



# 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



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

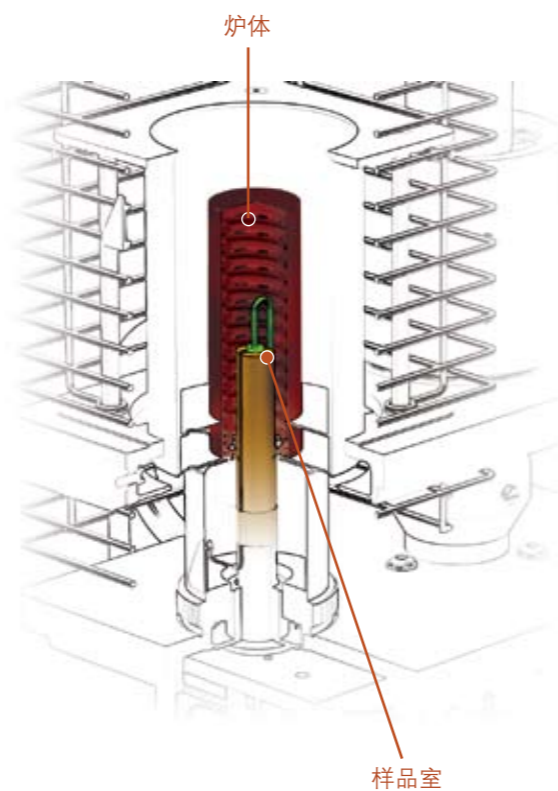
热机械分析是在设定温度、时间、力和气氛的条件下测量样品尺寸的变化。我们以丰富的设计工程学经验将重要的加热炉、温度和尺寸测量及气氛控制单元一体化，再配以强大、灵活的软件，使得Q系列™TMA对许多测试进行了优化。

## 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。

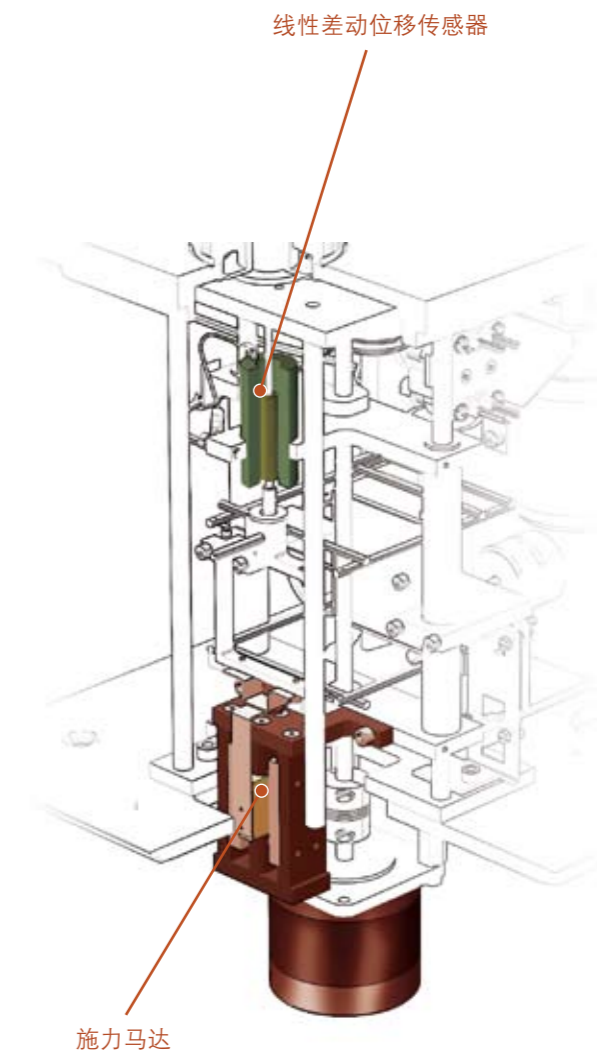


## 线性差动位移传感器

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℃)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。

