



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



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 δ 灵敏度	0.0001
Tan δ 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 δ	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 δ灵敏度	0.0001
Tan δ分辨率	0.00001
频率范围	$2 \times 10^{-5} \sim 80$ Hz
动态样品形变范围	± 0.5~1,500μm
温度范围	-150~600°C
升温速率	0.1~60°C/min
降温速率	0.1~60°C/min
恒温稳定性	± 0.1°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 δ	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
单/双悬臂	
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)
三点弯曲	
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)
拉伸	
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
剪切	
RSA III	15mm square, 0.5, 1.0 and 1.5mm (T)
Q800	10mm square, Up to 4mm (T)
压缩	
RSA III	8, 15 and 25mm diameter
Q800	15 and 40mm diameter, Up to 10mm (T)
浸泡	
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

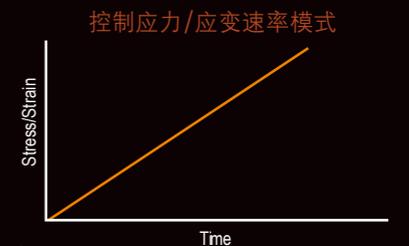
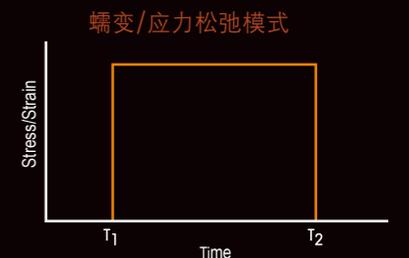
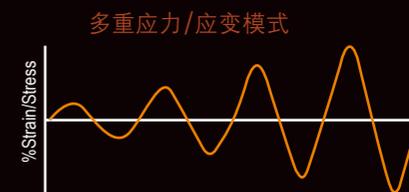
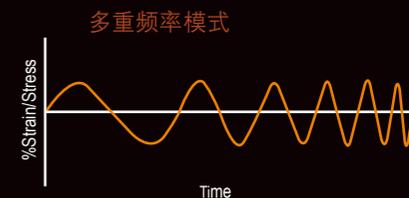
在蠕变模式中，应力保持恒定，测量形变随时间的变化；在应力松弛中，形变保持恒定，测量应力随时间的变化。

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 δ 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

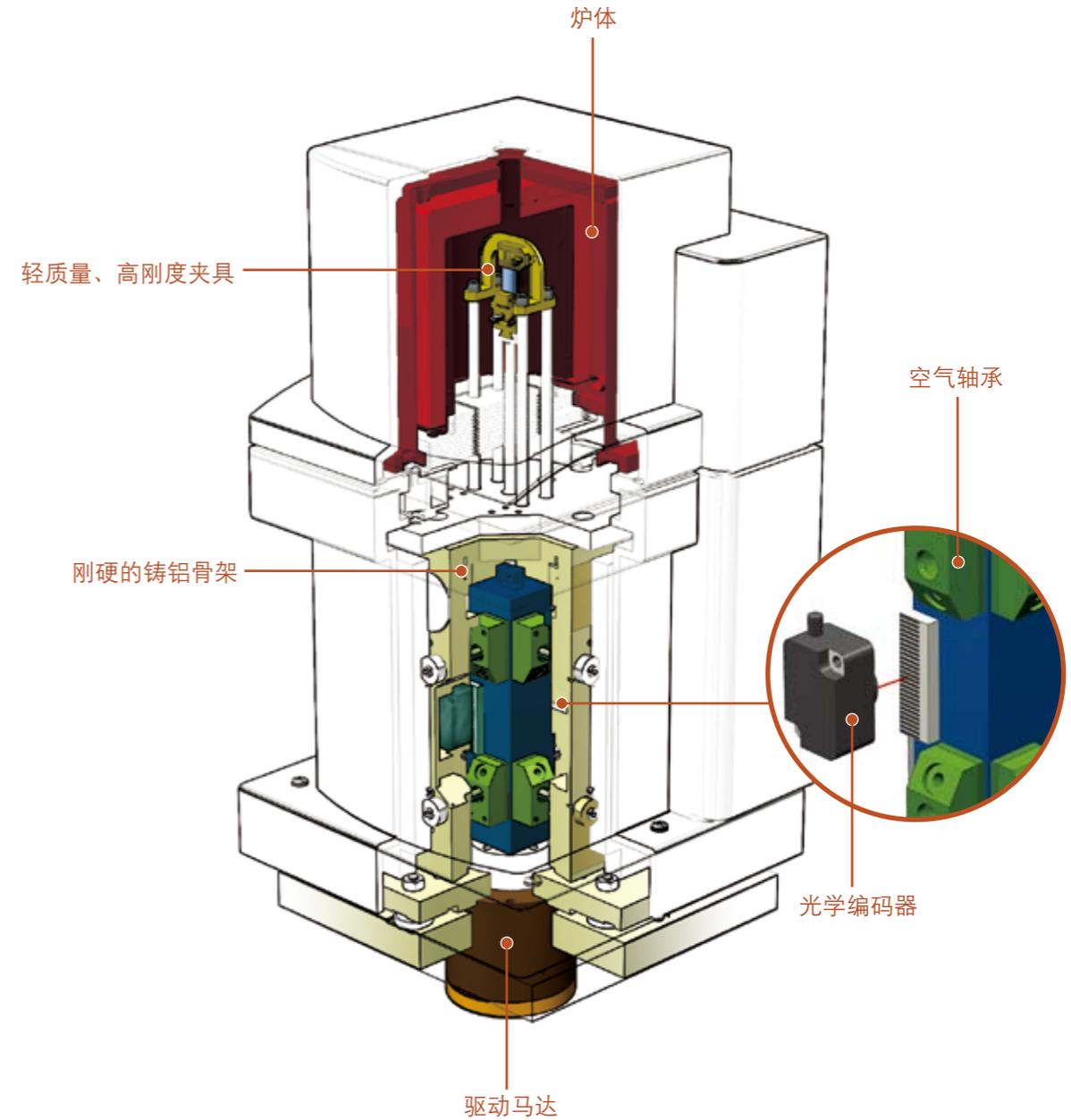
Q800配备多种样品夹具，能提供不同的形变模式。样品夹具形状的设计采用“有限元分析”方法，以达到轻质量、高刚度，并且与驱动轴的连接是通过楔形榫头连接，使得夹具的安装、调整极简单方便；并且每种夹具都经过校正以保证数据的准确性。

