

附件 测试

4.1 简述

4.1.1 基本参数

DMA 实验程序中包含多个实验参数，其物理意义如下表。

表 4-1 DMA 各个参数的物理意义

参数	名称	物理意义
Frequency	频率	1s 内振荡的周期数，单位为 Hz。
Stress	应力	物体受到外力作用变形时，其内部一部分对另外一部分的作用力，单位为 Pa
Strain	应变	物体受到外力作用变形时，其几何形状/尺寸的相对变化量，无量纲
Preload/initial force	预加力/初始力	在点击测量键【Measure】后，DMA 以该力作为初始值，测量长度（拉伸）、厚度（压缩）和初始位置（三点弯曲），通常该力值设为 0.01~0.5N 。对于拉伸型夹具，如没有勾选【Force Track】，该力还需作为静态载荷力。
Force track	动态追踪	仅用于拉伸型夹具中。在 DMA850 中，动态追踪=静态力/动态力，该值可以确保样品在实验过程中不弯曲或脱离夹具。
Dynamic force / Oscillation Force (Drive)	动态力	使样品发生设定应变的力
Static Force / Axial Force	静态力	在 DMA850 中，力作用方向朝下，使得样品不弯曲或脱离夹具。
Creep time / Relaxation time	蠕变/应力松弛时间	施加应力或应变的时间长短。
Recovery time	回复时间	撤掉蠕变或应力松弛过程中应力或应变，施加初始力的时间。
Soak time	等温时间	在本步骤起始温度或终止温度下的等温时间，此时一般施加初始力。除非前面有设置了数据采集开启命令，否则【soak time】的过程均不采集数据。

4.1.2 测试模式简介

模式	程序	变量	控制参数	获得的信息	
振荡 Oscillation	应变扫描 Strain Sweep	应变	温度、时间、频率、应变/振幅范围	<ul style="list-style-type: none"> 线性黏弹区 橡胶 Mullens 效应 	
	应力扫描 Stress Sweep	应力	温度、时间、频率、应力/力范围	<ul style="list-style-type: none"> 应力屈服 应力依赖的线性黏弹区 	
	频率扫描 Frequency Sweep	频率	应力/应变、温度、时间、频率范围	<ul style="list-style-type: none"> E'、E'' 和 $\tan\delta$ 与时间、温度、频率的关系 相似材料的比较 热固性材料的固化行为 使用 TTS 推测长时性能 玻璃化转变 软化点 	
	时间扫描 Time Sweep	时间	应力/应变、温度、频率、时间范围		
	温度扫描 Temperature Sweep	温度	应力/应变、频率、温度范围、温度间隔		
	温度斜坡 Temperature Ramp	温度	应力/应变、频率、温度范围、升温速率		
	多频温度扫描 Temperature Sweep (Multifrequency)	频率或温度	应力/应变、频率范围、温度范围、温度间隔		
	多频温度斜坡 Temperature Ramp (Multifrequency)	温度	应力/应变、频率范围、温度范围、升温速率		
	多步温度斜坡 Temperature Ramp (Multistep)	温度	应力/应变、频率，以及各个步骤的温度范围、升温速率		
	疲劳测试 Fatigue Test	周期	应力/应变、温度、频率、周期数		
应变控制 Strain Control	应力松弛 Stress Relaxation	时间	应变、温度、应力松弛时间		<ul style="list-style-type: none"> 应力松弛模量 $E(t)$ 垫圈的密封性和力
	应力松弛 TTS	时间	应变、温度范围、温度间隔、应力松弛时		<ul style="list-style-type: none"> ...

