisons de règles métriques et mesures de dilatation*. J. Phys.-Paris 2. Ser. (2) **9** (1889), S. 253–276 und S. 451–472
- [13] Brückner, R., *Charakteristische physikalische Eigenschaften der oxydischen Hauptglasbildner und ihre Beziehung zur Struktur der Gläser. Teil II: Mechanische und optische Eigenschaften der Funktion der thermischen Vorgeschichte*. Glastechn. Beri. **37** (1964), S. 459–475.
- [14] Otto, J., Thomas, W., *Die thermische Ausdehnung von Quarzglas im Temperaturbereich von 0 bis 1060 °C*. Z Phys. **175** (1963), S. 337–344