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

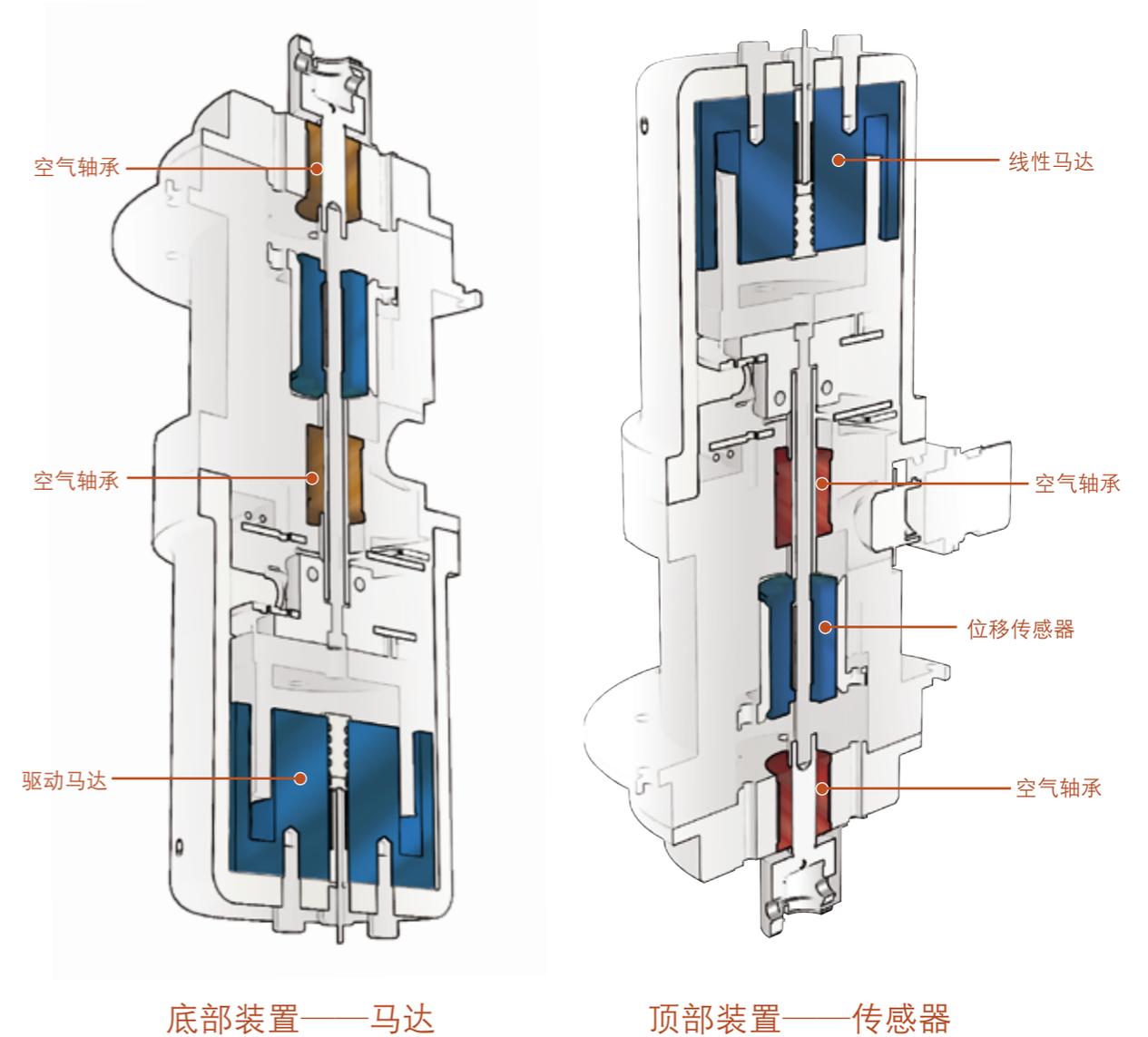
FCO炉配有双单元加热枪，将空气加热后以对流方式吹入样品室，保证最优异的温度稳定性和均匀性。可选的液氮冷却系统，可将实验温度降至-150°C，FCO炉配有玻璃观察窗。