	Stress Relaxation TTS		间	
	恒应变 IsoStrain	温度	应变、温度范围	<ul style="list-style-type: none"> • 薄膜加工取向的影响 • 收缩力
应力控制 Strain Control	蠕变 Creep	时间	应力、温度、蠕变时间	<ul style="list-style-type: none"> • 蠕变柔量$J(t)$ • 载荷作用下的样品变化
	蠕变-回复 Creep Recovery	时间	应力、温度、蠕变时间、回复时间	
	蠕变 TTS Creep TTS	时间	应力、温度范围、温度间隔、蠕变时间	
	恒应力 IsoStress	温度	应力、温度范围	<ul style="list-style-type: none"> • 薄膜的（内）应力曲线 • 静态模量 • 相对膨胀性能
速率控制 Rate Control	应变斜坡 Strain Ramp	应变	温度、应变/位移速率	<ul style="list-style-type: none"> • 应力-应变曲线 • 杨氏模量 • 屈服点
	应力斜坡 Stress Ramp	应力	温度、应力/力速率	

4.1.3 小振幅振荡测试及线性黏弹区

当应变小于临界应变 ϵ_0 时，材料呈现线性黏弹特征，即应力与应变呈正比关系，称为小振幅振荡运动。当应变超过 ϵ_0 ，应力与应变不再呈现线性关系，称为大振幅振荡运动。在 DMA 测试中，多使用小于 ϵ_0 的参数，以便获得不依赖于应变的黏弹性数据，便于相互比较。

