

文件编号：Q/WU FLHA

版本号：V1.0

受控状态：

分发号：

物质科学公共实验平台

质量管理文件

热机械动态分析仪 标准操作规程

2021年6月 日发布

2021年7月 日实施

物质科学公共实验平台 发布

物质科学公共实验平台

物质科学公共实验平台

目录

1. 目的	1
2. 范围	1
3. 职责	1
4. 性能测试实验室安全管理规范	1
5. 性能测试实验室仪器设备管理规范	2
5.1. DMA 使用制度	2
5.2. 预约制度及培训考核制度	2
6. 实验内容	3
6.1. 基本原理和系统组成	3
6.2. 样品要求	4
6.3. DMA 测量和数据处理	5
6.3.1 仪器操作	5
7. 其他说明	9
7.1 夹具的选择	9
7.2 热电偶位置调整	10
7.3 GCA 使用	11
7.4 测试模式及实验参数设置	13
8. 记录	13

1. 目的

建立热机械动态分析仪（以下简称“DMA”）标准操作规程，使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用 DMA 的用户。

3. 职责

3.1. 用户：严格按本规程操作，发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员：确保操作人员经过相关培训，并按本规程进行操作。

4. 性能测试实验室安全管理规范

4.1. 严格遵守西湖大学实验室安全管理规范及性能测试实验室的各项安全注意警示标识。

4.2. 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通，所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。

4.3. 严禁戴手套接触门把手。禁止随意丢弃实验废弃物。禁止将锐器、玻璃等丢弃在常规垃圾箱中。

4.4. 实验室应保持整洁，禁止携带食物饮品等与实验不相关物品进入实验室。严禁在实验室进食与抽烟。严禁动物进入实验室。

4.5. 实验室内存放的药品、试剂、废液应标签、标识完整清晰。

4.6. 实验室内均为大型科研设备，有专人负责管理，未经培训人员，不得擅自上机使用；经过培训的用户，需使用预约系统，使用本人的账号进行登录使用。

4.7. 非常规实验测试须经设备管理员同意并指导方可进行。个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备不得与仪器电脑连接。

4.8. 实验过程中如发现仪器设备及基础设施发生异常状况，需及时向该实验室技术员反馈。严禁擅自处理、调整仪器主要部件，凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。

4.9. 为保持实验室内环境温度及湿度，保持实验室门窗关闭。实验结束后，实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。

4.10. 为确保安全夜间长时实验（23:00-次日 7:00），必须有两人在场；实验操作过程中，严禁在其他实验室仪器上进行操作或在实验室频繁走动。

4.11. 灌输液氮时应穿戴实验服、护目镜、低温手套等。

5. 性能测试实验室仪器设备管理规范

5.1. DMA 使用制度

该仪器遵从学校“实验室与科研设施部”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则，面向校内所有教学、科研单位开放使用；根据使用机时适当收取费用；并在保障校内使用的同时，面向社会开放。

DMA 样品测试方案分为四类：

- (1) 培训测试：用户提出培训申请，技术员安排培训。培训内容包括：仪器的原理、构造及各部分的功能；仪器的标准操作流程（低温实验）、数据处理及测试注意事项等。用户在技术员指导下操作仪器并做数据处理；
- (2) 自主测试：用户在培训考核合格后在预约时间段内，独立完成样品的制备、测试、数据分析及数据上传等；
- (3) 常规送样测试：用户提供样品的准确信息及测试要求；技术员操作仪器进行测试并上传数据；
- (4) 维护/开发测试：技术员定期维护仪器及其配套附属设备，检测仪器性能；基于用户的特殊测试需求，开发新方法/技术；

使用物质科学公共实验平台的仪器设备、或得到平台技术人员的支持协助，获得相应成果，应在发表的文章中对平台予以致谢，建议致谢方式参见 <https://iscps.westlake.edu.cn/info/1129/1462.htm>。使用平台的仪器设备和技术支持发表文章后，还请反馈至平台 lhpt@westlake.edu.cn。

