



# TA INSTRUMENTS



## 热分析系统



TA Instruments-Waters LLC  
沃特斯中国有限公司  
沃特世科技(上海)有限公司

全国咨询专线: 800-820-3812  
<http://www.tainstruments.com.cn>

上海办事处  
上海市漕河泾开发区钦州北路  
1198号82号大厦16楼(200233)  
TEL: 021-64956999  
FAX: 021-64951999

北京办事处  
北京市朝阳区八里庄西里98号  
3号楼22层(100025)  
TEL: 010-85868899  
FAX: 010-85869083

广州办事处  
广州市流花路中国大酒店  
商业大厦406-407室(510015)  
TEL: 020-86266678  
FAX: 020-86686217

香港办事处  
香港九龙柯士甸道102号901室  
TEL: 852-69114226  
FAX: 852-25496802

## TA全球

- New Castle, DE USA +1-302-427-4000
- Lindon, UT USA +1-801-763-1500
- Järfälla, Sweden +46-8-564-72-200
- Crawley, United Kingdom +44-1293-658900
- Shanghai, China +86-21-64956999
- Taipei, Taiwan +88-62-25638880
- Tokyo, Japan +81-3-5479-8418
- Seoul, Korea +82-2-3415-1500
- Bangalore, India +91-80-28398963
- Paris, France +33-1-30-48-94-60
- Eschborn, Germany +49-6196-400-600
- Brussels, Belgium +32-2-706-0080
- Etten-Leur, Netherlands +31-76-508-7270
- Milano, Italy +39-02-27421-283
- Barcelona, Spain +34-93-600-9300
- Melbourne, Australia +61-3-9553-0813
- Mexico City, Mexico +5255-5524-7636

### 差示扫描量热仪

Q2000	3
技术参数	4
Q200	5
技术参数	6
Q20	7
技术参数	8
DSC技术	9
附件	11
温度控制选配件	17
Tzero技术	21
MDSC技术	25
应用	27

### 热重分析仪

Q5000IR	35
技术参数	36
Q500	37
技术参数	38
Q50	39
技术参数	40
Q5000IR技术	41
Q500/Q50 技术	47
TGA附件和选配件	49
应用	55

### 湿气吸附分析仪

Q5000SA	65
技术参数	66
Q5000SA技术	69
应用	73

### 差热-热重 同步热分析仪

Q600	77
技术参数	78
SDT技术	79
应用	81

### 动态力学分析仪

Q800	85
技术参数	86
RSA III	87
技术参数	88
形变模式和样品尺寸	89
操作模式	90
Q800技术	91
RSA III技术	93
形变模式	95
附件	97
DMA原理	98
应用	99

### 热机械分析仪

Q400EM/Q400	105
技术参数	106
Q400技术	107
形变模式	109
TMA原理/操作模式	111
应用	115



DSC

Q2000 • Q200 • Q20



差示扫描量热仪

# Q2000



Q2000是TA仪器DSC产品线中的顶尖研发级产品，具有卓越的基线稳定性、高灵敏度和高分辨率。Q2000配备最顶尖的DSC技术—专利高级Tzero®(T零)技术，同时拥有业界翘楚的多项领先技术，包括调制DSC®技术、50位智能自动进样器以及多项硬件和软件改进，使得Q2000成为高效、多功能、易于操作的DSC。另一项高附加值的新特点就是铂金Platinum™软件，它可以自动安排在非工作时间进行多项测试，保持Q2000始终处于最佳工作状态。我们为您提供多种附件，包括全新的差示光量热单元(PCA)、压力DSC和适合不同需求的冷却附件，使得Q2000 DSC能最大限度地满足研究者的多种需求。

## 技术参数

### 技术

Tzero®技术	高阶型
MDSC®	高阶型
直接 Cp 测量	标配
Platinum 铂金软件	标配

### 硬件特点

全屏 VGA 触摸屏	标配
Tzero测试炉(用户可更换)	标配
50位自动进样器	标配
自动炉盖 II	标配
双气路数字式质量流量控制器	标配
全温程冷却附件 (LNCS, RCS90, RCS40, CCS, FACS, QCA)	选配
压力 DSC	选配
光量热单元(PCA)	选配

### 性能

温度范围	室温 ~ 725°C
配备冷却附件	-180 ~ 725°C
温度准确度	± 0.1°C
温度精确度	± 0.01°C
量热重现性 (钢 标准金属)	± 0.05%
量热精确度 (钢 标准金属)	± 0.05%
动态测量范围	>± 500 mW
基线弯曲度 (Tzero; -50 ~ 300°C)	10 μW
Tzero基线重现性	± 10 μW
灵敏度	0.2 μW
钢峰高/半峰宽 (mW/°C)*	60

\*钢峰高与半峰宽比值: 1.0mg标准金属钢在氮气(N<sub>2</sub>)气氛下以10°C/min升温(该值愈大表明仪器性能愈好)。

# Q200



Q200是TA仪器配置专利Tzero®技术的多功能研发级DSC，拥有的多项Q2000性能指标使得Q200超越了竞争对手的研发级产品。它还拥有相当的升级空间，如MDSC®、50位智能自动进样器以及光量热单元(PCA)。革新的技术、优良的性能、宽阔的升级空间和人性化的操作模式使得Q200对任何实验室来说都是极佳的选择和得力助手。

## 技术参数

### 技术

Tzero®技术	基本型
MDSC®	选配
Platinum 铂金软件	标配

### 硬件特点

全屏 VGA 触摸屏	标配
Tzero测试炉(固定)	标配
50位自动进样器	选配
自动炉盖 II	标配
双气路数字式质量流量控制器	标配
全温程冷却附件 (LNCS, RCS90, RCS40, CCS, FACS, QCA)	选配
光量热单元(PCA)	选配

### 性能

温度范围	室温 ~ 725°C
配备冷却附件	-180 ~ 725°C
温度准确度	± 0.1°C
温度精确度	± 0.05°C
量热重现性 (钢 标准金属)	± 0.1%
量热精确度 (钢 标准金属)	± 0.1%
动态测量范围	>± 500 mW
基线弯曲度 (Tzero; -50 ~ 300°C)	10 µW
Tzero基线重现性	± 10 µW
灵敏度	0.2 µW
钢峰高/半峰宽 (mW/°C)*	30

\*钢峰高与半峰宽比值：1.0mg标准金属钢在氮气(N<sub>2</sub>)气氛下以10°C/min升温(该值愈大表明仪器性能愈好)。

# Q20



Q20系列(包括Q20、AQ20和Q20P)是一款经济、通用、易操作的DSC, 它的基线性能绝不逊色于许多竞争对手研发级的产品。Q20家族产品稳固、可靠, 是研发、教学和工业中的理想测试工具。AQ20可用于无人照看的多至50个样品的顺序或随机测试。Q20和AQ20均包括双气路数字式质量流量控制器。Q20P可用于压力敏感性材料, 或加热时易产生挥发性成分的材料的研究。

## 技术参数

硬件特点	Q20	AQ20	Q20P
Tzero®测试炉(固定)	标配	标配	无
用户可更换测试炉	无	无	是
50位自动进样器	无	标配	无
自动炉盖 II	无	标配	无
双气路数字式质量流量控制器	标配	标配	无
全量程冷却附件 (LNCS,RCS90,RCS40,CCS,FACS,QCA)	选配	选配	只可选配QCA
压力DSC	无	无	标配

性能	Q20	AQ20	Q20P
温度范围	室温~725°C	室温~725°C	室温~725°C
配备冷却附件	-180~725°C	-180~725°C	-130~725°C
温度准确度	± 0.1°C	± 0.1°C	± 0.1°C
温度精确度	± 0.05°C	± 0.05°C	± 0.05°C
量热重现性(钢 标准金属)	± 1 %	± 1 %	± 1 %
量热精确度(钢 标准金属)	± 0.1 %	± 0.1 %	± 0.1 %
动态测量范围	± 350 mW	± 350 mW	± 350 mW
数字分辨率	>0.04µW	>0.04µW	>0.04µW
基线弯曲度(-50~300°C)	<0.15 mW	<0.15 mW	无
基线重现性	< 0.04 mW	<0.04 mW	无
灵敏度	1.0 µW	1.0 µW	1.0 µW
钢峰高/半峰宽(mW/°C)*	8.0	8.0	无

\*钢峰高与半峰宽比值: 1.0mg标准金属钢在氮气(N<sub>2</sub>)气氛下以10°C/min升温(该值愈大表明仪器性能愈好)。

# Q系列™DSC技术



## Tzero®测试炉设计

Tzero® DSC炉体是世界上第一次同时兼顾加热和冷却操作性能的炉体设计。它采用了多项革新性的技术，配合专利技术的传感器(后置)提高了样品台和参比台高度。传感器由一整块康铜加工成形，具有对称、耐用、壁薄、高响应等特点，并与银质加热块由铜焊接成一体。

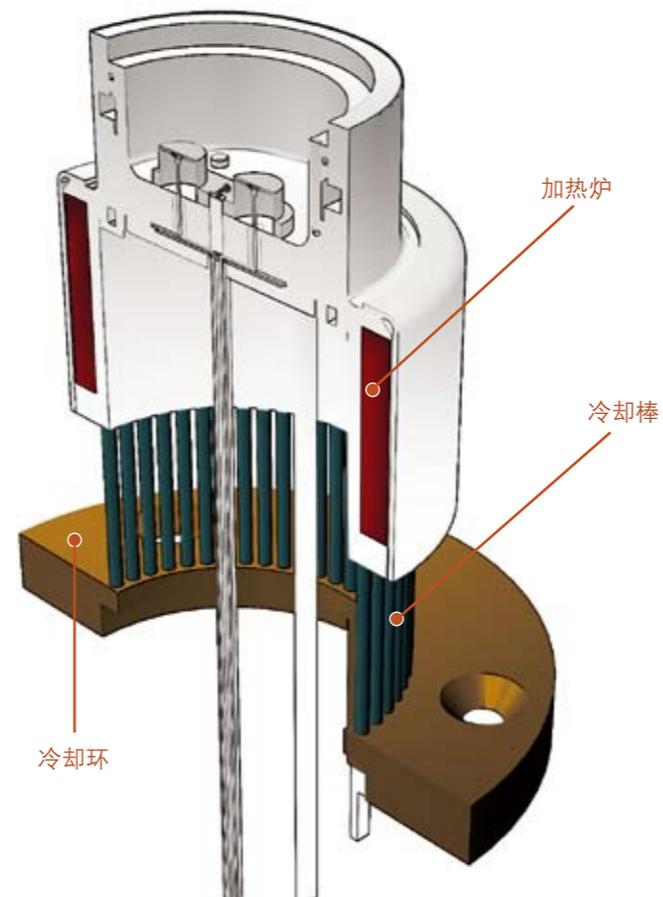
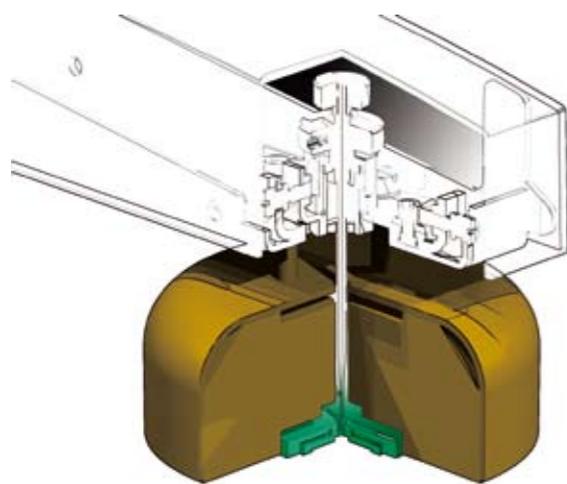
优点：可以提供快速的信号响应、平稳的基线、出色的灵敏度和分辨率以及最好的数据准确度和较长的使用寿命。

一只新型镍铬/康铜的Tzero热电偶对称地置于样品台和参比台的中点位置，可以独立测量温度并作为炉温控制传感器，确保等温实验温度的精确控制；配合对称的镍铬圆片式热电偶分别焊接于样品台和参比台下方，这种设计利于独立测量样品与参比间的热流，从而实现超效的DSC和MDSC®的实验效果。

## 自动炉盖 II

Q2000、Q200和AQ20拥有新型改良的炉盖装置，该装置包括双银质炉盖和圆盖状的隔热层。自动炉盖能根据需要自动开、闭炉体。

优点：提高炉体的隔热效果，更准确地测量热流。



## 冷却棒和冷却环

创新性的54根高热导性镍合金冷却棒对称排布，将银质炉体和冷却环有效连接在一起。这种设计可在较宽的温度范围内达到更好的冷却效果，冷却速率快，并可实现从加热到冷却的瞬时转变。配备新型冷却附件，可在等温、程序降温 and MDSC® 实验中达到更低的实验温度和无可比拟的基线性能；同时大大缩短了实验间的等待时间。

## 加热炉

Tzero® 传感器附着在高热导性的银质炉体上，加热体采用坚固耐用的Platinel™缠绕而成。吹扫气体由数字式质量流量控制器精确计量，并均匀地加热到样品室温度后导入样品室。

优点：炉体设计为样品和参比提供均匀一致的热环境。控温系统可以创造出准确的等温模式、线性变温模式和快速的温度响应，最高升温速率可达200°C/min。炉体寿命更长，吹扫气体流动更稳定，数据更可靠。

Platinel™是Engelhard Industries公司的注册商标。

# Q系列™附件

## 自动进样器

对Q系列DSC而言，拥有专利技术的自动进样器提高了仪器性能和效率。它可以提供在无人照看的情况下，使Q2000、Q200和Q20(AQ20)执行高可靠性的操作。自动进样器设有高达50个的样品位、5个参比位，可以为研发与分析实验夜以继日地工作。样品臂可按预设程序或任意秩序装载或移出样品盘和参比盘。专用光学传感器辅助样品臂精确控制定位和系统自动校正。与TA仪器智能热分析软件Thermal Advantage™配合，整个DSC系统可以获得最高的工作效率，同时自动分析软件模块可以预编程、比较和显示实验结果。

\*美国专利NO 6,644,136; 6,652,015; 6,760,679; 6,823,278

## Platinum™软件

为了进一步确保得到高质量的数据，全新配备自动进样器的Q系列DSC(Q2000, AQ200, AQ20)可以充分利用Platinum™软件的功能特点，包括：用户自动确定实验进度，在仪器空闲时间进行多种校正、确认和诊断测试，以确保DSC能一直保持最佳工作状态。Platinum软件使Q系列DSC的全线产品能在完成分析后email通知操作人员，仪器也可自动更新升级为Q系列Advantage软件。



## Tzero® DSC样品封装和压片机

样品的制备是得到高质量DSC测试结果的一个关键因素。新的Tzero压片机广泛适用于多种材质的卷边和密封，优化了样品密封的性能和便利性。这种通用压片机具有光滑的操作机械装置，可以自动调整施力大小。该压片机有四个模块，分别针对Tzero铝盘、Tzero铝制密封盘/盖、标准铝盘和标准铝制密封盘。便于操作是根本的设计理念，每套模块具有磁性，可以不借助工具并无需调整就将模块自动装载在压片机上。另外，每种模块用颜色区分，分别对应相应的盘、盖。如此出众的设计，可以避免人为错误，而且简单易用。



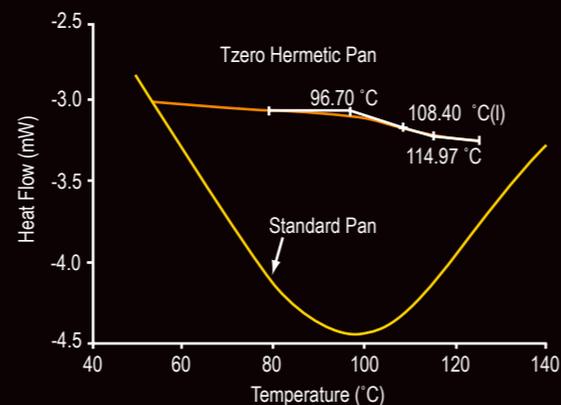
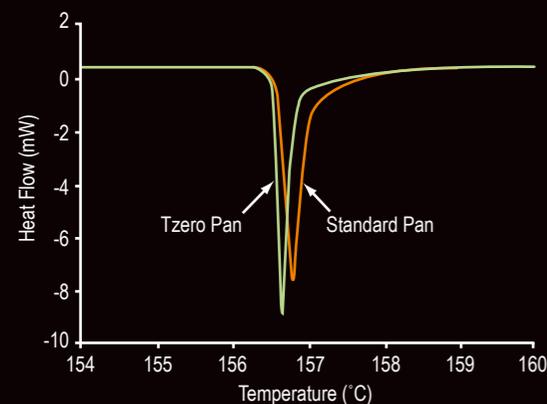
# TZERO® 系列盘/盖

## DSC样品盘/盖

TA仪器提供多种不同材质、不同规格的样品盘，用以满足客户多种常规和特殊应用的需求。严格的流程控制提高了标准样品盘/盖的质量和性能，同样，全新Tzero系列样品盘/盖也有卓越性能。Q2000系列DSC业界翘楚的一个关键因素就是全新Tzero™高性能样品盘/盖，在需要灵敏度、分辨率、热焓和温度精确度的重要的DSC实验中确保了无可比拟的数据质量。

配合先进的技术和至精的加工性能，Tzero盘能够提供相比上一代产品和竞争对手产品更好的性能，这点可从钢标准样品的测试中得以证明。如下图，可见采用Tzero盘与标准盘相比，熔融峰的质量极大地提高。

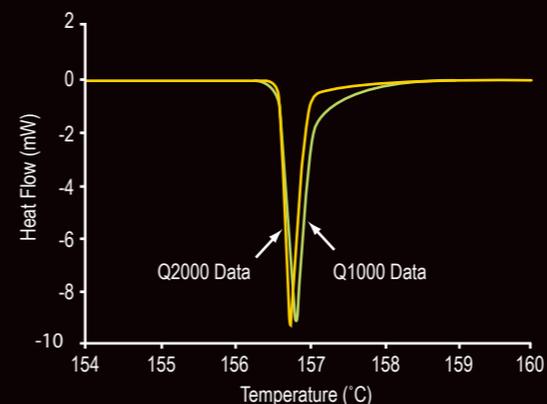
Tzero密封盘的应用如下图所示。该实验分别在密封盘和标准盘中进行酪蛋白DSC测试。酪蛋白中含有一定的吸收水分，该水分会在加热过程中挥发，因此在普通标准盘测试结果中会显示极大的吸热峰。然而，在Tzero密封盘中，挥发过程被抑制，酪蛋白的玻璃化转变也清晰可见。



# 标准系列盘/盖

TA仪器一直坚守提高DSC盘/盖技术的承诺，采用标准盘配合新的压片机，测试性能同样有显著提高。钢的测试结果如下图所示，可见钢的熔融峰的尖锐度有所提高，这表明提高了测试的分辨率。

DSC盘/盖主要包括铝盘、涂层铝盘、铜盘、金盘、铂金盘、石墨盘和不锈钢盘。它们分别可以在不同的温度范围内使用。样品可以在敞口盘、加盖盘或完全密封盘以及压力盘中采用标准的DSC模式进行实验，也可以在PDSC测试单元控制压力的情况下，利用敞口盘进行实验。所有的标准铝制样品盘具有同样的使用温度范围和耐压指标，具体指标参照下表：



标准盘	Temperature (°C)	Pressure
Aluminum	-180 to 600	100 kPa
Platinum	-180 to 725	100 kPa
Gold	-180 to 725	100 kPa
Graphite	-180 to 725	100 kPa

密封盘	Temperature (°C)	Pressure
Aluminum	-180 to 600	300 kPa
Alodined Aluminum	-180 to 600	300 kPa
Gold	-180 to 725	600 kPa
Hi Volume	-100 to 250	3.7 MPa
Pressure	Amb. to 250	10 MPa

### 压力DSC

Q20P是专用的压力DSC系统，可以用来测量对压力敏感的材料的热流，适用的温度范围从-130~725℃，压力范围1Pa(0.01torr)至7MPa(1000psi)。该测试仪器拥有普通DSC测量技术，并配备有压力控制阀、压力表、过压保护装置。压力测试单元也可以作为Q2000 DSC的附件，同时也可作为标准的测试单元(常压)，在-180~725℃的温度范围内进行实验。



### 数字式质量流量控制器

高精度的DSC实验要求非常稳定的吹扫气流，标准配置的气体数字式质量流量控制器及自动气体切换装置，可在软件中将吹扫气体流量作为DSC的独立事件进行控制。吹扫气体流量可在0~240mL/min的范围内调节，调节的增量为1mL/min。另外，系统已进行氦气、氮气、空气和氧气等相关气体的预校正，并且提供了输入其它种类气体校正因子的功能。

### 光量热单元(PCA)

Q2000和Q200 DSC可以配备改进的光量热单元(PCA)，进行-50~250℃温度范围内的紫外/可见(250~650nm)光固化材料的表征。高压汞光源提供的紫外线/可见光，经过一个具有中性或光谱通带滤波器的双路透光导引装置后引入到样品腔。Tzero®技术可直接测量样品和参比位的光强度，还可同时测量两个样品。



# 温度控制选配件

## 机械制冷系统(RCS90和RCS40)

如果想在较宽的温度范围内获得免维护和无需照看的DSC和MDSC<sup>®</sup>实验，机械制冷系统(RCS)是理想的选择。因为RCS是只需电力的密闭系统，相比较需要冷却剂的冷却方式，如液氮制冷等，由于添加冷却剂比较麻烦，并且成本增加，所以RCS的优点显而易见。TA仪器现在可以提供两种型号的机械制冷装置：RCS90和RCS40。两种型号的机械制冷均采用同样的冷却头，该冷却头稳妥地置于Q系列™的DSC炉室上，而且完全消除了通常在其它同类产品中会出现的低温结霜现象，可以实现线性程控冷却或快速冷却。

### RCS90 程控线性冷却速率, 从 550°C(上限)\*

线性冷却速率	温度下限
100°C/min	300°C
50°C/min	120°C
20°C/min	-20°C
10°C/min	-50°C
5°C/min	-75°C
2°C/min	-90°C

\*根据实验室条件不同，性能会略有差异。



### RCS90

RCS90采用两步闭环蒸发冷却系统，实现-90~550°C范围内的控温，便于常规DSC和MDSC实验操作。一般RCS90的程控冷却速率的详细情况见上表，从500°C冷却到室温只需7分钟。所有的Q系列DSC产品均可配备RCS90系统。

### RCS40

RCS40采用单级冷却系统，实现-40~400°C范围内的程序控温，便于常规DSC和MDSC实验操作。RCS40的程控线性冷却速率的详细情况见下表，从400°C冷却至室温只需7分钟。所有的Q系列DSC均可配备RCS40系统。



### RCS40 程控线性冷却速率, 从400°C(上限)\*

线性冷却速率	温度下限
65°C/min	250°C
50°C/min	175°C
20°C/min	40°C
10°C/min	0°C
5°C/min	-15°C
2°C/min	-40°C

\*根据实验室条件不同，性能会略有差异。

# 温度控制选配件

## 液氮冷却系统(LNCS)

液氮冷却系统(LNCS)是实现冷却最高效、最灵活的方法。它最低温度可达-180°C，最快冷却速率为140°C/min，实验最高温度为550°C。典型的LNCS程控冷却速率如下表所示，从550°C冷却至室温只需5分钟。LNCS液氮罐具有从其它液氮源自动填充的功能，保证DSC可连续运转。所有Q系列DSC产品均可配备LNCS系统。



LNCS 程控线性冷却速率, 从 550°C(上限)\*

线性冷却速率	温度下限
100°C/min	200°C
50°C/min	0°C
20°C/min	-100°C
10°C/min	-150°C
5°C/min	-165°C
2°C/min	-180°C

\*根据实验室条件不同，性能会略有差异。

## 鳍形空气冷却系统(FACS)

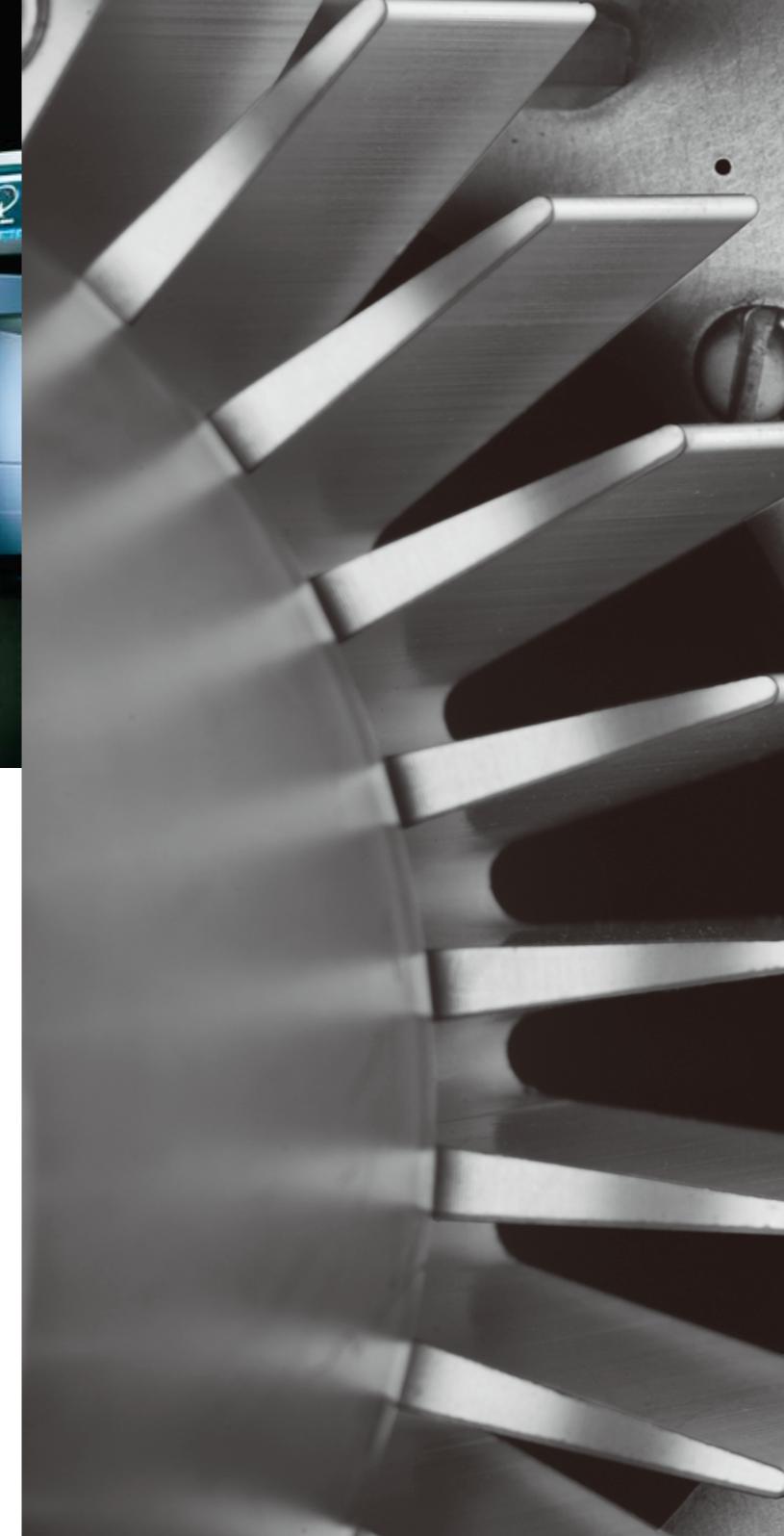
鳍形空气冷却系统(FACS)是Q系列™DSC的一项革新性冷却技术，相对于机械制冷RCS和液氮制冷LNCS，FACS是一种经济有效的冷却方法。它可用于程控冷却速率实验和热循环研究，提高样品转变时间。FACS从室温到725°C温度范围内可获得稳定的基线和线性升降温速率。