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。



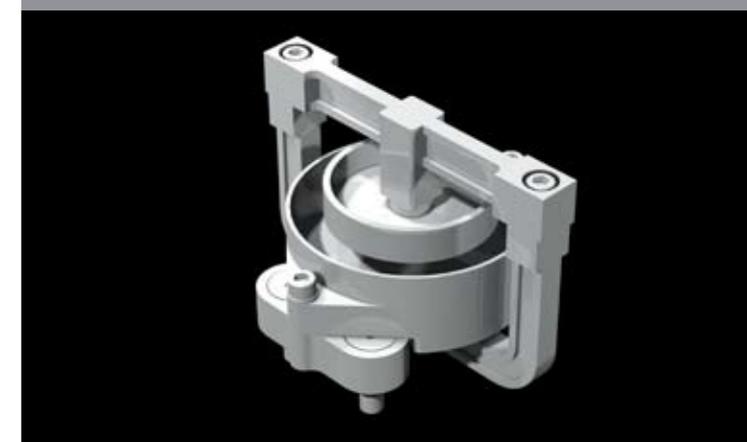
Q800



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 δ ，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

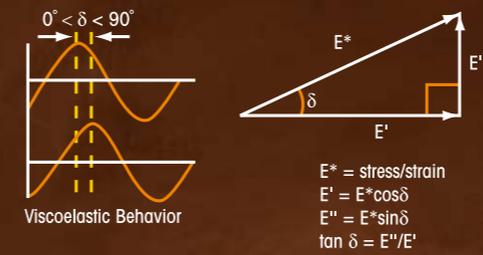
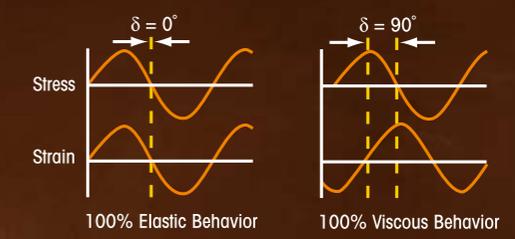