该仪器的使用实行预约制度，请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”（以下简称大仪共享）进行预约，并按照规定登记预约信息。

5.2. 预约制度及培训考核制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，根据测试内容与时间的不同，性能测试实验室制定了 7*24 小时预约制度。

校内教师、学生均请按照平台培训流程提出培训申请，由技术员安排时间进行培训。培训考核合格后，给予培训者授权在相应级别所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果在各级别因人为操作错误导致仪器故障者，除按要求承担维修费用之外，给予降级重考惩罚、培训费翻倍。

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训，考核合格后方可上机使用；
- (2) 实验开始时务必在实验记录本上登记，结束时如实记录仪器状态；

- (3) 因人为原因造成仪器故障的(如硬件损坏),其导师课题组须承担维修费用;
- (4) 仪器原始数据不允许在仪器电脑上删改,尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。

使用者应根据要求通过 WinSCP 下载数据至本地电脑,以保存并做数据处理。具体下载地址 https://hpc.westlake.edu.cn/main_content.html。

6. 实验内容

6.1. 基本原理和系统组成

DMA, Dynamic Mechanical Analysis, 动态力学分析仪,是指在程序控温条件下,通过对物质施加动态周期性;刺激并量测响应来获取物质黏弹性能的一种分析测试技术,是研究力与变形之间关系的科学。动态热机械分析仪是分析表征力学松弛和分子运动对温度或频率的依赖性,主要用于评价高聚物材料的使用性能、研究材料结构与性能的关系、研究高聚物的相互作用、表征高聚物的共混相容性、研究高聚物的热转变行为等。广泛应用于塑料、橡胶、涂料、金属与合金、无机材料、医药和食品等领域,可测量材料的模量、阻尼、蠕变、应力松弛、玻璃化转变、软化点、膨胀系数等。

与旋转流变不同,DMA 主要针对固体样品,变形形式主要以线拉伸、压缩、弯曲为主,主要测量样品模量和相位角(损耗角)。

本仪器 Discovery DMA850 主要技术指标:

1. 温度范围: $-150\sim 600^{\circ}\text{C}$ (GCA 制冷, $-150\sim$ 室温,大量消耗液氮;室温 $\sim 400^{\circ}\text{C}$,压缩空气;室温 $\sim 600^{\circ}\text{C}$,高纯氮气)
2. 恒温稳定性: $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$
3. 升/降温速率: $0.1\sim 20^{\circ}\text{C}/\text{min}$
4. 动/静态力范围: $0.001\text{N}\sim 18\text{N}$
5. 力值分辨率: 0.00001N
6. 最大动态形变: 10 mm
7. 应变振幅(静态应变): 25 mm
8. 应变分辨率: 0.1 nm
9. 模量范围: $10^3\sim 3\times 10^{12}\text{Pa}$
10. 模量精度: $\pm 1\%$
11. 阻尼范围 ($\tan \delta$): $0.00005\sim 200$
12. 频率范围: $0.01\sim 200\text{Hz}$ (连续),适用于各种激励模式

13. 夹具类型：单双悬臂梁：单悬臂梁测量长度 4mm、17.5mm；双悬臂梁测量长度 8mm、35mm；（带粉末夹具）；三点弯曲夹具长度范围分别为：5mm，10mm，15mm，20mm，50mm；压缩夹具组件：包含两种直径平板： $\geq 15\text{mm}$ 和 $\geq 40\text{mm}$ ；薄膜拉伸夹具：适用于薄膜、薄片、纤维样品；剪切夹具。