## 循环冷却系统(CCS)

循环冷却系统(CCS)是一款用于DSC仪器高性价比的冷却附件，适合多种冷却介质。当旧型号的仪器升级为最新的Q2xxx系列配置后，同样可以选配CCS。CCS包括一个开放式环形热交换器，浓缩的水基液体可以在其中循环。TA仪器可提供PolyScience Model 612冷却器/循环器，温度范围-5 ~ 500°C。CCS可以与任何冷却器/循环器或最低循环速率为1L/min水龙头联用。最低温度取决于冷却介质温度，可达-15°C。

## 快速冷却附件(QCA)

快速冷却附件(QCA)是一款手动操作冷却装置，多用于Q20 DSC，在加热至实验温度上限前将样品冷却至室温下。QCA主要为Q20 DSC配备，对于起始温度在室温以下的低温实验，可快速冷却样品；在实验结束后，快速降温以提高实验效率。QCA的推荐实验温度范围为-180~400°C。QCA的冷却杯中可以加入冰水、液氮、干冰或其它冷却介质。



TZERO®技术可以实现

- 比竞争对手DSC测量技术的基线平稳度好一个数量级，特别是低温段
- 超高灵敏度，源自于更平的基线和更好的信噪比
- 更好的分辨率(甚至超过功率补偿型)
- 更快的MDSC®实验
- 直接测量热容(Q2000)

## TZERO® DSC技术

Tzero技术考虑了以往通常被忽略的炉体热阻和热容特性，为热流测量呈现更为精准的测试环境。综合考虑到这些影响因素，极大地提高了基线响应和重现性。同时，通过直接测量样品和参比加热速率的不同提高热流分辨率。Tzero测试技术是一项专利注册技术，只配置在TA仪器的Q系列DSC产品中。

\*美国专利 No.6,431,747; 6,488,406; 6,523,998

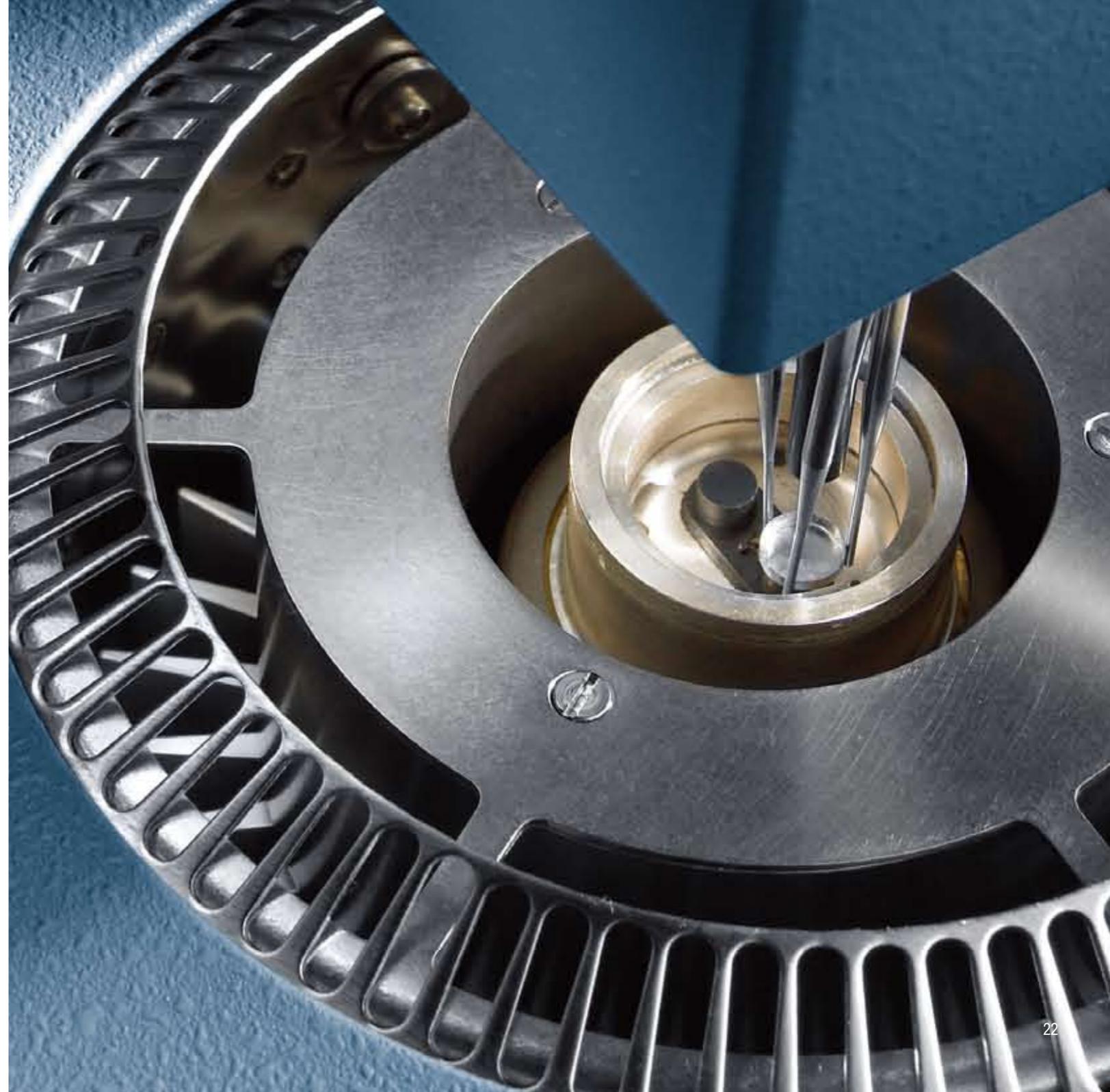
$$q = -\frac{\Delta T}{R_r} + \Delta T_0 \left( \frac{1}{R_s} - \frac{1}{R_r} \right) + (C_r - C_s) \frac{dT_s}{dt} - C_r \frac{d\Delta T}{dt}$$

Principal  
Heat  
Flow

Thermal  
Resistance  
Imbalance

Thermal  
Capacitance  
Imbalance

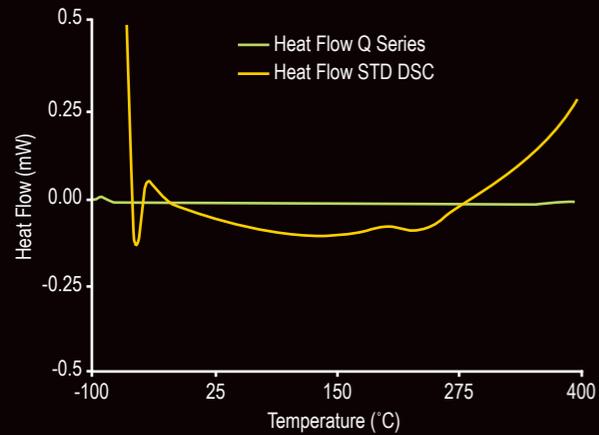
Heating  
Rate  
Imbalance



# TZERO<sup>®</sup> DSC技术

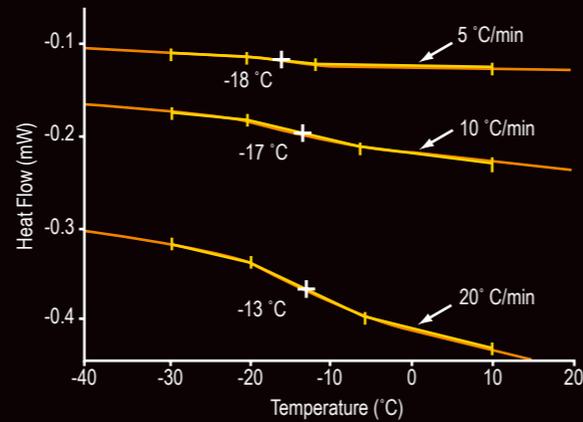
## 基线稳定性(平稳度)

下图为Q2000和另一热流型DSC基线的比较。可见Q2000的基线稳定性在各方面都具有明显优势。更小的起始漂移，更平直的基线，很小的倾斜。在结果比较中，通常在相同温度范围内基线漂移在1mW之内通常是可以被接受的，而Q2000的基线漂移几乎为零。



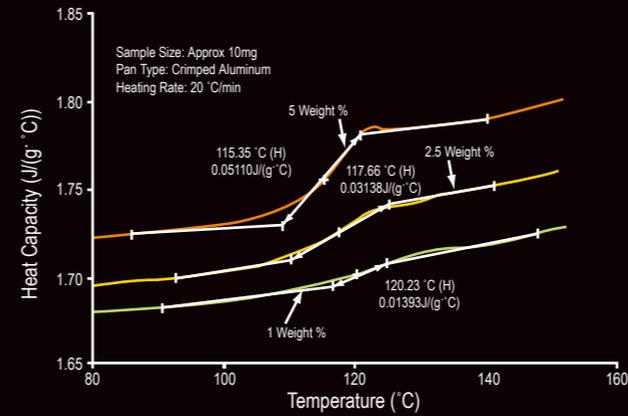
## 灵敏度(聚合物Tg)

下图是Q2000 DSC进行聚丙烯PP玻璃化温度在不同升温速率下的实验结果，它充分显示了Q2000的高灵敏度。PP由于它本身的高结晶度，通常DSC很难测得其Tg。然而数据表明即使非常缓慢5°C/min的加热速率下，Q2000优异的基线性能是准确测量玻璃化转变和转变微弱但宽泛材料的热容的关键。



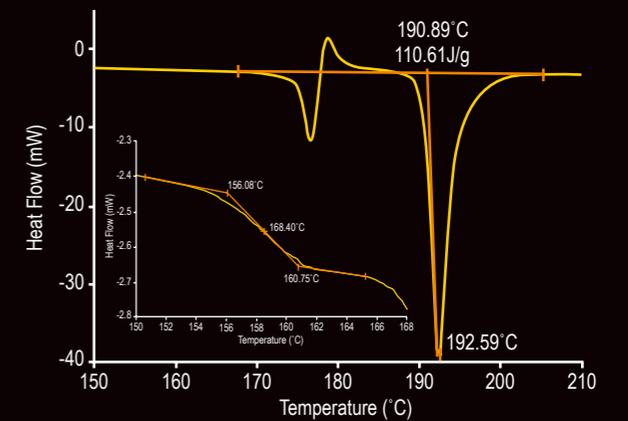
## 灵敏度(乳糖Tg)

下图显示出DSC在药物应用中的高灵敏度的测试水平。少量无定形乳糖的检测对于药物的研发是至关重要的，而使用Q2000 DSC, 10mg的样品量，用20°C/min的升温速率就可得到实验结果。直接的热容测量可以使Cp值的台阶变化量化，而这种量化是与无定形材料在样品中的含量成正比的。



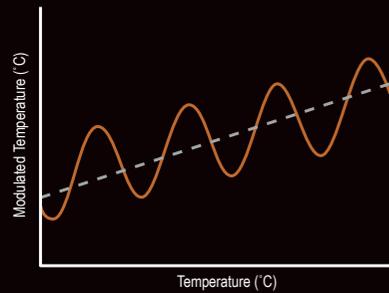
## 分辨率

下图显示了Tzero热流信号所固有的出色的分辨率。该药物混合物包含了一系列多形态变化，从图中每个转变峰清晰可见，同时又确保了在低温段测得微弱玻璃化转变(如内嵌图)的灵敏度。



MDSC<sup>®</sup> 技术可以实现:

- 将复杂转变分解为更容易理解的成份
- 提高检测微弱转变和熔融转变的灵敏度
- 在不损失灵敏度的前提下, 提高分辨率
- 直接热容测量
- 更准确的结晶度测量



## 调制DSC<sup>®</sup> (MDSC<sup>®</sup>)技术

MDSC<sup>®</sup> 技术, 是在传统DSC线性变温程序上叠加一个正弦变化, 从而在测量热容的同时直接测量热流。在MDSC<sup>®</sup> 中, DSC的热流称为总热流, 热容成份为可逆热流, 动力学成份为不可逆热流。总热流信号包含所有的热转化信息, 与标准DSC的结果一样。可逆热流中包含玻璃化转变、熔融等信息; 不可逆热流中包含动力学的现象, 如固化、挥发、熔融和分解等。Q2000独有可以用标准DSC的加热速率(如10°C/min)进行实验, 大大提高了MDSC高质量数据的产量。

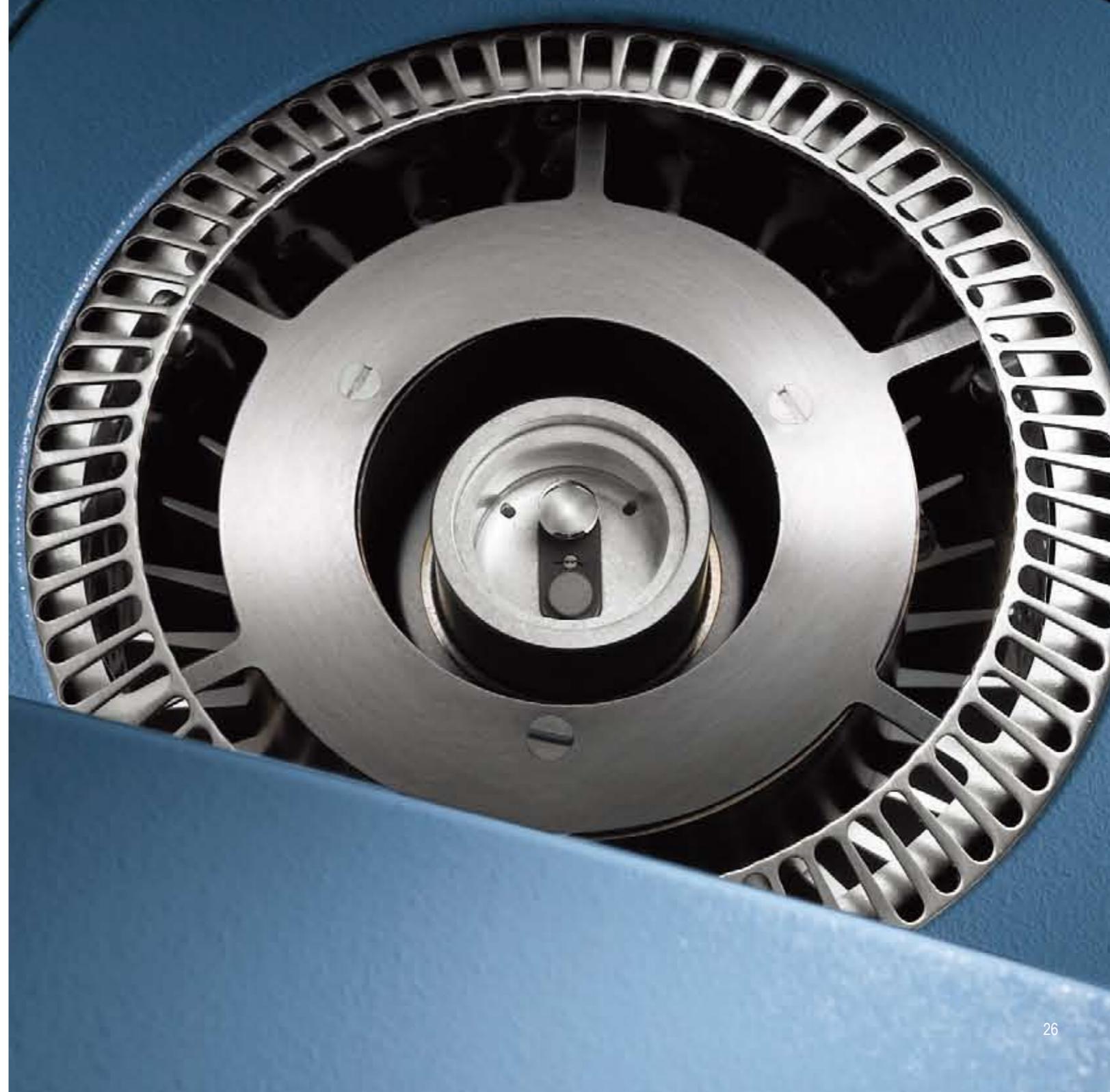
\*美国专利 Nos. 5,224,775; 5,248,199; 5,346,306

加拿大专利 No. 2,089,225 日本专利 No. 2,966,691

$$\frac{dH}{dt} = C_p \frac{dT}{dt} + f(t, T)$$

Heat Flow = Heat Capacity Component + Kinetic Component

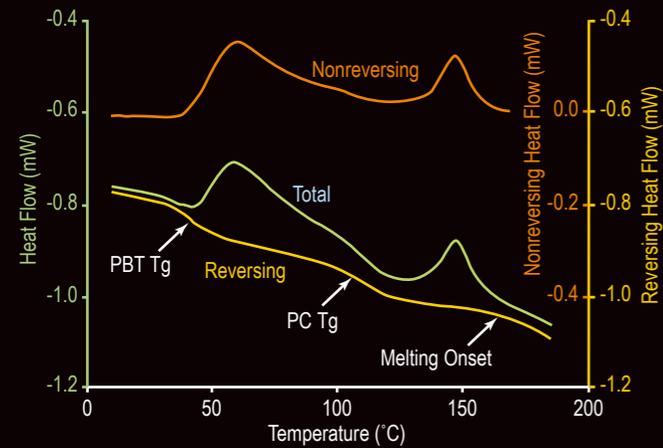
Total Heat Flow = Reversing Heat Flow + Nonreversing Heat Flow



# MDSC<sup>®</sup>应用

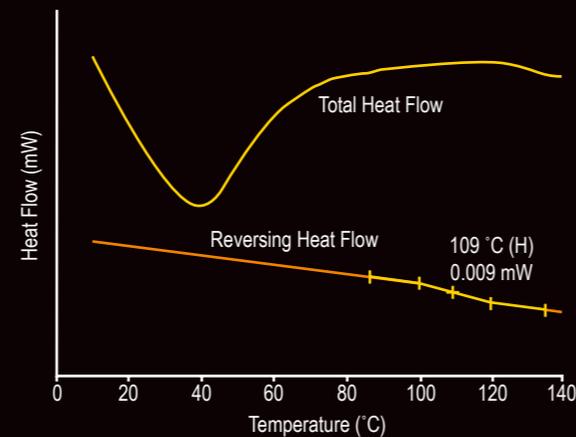
## 分离复杂转变

下图是聚碳酸酯(PC)和聚丁烯对苯二酸酯(PBT)热塑性合金混合物的MDSC结果。该材料显示了多个重叠变化, 所以通过总热流来解释现象非常困难。MDSC有效地分离了PBT的结晶为不可逆热流, 因此可以准确地测得每个高聚物组分的玻璃化转变温度。



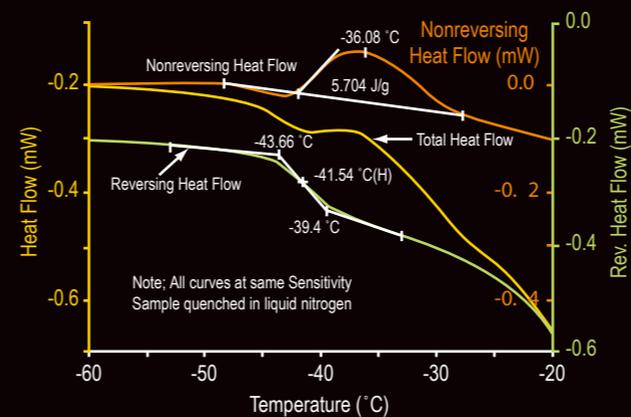
## 提高信号灵敏度

下图表明MDSC在检测非常微弱的转变(如高结晶度的高聚物材料或Tg隐藏在重叠热力学事件中的玻璃化转变)时超乎寻常的高灵敏度。该聚合物涂料样品量仅有2.2mg, 在总热流曲线上没有任何期望的Tg转变, 而只有在40°C有一个由于溶剂挥发造成的巨大吸热峰。但可逆热流表明在109°C附近有一个非常微弱的玻璃化转变(8.5μW), 从而充分验证了MDSC的超灵敏度。



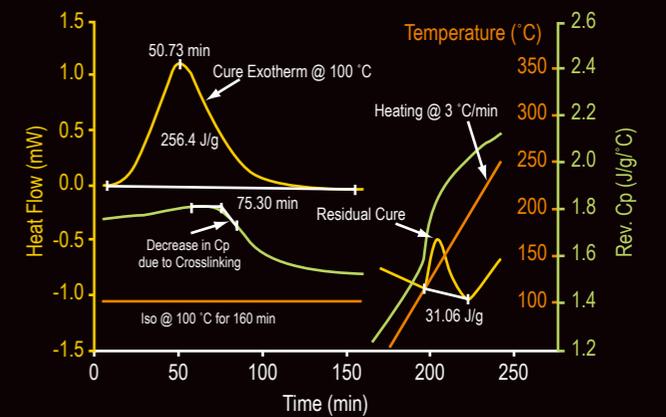
## 利于对图谱的解释

下图显示的是MDSC技术在食品和医药行业上的应用, 样品是40%蔗糖水溶液, 信号显示的有总热流、可逆热流和不可逆热流的信号。可逆热流信号清楚表明蔗糖在-43.6°C和-39.4°C之间存在Tg, 不可逆热流信号中的放热效应(峰温-36°C, 结晶热5.7J/g)涉及到自由水分子的结晶, 通常自由水分子在淬冷过程中由于材料在玻璃化转变区, 在活动性和分散性上明显地增加使水无法结晶。



## 准恒温热容

MDSC的一个主要优势就是能够在准恒温模式中测量热容, 例如恒温但有温度调制振幅。准恒温MDSC在研究固化系统中有特别的优势。下图是热固性环氧树脂的准恒温分析。在实验的第一部分, 监控在100°C恒温160分钟的固化过程, 可得在总的热流中的一个大的吸热峰, Cp值也同时降低。在第二阶段MDSC条件下, 以3°C/min的升温速率测量固化系统的Tg, 也包括残余固化的监控。



# 应用

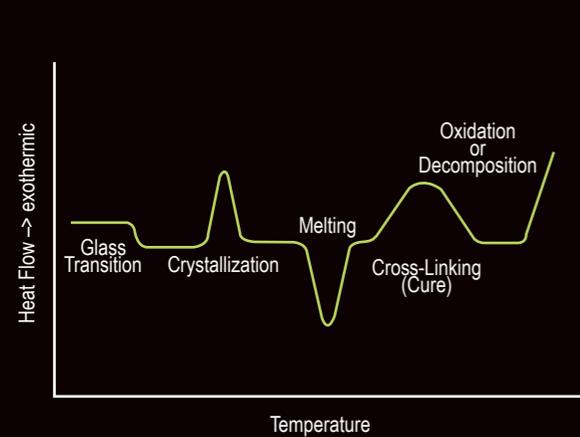
## 转变温度

只需很少的样品量，DSC就可以快速精确地测量转变温度。

常规检测包括：

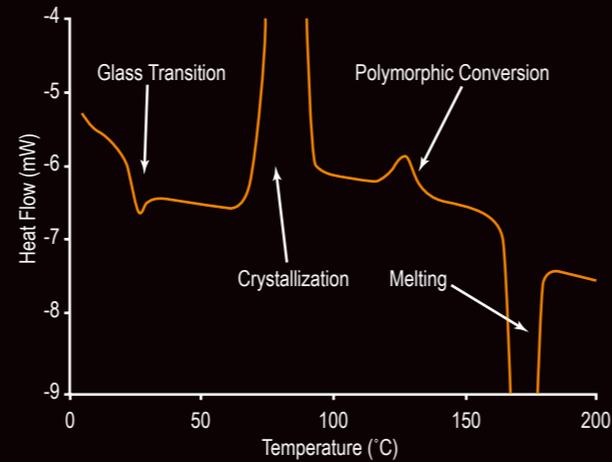
- 熔点
- 玻璃化转变
- 热稳定温度
- 氧化起始点
- 固化转化点
- 结晶温度
- 相转变温度
- 液晶
- 蛋白质变性
- 固-固相转变