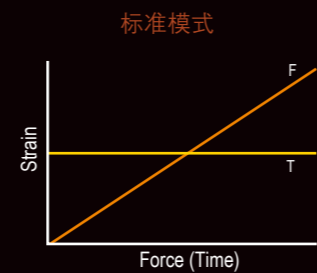
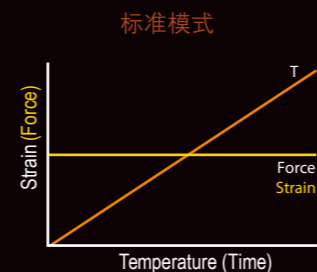
Q400和Q400EM操作模式允许进行多种材料性质的测量。Q400配备标准模式,而Q400EM能额外提供应力/应变、蠕变、应力松弛、DTMA和MTMA™模式的测量。

## 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。

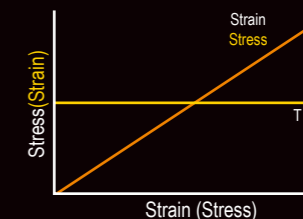
线性力变化:在恒温的条件下测量线性变化的力所产生的应变,从而得到力位移曲线和模量信息。



## 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。

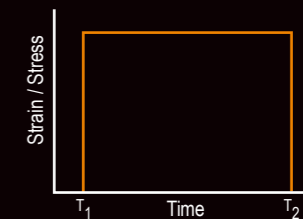
应力/应变模式(Q400EM)



## 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)



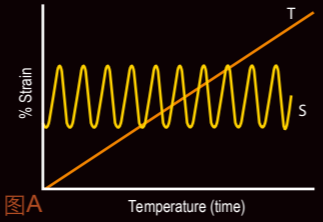
### 动态TMA模式(DTMA; Q400EM)

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。

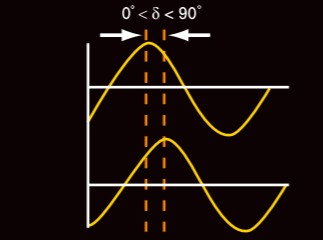
### 调制TMA™模式(MTMA™; Q400EM)

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。

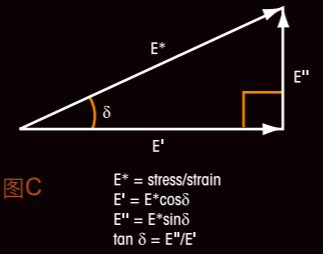
动态TMA模式(DTMA; Q400EM)



图A

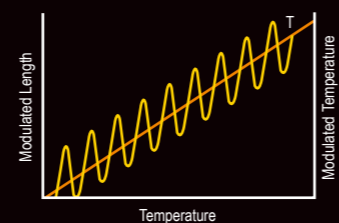


图B



图C

调制TMA™模式(MTMA™; Q400EM)



## 机械制冷附件 (MCA 70)

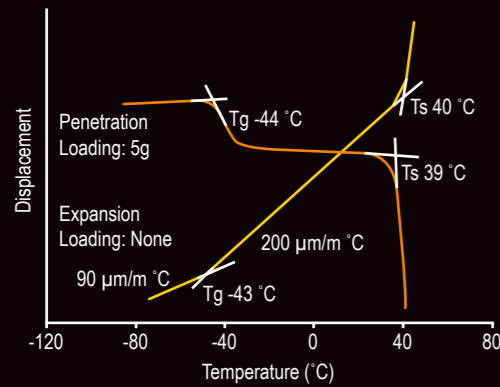


MCA 70是一款用于Q400和Q400EM热机械分析仪的全新、高性能附件, 实现-70 ~ 400°C温程范围内程控冷却。MCA 70拥有多项全新便利的特征, 是循环加热/冷却实验的理想测试附件。越来越多的制造商利用循环加热/冷却方式模拟材料的真实使用状况, 测试其性能。