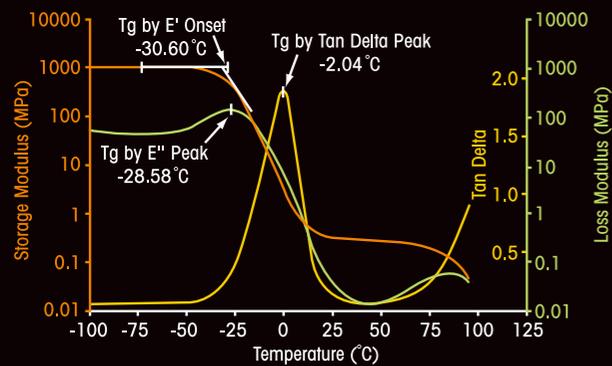
图2



应用

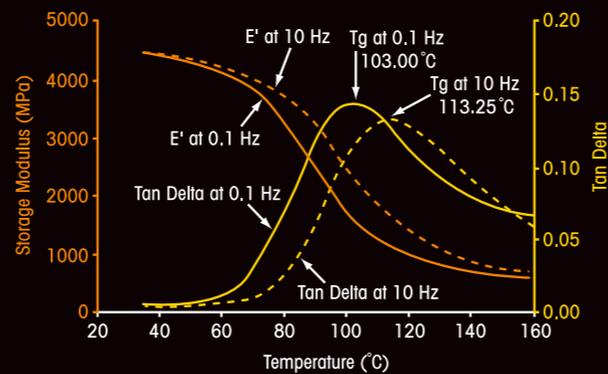
聚合物材料的Tg测定

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。



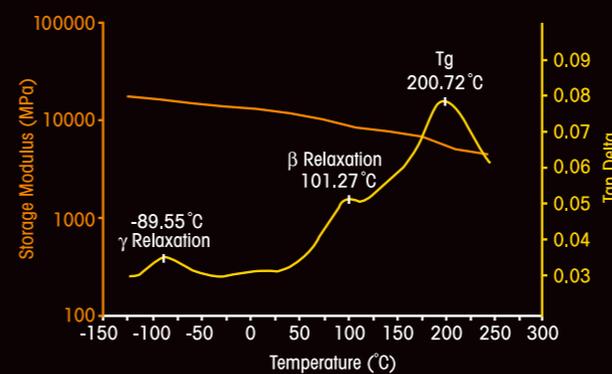
频率对PET模量和玻璃化转变的影响

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。



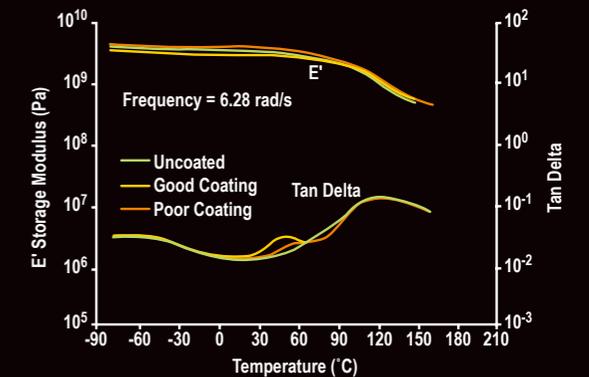
乙烯基酯的次级转变测量

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

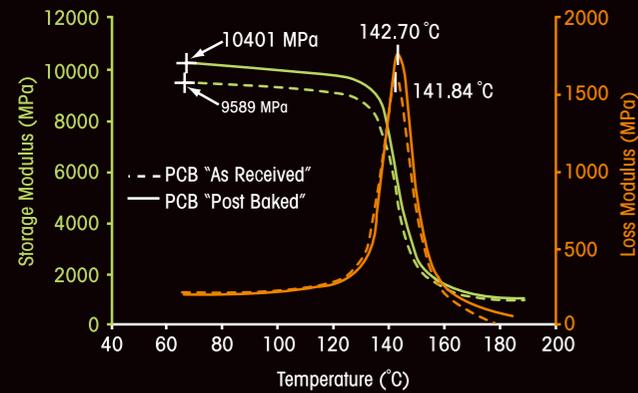
下图显示的是三种PET样品在RSA III拉伸夹具中的DMA曲线：标准粘接层样品性能良好；非标准粘接层样品的性能较差；另一个是无粘接涂层样品。性能好的样品由于粘接剂引起的Tan δ转变峰的温度大约在40°C附近；而性能差的样品在此区间只显示一个很小的峰。据此区别，我们可以来进行涂层工艺和产品的质量控制。



应用

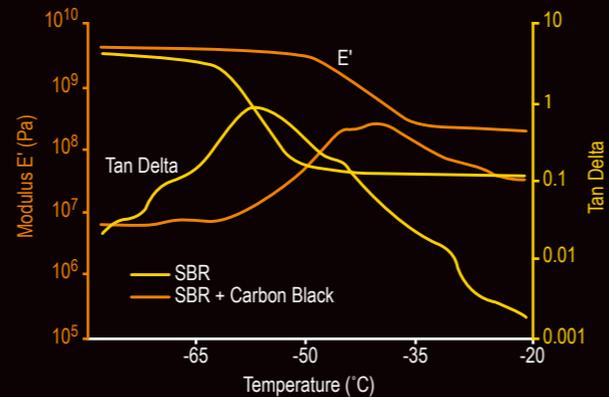
印刷线路板的表征

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。



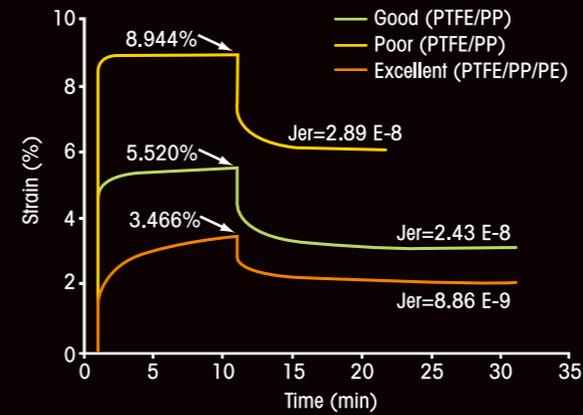
弹性体中碳黑的作用效果

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。