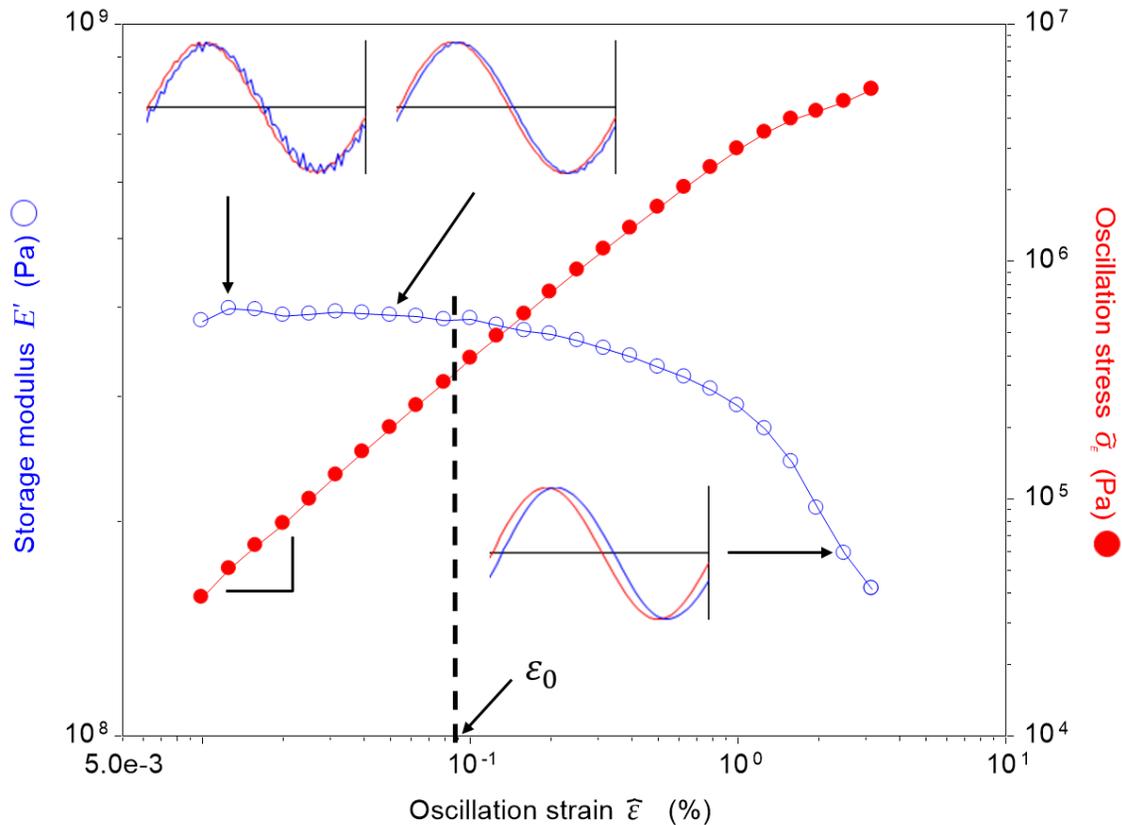


图 4-1 聚合物材料应变扫描曲线

4.2 测试模式（以 Express 模式为例）

4.2.1 小振幅振荡模式

4.2.1.1 应力/应变扫描

【Oscillation】 - 【Stress Sweep】 / 【Strain Sweep】，用于探测特定温度、特定频率下材料的线性黏弹区。当应变超出线性黏弹区时，材料的响应不再是正弦响应，而是高次谐波响应。如图 4-2 为拉伸夹具的应变扫描界面，测试结果一般如图 4-3 所示。需要注意的是，温度、成分、聚合度、交联度、浓度等都会影响临界应变结果。如执行变温测试，控制的应变/应力需低于测试范围内的最低临界应变。