下图是一个典型的DSC扫描曲线，囊括DSC中能检测的主要转变。



## 热流

热流是一个基本检测信号，因为所有的物理和化学变化过程都伴随有热交换。所以，DSC热流信号常常被用来量化当材料受温度变化的影响发生的很多不同转变。下图示例为一个药物样品当从室温加热至其熔融点温度时所发生的多种物理变化。DSC对于这种实验非常灵敏。

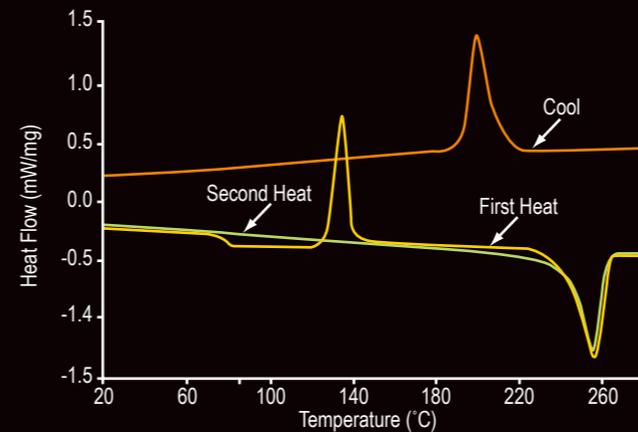


## 热焓

对DSC热流信号积分则可得转变的定量热焓数据。比如：

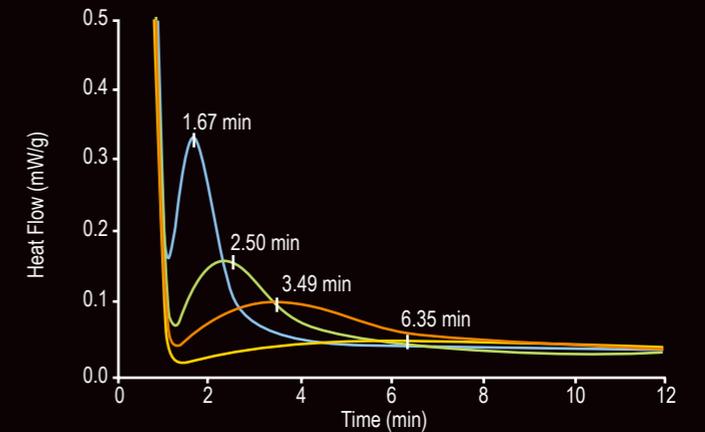
- 熔融热
- 结晶热
- 潜在爆炸性
- 固化度
- 反应热

DSC对于测定高分子材料的热历史是一个很有用的工具。实验中，对样品循环进行“加热-冷却-加热”，并比较两次循环加热的结果。下图所示为聚酯材料加热-冷却-加热的结果，通过比较第一次加热结果(有热历史)和第二次加热结果(已知热历史)，可以追溯得到材料的原始形态。该方法可以用在性能或工艺的缺陷性分析。



## 时间

动力学研究的是时间和温度对某个反应的影响。从等温结晶实验中，可以得到材料的动力学信息。下图是一种高分子材料等温结晶实验结果，可见该材料在熔点以下不同温度结晶。通过分析每个温度的时间对热流峰，可得不同动力学参数：活化能、速率常数和转变率。



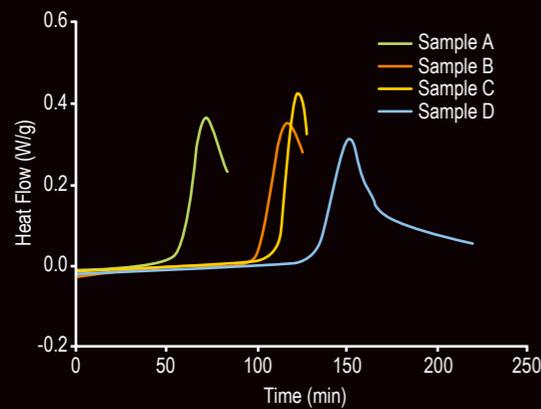
# 应用

## 压力(和时间)

PDSC可以加快氧化诱导期(OIT)实验,使氧化过程峰更加明显。下图显示的是一组含有两种成分的高分子分散体系的比较结果,同时在该样品中加入不同含量的同种抗氧化剂。从结果中非常清晰地可区分出性能的差异。该实验仅仅在两天内就得出了与“区域曝光”实验同样的结果,而后者通常需要2个月的实验时间。

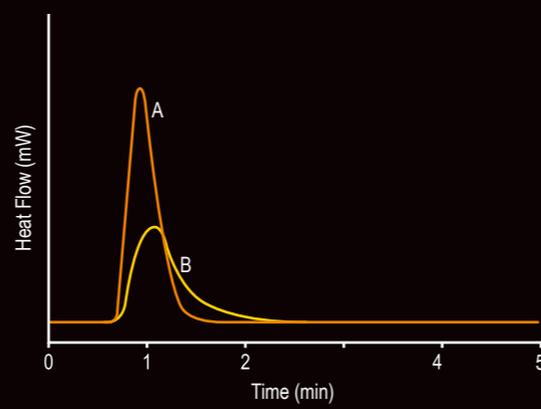
PDSC其它应用包括:

- a) 热固性固化树脂峰分析
- b) 结晶分析
- c) 化学反应的微观模拟



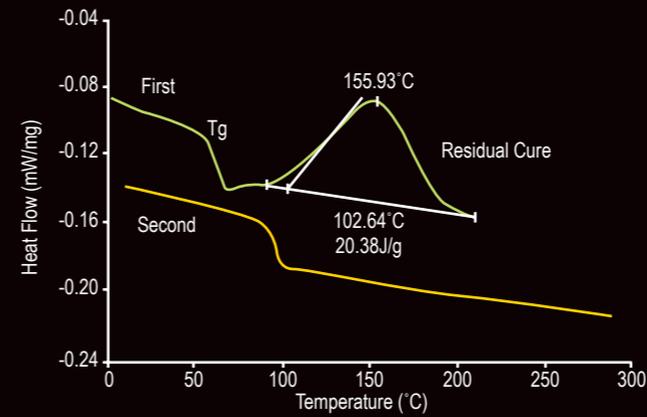
## 光固化

光量热单元(PCA)为评估紫外/可见光引发的反应提供了检测手段。下图是两种不同丙烯酸类配方的实验结果。一旦样品A暴露在UV光源下,固化反应立即开始。样品B反应速率要慢些,时间更长,反应活化能更低。在所有的PCA实验中,曲线的峰形和反应活化能将受到聚合物配方、添加剂、引发剂和吹扫气体等因素的影响。



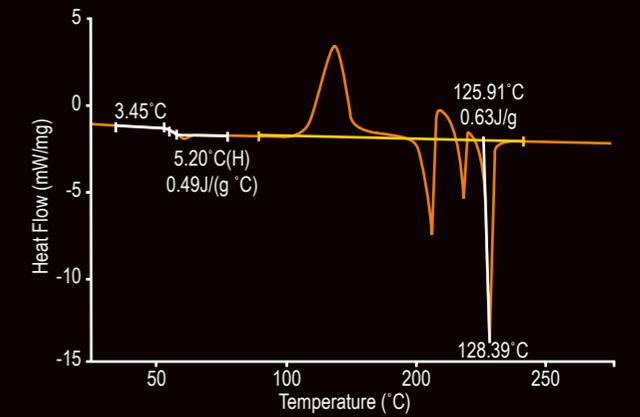
## 固化度

热固化程度极大程度地受到加工工艺和最终使用条件的影响。DSC常常用来测试和标定环氧树脂和其它热固性材料的固化度。下图为对一种热固性材料的第一次和第二次加热扫描结果。第一次加热结果中的放热曲线表明样品并没有完全固化。通过定量残余固化,并比较两次的玻璃化转变温度,则可计算得到固化度。



## 药物多晶形分析

药物材料通常有多种结晶体称为多晶形。它们拥有同样的化学结构,但是晶体结构不同,则极大程度地影响其物理性质,如可溶性、生物药效率和储存期。DSC是用来检测药物多晶形的通用手段。通过加热-冷却-再加热技术,可以研究和量化不同晶体形态的稳定性。下图为一种药物材料的DSC分析结果,监控该无定形混合物的加热过程可得到三种不同的晶体。



**TGA**

Q5000IR • Q500 • Q50



热重分析仪

# Q5000IR



全新高度自动化的Q5000IR，以优异的设计使其适用于各种苛刻的应用需求。Q5000IR具有出众的基线平直度，对微量重量变化具有极高的灵敏度，同时具有标准及高速升温操作的灵活性。其它强大的特点包括：一个集成防污染设计并具有密封盘冲孔能力的25位自动进样器；内置式电磁铁使居里点温度校正异常简便；功能强大的铂金Platinum™软件方便用户规划仪器自动校正、验证和诊断来确保Q5000IR一直处于优异的工作状态下。

## 技术参数

控制温度的热天平	标配
称重范围	100mg
称重准确度	± 0.1%
称重精确度	± 0.01%
灵敏度	< 0.1 µg
动态基线漂移*	< 10 µg
信号分辨率	0.01 µg
炉体加热	红外
温度范围	室温~1200°C
恒温准确度	± 1°C
线性升温速率(°C/min)	0.1~500
炉体冷却(强制空气/氮气)	1200~35°C<10min
真空	10 <sup>-2</sup> torr
温度校正	电磁铁线圈/居里点标准物
25位自动进样器	标配
高分辨TGA™	标配
智能步阶恒温TGA	标配
调制TGA™	标配
TGA/MS联用	选配
TGA/FTIR联用	选配
Platinum™软件	标配
样品盘	铂金 50, 100 µL
	铂金-HT 100 µL
	陶瓷 100, 250 µL
	铝 80 µL
	密封铝盘 20 µL

\* 用空白的铂金样品盘以20°C/min从50°C升温到1000°C

# Q500



Q500是世界上销量第一的研发级热重分析仪。它优异的热重分析性能得益于小质量炉体、高灵敏的热天平和有效的水平吹扫气体系统(标准配置数字式质量流量控制器)。方便易用、可升级、功能强大的软件使Q500可以完美地应用于多用户多用途的实验室，实现多种TGA应用操作，并具有满足您日后研发需求的升级空间。

## 技术参数

具有温度补偿的热天平	标配
最大样品称重量	1 g
称重精确度	± 0.01%
灵敏度	0.1 µg
动态基线漂移*	< 50 µg
炉体加热	缠绕电阻丝
EGA炉体	选配
温度范围	室温~1000°C
恒温温度准确度	± 1°C
恒温温度精确度	± 0.1°C
程控升温速率(°C/min)	0.01~100
炉体冷却(强制空气或氮气)	1000~50°C < 12 min
温度校正	居里点
16位自动进样器	选配
高分辨TGA™	选配
智能步阶恒温TGA	标配
调制TGA™	选配
TGA/MS联用	选配
TGA/FTIR联用	选配
Platinum™软件	标配
样品盘	铂金 50, 100 µL 陶瓷 100, 250, 500 µL 铝100 µL

\* 用空白的铂金盘以20°C/min从50°C升温到1000°C

# Q50



Q50具备所有Q500的基本性能，是一款操作方便、坚固耐用、可信赖且高性价比的TGA分析仪。作为紧凑型热重分析仪，在常规应用中Q50凸显其价值，它的性能和功能已超越了许多竞争对手的研发级产品。Q50集成的数字式质量流量控制器和气体切换装置，配以优异的软件，使Q50成为基本研发、教学或要求高质量结果的工业实验室的理想选择。

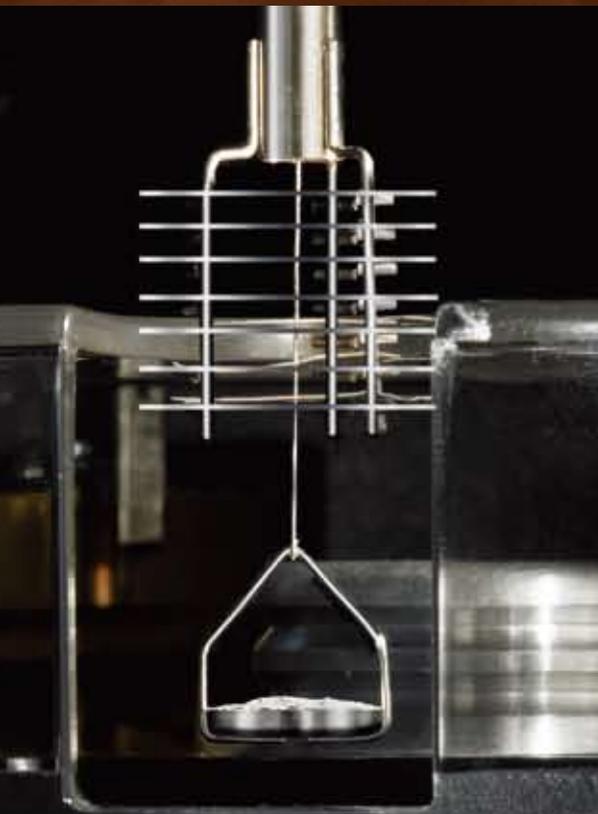
## 技术参数

具有温度补偿的热天平	标配
最大样品称重量	1g
称重精确度	± 0.01%
灵敏度	0.1µg
动态基线漂移*	< 50µg
炉体加热	缠绕电阻丝
EGA炉体	选配
温度范围	室温~1000°C
恒温温度准确度	± 1°C
恒温温度精确度	± 0.1°C
程控升温速率(°C/min)	0.1~100
炉体冷却(强制空气或氮气)	1000~50°C <12 min
温度校正	居里点
16位自动进样器	无
高分辨TGA™	无
智能步阶恒温TGA	标配
调制TGA™	无
TGA/MS联用	选配
TGA/FTIR联用	选配
Platinum™软件	标配
样品盘	铂金 50, 100 µL 陶瓷 100, 250, 500 µL 铝100 µL

\* 用空白的铂金盘以20 °C/min从50 °C升温到1000°C

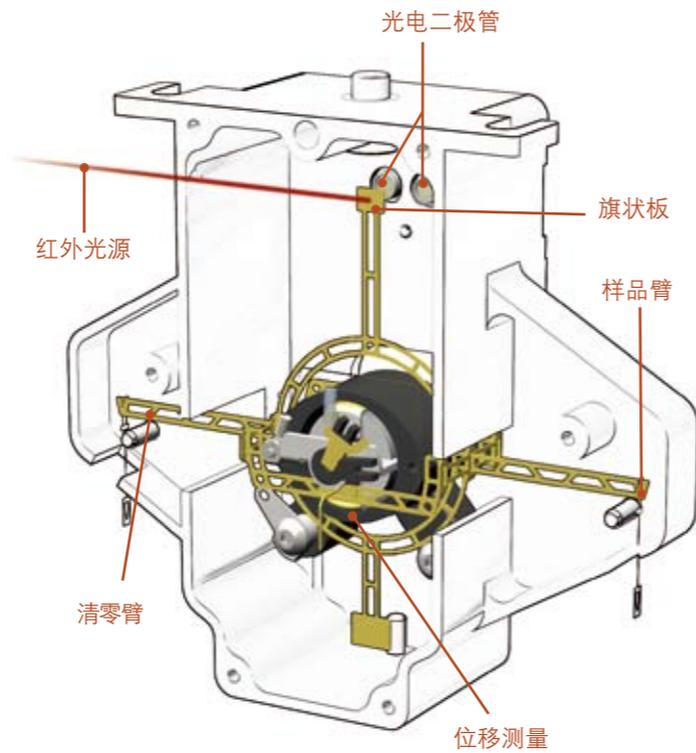
# Q5000IR技术

高度自动化的Q5000IR对复杂的TGA应用是一个明智的选择，如检测微量杂质、动力学研究、逸出气体分析和高速率加热操作等。Q5000IR出众的热天平设计保证了基线平直度和高灵敏度，它配备高效灵活的红外加热炉和TA一贯使用的水平吹扫气体。Q5000IR从便于使用的角度出发，标准配置了25位自动进样器，集成的电磁铁及功能强大的Platinum™软件可以规划进行自动校正、自动仪器验证和自我诊断。



## 热天平

Q5000IR的核心是最新的高性能热天平，它在天平室壁内装有三块对称的加热器，同时天平室保持有惰性气体的吹扫，使天平室可以保持在40℃恒定的温度下。天平室与加热炉之间被水冷却板隔离。高灵敏的零位天平设计具有最新的精密称重技术。优点：在整个温度范围内(室温到1200℃)，可进行平稳、可靠的操作，确保无可比拟的基线平直度和最好的测量准确度和精确度，完全避免了蒸汽凝结和静电的影响。



## 自动进样器

Q5000IR集成的自动进样器具有可编程25位样品的转盘，在TGA的分析中具有灵活可靠的性能。实验的所有过程都是在软件自动控制下完成的，包括样品盘归零、加载样品盘、样品称量、炉体移动、卸载样品盘和炉体冷却等过程。自动进样器结合我们的高级软件使其效率实现最大化，该软件可预先对实验结果设置分析方法，仪器将自动分析比较和展示实验数据。自动进样器的设计可以平稳有效地装载和卸载样品盘而不对天平产生任何影响。样品转盘台可以容纳铂金、陶瓷和密封铝样品盘。自动进样器的另一个特点是可靠的铝质密封样品盘的打孔开口装置。密封样品盘是用来保护对空气敏感样品，这项专利技术具有可控制力、稳定可靠和避免交叉污染等特点。

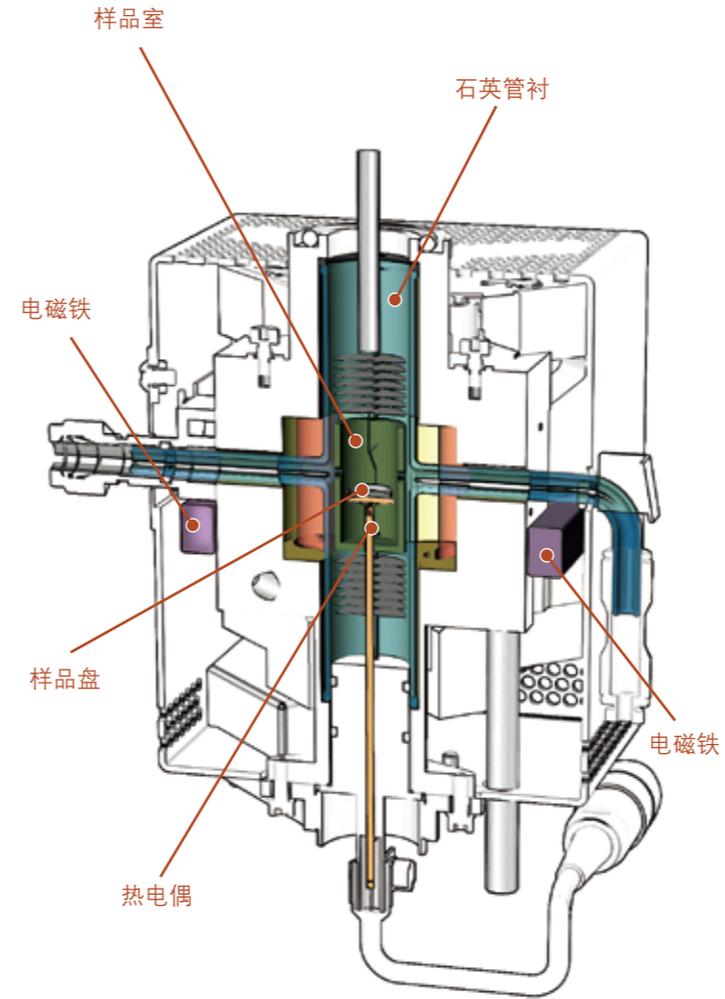
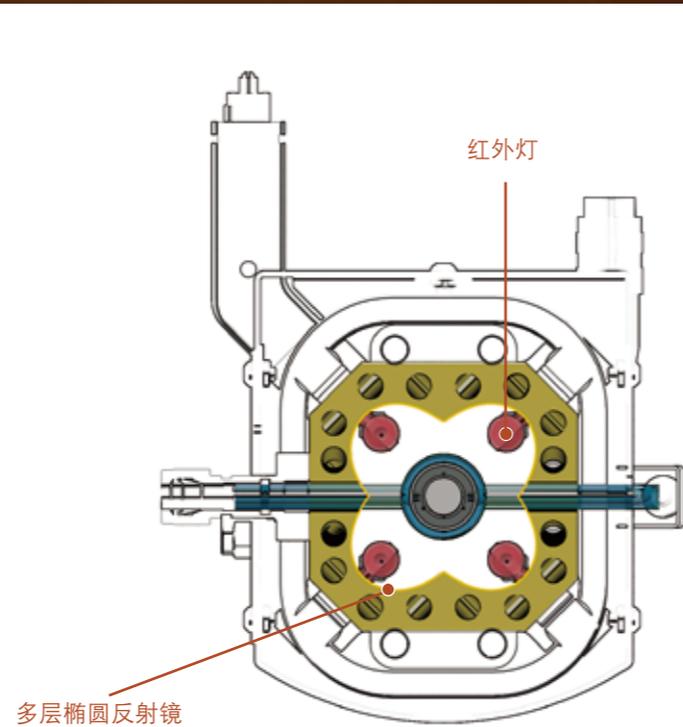


# Q5000IR技术

## 炉体设计和温度测量

Q5000IR与众不同的地方是全新的红外加热炉，其线性加热速率为0.1~500°C/min，而瞬间加热速率可超过2000°C/min，温度范围为室温到1200°C。创新的设计源于采用四个对称放置的红外灯和一个吸收红外的碳硅样品管。加热炉内配置了石英内衬、上下热屏蔽罩和独特的面控热电偶装置。其它新特点包括一个集成的电磁铁线圈，炉子强制气体冷却和真空操作等。

优点：炉子的动态响应为标准测试、高阶测试(高分辨TGA™、调制TGA™)和快速加热实验提供了突出的性能和灵活性。集成的自动进样器，加之迅速地加热和冷却，有效地提高了效率。化学惰性的石英内衬适用于各种需要，炉子和热屏蔽罩容易清理。真空操作提高相邻反应的分辨率。热电偶确保炉子温度的控制和瞬间温度的测量，而第二支“安全”热电偶会在温差超过一个设定的安全值后停止加热炉的工作。Q5000的另一特点就是简易的居里点温度校正。



## 吹扫气体系统

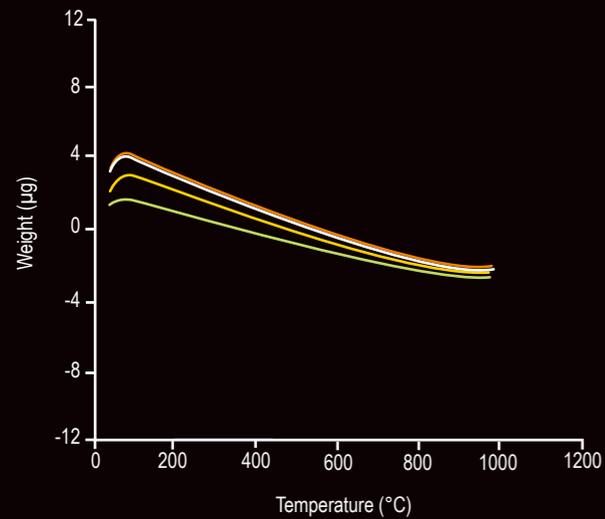
垂直的热天平/炉体设计体系中集成了高效的吹扫气体系统(它可直接准确地测量流过样品的流量)。精确控制的气体直接穿过天平室与吹扫气体及样品逸出气体合并后从系统侧壁出口流出。可选配带有加热保温功能的连接附件，对逸出气体进行MS或FTIR分析。数字式质量流量控制器用来准确计量和控制气流。自动的小体积高速切换阀可在瞬间完成气体切换，瞬间的切换对惰性气体切换成氧化性气体是至关重要的。

优点：自动浮力校正提供更准确的重量变化数据，同时数字式质量流量控制器也提高了数据的质量，而且气体流量同时被储存在数据文件中。

# 性能

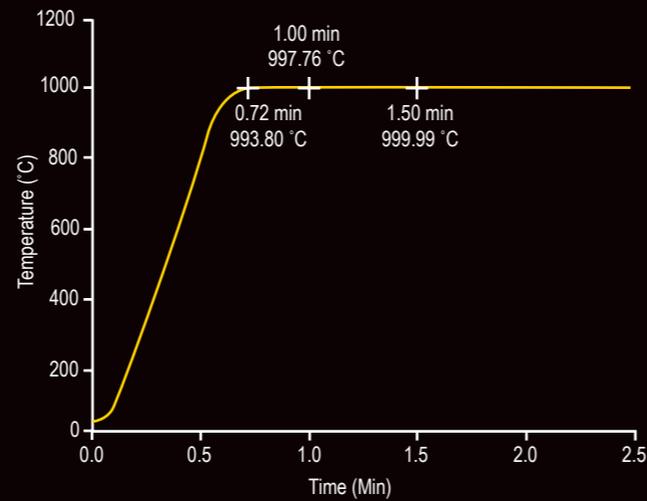
## 动态基线稳定性

下图显示的是一组Q5000IR空白样品盘从50~950°C的基线。所有的基线的漂移都在10μg之内，基线的重现性也非常优异，这使得Q5000IR成为高灵敏地测量诸如高分子、食品或药品中微量挥发物的理想工具。



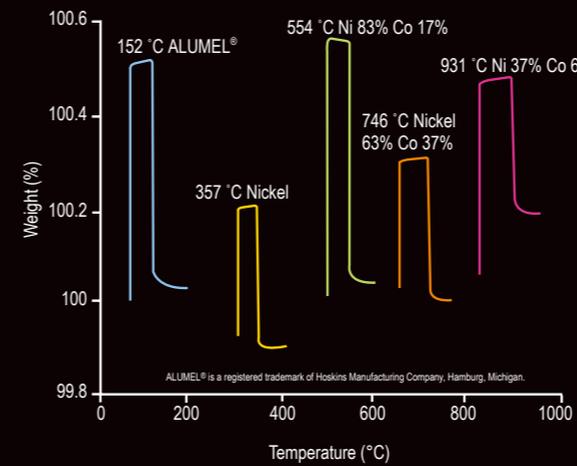
## 加热速率

Q5000IR红外加热炉是市场上能提供最广泛加热速率范围的热重分析仪炉体。1分钟之内，能从室温加热到1000°C，瞬间加热速率超过2000°C/min。线性加热速率能够轻松达到500°C/min，能够真实模拟快速加热过程，并大幅提高产出率和样品利用率。