Discovery DMA 850主机+GCA制冷附件

6.2. 样品要求

1. 样品形状可以为薄膜、纤维、圆柱体、立方体、圆饼、方块和粉体。
2. 请根据自己样品的性质及测试需求，自行查阅相关资料后，提供详细的测试条件（模式、力、振幅、频率、温度范围、升温速率等）。
3. 明确标注样品成分。在测试温度范围内，样品不能熔融、分解。对其它可能危害仪器的样品必须事先注明，并告知相关防护措施。
4. 样品常规尺寸：
 - ① 单悬梁：常规夹具长 30~40mm，宽 3~8 mm，厚 1~3 mm；长厚比尽可能 > 10 ；小尺寸夹具长 15~25mm，宽 3~8 mm，厚 1~2 mm；长厚比尽可能 > 10 。
 - ② 双悬梁：常规夹具长 40~50mm，宽 3~8 mm，厚 1~3 mm；长厚比尽可能 > 20 ；小尺寸夹具长 25~30mm，宽 3~8 mm，厚 1~2 mm；长厚比尽可能 > 20 。
 - ③ 三点弯曲模式：长 25~40 mm，宽 3~10mm，厚 1~3 mm；长厚比尽可能 > 10 ；或者长 45~60mm，宽 3~10mm，厚 1~5 mm；长厚比尽可能 > 10 。
 - ④ 拉伸模式：长 15~25 mm，宽 3~8 mm，厚 0.1~2 mm。
 - ⑤ 压缩模式：样品表面平整；厚度不超过 1.5 cm；形状为规则正方形或者圆形，小尺寸样品直径/边长不能大于 10 mm，常规样品直径/边长不能大于 40 mm。

⑥剪切模式：两块相同的方形样品，边长 10mm，厚度每块最大 4mm。

6.3. DMA 测量和数据处理

6.3.1 仪器操作

1. 开机

- ① 打开钢瓶，高纯 N₂ 气压值在 0.5MPa 左右，确认气体过滤调节装置上气压表压力为 60~65psi；
- ② 打开 DMA850 电控箱的电源开关；
- ③ 随后按 DMA 850 主机右边的主机电源按钮；
- ④ 仪器屏幕界面显示如下(右 4 图)，DMA 需预热 30~60min，完成后马达模式激活；
- ⑤ 登录电脑预约界面，双击桌面上 TRIOS 图标，选择 DMA 设备图标，完成联机。

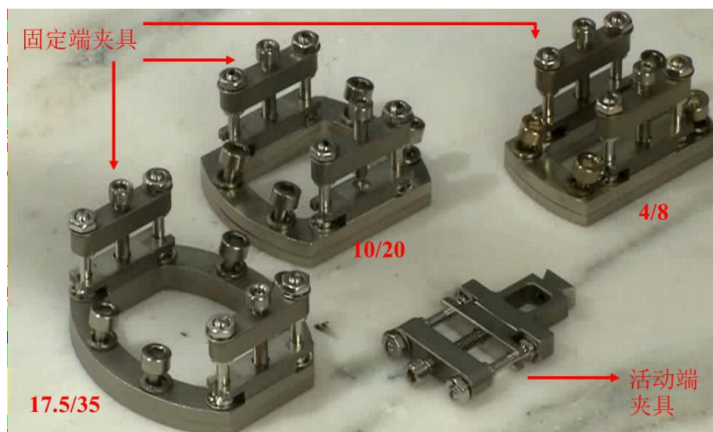


注意：预热结束后，马达模式激活，尝试开始进行位置校正。如安装了样品或运输支架，触摸屏上会显示位置校正失败的提示。需移除样品、夹具或运输支架，再点击触

摸屏的【System】 > 【Position Calibration】 手动校正，此过程持续约 15 s。

2. 夹具使用

DMA 夹具由两部分组成：一为固定在驱动轴上的活动端部分；一为固定在四根固定柱上的固定端部分。如下图给出的为三种单双悬臂梁的夹具组成及 DMA 850 所有种类夹具。