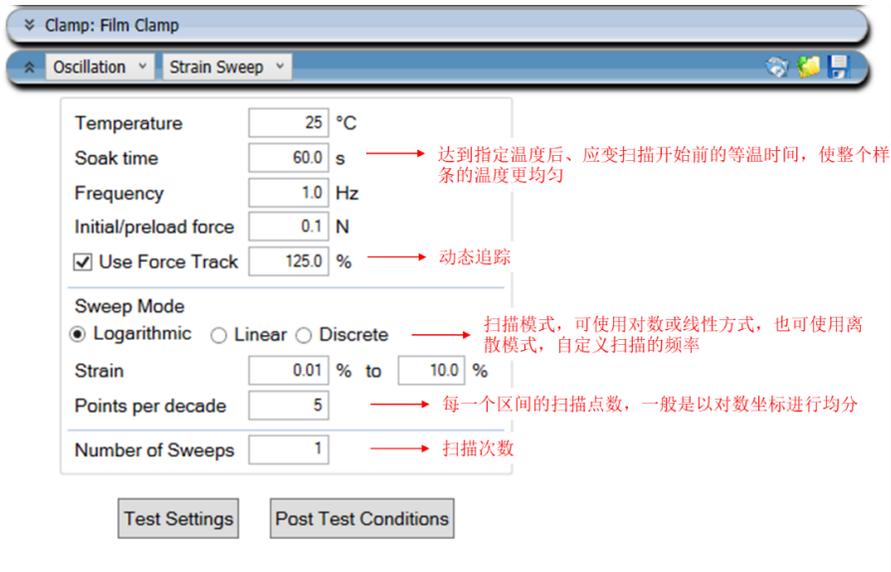


图 4-2 拉伸夹具应变扫描界面

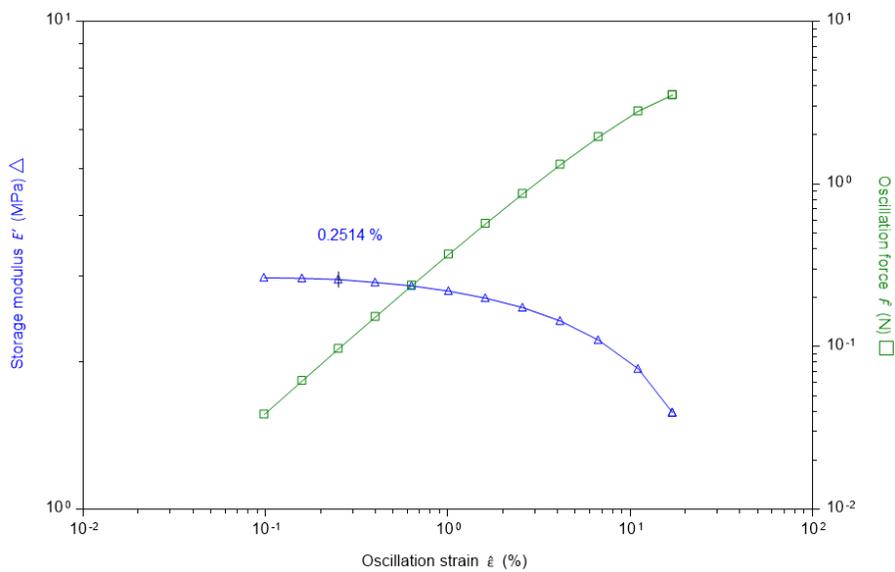


图 4-3 天然橡胶 25°C 下的应变扫描结果

4.2.1.2 频率扫描

【Oscillation】 - 【Frequency Sweep】，测试材料在特定温度、特定应变下黏弹性能与频率的变化关系。通常是用于探测结构、观察长时和短时的性能等。如图 4-4 为三点弯曲夹具的频率扫描界面，测试结果一般如图 4-5 所示。