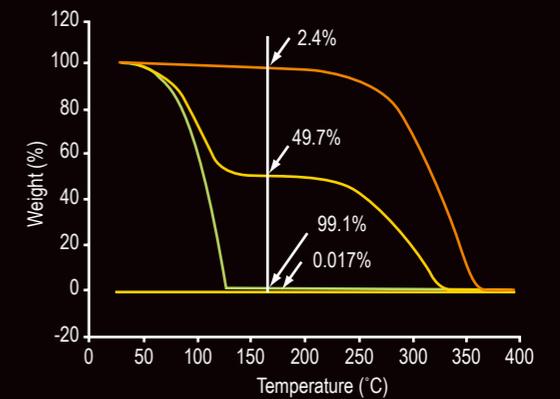
## 居里点温度校正-电磁铁

下图显示的是一系列经ICTAC标定、NIST居里点标准样品校正TGA结果的叠加图。数据是在Q5000IR上得到，可以看出结果与文献值非常接近，Q5000IR具有一个内置的电磁铁线圈，它极大地简化了居里点的测量，并带有自动温度校正功能。



## 性能验证

如今，验证TGA测量重量变化的准确性越来越重要。现在TA仪器可以提供具有可追溯性的标准样品，用来验证仪器性能重量变化的准确性。它们是在高沸点(150°C)的多羟基化合物中含有2%、50%和98%的2-乙氧基乙酸乙酯。下图显示了上述三种标准物的分解图。从中可以看到多羟基化合物对确定失重没有影响。



# Q500/Q50技术

高灵敏度、高精度、高度自动化和坚固耐用就是TA仪器Q系列热重分析仪Q500/Q50的特点。它们是全球热重分析技术领导者——TA仪器的第四代产品，选择任一型号都代表一个绝佳的投资，因为它出众的性能无不代表着TA仪器以客户为导向的设计和TA引以为豪的技术支持。

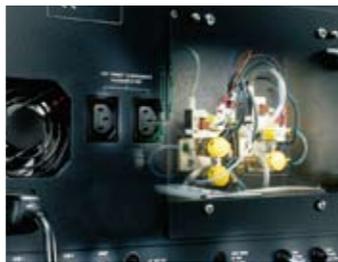


## 炉体

我们从用户角度出发所设计的加热炉是Q500/Q50的一个关键部件，以轻质量炉体、坚固耐用的加热线圈及专有的加热控制技术为显著特点。优点：在较宽的温度范围内能以最迅速、精准的方式程序控温，Q500还可配备更多先进技术，如高分辨Hi-Res™ TGA和调制Modulated TGA™技术。可靠耐用的加热炉也更增加了您投资TA仪器的价值。

## 温度控制和测量

我们从用户角度出发拥有独特设计概念的控制/样品热电偶位置紧邻样品，在同一保护套中的第二只热电偶位置略高于主热电偶。这种设计确保同时准确地控制加热速率和测量样品温度。创新的“控制反馈”设计能控制与维持操作者设定的温度和加热速率。第二只热电偶能检测两支热电偶间的温度差，如果温度差超过预定值，加热炉可自动停止加热。

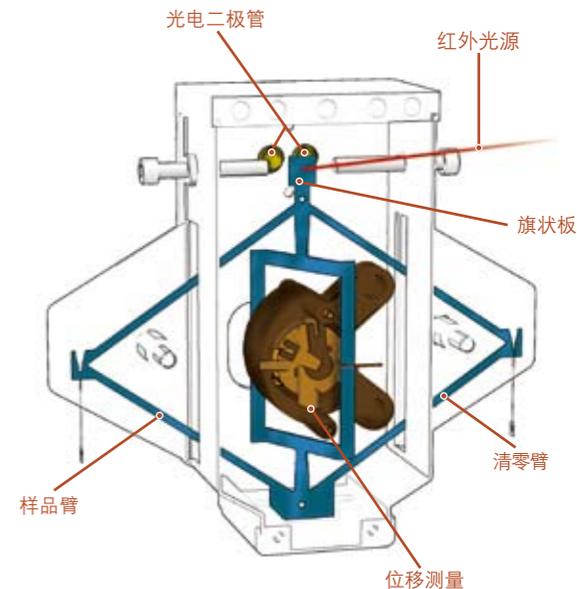


## 数字式质量流量控制器 (具有自动气体切换装置)

一对数字式质量流量控制器(所有TA出品的TGA均标准配置)提供准确和精密的吹扫气体控制。小体积高速自动切换阀可在瞬间完成气体切换，这种对惰性气体和氧化气氛间的快速切换是至关重要的。而其气体流量被储存在数据文件中。

## 热天平

Q500/Q50 TGA的核心是一架高精度、高可靠性的垂直天平，装配在具有温度补偿的天平室内。与其它产品不同，Q500/Q50不需要昂贵的循环器，便可得到优异的测试结果。采用技术成熟并被业界推崇的“零位平衡”原理，这种设计避免了仪器的复杂化和与之共存的问题。Q500/Q50的天平在室温到1000°C的温度范围内提供优异的测量准确度和精确度，在整个重量范围内的基线漂移极小，灵敏度高，使用和操作方便可靠。



## 吹扫气体系统

高效、水平式吹扫气体系统非常精巧地集成在Q500/Q50垂直设计的热天平/加热炉中。由数字式质量流量控制器精确控制的吹扫气体水平流过样品；另外一部份保护气体则通过天平室，最终和水平吹扫气体合并后由加热炉侧口流出。优点：将浮力效应减至最低，优化的气流设计可将裂解产物快速排出加热炉。气体出口的设计可以方便地连接质谱仪或红外分析仪。数字式质量流量控制器可大大改善数据的稳定性。



# TGA附件和选配件

## 逸出气体分析炉(EGA)

坚固可靠具有石英内衬的EGA炉是Q500/Q50的选配件。EGA的内衬对样品分解的化学物质是惰性的，同时较小的腔体设计可以让分解的产物快速逸出样品室。这非常有利于TGA/MS或TGA/FTIR联用的研究。

## 自动进样器

自动进样器是Q500的选配件，是一个可编程的多位自动进样器，可以自动进行最多64个样品(每组16个)的分析。所有样品的测试都是在Q500强大的软件自动控制下完成的，包括样品盘归零、加载样品盘、样品称量、炉体移动、卸载样品盘和炉体冷却等动作。自动进样器的灵活性可以满足研发和QC实验室的需要，当配合使用TA仪器的Advantage™软件，效率将最大化。该软件可预先对实验结果设置分析方法，仪器将自动分析、比较和展示实验数据。

## 温度校正和失重验证

TA仪器可以提供各种有ICTAC证书和具有可追溯性的NIST居里点材料来对Q系列TGA的温度在150~1120°C之间进行全量程范围的校正。Q5000IR具有一个内置电磁铁线圈，它使得温度校正空前简化(参见46页)。TA仪器同时也提供带证书的失重验证标准样品，用以验证仪器的失重表征能力(参见46页)。



# 逸出气体分析炉(EGA)

逸出气体分析炉(EGA)适用于TGA实验中逸出气体的定性分析。逸出气体有典型的分解、解吸附、蒸发或者化学反应产物。逸出气体分析炉通常用于热质(TGA-MS)或热红(TGA-FTIR)联用研究。通过利用加热保温传输管,逸出气体被传送到质谱(MS)或红外分析仪(FTIR),时时进行组份分析。TA仪器提供一个300amu的小型四极杆质谱仪、具有加热保温的石英毛细接口组件、Q5000IR/Q500/Q50专用接口组件和质谱数据库。不同的FTIR供应商可以提供对我们TGA的专用接口。

TA仪器热重分析是逸出气体分析研究最理想的测试手段。每一款TA仪器出品的TGA在样品上端都有一水平吹扫气流,从入口到出口的路径很短,因此排除了炉体内气体残留的可能性,从而降低了产物稀释,优化了EGA灵敏度。Q500和Q50可以选配具有石英内衬的EGA炉,最大程度降低了解产物吸附在炉壁上的可能性。Q5000IR配有加热保温的EGA适配器,可以直接与MS或FTIR接口相联。适配器确保通过炉壁持续加热逸出气体,极大地降低逸出气体的沉积,提高EGA灵敏度。

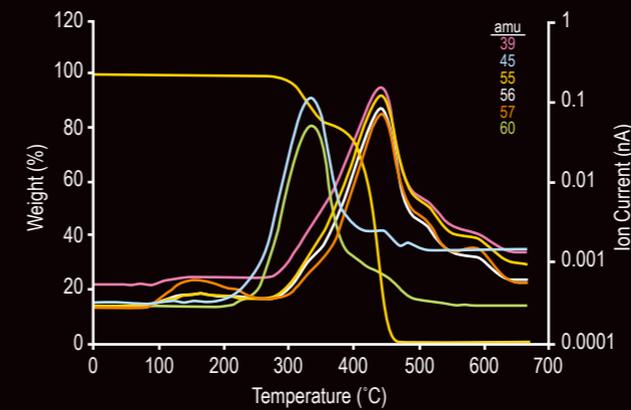
TA仪器Universal Analysis分析软件支持导入MS(趋势分析法)和FTIR(Gram-Schmidt和化学图重建)数据库,实现TGA和EGA数据在同一温度和/或时间坐标轴上显示。



# EGA应用

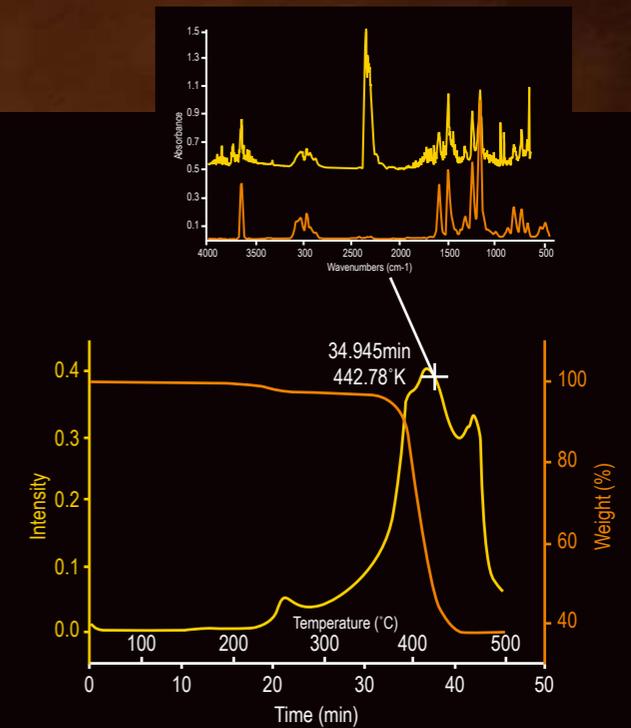
## TGA-MS: 高聚物分析

下图所示为乙烯-醋酸乙烯酯共聚物的分解TGA-MS数据。第一步是乙烯-醋酸相的分解,产物为乙酸。通过对照乙酸的典型amu信号数据,逸出气体产物的组份很容易就可以确定。第二步是聚乙烯的热分解,很容易就能识别并记录这唯一的分解产物。



## TGA-FTIR: 酚醛树脂分解

下图所示为一种酚醛树脂胶粘剂的热分解TGA-FTIR数据。同时将FTIR光谱时间作用的Gram-Schmidt重建数据与时间和温度作用下的热失重信号做比较。嵌入的图表是逸出气体混合物在实验进行了34.95分钟后的FTIR光谱,该时间点非常接近于产生最大分解产物量的热重数据点。该温度相应的FTIR光谱说明分解气体产物首先含有苯酚,包括双酚-a,包含在比较光谱中。这些化学特征对于比较相似产物、质量控制和指纹分析非常有用。



# 高级TGA技术

TA仪器始终致力于改进TGA分辨率技术，在保持良好的数据质量的同时还推出了功能强大且简单易用的软件，用于促进材料分解动力学的研究。



## 高分辨TGA™ (Hi-RES™ TGA)

高分辨TGA技术\*是一种专利的加热控制技术。与标准TGA比较，高分辨TGA对相邻分解温度的失重具有更高的分辨能力。Q5000IR和Q500的设计可非常理想的运用该技术，快速响应的加热炉确保了精准的温度控制，灵敏的热天平设计非常适用于监控微弱的重量变化。高分辨TGA提供的另外两种升温控制方法：恒定反应速率和动态升温速率。该技术在Q5000IR上是标准配置，而对Q500而言则是选配项。自动步阶恒温是第三种高分辨技术，所有Q系列™TGA均标准配置该项技术。

## 调制TGA™ (MTGA™)

MTGA技术\*\*是TA仪器在材料分解动力学研究中的又一项革新。该技术在Q5000IR上是标准配置，对Q500而言则是选配项。它采用与高分辨TGA和MDSC®相同的专利加热控制技术，MTGA可以连续获得无模型动力学参数对时间、温度和转化率的函数。MTGA操作简单，可以为提高工业生产率提供所需的动力学数据。

\*美国专利 No. 5,165,792

加拿大专利 No. 2,051,578

欧洲专利 No. 0494492

\*\*美国专利No.6,113,261 和 6,336,741

# 样品盘

## Q5000IR

可用于Q5000IR的样品盘有铂金盘(50μL, 100μL)、高温铂金盘(铂金盘-HT, 100μL)、陶瓷盘(100μL, 250μL)、敞口铝盘(80μL)和密封铝盘(20μL)。因为铂金的稳定性和易于清理，大多数室温到700℃的实验推荐使用铂金盘；对于操作温度到1200℃的样品，推荐使用的陶瓷样品盘(带陶瓷挂勾)；对低密度大体积样品，比如泡沫等，建议使用大容积样品盘；铝盘与盖配合使用就是我们所说的密封盘。这些新样品盘都是专为Q5000IR设计的。



## Q500 / Q50

Q500和Q50在室温到1000℃的范围内使用铂金样品盘(50μL, 100μL)和新型的陶瓷样品盘(50μL, 250μL, 500μL)。因为铂金的稳定性和易于清理，大多数情况下建议使用铂金样品盘；对低密度大体积样品，比如泡沫等，建议使用大容积陶瓷样品盘；对容易与铂金发生反应或形成合金的样品，建议使用陶瓷盘。铝盘(100μL)是低成本的样品盘，但使用温度不能超过600℃。



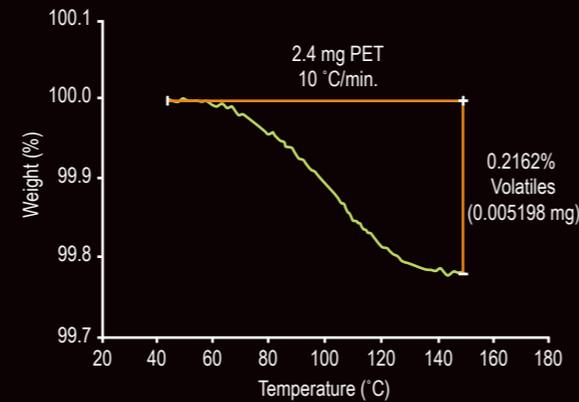
# 应用

热重分析测量的是材料重量随受控温度、时间或环境的变化趋势，广泛用于研发和质量控制部门。TGA特别适合于下述性能的表现：

- 热稳定性
- 分解动力学
- 组份
- 预估产品寿命
- 氧化稳定性
- 湿气和挥发性研究

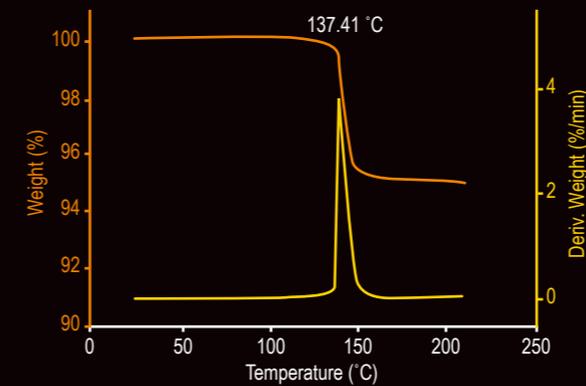
## 高灵敏挥发份分析

某些产品中，水份或其它挥发份的存在会破坏产品的加工过程。Q5000IR具有更高的灵敏度，从而允许对极微量的这类令人讨厌的成份进行定量分析。全新的可开孔铝制样品盘可以使水汽敏感的样品在测试前一直在保持密封的样品盘中，并排列在自动进样转盘上，直到分析前样品盘被打孔并载入加热炉。下图为2.4mg聚酯(PET)中挥发物的分析。0.2%的重量变化对应仅有5.2µg的绝对重量损失。



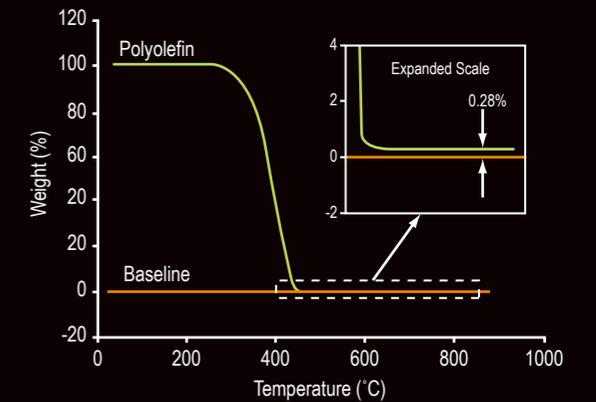
## 水合物的表征

药物科学家需要对候选药品的热力学参数进行日常表征。下图显示了一种药品的赋形剂——乳糖—水化合物的脱水温度。样品被密封在胶囊里，胶囊带有直径为20µm的微孔来限制重量损失直到蒸汽压达到平衡状态。利用Q5000IR的辐射加热在保持优异的分辨率的同时，提高温度响应。



## 准确的残留物测量

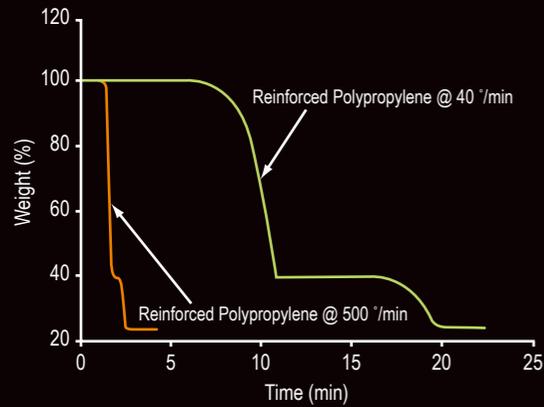
分析有机物中无机填充物或色素的含量是常见的TGA应用。这样残留物的准确度就是关键因素，这取决于基线的质量和归零的重现性。上述两方面的特性在Q5000IR中得到了数量级的提高。下图是15mg聚烯烃果汁饮料包装样品的分解结果，有0.28%的残留物被检测到。



# 应用

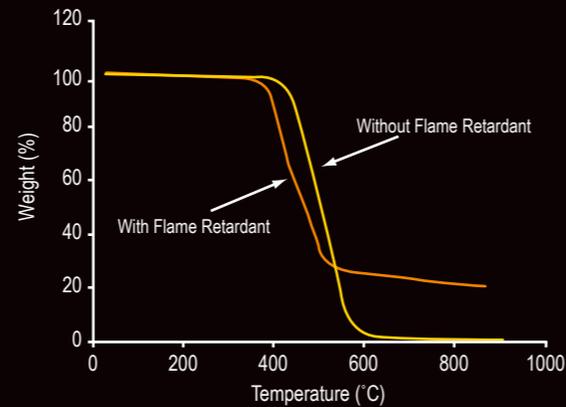
## 快速分离

日常分离有机和无机成分中，Q5000IR的红外加热炉快速的加热和冷却能力明显地减少了样品分析的时间。下图显示分别以40°C/min和500°C/min加热速率来确定聚丙烯中碳酸盐填充物的结果。Q5000IR可以将分析测试时间减少到六分之一，同时得到极高质量的数据。利用集成的25位自动进样器进行多样品测试将极大地提高测试效率。



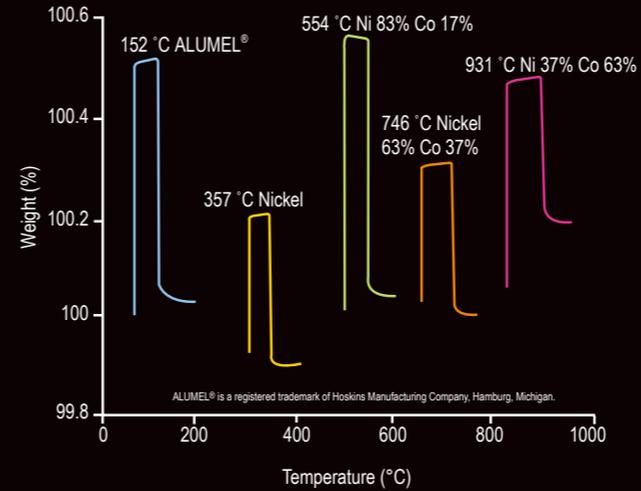
## 阻燃测试

如今，对于大多数产品的生产或者大多数发达国家进口的材料来讲需要加入阻燃剂。实际上，阻燃剂的作用是减缓材料的氧化分解。其阻燃功能是通过不可燃的组份覆盖正在分解的材料来实现的。利用Q5000IR的快速升温能力可以非常好的模拟燃烧状态。下图是有阻燃剂和没有阻燃剂的聚丙烯在Q5000 TGA以500°C/min的升温速率在空气中加热的TGA结果。阻燃剂的有效程度可以明显地看出，当含有阻燃剂的样品燃烧后，阻燃剂成功地扑灭尚未燃烧的样品，并阻止其进一步氧化。



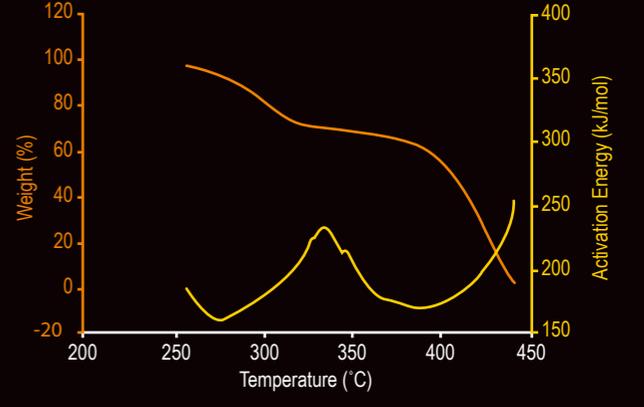
## 简化的居里点温度校正

Q5000IR的加热炉内集成了电磁铁线圈，从而极大地简化了居里点校正测量。在实验过程中可改变实验方法，这样通过单一实验便可以用不同磁性的居里点材料对不同的温度点进行校正。



## 调制TGA™

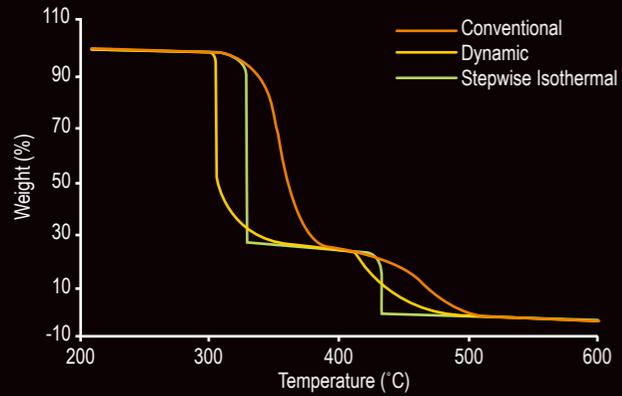
利用调制TGA™(MTGA™)技术，在一次实验中研究60%EVA分解动力学的图谱。它给出了活化能随温度的变化以及分解的过程，得到明显的两阶段分解机理。MTGA还可以给出活化能随转化率的变化，同样反映了相关分解机理的信息。MTGA对Q5000IR是标准配置，而对于Q500则是可选配置。



# 应用

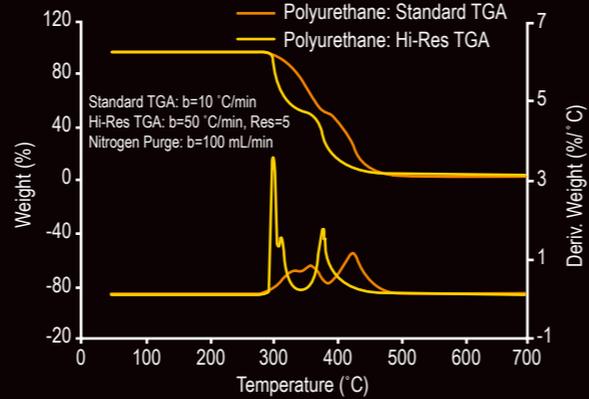
## 高分辨™TGA

下图是PVA的几种TGA测量模式比较，包括常规方式、智能等温方式(SWI)和动态(Hi-Res)TGA技术。后两种方式体现了出众的分辨率。SWI方式对样品不同分解温度给出了最好的分辨率，动态技术则比智能等温方法花更短的时间也得出了相当不错的结果，另外也比常规的TGA方法提供了更高精度的分析。