Discovery DMA 850 单双悬臂梁夹具图



S/D Cantilever



Film/Fiber Tension



3-Point Bending



Compression



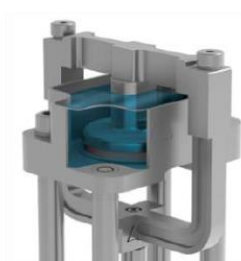
Shear Sandwich



Submersible Tension



Submersible Bending

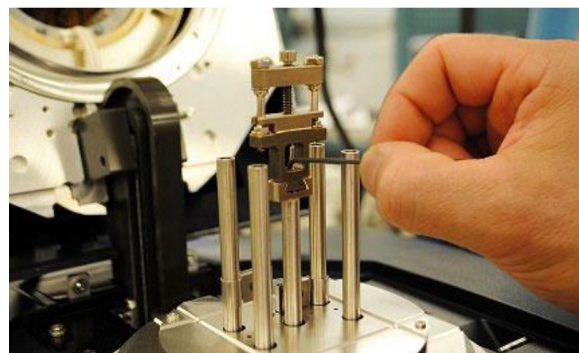


Submersible Compression

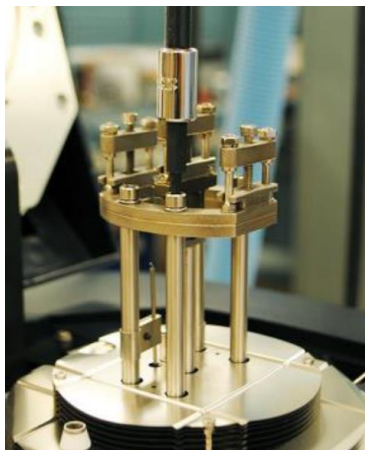
Discovery DMA 850 夹具

夹具安装（以单双悬臂梁为例）如下步骤：

- (1) 插入活动端夹具，使用 1/16 英寸的六角螺丝刀固定螺丝。



- (2) 将固定端夹具安装在四根固定柱上，使用9/64 英寸的螺丝刀拧紧螺丝。



安装固定端夹具

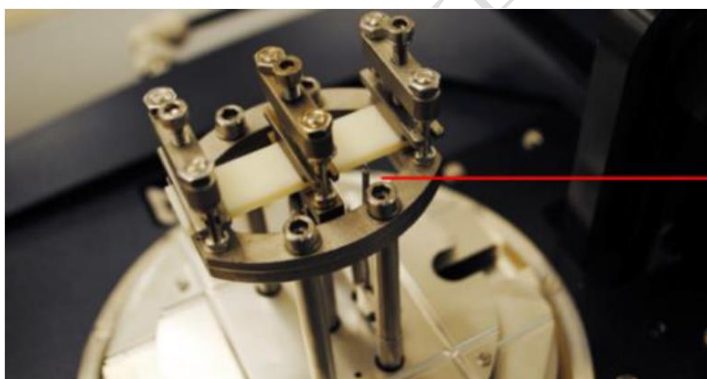
(3) 软件上新建或选择当前夹具类型，并校正该夹具。

注意：列表中已有夹具已经进行过校正，新建夹具需要校正。

(4) 确保夹具之间相互对齐，或活动端夹具移动至所需位置后，点击【LOCK】键。

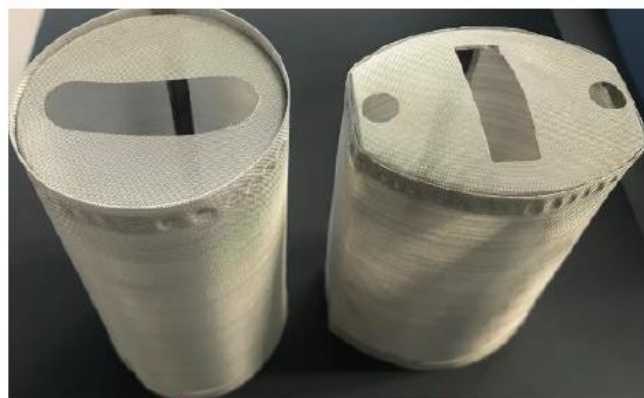
(5) 安装样品，并将热电偶移动至最佳测量位置。

注意：DMA 850 炉腔内有两根热电偶，较高的热电偶需要与样品临近，具体操作请见附件8。



双悬臂梁夹具

(6) 如需要，可罩上热屏蔽罩，使得温度场更加均匀。当升温速率低于 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，或执行升温-等温的过程，请不要使用热屏蔽罩。