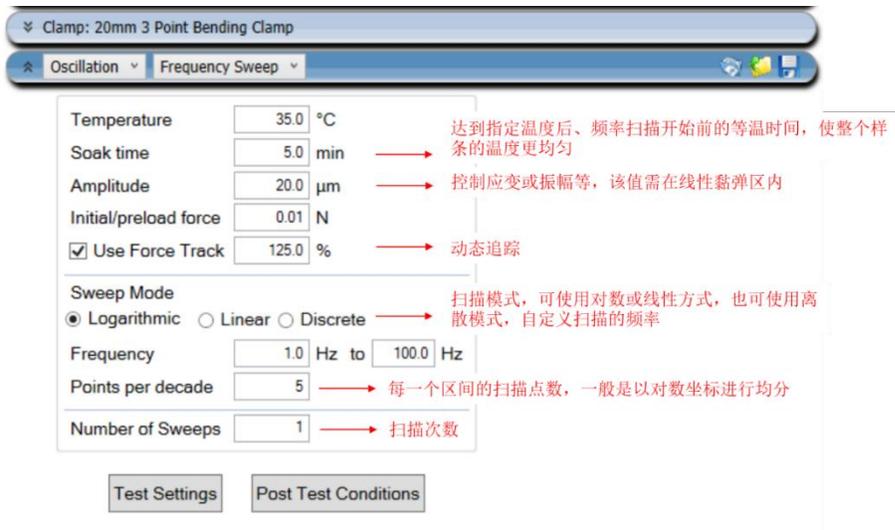


图 4-4 三点弯曲夹具频率扫描界面

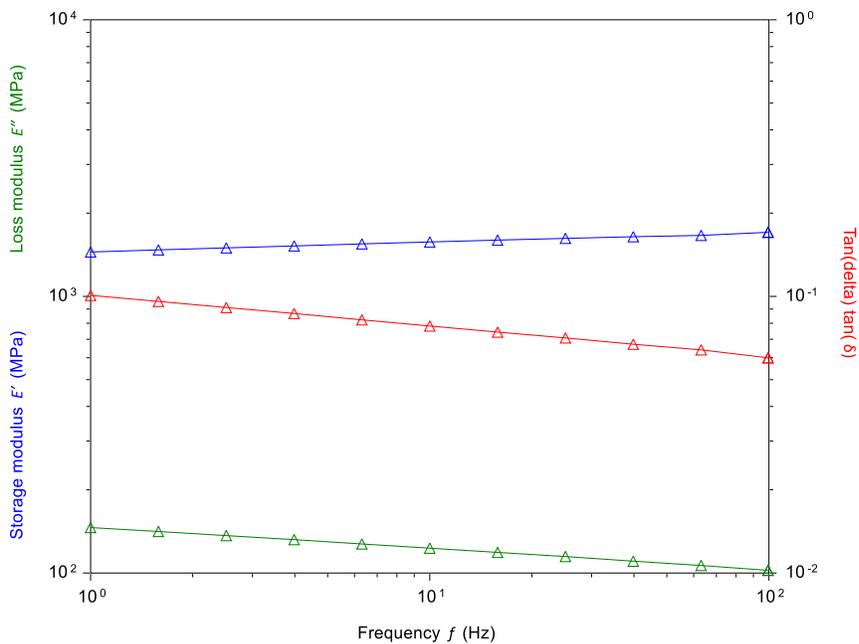


图 4-5 聚丙烯 25°C 下的频率扫描结果

4.2.1.3 时间扫描及疲劳测试

【Oscillation】 - 【Time Sweep】 / 【Fatigue Test】，测试材料在特定温度、特定频率和

特定形变下黏弹性能与时间的变化关系。通常用于研究材料的热稳定性、反应动力学过程、疲劳等。如图 4-6 为拉伸夹具的时间扫描和疲劳测试界面，测试结果一般如图 4-7 所示。