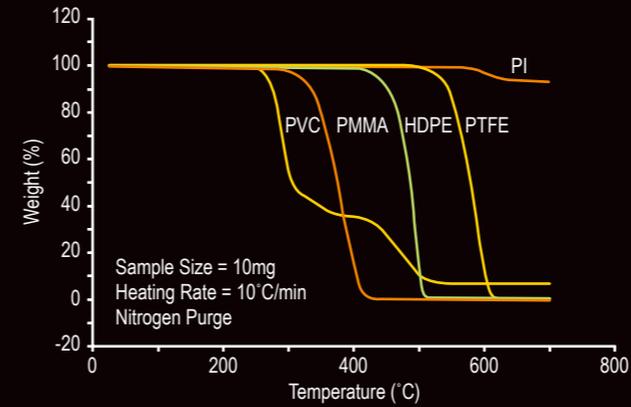
## 高分辨™TGA

下图比较了聚氨酯材料常规和高分辨TGA的分解曲线。高分辨技术在分辨率上的优异特性在失重和一阶微分的信号上都表现得非常明显。后者对确定失重阶段的拐点和终止温度特别有用，另外在分析样品的微弱转变时非常有效，因而可以当作样品的“指纹”信息。



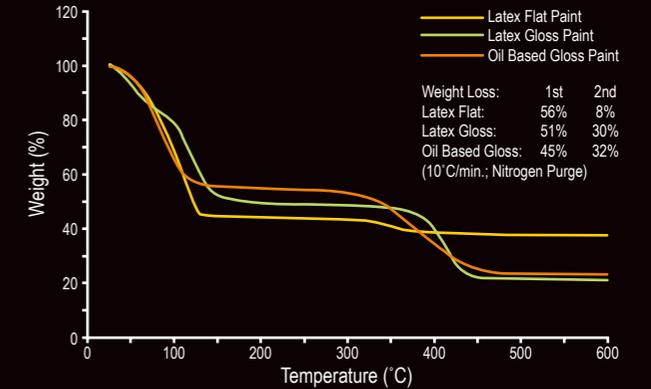
## 热稳定性

TGA的主要用途是检测材料的热稳定性和失重分解信息。下图是常用高聚物(PVC, PMMA, HDPE, PTEE和PI)的热失重曲线，这些信息有助于选择满足热稳定性要求最适合的材料。



## 组份分析

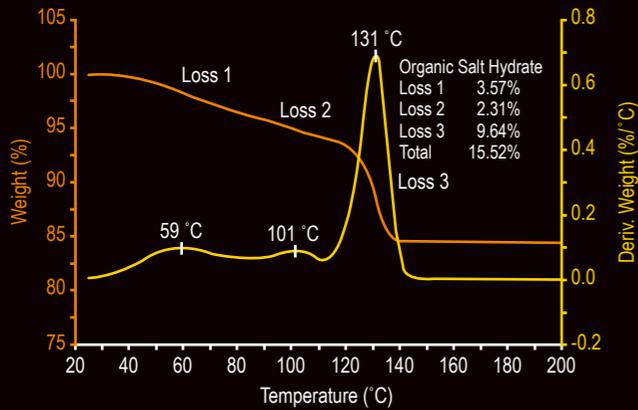
TGA可以方便地检测样品在温度、时间和气氛控制下每种组份分别挥发或分解的重量变化。下图是三种涂料的检测结果，可以定量分析出主体聚合物不同的类型、用量和分解机理。低温部分(低于150°C)的数据说明了涂料中所用溶剂(水基或油基)的用量或特性。



# 应用

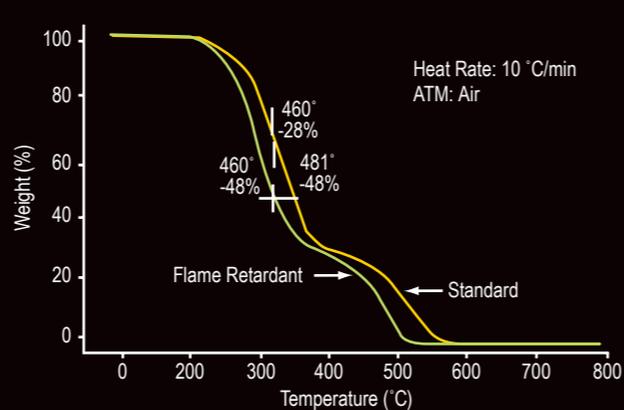
## 挥发份的分析

用TGA评估吸附水、结合水和有机挥发剂也非常重要，因为它们是影响很多产品性能和环境亲和性的重要指标。下图是一种有机含水盐在氮气气氛下的TGA曲线，表明9.6%的失重为结合水，两个较低温的失重分别为3.65%和2.3%，可能是盐表面的水汽或表面弱吸附力的吸附水。



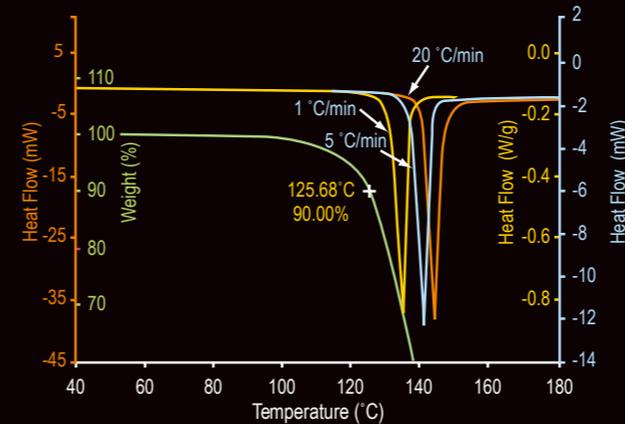
## 添加剂的作用

下图比较了添加阻燃剂对聚碳酸酯PC耐性能的影响。添加阻燃剂的PC，分解温度比未改性PC低20~25°C。在分解阶段，改性材料也比标准材料在选定的温度(如460°C)下的失重要多(如: 48% vs. 28%)。这表明阻燃剂的添加反而加速了聚碳酸酯的分解。但是阻燃剂的作用应该是防止火焰传播。



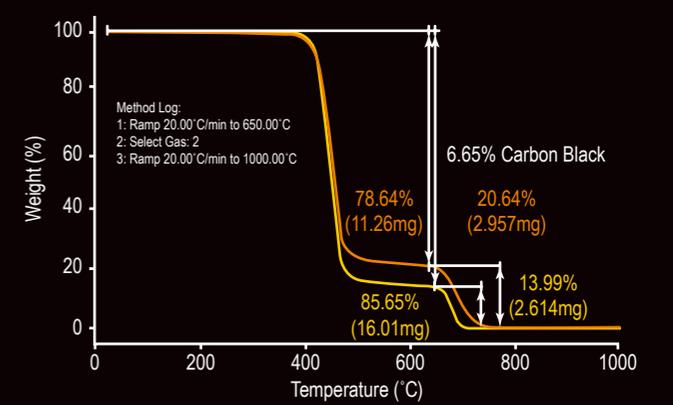
## 鉴别热效应

当TGA与其它热分析技术(如DSC)数据一起比较研究时，能更真实有效地理解热效应。在下图的数据中，一个药物材料在125°C时有一个吸热峰，原本以为是熔融峰。TGA分析显示出在125°C以下有大量失重，则表明该吸热峰实际上是分解。通过DSC用不同加热速率的分析结果表明该变化是与加热速度相关的，更证实了上述变化是分解反应。



## 填充物含量的定量分析

TGA是定量分析高聚物含量的一种高灵敏技术。下图为纯PET和有填充物的PET样品TGA测试结果比较。先测试纯PET样品做参比对象。通过量化最初在较低温度的分解量，并与第二阶段失重的氧化分解量比较，则可准确地得到复合材料中填充物的含量。

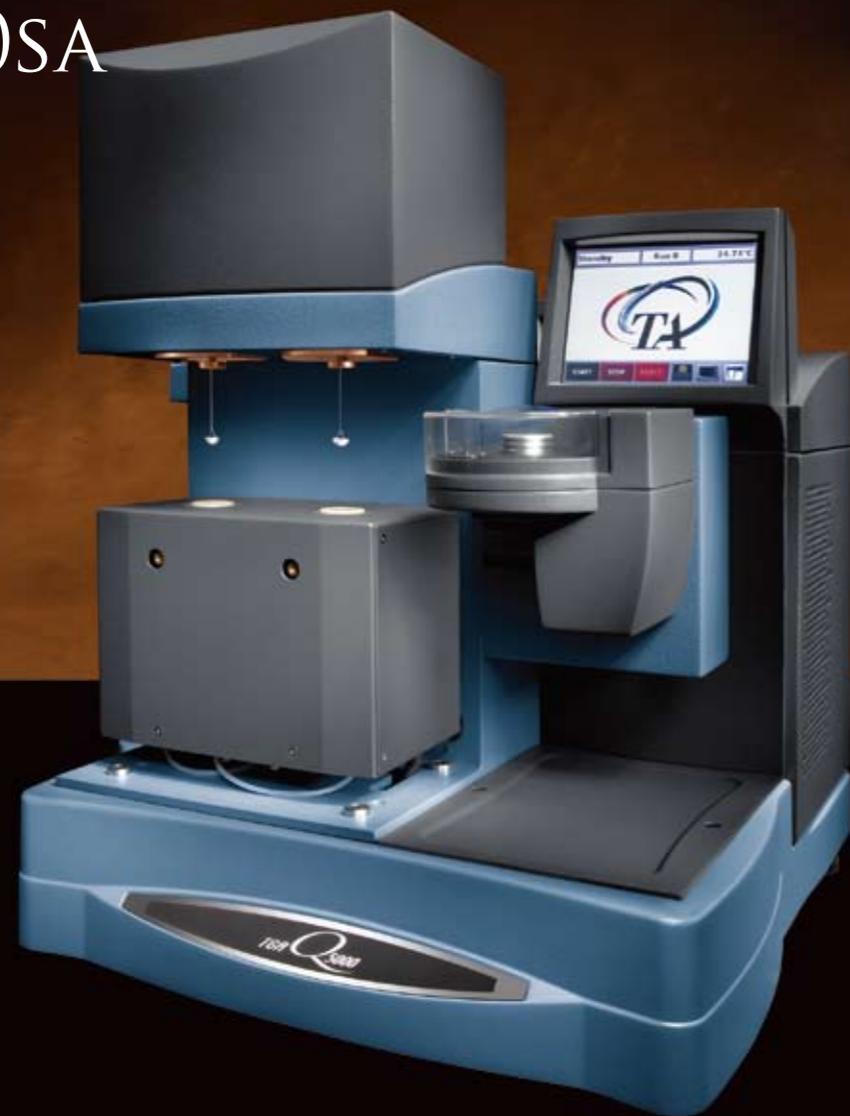


Q5000SA



湿气吸附分析仪

# Q5000SA



全新高度自动化的Q5000SA是用于在控制的温度和湿度(RH)下分析样品吸附作用的高性能仪器。Q5000SA集成了我们最新的高灵敏度并具有温度控制的热天平，同时配有创新的湿度发生和控制系统、先进的多位自动进样器和功能强大的Advantage™软件,同时还具有Platinum™的特征。专利的Q5000SA，其性能和可靠性完全达到了先进吸附分析的要求，同时它还具有结构紧凑、界面友好等设计特点。

## 技术参数

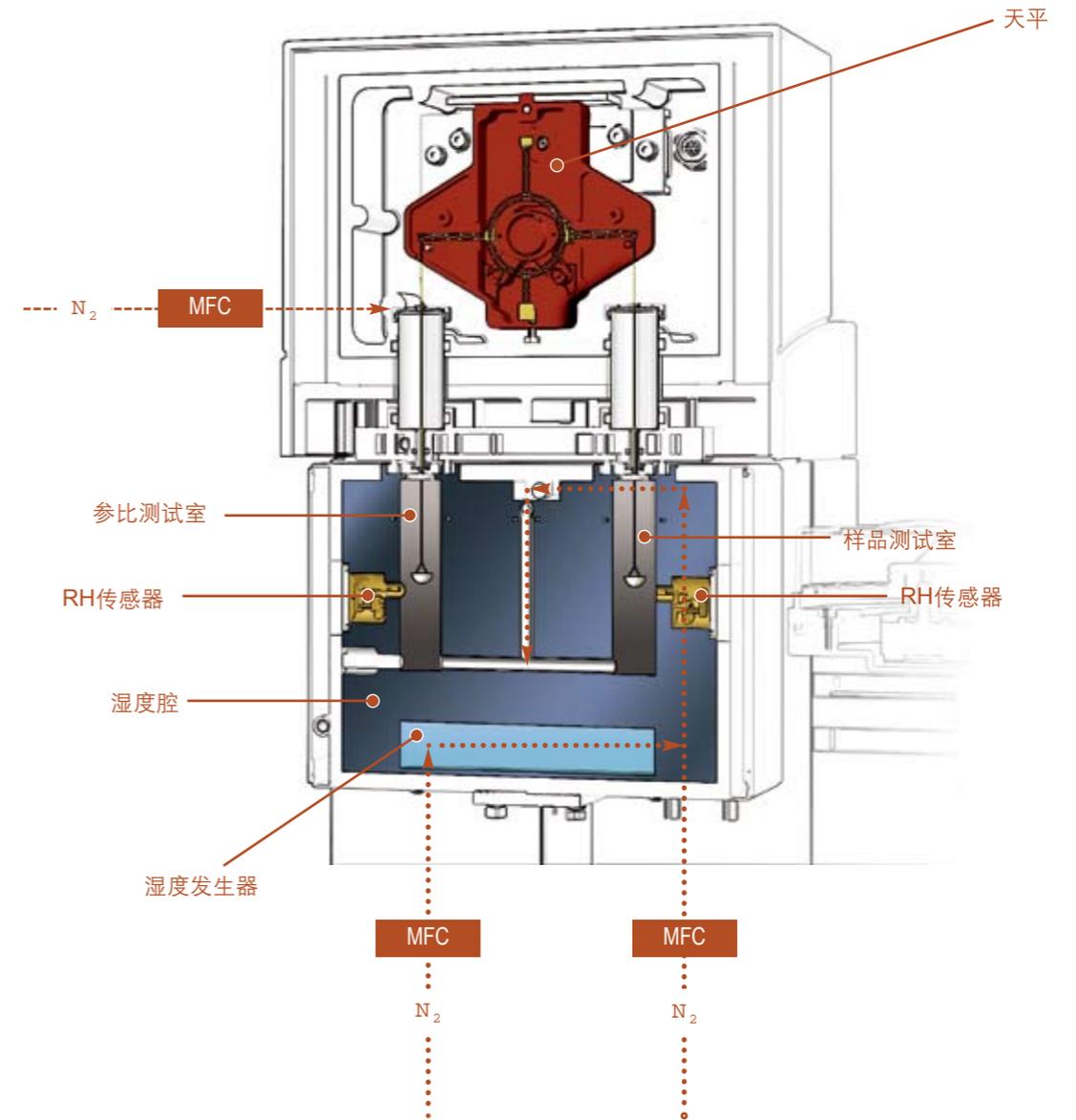
控制温度的热天平	标配
称重范围	100mg
称重准确度	± 0.1%
称重精确度	± 0.01%
灵敏度	< 0.1 µg
动态基线漂移*	< 5 µg
信号分辨率	0.01 µg
温度控制	Peltier元件
温度范围	5~85℃
恒温准确度	± 0.1℃
相对湿度控制范围	0~98% RH
准确度	± 1% RH
10位自动进样器**	标配
Platinum™软件	标配
样品盘	镀金属石英 180 µL
	铂金 50, 100 µL
	密封铝盘 20 µL

\*用镀金属石英样品盘在25℃和25%的湿度下进行24小时以上的测试  
\*\*对使用铂金样品盘或密封铝盘，可提供25位自动进样器作为选配项

## 湿度控制腔

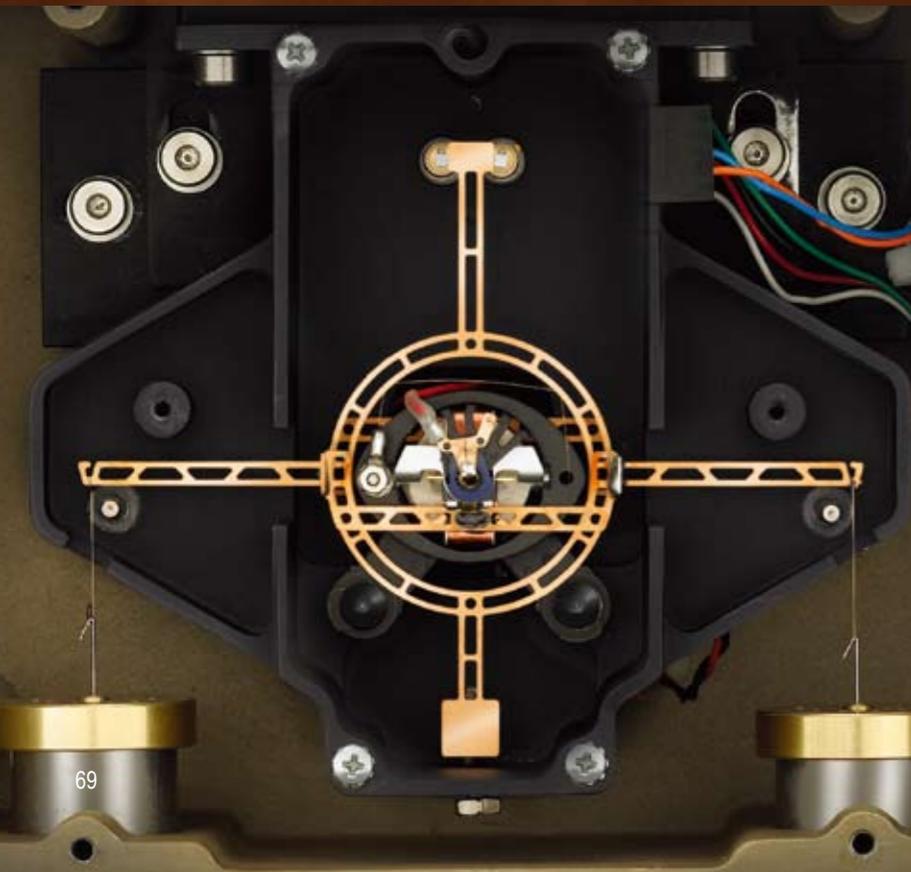
专利设计的一对数字式质量流量控制器(MFCs)准确地计量和调节气体进入一个对称且良好隔离的铝制单元。这里包含一个湿度调节器、两个封闭螺线管、气体输送和混合管线，还有对称排列的样品和参比测试室。四块电器元件(Peltier)与一个温度调节器连接形成一闭环系统，控制并调节单元内温度在10~85℃之间。MFC通过调节湿气(渗透)和干燥气体而保持一个预设的相对湿度水平，湿度范围0~98%RH。已经标定的传感器分别置于样品和参比坩埚紧临样品的地方，持续测量湿度。

优点：确保样品室和参比室内提供精确的温度控制和严格一致的气氛。



# Q5000SA技术

Q5000SA是一款结构紧凑、业内顶尖的吸附分析仪，对于材料在控制温度和湿度的分析能提供性能卓越、数据可靠的实验结果。Q5000SA集成了我们最新的高灵敏度并具有温度控制的热天平，同时配有创新的湿度发生和控制系统、先进的10位自动进样器和最新版功能强大的Advantage™(具有Platinum™特点)软件。



## 热天平

Q5000SA的核心是最新的高性能热天平，它在天平室壁内装有三块对称的加热器，同时天平室与外界有良好的热隔绝且保持有惰性气体的吹扫，使天平室可以保持在35°C恒定的温度下。天平室与加热炉之间被水冷却板隔离。高灵敏的零位天平设计包含了最新的精密称重技术。对于吸附分析而言最关键的是天平系统的精确对称。

优点：专利的设计使仪器平稳可靠并具有超平直的动态基线，异常准确和精密的重量变化测量是重量法吸附分析的关键因素，而其设计完全避免了蒸汽的凝结或静电的影响。



## 自动进样器

Q5000SA集成的自动进样器具有可编程的多位样品转盘，可容纳多达10个半球石英坩埚(或有金属镀膜的石英坩埚)，或者选配用于Q5000IR的25位自动进样器，选用铂金坩埚或密封铝盘同时进行多达25个样品的测试。自动进样器的设计可以平稳有效地装载和卸载样品盘而不对天平产生任何影响。所有的样品测试都是在软件自动控制下完成的，包括样品盘归零、加载样品盘、样品称量、炉体移动、卸载样品盘和炉体冷却等过程。自动进样器结合TA的高级Advantage™软件使其效率实现最大化，该软件可根据预先设定的分析方法对实验结果进行自动分析、比较并给出结果。

## 重量法吸附分析—通用方法

湿气吸附分析是一种成熟的技术，这种技术用来确定特定的温度和湿度条件对材料的影响。恒温恒湿实验是最常见的分析。

在恒温实验中，已称重的样品在仪器中被极端或适当地干燥，然后在恒温的条件下让样品承受一系列的湿度变化(以步阶方式调节变化)。样品在每一步恒湿状态下保持，直到重量不再随时间发生变化。一个数据点被记录后，湿度改变5~10% RH并重复上述的实验，实验中湿度递增或递减均可。恒湿实验是在恒定的湿度状态下进行一系列温度的步阶变化，得到与恒温实验类似的结果。这些实验是用来确定样品暴露在指定湿度条件下的物理化学变化，例如：样品的水合作用。曲线的形状为最终的性能提供非常有用的信息。

Q5000SA分析软件提供吸附分析、BET分析和GAB分析功能。另外TA功能全面、灵活运用的Universal Analysis软件在分析操作方面具有简单易用、直接生成测试报告、以多种格式输出图形和文件等优点。全新的Platinum™软件则提供了多项人性化操作功能，例如：自动系统诊断、Email结果和通过网络进行软件自动升级等。

出厂前，每台Q5000SA温度和湿度都进行了严格的校正。经国家计量实验室(NIST)标定的标准盐(如NaCl, NaBr)可以对系统性能进行校正。TA仪器Platinum™软件的自动诊断、自动校正简便了这一过程。

### Q5000SA

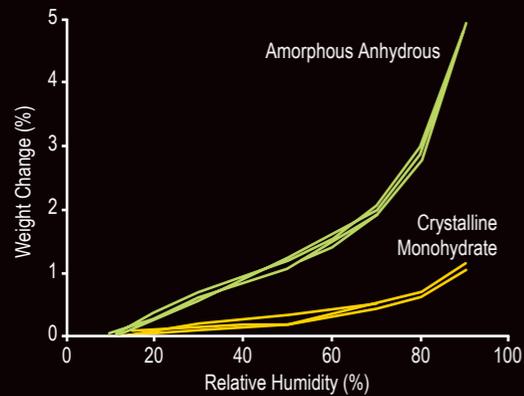
半球形的有金属镀膜的石英坩埚(180 $\mu$ L)和选配件铂金盘(50 $\mu$ L, 100 $\mu$ L)可用于Q5000SA。石英坩埚由于其化学稳定性和易于清理，常常用于吸附分析；铂金盘用于大多数材料的TGA分析；对那些易于吸潮和挥发损失的样品可选用密封铝盘。



# 应用

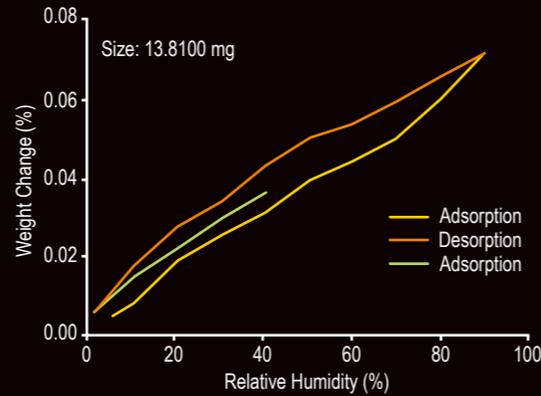
## 评估无定形结构

制药学家常常感兴趣于测量药物配方中无定形材料的含量。因为无定形和结晶态在化学特性上是相同的，所以常规分析技术常常无法确定无定形含量。下图是一个常规药物在无定形态和结晶态下的湿气吸附分析，由于无定形态可以吸收更多的湿气，所以Q5000SA可以用来量化相关无定形成分的含量。



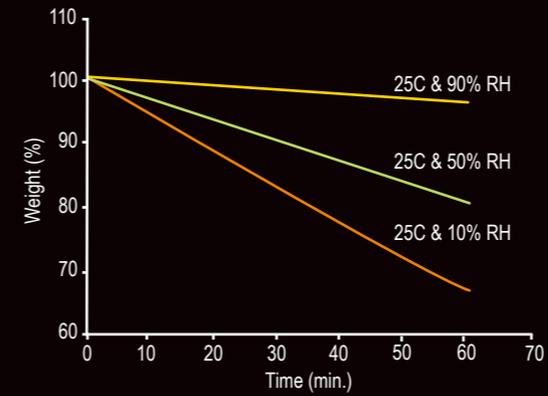
## 分析小样品量的药品

当评估药品时，常常需用很少的样品进行多种分析测试，因此仪器是否能感测微量样品变得至关重要。Q5000SA极小的基线漂移证明即便仅用10~20mg的结晶性药物，Q5000SA也可以得到优异的结果。如强的松(Prednisone)在很大的湿度范围内的吸附小于0.1%，如下图所示，重量变化的刻度范围仅为15µg。强的松吸附/脱附图线的可逆性(很少的滞后)及少量的湿气吸附说明样品中湿气的增加是表面吸附而不是结构吸附。



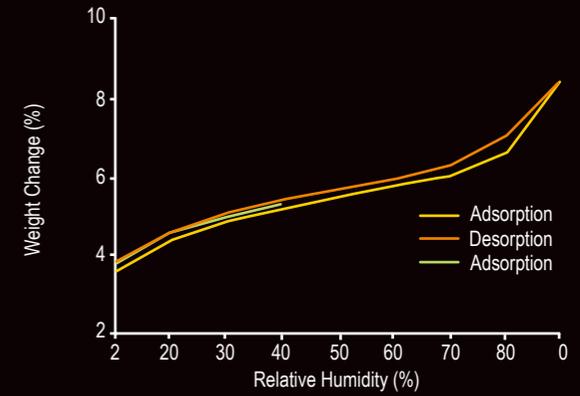
## 优化干燥条件：乳胶漆

油漆的干燥过程受到环境温度和湿度的影响很大。Q5000SA配合密封/冲孔样品盘是一种对特定的油漆配方在不同的条件下研究和比较极好的方法。下图显示了某一乳胶漆在25°C和相对湿度分别为10%、50%和90%的条件下的干燥过程。由图可知，相对湿度明显地影响干燥速率。可以看到60分钟后，样品在10%的相对湿度下的失重接近33%，而在90%的相对湿度下其失重仅仅为4%。显而易见，样品在90%的相对湿度下，经过一个小时，仍然可以被认为是“新刷的漆”。