拉伸夹具

弯曲夹具

热屏蔽罩

(7) 安装样品，将样品装到夹具上，并使用扭力扳手进行固定。

扭力扳手值推荐

夹具	建议扭力扳手设置的力值 (in-lb)
薄膜拉伸夹具	刚性样品，建议实验 2~3in-lb
单双悬臂夹具	<ul style="list-style-type: none"> 高模量材料 ($E' > 5 \text{ GPa}$)，建议使用 10in-lb 的力； 热塑性样品 ($E' \sim 1 \text{ GPa}$)，建议 5~8in-lb； T_g 以上的弹性体，建议用手旋紧。

(8) 关闭炉子，开始测试。

(9) 测试模式及实验参数设置，具体请见附件 8.4 说明。

3. 关机流程

夹具卸载

1 等待样品温度回到室温。

2) 打开炉子。

1) 拉伸、悬臂梁、剪切夹具：点击【LOCK】键锁定活动端夹具的位置，旋松样品固定螺丝，取下样品。 三点弯曲、压缩和穿刺夹具：点击【UNLOCK】，将样品取下。

2) 旋松四根固定柱上的螺丝，取下固定端夹具。注意不要碰到热电偶。

3) 旋松活动端夹具的固定螺丝，取出活动部分夹具。

注意：

- 1 如样品沾到夹具上, 可使用镊子、刀片或类似工具轻轻刮掉残留物。• 注意: 不要使用任何研磨性清洁剂或酸性溶剂清洗夹具。可能导致夹具损坏。
- 2 如还有残留, 可使用温和的溶剂清理, 如丙酮等。
- 3 上述方法如均无法清理干净, 可将夹具放置在烘箱、马弗炉或液氮杯中, 加热或冷却至能除去样品的温度 (不高于 600°C)。例如某些胶粘剂, 在室温下会粘住夹具难以去除干净。可将夹具冷却至胶粘剂 T_g 以下, 再使用刀片等工具去除。

关机

- 1) 移除样品, 确保驱动轴能在 25mm 范围内自由运动, 并点击【LOCK】锁住轴承。
- 2) 关闭软件, 按DMA主机右边的电源键, 仪器进入待机状态。
- 3) 关闭电控箱后的电源键。
- 4) 关闭气阀。

7. 其他说明

7.1 夹具的选择

观察样品形态和形貌, 查阅性质, 确认可用的夹具类型。下面给出了大致的选择方法:

形态和形貌

- 硬板材, 如固化后的碳纤填充的环氧树脂, 可选择悬臂梁或三点弯曲夹具
- 软片, 如橡胶、半固化环氧树脂, 可选择薄膜拉伸、悬臂梁、压缩或剪切夹具
- 硬薄膜, 如漆膜, 可选择悬臂梁、三点弯曲或薄膜拉伸夹具
- 软薄膜, 如PI膜、PET膜等, 可选择薄膜拉伸夹具
- 纤维, 如牙刷毛、电线的绝缘保护层, 可选择薄膜拉伸或纤维拉伸夹具
- 粉末, 如PA66粉末, 使用粉末夹具 (需配合双悬臂夹具一起使用)
- 高黏度流体, 如黏流态下的无定形PET, 可使用压缩夹具或剪切夹具
- 凝胶, 可使用压缩夹具或剪切夹具

模量

- 测试的模量范围为 $10^6\text{ Pa}\sim 10^{12}\text{ Pa}$, 可选择悬臂梁、三点弯曲、薄膜拉伸等
- 测试的模量范围为 $10^4\text{ Pa}\sim 10^8\text{ Pa}$, 可选择压缩夹具或剪切夹具等