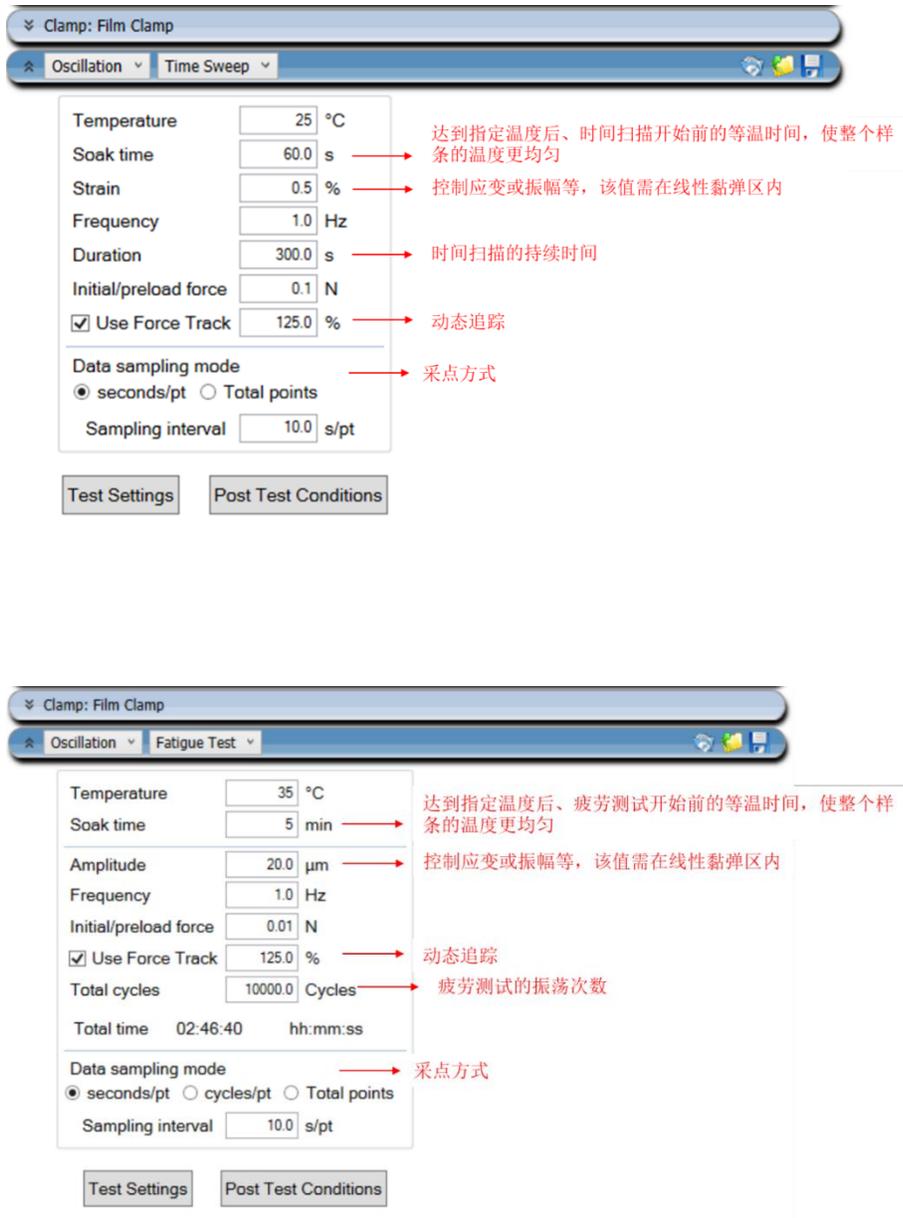


图 4-6 上：时间扫描测试界面；下：疲劳测试界面

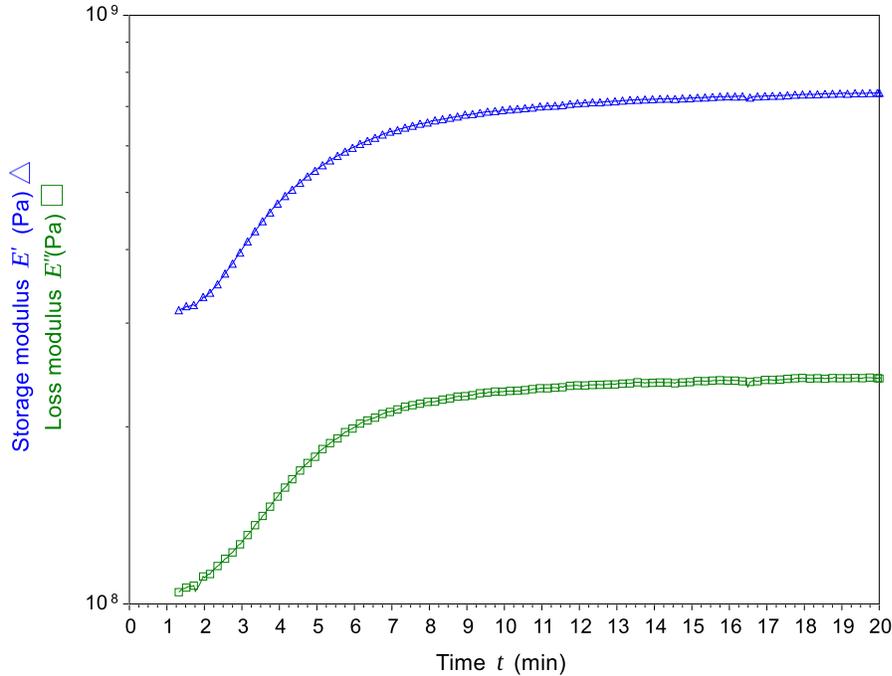


图 4-7 环氧树脂 25°C 下固化反应结果

4.2.1.4 温度斜坡

【Oscillation】 - 【Temperature Ramp】，测试材料的黏弹性能与温度的关系，常用于研究材料的热转变性能。如图 4-8 为拉伸夹具的温度斜坡界面，测试结果一般如图 4-9 所示。

一般而言，随着温度的升高，材料的分子、分子链（链段）、晶格等单元的活动能力增强，储能模量 E' 随之降低。如在测试温度范围内，材料发生玻璃化转变、熔融、固化等现象时，储能模量 E' 出现台阶式变化，损耗因子 $\tan\delta$ 出现峰（或毛刺）。这些现象的转变温度可使用储能模量 E' 的外推起始点、损耗模量 E'' 峰值温度和损耗因子 $\tan\delta$ 峰值温度来表示，最常用的是 $\tan\delta$ 峰值温度，如图 4-9 所示。