## 评估吸湿性材料：沸石催化剂

多孔材料如沸石可以通过两种方式吸附水：一种是体积吸附，另一种是表面吸附。吸附机理的差别往往与孔的大小相关。下图显示了一种沸石材料的吸附分析。增加和减小相对湿度的数据显示几乎没有滞后，加之很少的水份吸附说明这个特定的沸石正在经历的吸附过程，也可以看出其相对的孔径分布。



**SDT**  
Q600



同步TGA/DSC分析仪

SDT Q600

# Q600



Q600是一台同时测量样品重量变化(TGA)和热流信号(DSC)的同步热分析仪, 温度范围从室温到1500°C。Q600具有水平双臂双天平设计特点, 它可以自动补偿膨胀效应, 同时也可以做双样品的TGA测试。另外DSC热流数据是经实时样品重量动态归一化的结果。

## 技术参数

结构设计	水平式炉体及天平
天平设计	双臂双天平设计(膨胀自动补偿)
样品容量	200mg(包括样品盘可达350mg)
天平灵敏度	0.1 µg
炉体类型	双丝缠绕
温度范围	室温~1500°C
升温速率 - 室温~1000°C	0.1~100°C/min
升温速率 - 室温~1500°C	0.1~25°C/min
炉体冷却	强制风冷(从1500°C到50°C<30分钟, 从1000°C到50°C<20分钟)
热电偶	铂或铂铑(R型)
温度校正	金属标样居里点(一至五个点)
DTA灵敏度	0.001°C
量热精确度/准确度	± 2%(根据金属标样)
数字式质量流量控制器及 自动气体切换器	标配
真空度	到7Pa(0.05torr)
反应性气体接入口	标配(独立进气管)
双样品TGA测试	标配
自动优化的步阶恒温技术	标配
样品盘	铂金: 40 µL, 110 µL 氧化铝: 40 µL, 90 µL

# SDT技术

## 热天平

Q600采用高可靠性的水平双臂双天平结构，同时完成精确的DSC和TGA的测量。由于双臂设计本质上可以消除天平臂热膨胀和浮力效应对TGA基线的影响，所以相对于单臂设计来说，双臂能确保出众的重量信号测量(灵敏度、准确度和精确度)。同时，Q600的独特性还在于可以同时独立地对两个样品进行TGA测量。

## 温度控制与测量

一对铂/铂铑热电偶嵌入陶瓷样品臂和参比臂内，在室温到1500°C温度范围内直接精确测量样品、参比的温度及其温度差。此设计确保样品热效应探测的最佳灵敏度。利用居里点标准物或高纯金属样品进行一点或多点温度校正；DSC信号采用蓝宝石热流(DSC)校正，本质上相比单臂设计中得到的数据更精准、出众。

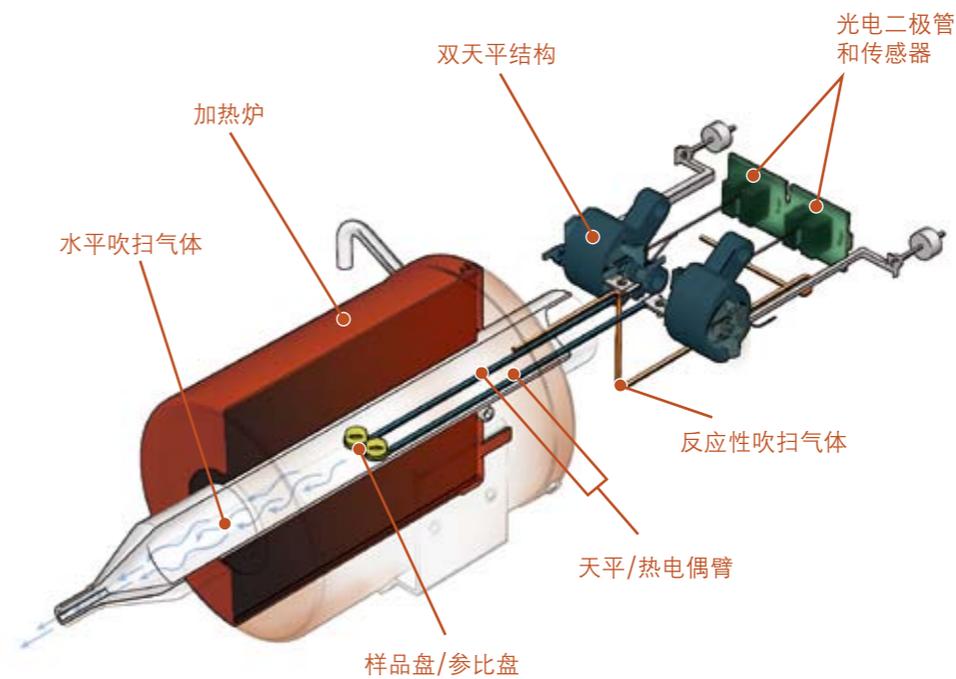
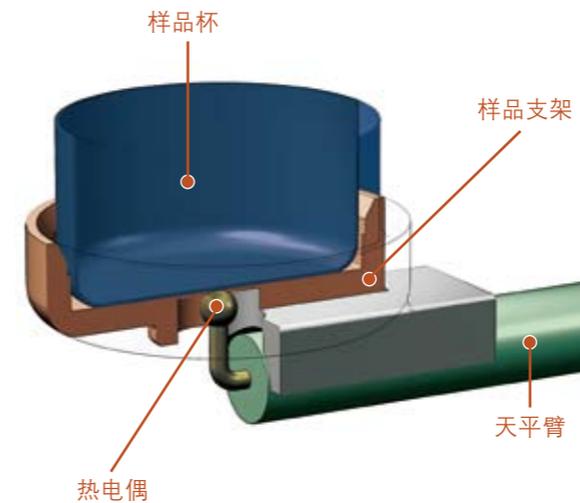
## 加热炉

Q600采用坚固耐用、性能可靠的水平炉体，装在一个凿孔的不锈钢外罩中，确保了室温到1500°C全量程范围内程控和等温操作精准地传递。基于全自动加热炉开闭、方便的样品装载和实验后的快速降温等特点，为使用者提供了极大的便利性。

## 吹扫气体系统

水平吹扫气路设计配合数字式质量流量控制器和内置式气体切换装置，确保了精确控制流量的吹扫气体流过样品和参比盘。该设计有利于产生更好的基线，防止气体回流，能将分解物质有效地带出样品区。独立式Inconel®气管有效地将反应性气体传送到样品。Q600气体出口可以与MS或FTIR联用，用于组份定性分析。

©Inconel是特种金属公司的注册商标



# SDT技术

## 高分辨SDT

如果用标准方法(实验中始终保持线性加热速率)无法分离相邻的失重现象, Q600还提供自动的步阶恒温(SWI)方法, 这是一种增加TGA分辨率的经典技术。这种方法的操作为: 在恒定的升温速率下加热样品, 直到失重速率或总失重量超过操作者设定的界限时, 仪器便恒定在该温度, 直至失重过程完成。每一次失重过程发生时, 都会重复这种升温、恒温的步骤, 从而得到优异的失重分辨率。

## 温度校正和失重验证

TA仪器可以提供各种有ICTAC证书和NIST居里点标定的标准样品来对SDT在150~1120°C之间进行温度校正。TA仪器同时也随主机提供带证书的失重验证参考材料, 用以验证SDT的失重表征能力。

## Q600样品盘

Q600中使用铂金样品盘(40µL, 110µL)和氧化铝陶瓷样品盘(40µL, 90µL)。在1000°C以内推荐使用铂金样品盘, 因其具有惰性并且便于清洗。如果要测试到1500°C或样品与铂金有反应时建议用陶瓷盘。

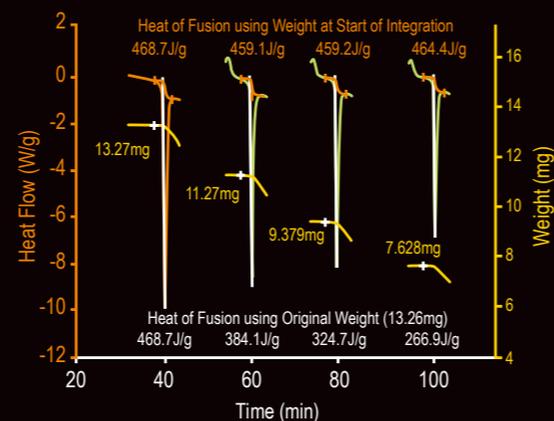


# 应用

## 提高DSC的数据质量

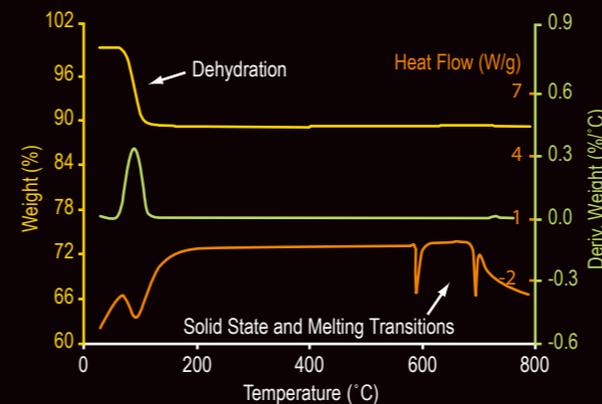
在DSC测试中, 如果用实时样品重量而不是初始样品重量计算, 我们就可以得到非常准确的DSC热流。下图显示的是氯化钠的四次循环熔融数据, 这里熔融热(J/g)是通过实时样品重量计算的。下表的数据显示了该实验用初始样品重量和用实时样品重量计算热流的明显差异。

	循环1	循环2	循环3	循环4
熔融热 用初始样品重量(J/g)	468.7	384.1	324.7	266.9
熔融热 用实时样品重量(J/g)	468.7	459.1	459.2	464.4



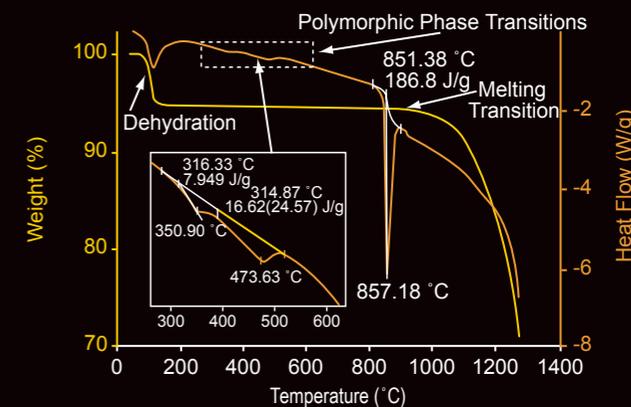
## 高灵敏度

下图显示Q600高灵敏度的应用, 将少量的钨酸钠(3mg)样品以10°C/min从室温加热到800°C。完整的热重和热重微分信号定量地记录了样品的脱水过程。DSC曲线跟踪记录了样品失水和较高温度下固体相态转变和熔融转变。在较高温度下所发生的两个热转变过程中没有重量的变化。



## 同步DSC/TGA

下图包含了苏打灰从室温到1300°C的同步DSC和TGA数据。TGA曲线定量描述了脱水过程和高温分解的起始温度。DSC信号可以定量表示出失水、相态转变和高温熔融。插入的局部放大图显示了相态转变的详细信息。在Q600中, 在每个转变开始时, 热流自动通过实时样品重量进行动态归一化处理。



**DMA**

Q800



动态力学分析仪

# Q800



Q800是全球最为畅销的DMA仪器，能为各种应用提供最完美的解决方案。它采用顶尖技术的非接触式线性马达施加应力，空气轴承确保低摩擦支持。应变的测量是通过光学编码器，实现无可比拟的灵敏度和分辨率。如此独一无二的设计，使得Q800轻而易举地超越同类竞争产品，对于高刚性材料(复合材料)的应用实验也是得心应手。

## 技术参数

最大力	18N
最小力	0.0001N
力分辨率	0.00001N
应变分辨率	1nm
模量范围	$10^3 \sim 3 \times 10^{12}$ Pa
模量精确度	$\pm 0.1\%$
Tan $\delta$ 灵敏度	0.0001
Tan $\delta$ 分辨率	0.00001
频率范围	0.01~200Hz
动态样品形变范围	$\pm 0.5 \sim 10,000 \mu\text{m}$
温度范围	-150~600°C
升温速率	0.1 ~ 20°C/min
降温速率	0.1 ~ 10°C/min
恒温稳定性	$\pm 0.1^\circ\text{C}$
时间/温度叠加	标配

## 输出值

储能模量	复合/动态粘度	时间
损耗模量	蠕变柔量	应力/应变
储能/损耗柔量	松弛模量	频率
Tan $\delta$	静态/动态力	样品刚度
复合模量	温度	位移

# RSA III



RSA III为高性能的DMA测试提供了强大的操作平台。它采用先进的直接驱动线性马达施加应变，并且采用专利的力值再平衡传感器™测量应力；低摩擦的空气轴承保证了最佳的灵敏度。RSA III 特别适用于软材料的压缩测试，例如凝胶和弹性体，或对于低刚度薄膜和纤维的高频测量。

## 技术参数

最大力	35N
最小力	0.001N
力分辨率	0.0001N
应变分辨率	1nm
模量范围	$10^3 \sim 3 \times 10^{12}$ Pa
模量精确度	± 1%
Tan $\delta$ 灵敏度	0.0001
Tan $\delta$ 分辨率	0.00001
频率范围	$2 \times 10^{-5} \sim 80$ Hz
动态样品形变范围	± 0.5~1,500 $\mu$ m
温度范围	-150~600 $^{\circ}$ C
升温速率	0.1~60 $^{\circ}$ C/min
降温速率	0.1~60 $^{\circ}$ C/min
恒温稳定性	± 0.1 $^{\circ}$ C
时间/温度叠加	标配

## 输出值

储能模量	复合/动态粘度	时间
损耗模量	蠕变柔量	应力/应变
储能/损耗柔量	松弛模量	频率
Tan $\delta$	静态/动态力	样品刚度
复合模量	温度	位移

## 形变模式&样品尺寸大小

仪器/夹具	样品尺寸大小
<b>单/双悬臂</b>	
RSA III (仅双悬臂)	30 or 48* mm (L), Up to 12.5mm (W) and 6mm (T)
Q800	8/4**mm (L), Up to 15mm (W) and 5mm (T)
Q800	20/10**mm (L), Up to 15mm (W) and 5mm (T)
Q800	35/17.5**mm (L), Up to 15mm (W) and 5mm (T)
<b>三点弯曲</b>	
RSA III	30, 40 or 50mm (L), Up to 12.5mm (W) and 5mm (T)
Q800	5, 10, or 15mm (L), Up to 15mm (W) and 7mm (T)
Q800	20mm (L), Up to 15mm (W) and 7mm (T)
Q800	50mm (L), Up to 15 mm (W) and 7mm (T)
<b>拉伸</b>	
RSA III (薄膜/纤维)	Up to 35mm (L), Up to 12.5mm (W), and 1.5mm (T)
Q800 (薄膜/纤维)	5 to 30mm (L), Up to 8mm (W) and 2mm (T)
Q800 (纤维)	5 to 30mm (L), 5 denier (0.57 tex) to 0.8mm diameter
<b>剪切</b>	
RSA III	15mm square, 0.5, 1.0 and 1.5mm (T)
Q800	10mm square, Up to 4mm (T)
<b>压缩</b>	
RSA III	8, 15 and 25mm diameter
Q800	15 and 40mm diameter, Up to 10mm (T)
<b>浸泡</b>	
RSA III拉伸	2 to 25mm (L), Up to 12mm (W) and 2mm (T)
RSA III压缩	15mm diameter, Up to 5mm (T)
Q800拉伸	5 to 30mm (L), Up to 8mm (W) and 2mm (T)
Q800压缩	15 and 40mm diameter, Up to 10mm (T)

\*仅双悬臂 \*\*单/双悬臂的长度  
L—长 W—宽 T—厚

## 操作模式

### 多重频率模式

多重频率模式可以用来评估在振幅保持恒定的情况下，材料的粘弹性与频率的关系。这样的实验可以采用单个或多个频率，进行时间、升温或步阶恒温扫描。RSA III还具有在恒温或线性温度扫描中进行多波分析的能力。

### 多重应力/应变模式

在该模式中，频率和温度保持恒定，测量材料的粘弹性随应力或应变的变化而变化的情况。该模式主要用来确定材料的线性粘弹范围(LVR)。

### 蠕变/应力松弛模式

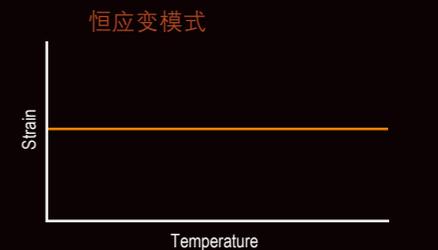
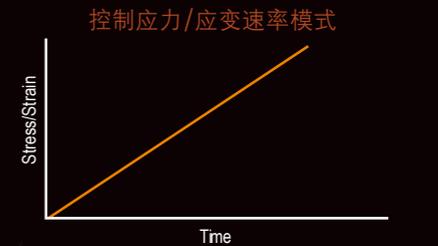
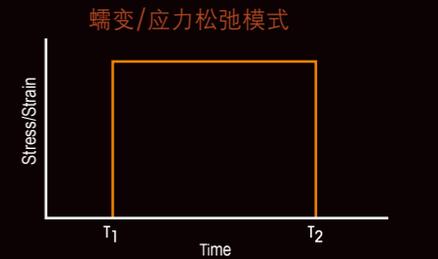
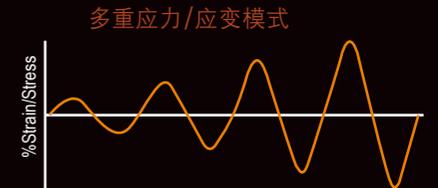
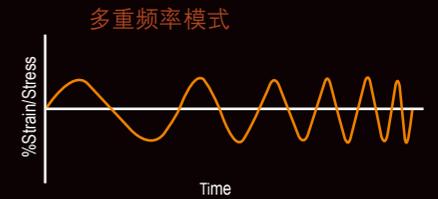
在蠕变模式中，应力保持恒定，测量形变随时间的变化；在应力松弛中，形变保持恒定，测量应力随时间的变化。

### 控制应力/应变速率模式

在该模式中，温度保持恒定，而应力或应变以恒定的速率呈线性变化。该模式用来产生应力/应变图谱以得到材料的杨氏模量。或者应力保持恒定，测量应变随线性升温速率的变化而变化的情况。

### 恒应变模式

恒应变模式只适用于Q800，在线性升温中应变保持恒定。恒应变可以用来评价薄膜和纤维中的应力收缩情况。



# Q800技术

## 驱动马达

Q800采用无接触、直接驱动马达提供所需的动态或静态力。该马达由高性能的复合材料构成，确保了系统的低柔量。同时具有温度自动调节功能，用于消除当系统进行大振幅和高形变应力下的热积累。精巧的电子线路设计使马达电流以很小的增量进行调节。

优点：马达能保证在很宽的范围内施加力，重现性好；并且可以实现力的快速变化，从而确保能准确测量大多数材料的性质。

## 空气轴承

非接触式驱动马达施加的力直接传递到矩形的空气轴上，空气轴的上下端各由4个多孔石墨空气轴承导引。由于压缩空气或氮气的流入形成无摩擦表面，从而使空气轴呈“漂浮态”。空气轴与马达驱动轴和样品夹具相连，它垂直移动的范围高达25mm，而且它高刚性的矩形结构消除了可能带给样品的任何扭曲。

优点：使薄膜和纤维等较软样品的材料表征变得简单易行。

## 光学编码器

Q800 DMA采用高分辨率的线性光学编码器测量形变位移。它基于光栅的衍射原理（一个移动，一个固定），与传统的LVDT技术相比，光学编码器可以确保超高的分辨率。

优点：由于Q800 DMA采用分辨率高达1nm的光学编码器，使得极其微小的振幅都可以精确地测量。光学编码器配合非接触式驱动马达和空气轴承技术可以提供出色的模量精确度和损耗因子Tan  $\delta$ 的灵敏度，保证了Q800 DMA可以在很宽的范围内进行材料的表征。

## 炉体

双线缠绕的炉体能自动打开、闭。

优点：炉体设计配合气体冷却附件可以提供全温程范围内高效、精确的程序温度控制，包括升温、降温、恒温。炉体的自动开闭缩短了建立实验的时间。

## 轻质量、高刚度夹具

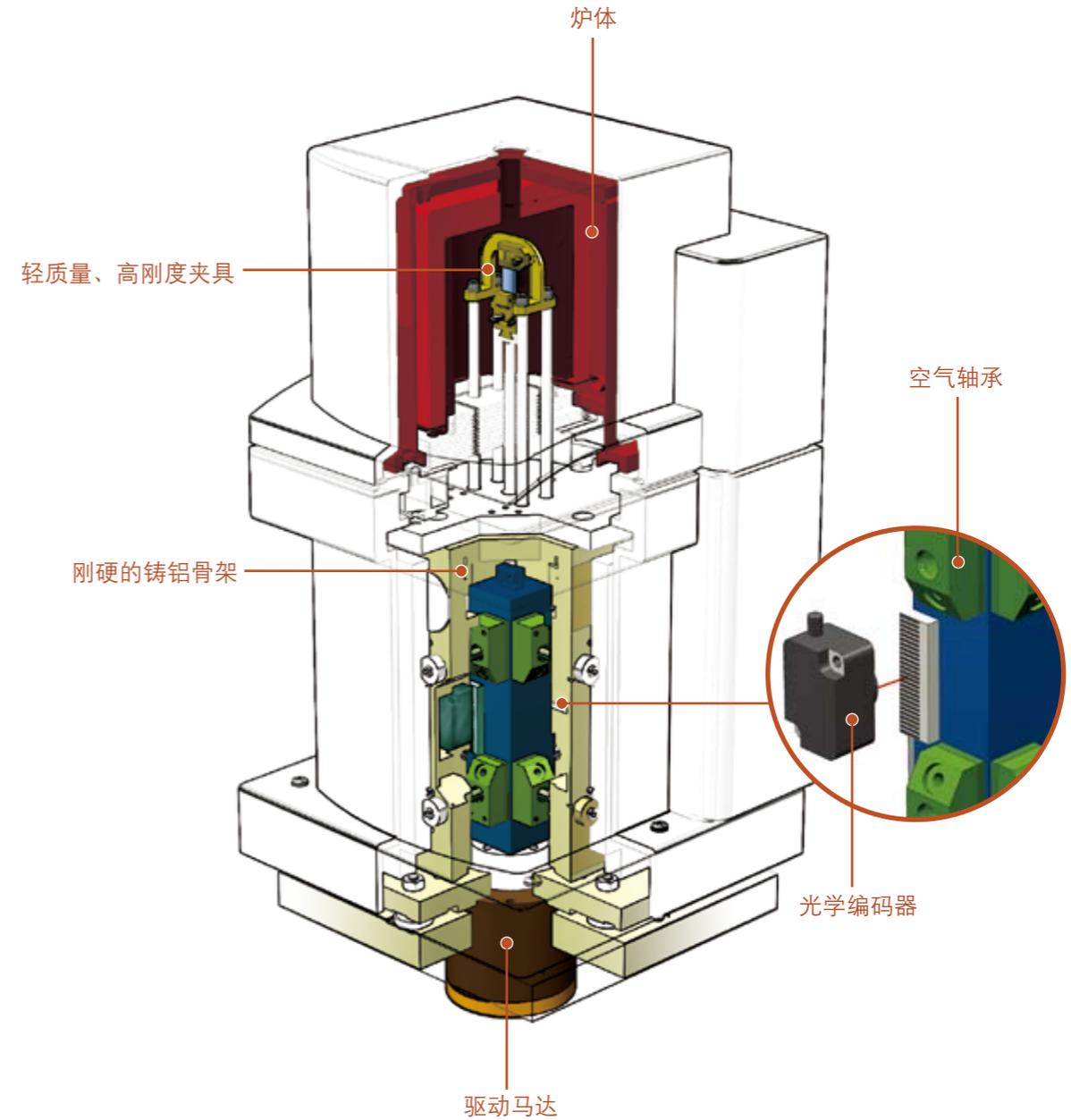
Q800配备多种样品夹具，能提供不同的形变模式。样品夹具形状的设计采用“有限元分析”方法，以达到轻质量、高刚度，并且与驱动轴的连接是通过楔形榫头连接，使得夹具的安装、调整极简单方便；并且每种夹具都经过校正以保证数据的准确性。

优点：测试的样品范围广。高刚度消除了夹具的柔量；轻质量的设计保证了快速达到温度平衡；简单、精巧的设计减少了更换夹具、装载样品的时间。

## 刚硬的铸铝骨架

Q800的驱动马达、带有光学编码器和空气轴承的滑动装置均装在坚硬且配备温度控制的铸铝骨架中。

优点：坚硬的铝制铸套降低了系统的柔量，温度控制的铸套保证了数据的精确性。



# RSA III 技术

## 驱动马达

应变通过高性能的线性马达直接施加在样品上。直接驱动的直流伺服马达控制应变、应变速率和频率。温度补偿的稀土磁铁能提供较大的力。

优点：能准确测量粘弹性，对于诸如应力松弛类的瞬态测试具有出色的快速响应能力。较大的力能扩展应用的范围。

## 仪器框架和线性滑板

RSA III DMA的所有组件都装配在一个坚固的低柔量铸钢框架内。传感器(顶部)通过线性滑轨连接在框架上。马达通过一个预加载荷防反冲的轴杆驱动进行精密滑动。

优点：低柔量、高刚性的线性滑板确保所有测量结果的准确度和精确度。

## 空气轴承

高性能的马达和力值再平衡传感器™与空气轴承结合，提供高刚性、低摩擦的线性运动。

优点：空气轴承降低摩擦，同时提高针对特别像薄膜和纤维类样品测试结果的灵敏度。

## 力传感器

当马达施加形变时，RSA III专利\* 的力值再平衡传感器™(FRT)可测量由样品产生的应力。在FRT中，位移传感器检测移动，而线性马达测量使夹具回复到原位的反馈力。