最终结果

- 需要知道弹性模量 E 性质, 选择悬臂梁、三点弯曲、薄膜拉伸、纤维拉伸、压缩等夹具

- 需要知道剪切模量 G 性质, 选择剪切夹具
其他性质
- 纯聚合物的板材, 一般可优先选用单悬臂夹具
- 高填充复合材料或高结晶度聚合物, 优先选择三点弯曲和双悬臂
- 如样品膨胀系数大, 一般选用单悬臂夹具而非双悬臂夹具
- 拉伸、三点弯曲和悬臂梁夹具无法测试黏流态样品
- 压缩夹具和剪切夹具一般不执行 T_g 以下(玻璃态)的测试
- 样品尺寸的选择需使得样条的刚度位于 $10^2 \sim 10^7$ N/m, 且需考虑到在实验过程中是否有可能超出该范畴。如超出该范畴, 需根据当前刚度来调整尺寸。

选择夹具, 根据夹具类型制备合适规格样品。下表给出了常规夹具较为通用的尺寸:

各夹具建议的样品尺寸

夹具	建议尺寸
薄膜拉伸夹具	长度 30mm, 宽度 2~8mm, 厚度不大于 2mm。有效测试长度可依据刚度进行调整。
压缩夹具	直径小于 15mm 或 40mm, 厚度小于 10mm
单悬臂夹具 (17.5mm)	样品长度 30~35mm, 宽度 5~10mm, 厚度 0.5~1.5mm
双悬臂夹具 (35mm)	样品长度 60mm, 宽度 5~10mm, 厚度 0.5~1.5mm
三点弯曲夹具 (50mm)	样品长度 60mm, 宽度 5~10mm, 厚度 1~2.5mm
剪切夹具	10 mm×10 mm 的方形, 厚度 1mm

7.2 热电偶位置调整

DMA 850 炉腔内有两根热电偶。右侧较高的热电偶可提供除了浸泡夹具之外所有夹具的样品温度的读取, 此时需将热电偶移动至靠近样品、但不接触样品的位置。左侧热电偶无需靠近样品。

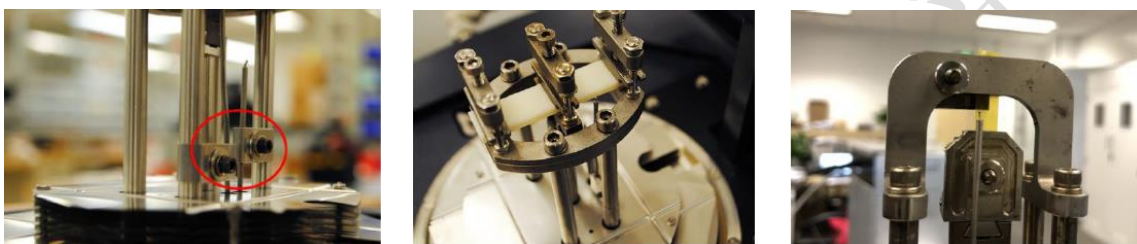


夹具热电偶

当更换夹具（非浸泡型）或热电偶未对齐时，可按照下列步骤调整热电偶位置：

- ① 旋松热电偶夹上的螺丝。
- ② 移动热电偶至靠近样品但不接触样品的位置。对于拉伸测试，热电偶应位于测试样品的一半高度处；弯曲类测试，应在样品下方和侧面约1mm 处。如有必要，可弯曲热电偶套管至所要的角度。注意，弯曲角度不得过大，否则会损坏热电偶。
- ③ 重新旋紧热电偶夹的螺丝。

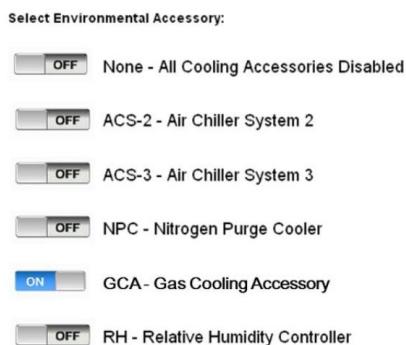
如果需要的话，调整热电偶尖端的角度，使其靠近但不接触样品。注意弯折时需逐渐弯曲，不要使弯折角度过大，防止损坏热电偶。