# 应用

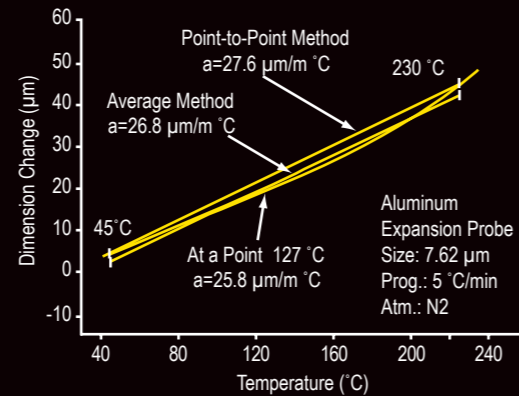
## 固有特性和产品性能测量

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。



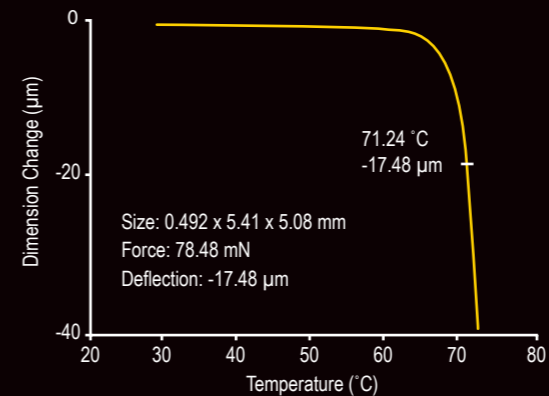
## 准确的热膨胀系数测量

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。



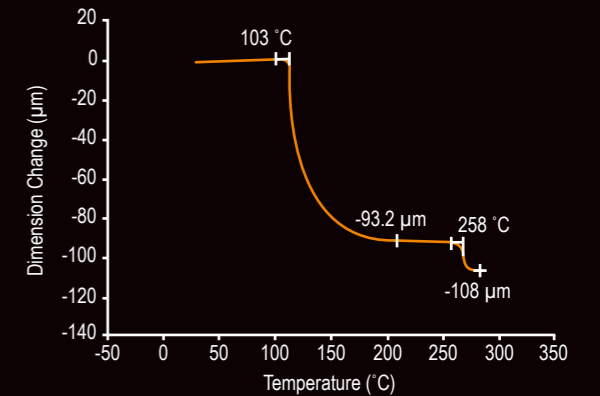
## 材料性能和选择

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)。

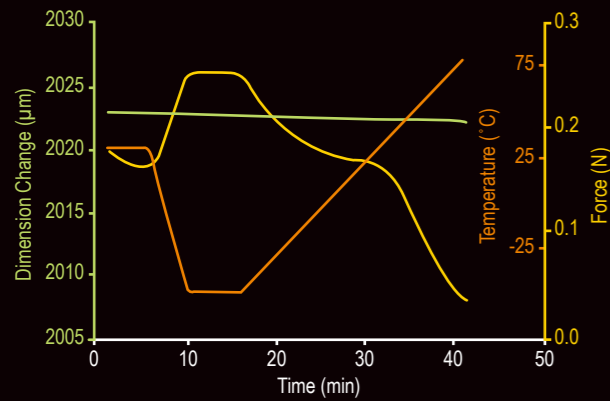




# 应用

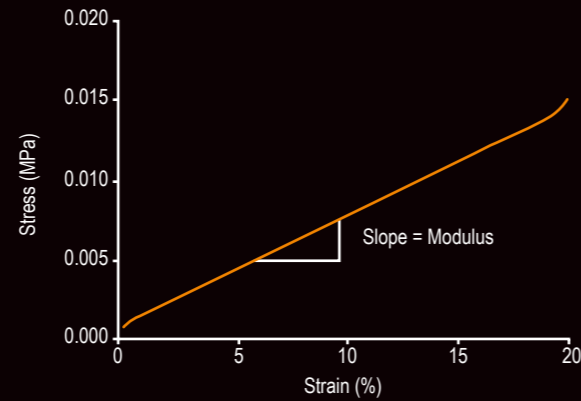
## 收缩力测试

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。



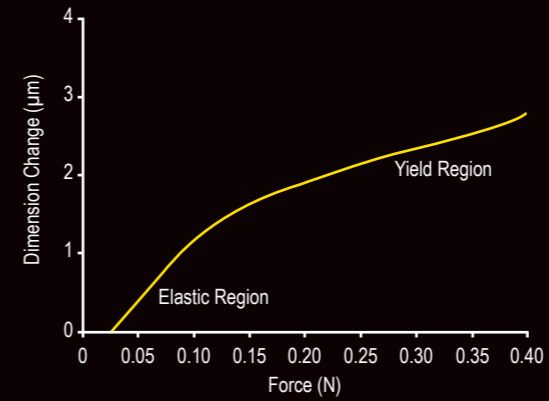