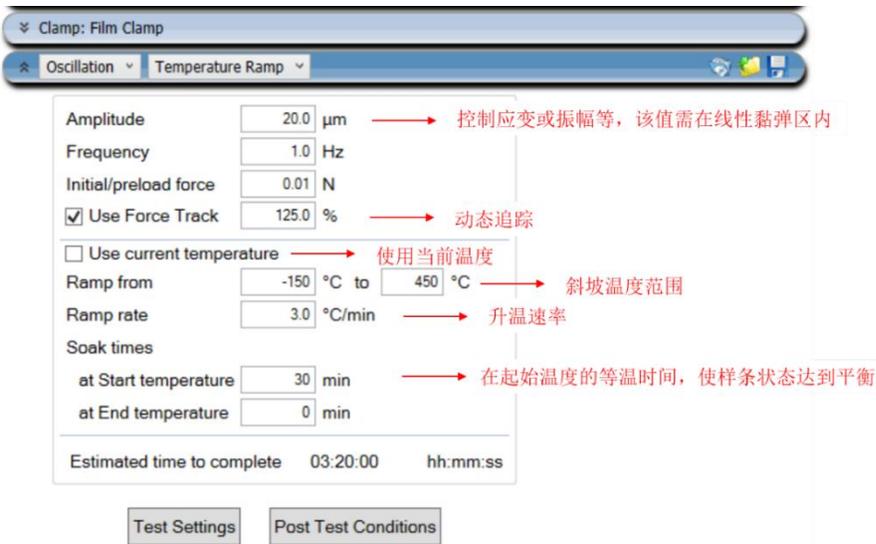


图 4-8 温度斜坡界面

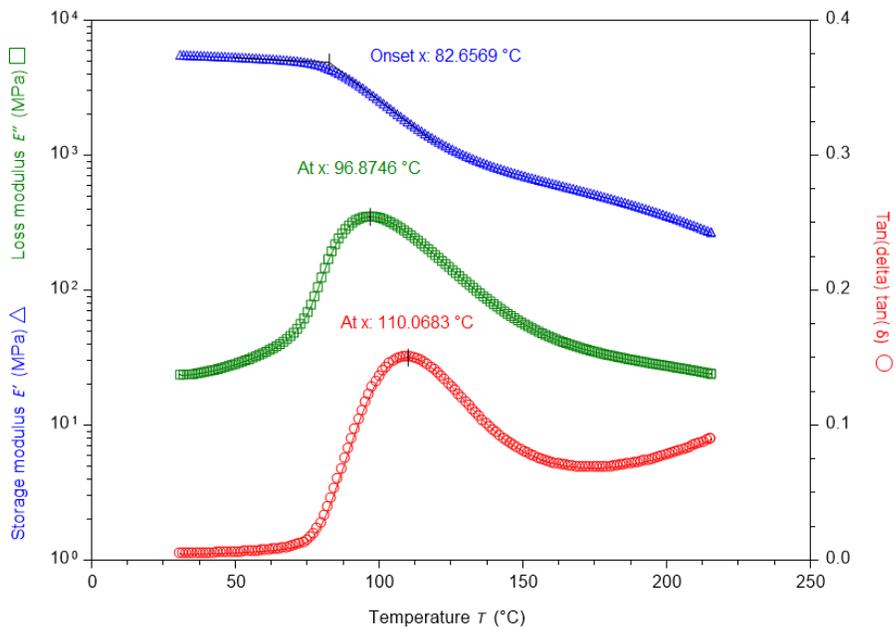


图 4-9 PET 温度斜坡测试结果

表 4-2 各现象引起的 E' 变化情况

E' 降低	<ul style="list-style-type: none"> • 玻璃化转变 • 分解
---------	---

	<ul style="list-style-type: none"> • 次级相变 • 熔融 	<ul style="list-style-type: none"> • 氧化 • 其他化学变化
E' 升高	<ul style="list-style-type: none"> • 固化 • 结晶 • 凝胶化 • 干燥（溶剂挥发） 	<ul style="list-style-type: none"> ○ 注意：氧化和分解现象既有可能升高，也有可能降低，需根据产物和反应物的性质确定

4.2.1.5 温度扫描

【Oscillation】 - 【Temperature Sweep】，测量样品的黏弹性能与温度之间的关系。与温度斜坡不同的是，温度扫描是测量样品在某一温度下平衡后的性能。这种方法的优点是可以有效避免由升温速率带来的热滞后现象，缺点是耗时数倍增加。如图 4-10 为双悬臂夹具的温度扫描界面，测试结果一般如图 4-11 所示。