7.3 GCA 使用

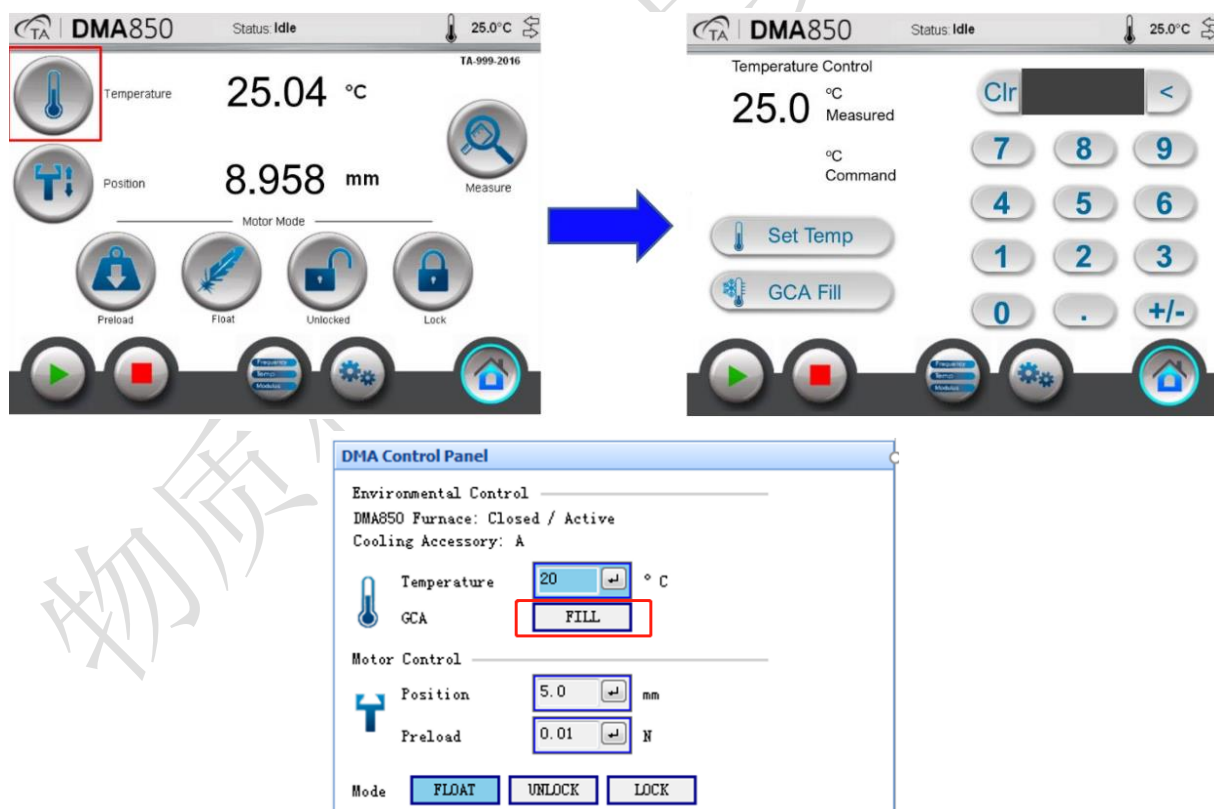
GCA，将液氮气化为低温氮气，传输进 DMA 炉子中冷却样品，实现低温的功能。该设计的优点为温度均匀性好，不会对样品造成温度冲击。可配合 DMA 850 和 DHR 电加热板使用。