## 薄膜拉伸测试

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。



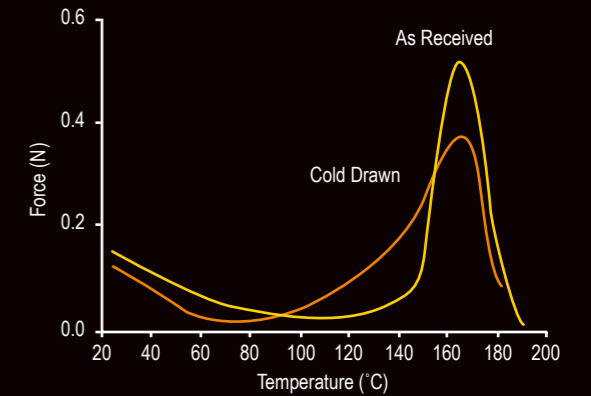
## 纤维的应力/应变测量

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

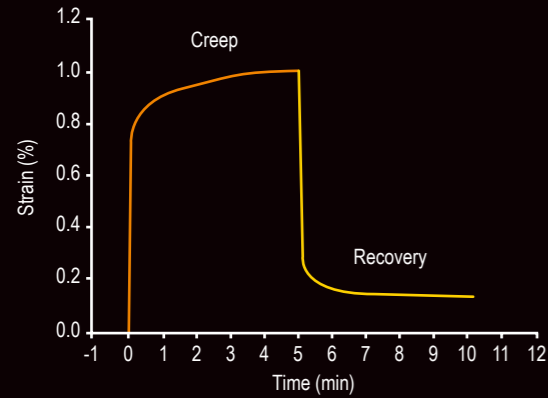
下图显示的是一经过冷拉工艺前后的聚烯烃纤维在固定应变(1%)下，采用线性升温，对所得的拉伸模式应力进行对比分析。图中显示升温过程中保持设定应变需要的力。该数据可与纤维工业中的一些关键工艺参数相关联，如收缩力、拉丝温度、拉伸率、断裂伸长和打结强度。



# 应用

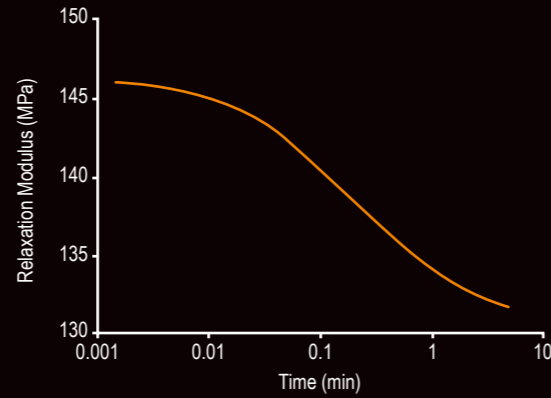
## 蠕变分析

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。



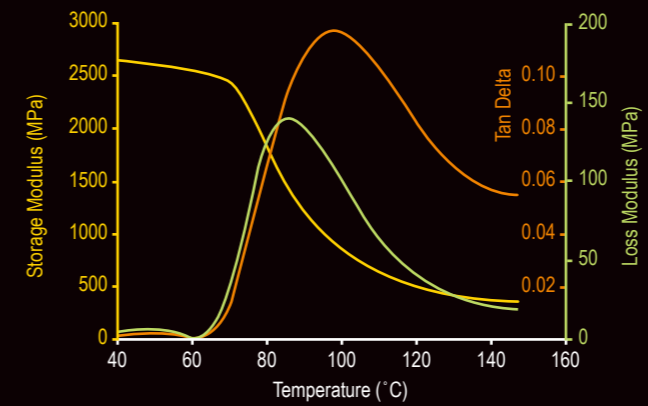
## 应力松弛分析

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。