优点：FRT能在较宽范围内提供高灵敏、可忽略惯量影响的力。因为马达的惯量能从力的测量中扣除，FRT无需考虑样品刚度就能在全频率范围内进行精准的测量。

\*美国专利 No.4601195

## 加热炉

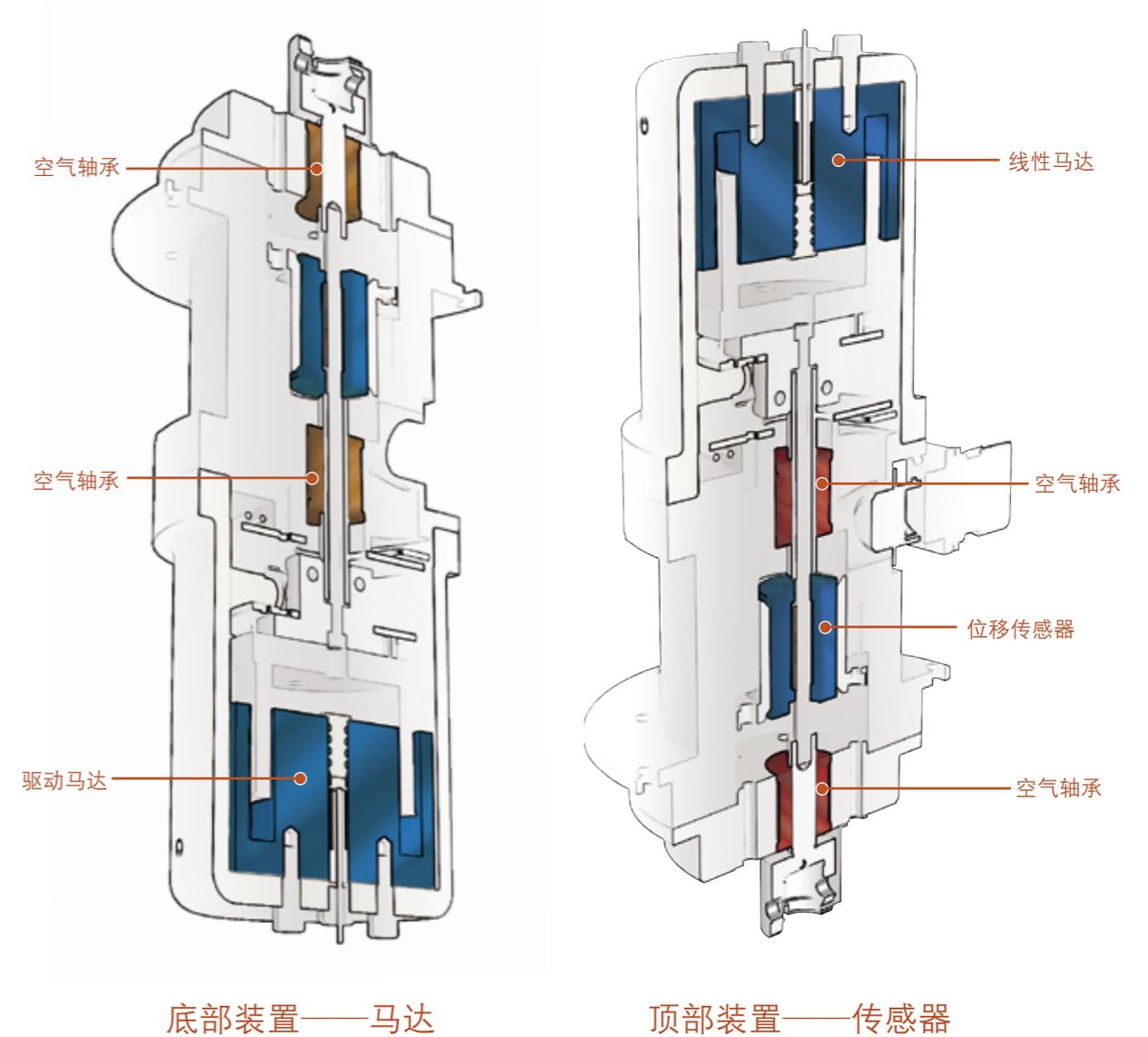
FCO炉配有双单元加热枪，将空气加热后以对流方式吹入样品室，保证最优异的温度稳定性和均匀性。可选的液氮冷却系统，可将实验温度降至-150°C，FCO炉配有玻璃观察窗。

优点：结合两种冷却附件，FCO炉能提供准确的温度控制和快速的加热速率，从而拓展了仪器的应用范围。玻璃观察窗利于做实验时对样品的观察，特别针对薄膜和纤维材料。

## 同步测量

RSA III可以选配其它同步测量附件，包括介电测试附件DETA和UV紫外固化附件。

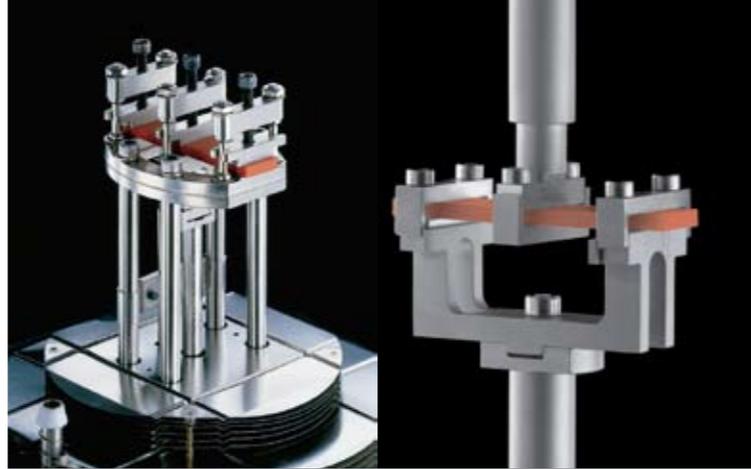
优点：同步完成动态力学性能和DETA或UV的测量，扩大了应用范围。



# 形变模式

## 单/双悬臂梁

在该种夹具模式中，样品的两端(双悬臂梁)或一端(单悬臂梁)固定。该夹具是一个比较好的通用模式，主要用于热塑性和高阻尼材料(如：弹性体)的测量。双悬臂梁还是研究热固性材料固化的理想工具。



Q800

RSA III

## 三点弯曲

在该夹具模式中，样品两端置于支架上，力施加在样品的中部。三点弯曲被认为是最纯粹的形变模式，因为样品没有夹具的夹持效应。在Q800中50mm和20mm规格的三点弯曲夹具采用独特的带滚动轴承的低摩擦支架，提高了测量的准确性。



Q800

RSA III

## 剪切三明治

在该模式中，两个相同大小的样品分别被夹在两端固定、中间运动的盘之间。这种模式特别适用于凝胶、粘合剂、高粘度树脂和其它高阻尼材料的测试。RSA III还能特别提供石英剪切夹具，进行样品暴露于紫外光下的测试。



Q800

RSA III

## 压缩

在该模式中，样品被放置在固定平坦的圆盘上，力通过运动的上盘施加在样品上。压缩模式适合低至中等模量(如泡沫和弹性体)粘弹性材料的测量。该模式还可以用来测量粘合剂在静态力下的膨胀和针刺入度。

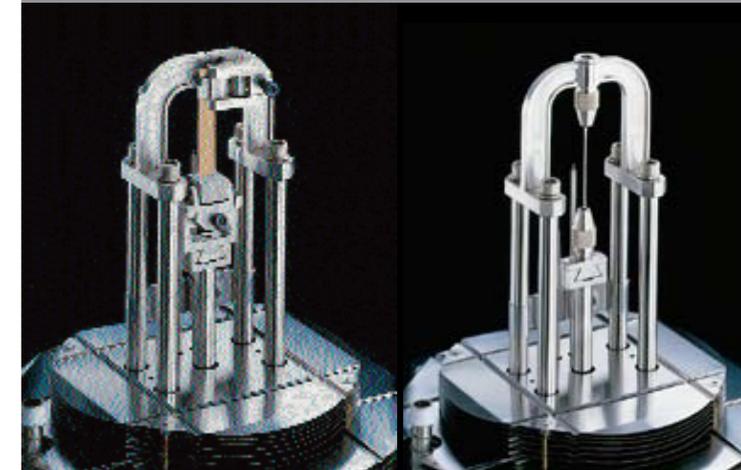


Q800

RSA III

## 拉伸

在该模式中，样品的两端分别被夹持在夹具的固定端和运动端。在动态实验中，仪器可通过多种方式对样品施加一个静态预张力以避免样品弯曲或发生不必要的蠕变。该夹具适用于薄膜和纤维的测量。

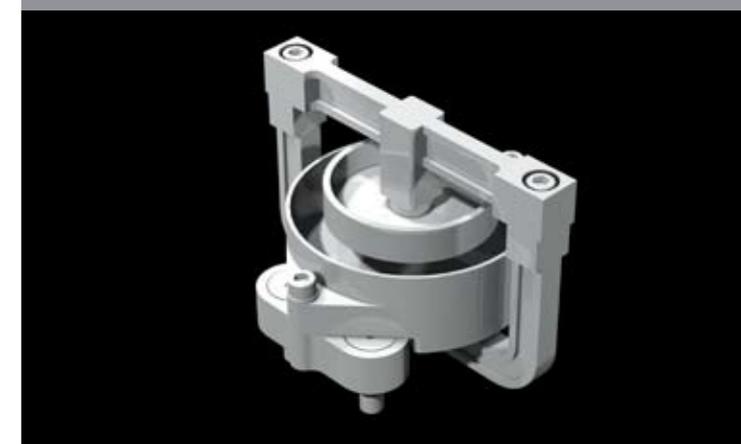


Q800

Q800

## 浸泡式夹具

在Q800中，压缩和拉伸夹具均有浸泡式配置选项，而在RSA III中我们可提供拉伸夹具浸泡式配置选项。这些夹具允许样品在80℃以下的液体环境中进行分析。



Q800

# 附件

## Q800 低温选配件

气体冷却附件(GCA)可以将Q800操作温度范围扩展到-150°C。GCA控制液氮汽化成为冷却的氮气来达到降温的目的，自动填充液氮罐能在实验的过程中或结束后根据液氮的多少自动将液氮补充到GCA中。自动注入液氮的功能对于长时间的DMA实验非常有用，如时间/温度叠加(TTS)实验。

## RSA III 低温选件

RSA III液氮冷却系统的操作温度范围是-150~600°C，该附件直接与液氮罐相连提供快速冷却功能。

# DMA原理



动态力学分析(DMA)是用来测量各种材料宽范围内的力学性质，如聚合物，其行为特征既像弹性固体又像粘性液体，因此具有粘弹性。DMA在两个重要方面不同于其它的力学测试方法：第一，传统的拉伸测试设备仅关注弹性组份。而在许多应用中，非弹性或粘性的组份是十分关键的，因为粘性组份决定了材料的性能(如抗冲击性能)。第二，拉伸测试设备主要在材料的线性粘弹范围外进行测试。而DMA主要在材料的线性粘弹区内进行测试，因此DMA对材料的结构更加敏感。

DMA可通过瞬态实验或动态实验测定材料的粘弹性。瞬态测试包括蠕变或应力松弛。在蠕变中，一定的应力施加在样品上并保持恒定，同时测量形变与时间的关系。一段时间后去除应力，测量回复过程。在应力松弛中，一定的形变施加在样品上并保持恒定，测量应力的衰减与时间的关系。

最常用的测试是动态振荡测试，一个正弦变化的应力(或应变)先施加在材料上，测量产生的正弦应变(或应力)，如图1。同时也测量两个正弦波相位的偏移。对于完全弹性的材料，相位角为0°；而对于完全粘性的材料，相位角的偏移为90°。粘弹性材料(如聚合物)的相位角则居于二者之间。

因为模量的定义为应力/应变，由此计算复合模量 $E^*$ ；根据 $E^*$ 和测得的滞后角 $\delta$ ，可计算储能模量 $E'$ 和损耗模量 $E''$ ，如图2。 $E'$ 储能模量是材料的弹性组份，与样品的刚度有关； $E''$ 损耗模量是材料的粘性组份，与样品分子运动中机械性能的弥散有关； $\tan \delta$ 是另一个常用的参数，它提供了弹性组份与粘性组份之间关系的信息。所有这些参数均可以根据应用的不同计算出与温度、时间、频率或振幅(应力或应变)之间的函数关系。



图1

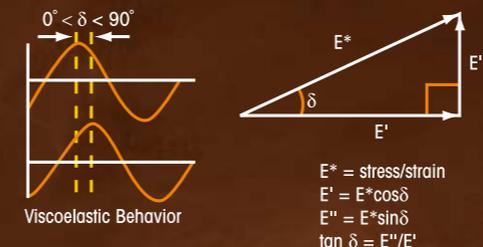
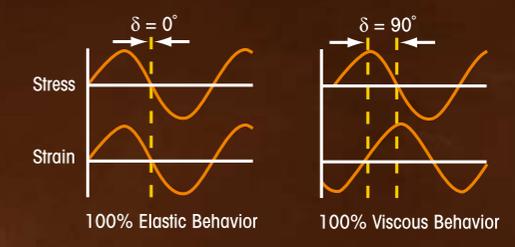


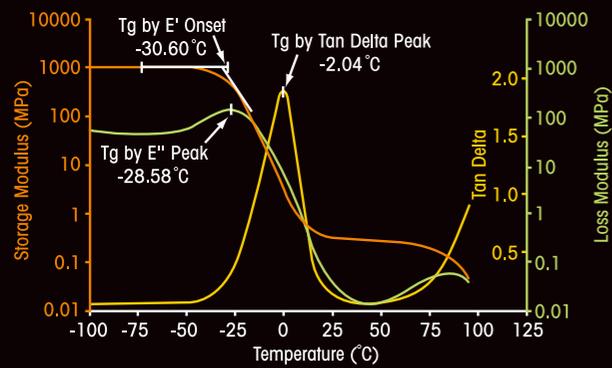
图2



# 应用

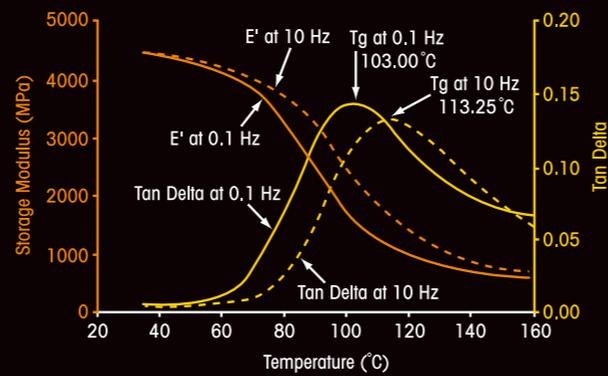
## 聚合物材料的Tg测定

玻璃化转变温度Tg是聚合物材料最常用的技术参数。测量Tg的方法多种多样，但DMA测量Tg的灵敏度远高于其它方法。下图显示的是某压敏胶采用拉伸夹具、1Hz频率的DMA扫描曲线。Tg可用储能模量E'的起始转变温度点、损耗模量E''的峰温或Tan δ的峰温来表征。另外不仅是Tg温度，各种粘弹性参数的绝对值也是十分重要的。



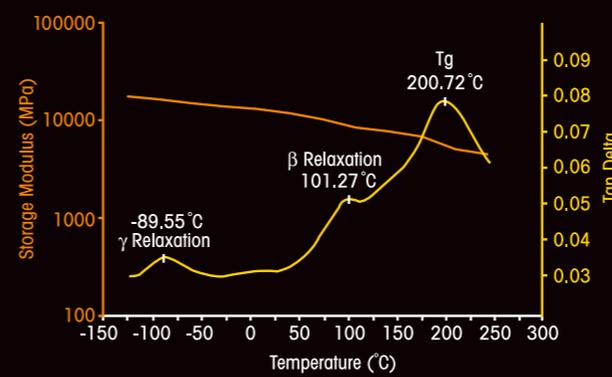
## 频率对PET模量和玻璃化转变的影响

因为玻璃化转变温度Tg具有动力学成分，它受形变频率的影响较大。随着测试频率的增高，分子链段的松弛将发生在较高的温度，这样Tg将随频率的增加向高温方向移动。在下图中我们还可以看到：在玻璃化转变区域，Tan δ的形状、强度和储能模量的斜率变化均受到了频率的影响。对于材料的最终使用，了解温度和频率对材料的影响是十分重要的。



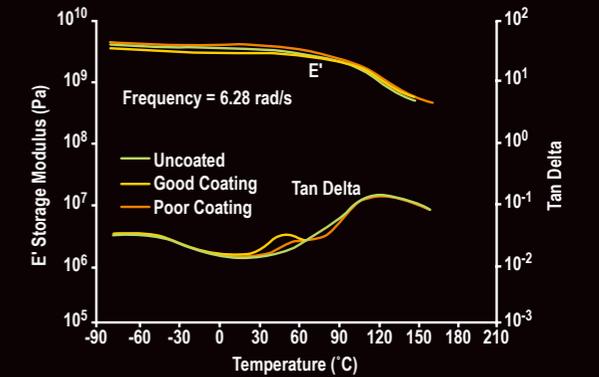
## 乙烯基酯的次级转变测量

DMA是一种能够测量材料的β和γ次级转变的技术。次级转变反映的是伴随分子主链振动的侧链、基团的运动或侧链基团的内旋。如下图所示，这些转变发生在玻璃化转变温度Tg和室温以下。因为材料的次级转变常常影响其抗冲击性能和其它一些最终使用性能，因此其转变温度和范围的测量则显得尤为重要。该图中的数据是采用三点弯曲模式得到的，证明用三点弯曲模式可以测量比较坚硬的复合材料。



## 薄膜粘接涂层的作用效果

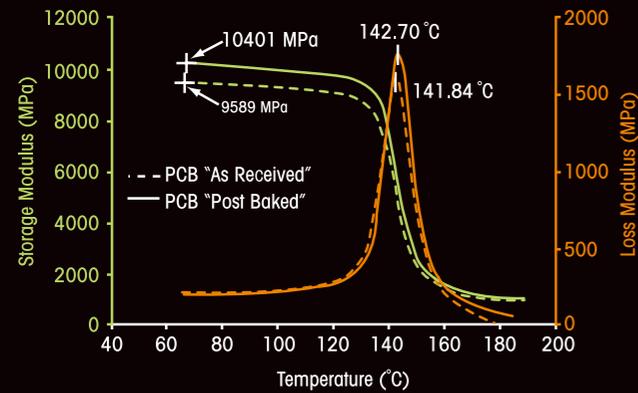
下图显示的是三种PET样品在RSA III拉伸夹具中的DMA曲线：标准粘接层样品性能良好；非标准粘接层样品的性能较差；另一个是无粘接涂层样品。性能好的样品由于粘接剂引起的Tan δ转变峰的温度大约在40°C附近；而性能差的样品在此区间只显示一个很小的峰。据此区别，我们可以来进行涂层工艺和产品的质量控制。



# 应用

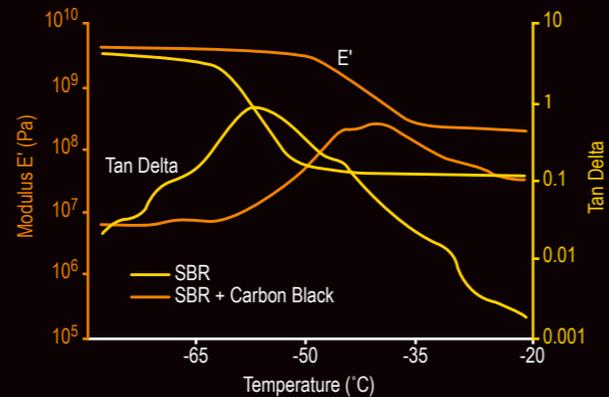
## 印刷线路板的表征

印刷线路板(PCB)一般是由玻璃纤维与热固性树脂固化层压而成。由于PCB中使用的树脂量很少,因此表征PCB的Tg常常很困难。下图是一典型的PCB在单悬臂梁夹具中的温度扫描。进一步的固化交联对PCB在烘烤前、后的Tg和绝对模量都有明显地影响。



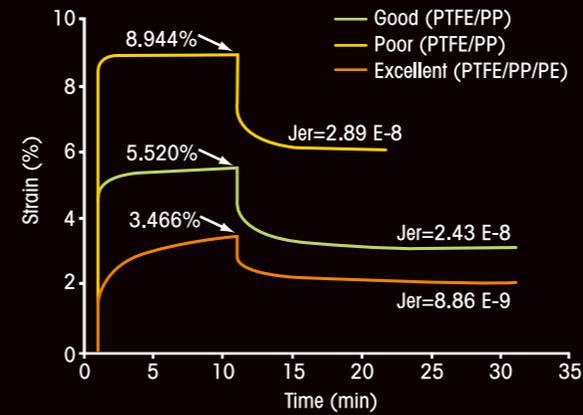
## 弹性体中碳黑的作用效果

另一个十分普遍的应用就是考察填料和添加剂对材料粘弹性的影响。下图显示的是碳黑对SBR橡胶储能模量E'和Tan δ的影响。该实验是在RSA III上采用双悬臂梁模式进行测试的。由图可知,添加碳黑提高了储能模量的绝对值并极大地提高Tg温度。在实际工业生产中,了解填料和添加剂对材料的影响是十分关键的。



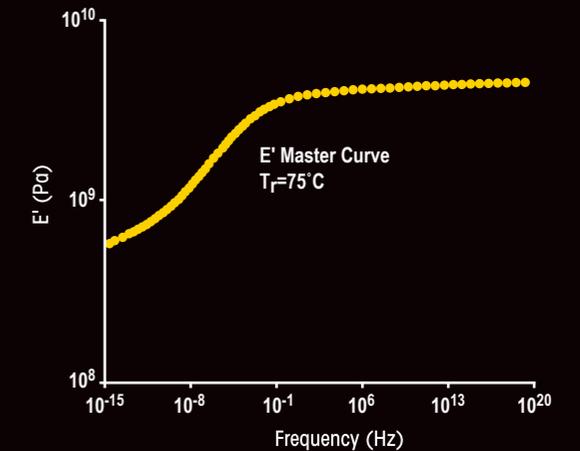
## 用蠕变表征包装薄膜

在热成形工艺中,薄膜被送入热模以便形成所需的形状。采用蠕变-恢复模式可以用来预估产品制造的稳定性。下图是包装薄膜在拉伸夹具中的曲线数据,在回复阶段,平衡回复柔量Jer可以计算得到。如果样品柔量太高,也就是说Jer的值高,那么在成形温度下材料的弹性可能太低以至于无法保持我们希望的形状。



## 用时间/温度叠加原理(TTS)预估材料的性能

TTS原理是用来预估材料在仪器测量的时间、频率范围以外的性能。采用的数据通常是在一个温度范围内步阶恒温的多频扫描。选择参考温度移动数据,产生符合WLF或Arrhenius模式的移动因子曲线,最后形成在特定温度条件下的主曲线。下图是PET薄膜样品的主曲线。使用该技术,我们就可以预估材料在很高频率(短时间)或很低频率(长时间)下的性能。



TMA  
Q400



热机械分析仪

# Q400EM/Q400



Q400EM是一款高性能、研发级的热机械分析仪(TMA)，它的操作模式、测试探头、工作夹具都具有无可比拟的灵活性，增强模式后，Q400EM除了TMA基本测试，还能进行瞬态(应力/应变)、动态和调制TMA™(MTMA™)实验，实现更为完整的粘弹性材料表征，并可以解析重叠热效应(MTMA)。

Q400拥有与Q400EM相同的基本性能和数据可靠性，但是没有最新的高阶EM特征，是研发、教学和质量控制的理想工具。

## 技术参数

	Q400EM	Q400
温度范围(最大)	-150~1000°C	-150~1000°C
温度精确度	±1°C	±1°C
炉体冷却时间(空气冷却)	<10min(从600°C到50°C)	<10min(600~50°C)
最大样品尺寸-固体	26mm(L)×10mm(D)	26mm(L)×10mm(D)
最大样品尺寸-薄膜/纤维		
静态测试	26mm(L)×1.0mm(T)×4.7mm(W)	26mm(L)×1.0mm(T)×4.7mm(W)
动态测试	26mm(L)×0.35mm(T)×4.7mm(W)	无
测量精确度	±0.1%	±0.1%
灵敏度	15nm	15nm
位移分辨率	<0.5nm	<0.5nm
动态基线漂移	<1µm(-100~500°C)	<1µm(-100~500°C)
施力范围	0.001~2N	0.001~2N
力的分辨率	0.001N	0.001N
频率范围	0.01~2Hz	无
数字式质量流量控制器	标配	标配
气氛(静态或控制流量)	惰性、氧化或反应气体	惰性、氧化或反应气体

## 操作模式

	Q400EM	Q400
标准	标配	标配
应力/应变	标配	无
蠕变	标配	无
应力松弛	标配	无
动态TMA(DTMA)	标配	无
调制TMA™ (MTMA™)	标配	无