1. 打开 GCA 电源开关，信号指示灯变绿，说明 GCA 可正常工作
2. 连接完成后，在仪器屏幕上，先回到主界面，点击【 System 】>【 Cooling Accessories 】，进入环境系统选择界面。
3. 点击【 GCA-Gas Cooling Accessories 】左边的按键，激活为【 ON 】。
4. 液氮填充

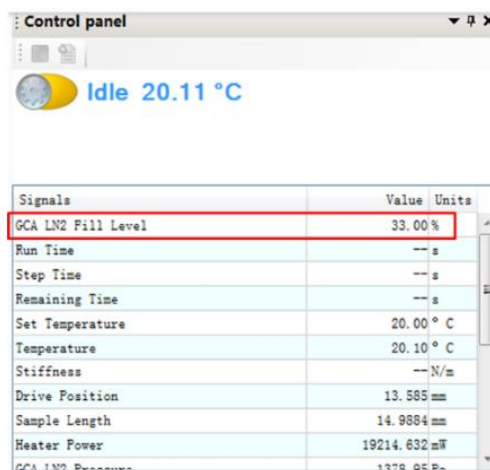
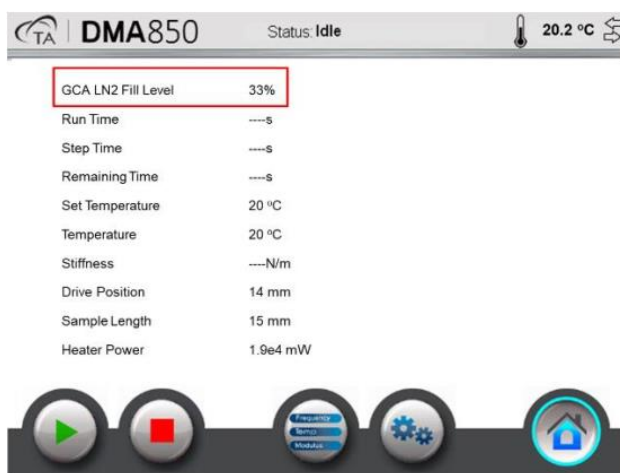


Discovery DMA 850 温度界面——选择 GCA

- 将液氮填充管（一端为黄铜颜色）连接 GCA 自动填充口（Autofill）和液氮源的液相接口（如 50L 低压液氮杜瓦罐）。
- 打开杜瓦罐的排空阀，将压力降至 25 psi 以下。
- 缓慢打开液相阀，随后点击触摸屏的温度界面中【GCA Fill】，或在 TRIOS 软件的控制面板处点击【Fill】，开始填充液氮。



- 观察 GCA 中液氮量，当达到 100%或杜瓦罐压力低于 1psi 且持续 1min 后，GCA 自动关闭电磁阀。



Discovery DMA 850 用户界面的信号表；右： TRIOS 软件实时信号栏

注意：首次填充时，先进入 GCA 储存罐的液氮需先气化使得罐内温度降至液氮储存的温度。在该过程中，气化的氮气会从 GCA 排气阀排出。需注意通风。

注意：传输液氮和气化氮气时，GCA 各个部件会结霜，传输管会变硬变脆。如需移动或弯曲液氮传输管，需先等其升高至室温再操作。

7.4 测试模式及实验参数设置

详见附件 7.4

8. 记录

Q/WU FLHS051 比表面积及孔隙分析仪使用记录表 V1.0

仪器设备使用记录 _____ 年												
日期 月/日 /时间	使用人	课题组 导师	样品名称 或代号	检测方式(√)		实验内容(夹具类型)	实验结束 时间	样品数	测试温度范围 及是否使用 GCA	仪器状态		备注
				送样	自主					正常	报错及问 题描述	
05/06/14:30	张三	王五	聚苯胺		√	频率扫描/35mm 双悬臂梁	05/08/10:00	3	室温-400℃ 使用 GCA 降温	√		

**请注意: 使用前先检查仪器状况, 一切正常方可操作; 一旦开始实验, 默认为使用前仪器状况正常; 使用过程中出现问题须立即联系技术员

物质科学公共实验平台