注：TMA Q400可以升级为Q400EM  
L: 长度 T: 厚度 W: 宽度

# Q400技术

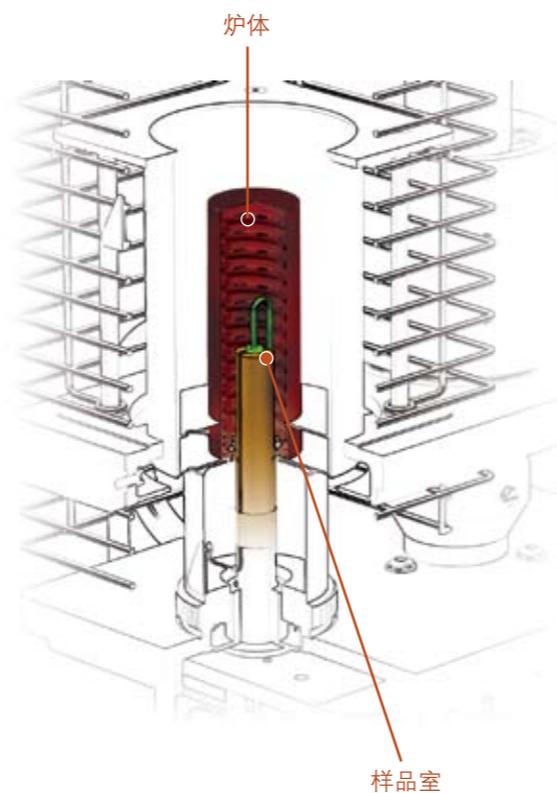
热机械分析是在设定温度、时间、力和气氛的条件下测量样品尺寸的变化。我们以丰富的设计工程学经验将重要的加热炉、温度和尺寸测量及气氛控制单元一体化，再配以强大、灵活的软件，使得Q系列™TMA对许多测试进行了优化。

## 炉体

Q400垂直炉体设计，在广泛的应用中实现了性能优越、操作便利、值得信赖和坚固耐用等特点。度身定制的电子元件提供了出众的基线、优越的灵敏度和调制TMA™所需要的温度控制和迅速响应。炉体运动完全由软件控制，确保操作便利性和装/卸载样品的准确性。炉体上部的Inconel® 718 Dewar设计便于利用全新机械冷却附件(MCA 70)进行持续的循环加热/冷却操作。

## 样品室

易受影响的样品室提供了高质量TMA数据所要求的温度和气氛控制。开放式设计简化了各种传感器的安装(参见形变模式)、样品装载和热电偶安装。内置的数字式质量流量控制器控制吹扫气体的流量。精确、快速响应的温度控制和可控的吹扫气体优化了标准TMA和调制TMA(MTMA)操作模式的性能。设计的优点还在于提供了操作的灵活性和便利性。

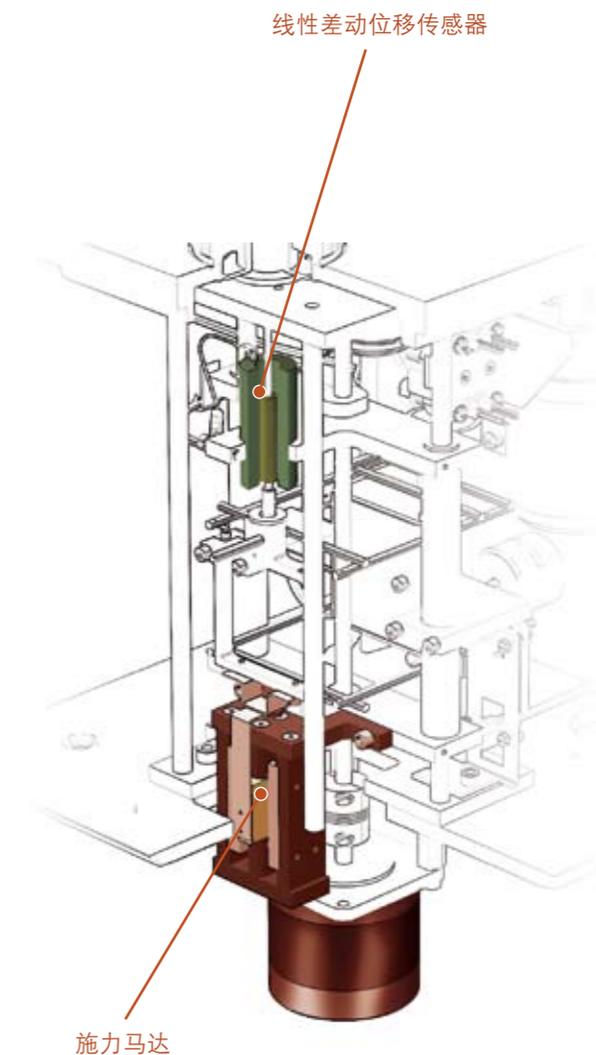


## 线性差动位移传感器

Q400 TMA样品测量系统的核心是精确的线性差动位移传感器(LVDT)。它可根据位移变化产生一个准确的与样品尺寸变化成比例的输出信号，在很宽温度范围内(-150~1000°C)具有精确快速的响应，十分有利于提高TMA测试数据结果的重现性。LVDT位于炉子的下方，避免了温度效应的影响，而且保证了TMA基线的稳定性。

## 施力马达

非接触式马达通过测量探头和夹具以无摩擦损耗方式对样品施加精确的力。力的程序控制范围是0.001~1N,并能够通过一个附加砝码扩展至2N。马达能平稳地提供精准的静态力、线性变化力和振荡动态力，从而在各种测量模式中进行可靠的定量测试。在动态实验中有十个独立的频率可以选择。频率的选择允许在压缩、三点弯曲和拉伸形变中进行最优化的动态TMA(DTMA)实验。



# 形变模式

Q400能提供所有TMA主要的形变模式，包括压缩、拉伸和三点弯曲模式，用于表征固体、泡沫、薄膜和纤维材料。

## 膨胀

膨胀测量用于测定材料的线膨胀系数(CTE)、玻璃化转变温度(Tg)和压缩模量。标准平头膨胀探头置于样品上方(施加较小的静态力)，在设定的温度程序下进行实验。探头运动记录了样品的膨胀和收缩。该模式适用于绝大多数固体样品；大面积膨胀探头有利于较软且形状不规则的样品、粉末和薄膜的测试。

## 穿透

穿透测量采用一个突起的针探头在样品一块很小的表面上施力。它能提供精确的Tg、软化和熔融行为测量，并且十分适用于未清除基底的涂层测量。探头操作与膨胀探头相似，但是采用的负载较大。半球形探头对于固体样品的软化点测试是一个可选的膨胀探头。



平头膨胀

大面积膨胀

穿透

半球形

## 拉伸

薄膜和纤维应力/应变性质的拉伸研究可通过薄膜/纤维夹具实现。样品对齐的辅助工具可以保证样品正确且重复准确地安置在拉伸样品夹具上。实验中采用一个固定的力来产生应力/应变和模量信息。其它应用包括收缩力、Tg、软化温度、固化和交联密度的测量。拉伸的动态模式(如DTMA, MTMA™)可用来测定粘弹参数(如E', E'', Tan δ)，并且可分离重叠的转变。

## 压缩

该模式中，样品能在静态力、线性变化力或动态振荡力的作用下，并且在设定的温度程序和气氛下进行测量。样品变形(应变)用膨胀或穿透实验记录，通过样品变形的特点来分析材料的内在性质；动态实验用于测量粘弹性参数(DTMA)、检测热效应和分离重叠转变(MTMA™)。

## 三点弯曲

在该弯曲形变中，样品被放置在两个石英刀口支架上，固定的静态力通过楔形的石英探头垂直施加在样品的中部。材料的性质通过力和测量探头偏移来测定。因为没有夹具效应，所以该模式是“纯”形变方式。它主要用来测定硬材料(如复合材料)在温度变化条件下的弯曲性质。该夹具对Q400EM动态测量(DTMA)同样适用，这时用一个专门的低摩擦金属支架代替石英刀口支架。

## 特殊探头/夹具工具

其它用于Q400和Q400EM的特殊测量探头和夹具还有：

**体膨胀探头** - 用来进行体积膨胀系数的测量

**平行板流变** - 在固定静态力下测量低剪切粘度(10<sup>-10</sup>Pa.s范围内)材料的粘度

膨胀、大面积膨胀和穿透夹具是Q400的标准配置。除上述夹具以外Q400EM的标准配置中还包含弯曲夹具和低摩擦弯曲夹具。数据分析采用Advantage™ 软件。



拉伸



三点弯曲

# TMA原理 / 操作模式

TMA是在设定的力、气氛、时间和温度的条件下测量材料的形变。施加力可采用压缩、弯曲或拉伸的形变方式(参见P109-110页)。TMA测量材料固有的性质(如热膨胀系数、玻璃化转变温度、杨氏模量)等,以及工艺/产品性能参数(如软化点)。这些参数均具有广泛的应用价值,它们既可通过Q400也可通过Q400EM获得。

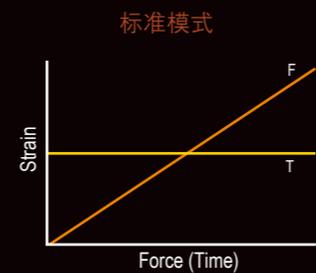
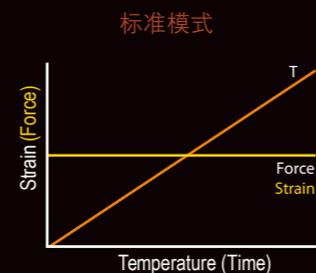
Q400和Q400EM操作模式允许进行多种材料性质的测量。Q400配备标准模式,而Q400EM能额外提供应力/应变、蠕变、应力松弛、DTMA和MTMA™模式的测量。

## 标准模式(Q400/Q400EM)

线性升温:力保持恒定,在线性升温程序下监测位移变化,从而得到材料的内在性质。

恒应变(收缩力):在恒定的应变下,监测线性温度程序下保持应变需要的力。可用于薄膜/纤维,评估收缩力。

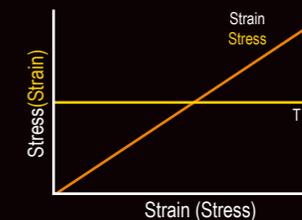
线性力变化:在恒温的条件下测量线性变化的力所产生的应变,从而得到力位移曲线和模量信息。



## 应力/应变模式(Q400EM)

在恒定的温度下,施加线性变化的应力或应变,测量对应的应变或应力,从而得到应力/应变图谱及相关的模量信息。另外所计算出的模量作为应力、应变、温度或时间的函数来显示。

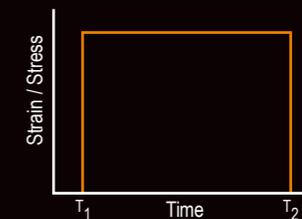
应力/应变模式(Q400EM)



## 蠕变/应力松弛模式(Q400EM)

TMA同样可以通过瞬态测试(蠕变或应力松弛)得到粘弹特性,这些测试均可在Q400EM上进行。在蠕变实验中,应力保持常数,监测应变随时间的变化。在应力松弛实验中,应变保持常数,监测应力衰减。二者均为瞬态测试,用来评估材料的形变和回复性质。这些数据可表征为柔量(蠕变模式)和松弛模量(应力松弛模式)。

蠕变和应力松弛模式(Q400EM)



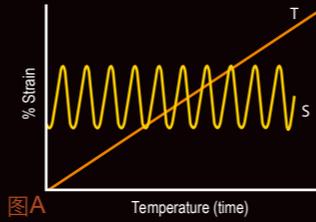
### 动态TMA模式(DTMA; Q400EM)

在动态TMA(DTMA)中, 即在线性升温的条件下对样品施以正弦变化的力(图A), 测量由此产生的正弦变化的应变及相位角( $\delta$ )等数据(图B)。通过这些数据就可以计算出储能模量 $E'$ 、损耗模量 $E''$ 和损耗因子 $\tan \delta (E''/E')$ 对温度、时间或应力的关系(图C)。这种模式对于薄膜的分析十分有用。

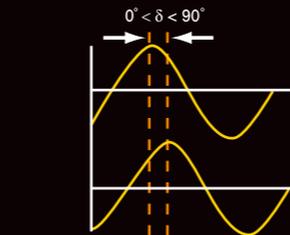
### 调制TMA™模式(MTMA™; Q400EM)

在调制TMA™(MTMA™)中, 样品经历线性温度变化和既定振幅与周期的正弦温度变化的共同作用, 所得到的原始信号通过傅立叶转换得到总位移和热膨胀系数。二者都可以被解析成可逆和不可逆信号。可逆信号包含由于尺寸变化引起的效应(如Tg); 不可逆信号包含具有时间依赖性的动力学过程(如应力松弛)。这种测量模式只能在Q400EM上实现。

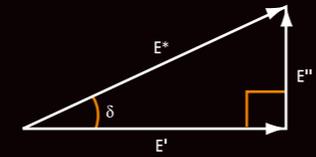
动态TMA模式(DTMA; Q400EM)



图A



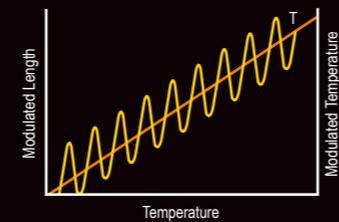
图B



图C

$$\begin{aligned} E^* &= \text{stress/strain} \\ E' &= E^* \cos \delta \\ E'' &= E^* \sin \delta \\ \tan \delta &= E''/E' \end{aligned}$$

调制TMA™模式(MTMA™; Q400EM)



## 机械制冷附件 (MCA 70)

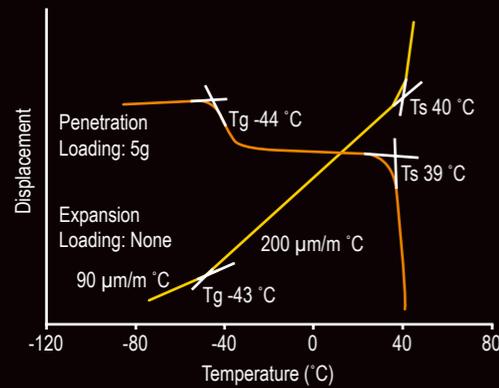


MCA 70是一款用于Q400和Q400EM热机械分析仪的全新、高性能附件, 实现-70 ~ 400°C温程范围内程控冷却。MCA 70拥有多项全新便利的特征, 是循环加热/冷却实验的理想测试附件。越来越多的制造商利用循环加热/冷却方式模拟材料的真实使用状况, 测试其性能。

# 应用

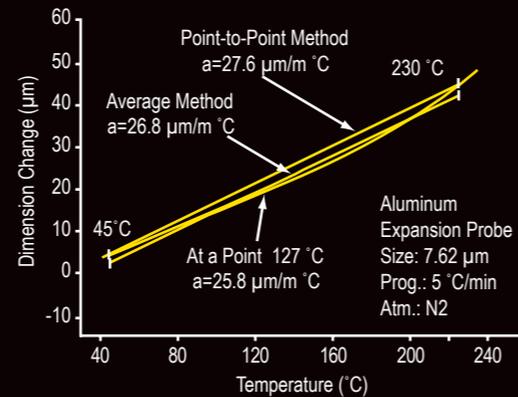
## 固有特性和产品性能测量

下图是在线性温度程序下采用恒定力，用膨胀和穿透夹具测量合成橡胶的Tg和软化点的曲线。在膨胀曲线中较大的膨胀系数(CTE)变化对应了转变温度。在穿透中，可以通过探头明显的运动来探测样品结构变化，如Tg点或软化点。



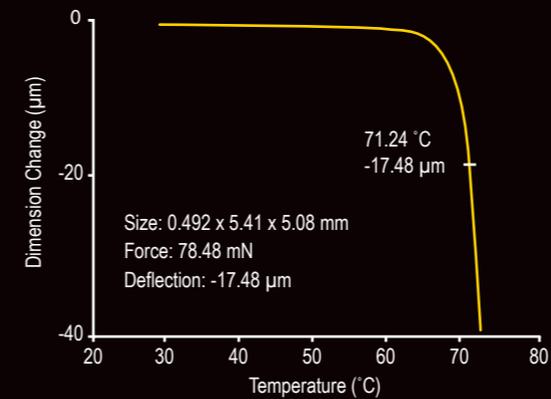
## 准确的热膨胀系数测量

下图是一个铝样品在超过200°C的温度区间，采用膨胀夹具准确测量其微小的CTE变化结果。Advantage™软件可运用多种方法在选定的温度范围内计算曲线斜率以得到CTE。



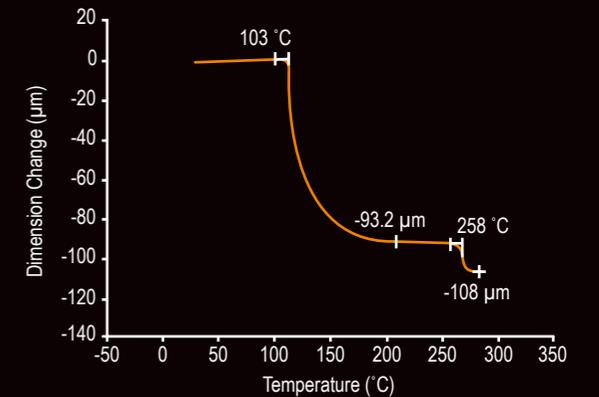
## 材料性能和选择

下图是聚氯乙烯(PVC)样品用三点弯曲模式(弯曲夹具)实验，根据ASTM标准的E2092方法测定“加载下的热形变温度”(DTUL)。该方法定义了规定尺寸的样品在给定力作用下产生某一特定形变的温度。此方法长期以来用于预估材料的性能。



## 多层薄膜分析

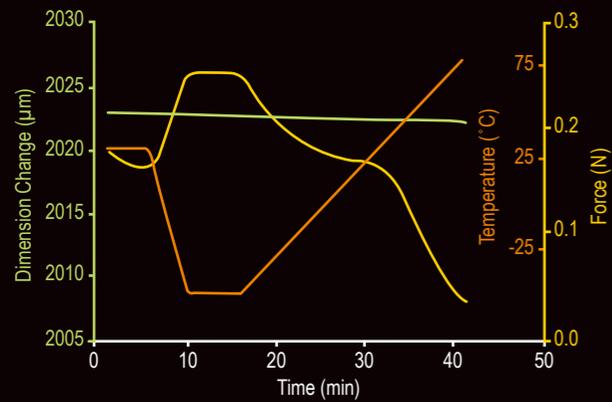
下图显示的是一个以金属为基材的PE/PET双层薄膜样品用穿透夹具的压缩模式实验。样品以5°C/min的速率从室温升至275°C。图中显示出探头分别在102°C穿透PE层(93.2µm)，在258°C穿透PET层(14.8 µm)。



# 应用

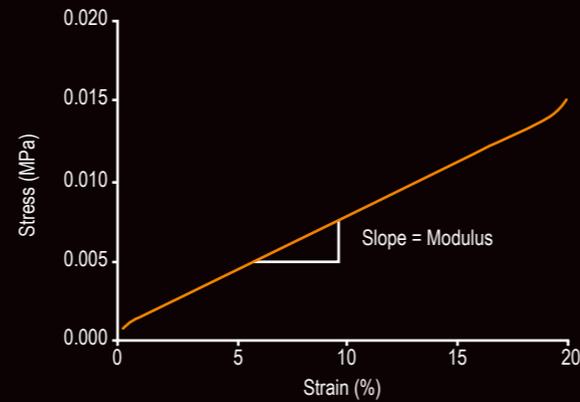
## 收缩力测试

下图表明了一食品包装薄膜在拉伸模式下典型的收缩力(恒应变)测试结果。薄膜在室温下应变20%，保持5分钟，冷却至-50°C并保持5分钟以上，然后以5°C/min的速率加热至40°C。如图所示在薄膜中为保持设定应变所需的力(收缩力)的变化。该测试模拟了薄膜从冷冻到微波中的实际使用状况。



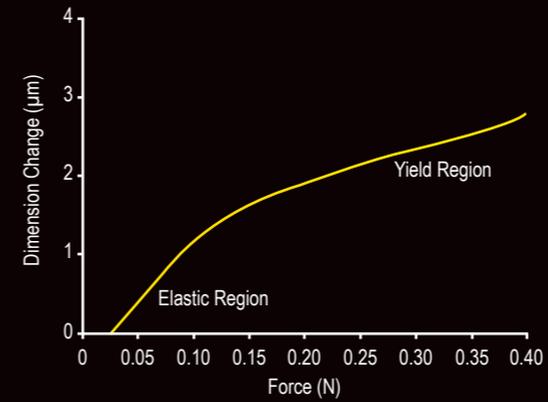
## 薄膜拉伸测试

下图显示了一种专用薄膜在恒定温度下的应变扫描实验。曲线表明了在一个较宽范围内的应力、应变是线性相关的，并且可以直接测定拉伸模量，也可以给出模量与应力、应变、时间和温度的曲线图。结果表明Q400EM可以作为一个微型的拉伸试验机使用。



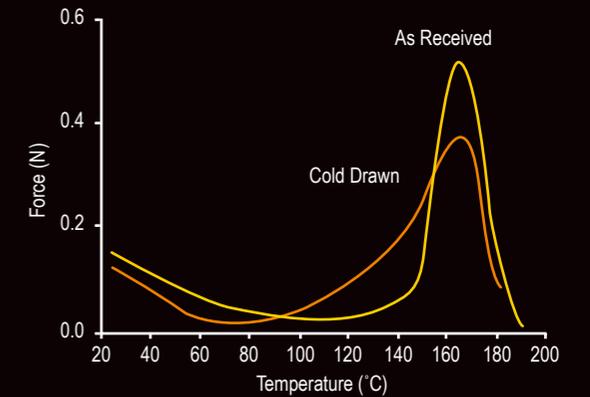
## 纤维的应力/应变测量

应力/应变测量广泛用来评估和比较材料。下图显示的是聚酰胺纤维(25µm)在拉伸模式下、不同区域内的应力/应变行为。固定温度和力线性变化时，纤维经受瞬态形变、迟滞、线性应力/应变响应和屈服伸长，还可测定其它一些参数(如屈服应力、杨氏模量)。



## 纤维中的热应力分析

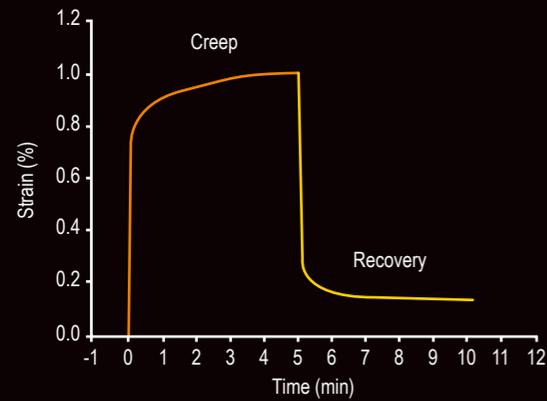
下图显示的是一经过冷拉工艺前后的聚烯烃纤维在固定应变(1%)下，采用线性升温，对所得的拉伸模式应力进行对比分析。图中显示升温过程中保持设定应变需要的力。该数据可与纤维工业中的一些关键工艺参数相关联，如收缩力、拉丝温度、拉伸率、断裂伸长和打结强度。



# 应用

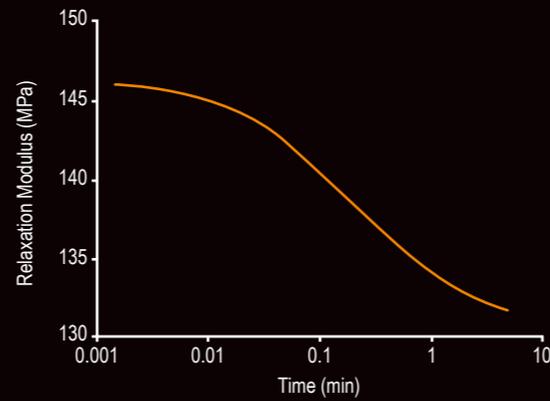
## 蠕变分析

当材料的最终使用是承受应力变化时，蠕变测试可用于帮助选择材料。下图显示的是室温下一聚乙烯薄膜在拉伸模式下的蠕变分析。曲线显示的是瞬态形变、迟滞和在设定应力下应变线性响应范围，还有去掉应力后的回复。这些数据也可表现为柔量和回复柔量与时间的关系曲线。



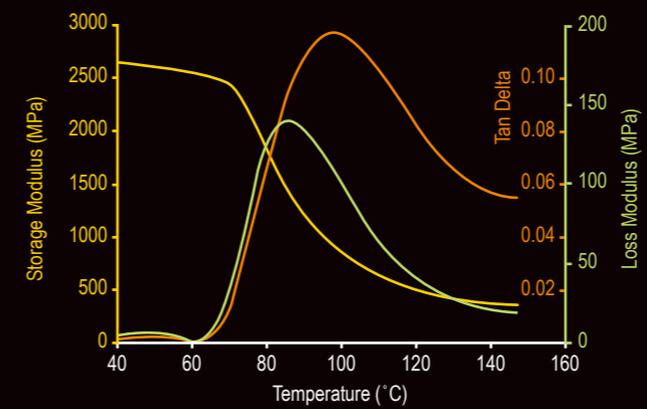
## 应力松弛分析

下图显示的是对在左下图蠕变实验中的同一聚烯烃薄膜样品所进行的应力松弛拉伸实验。已知应变施加于薄膜并保持，同时监测应力的变化。图谱显示了典型的应力松弛模量的衰减。该测试可用于设计材料工艺时预估成品的形变。



## 粘弹性测试-DTMA

下图是半结晶聚酯(PET)薄膜在线性温度程序、正弦应力下的拉伸模式动态测试。样品产生的应变和相位角数据可用于计算材料的粘弹性质(如 $E'$ 、 $E''$ 和 $\tan \delta$ )。曲线显示出薄膜在加热过程中通过玻璃化转变时模量的巨大变化。



## 重叠转变分离—MTMA™

下图是用MTMA™技术测试印刷电路板(PCB)的Tg结果。图谱显示的是总形变以及相关的可逆和不可逆形变。总形变的信号等同于标准TMA信号，但无法明确定义Tg。而可逆形变信号却能从热焓松弛中清楚地分离出真实的Tg。热焓松弛是由于不良的工艺过程导致PCB中残余应力所造成的。