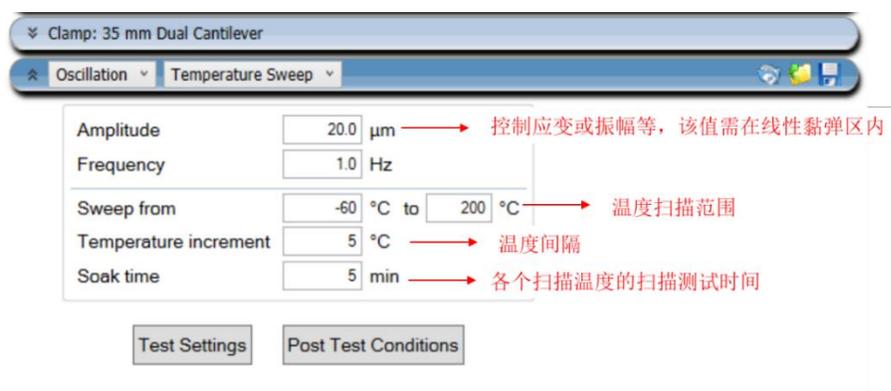


图 4-10 温度扫描测试界面

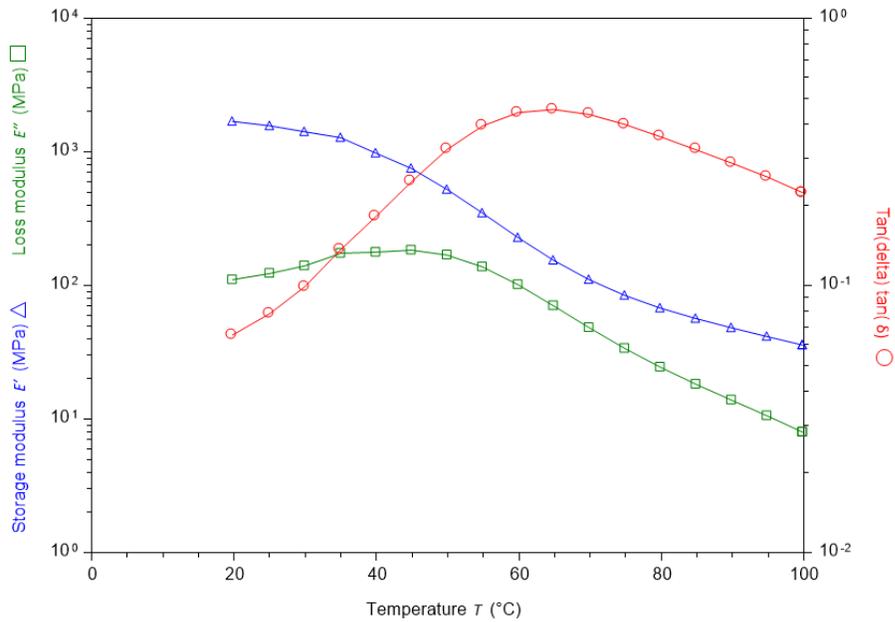


图 4-11 环氧树脂（固化后）的温度扫描曲线

4.2.1.6 多频温度扫描 (TTS)

【Oscillation】 - 【Temperature Sweep (Multifrequency)】，温度扫描和频率扫描的结合，即在每一个台阶温度均执行一次频率扫描。常用于时温叠加 (TTS) 扩展频率范围。如图 4-12 为双悬臂夹具的测试界面，测试结果一般如图 4-13 所示。如需分析 TTS 主曲线及相关参数，请参考【*TRIOS 操作说明 (Discovery DMA 850)*】的 3.2.1 章节进行分析。

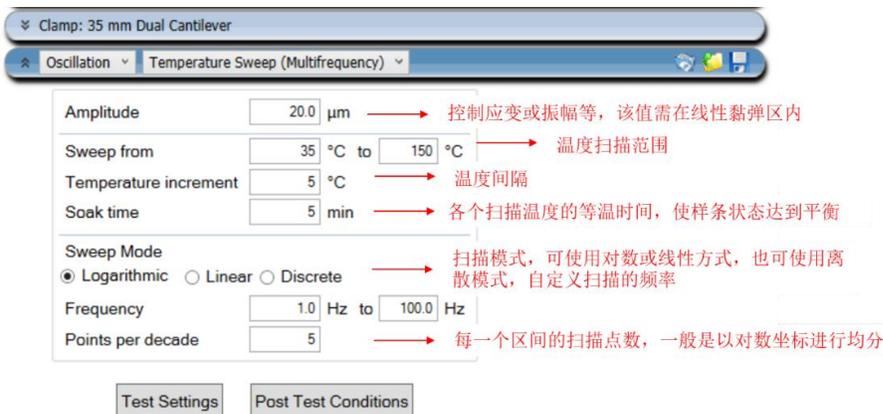


图 4-12 多频温度扫描测试界面

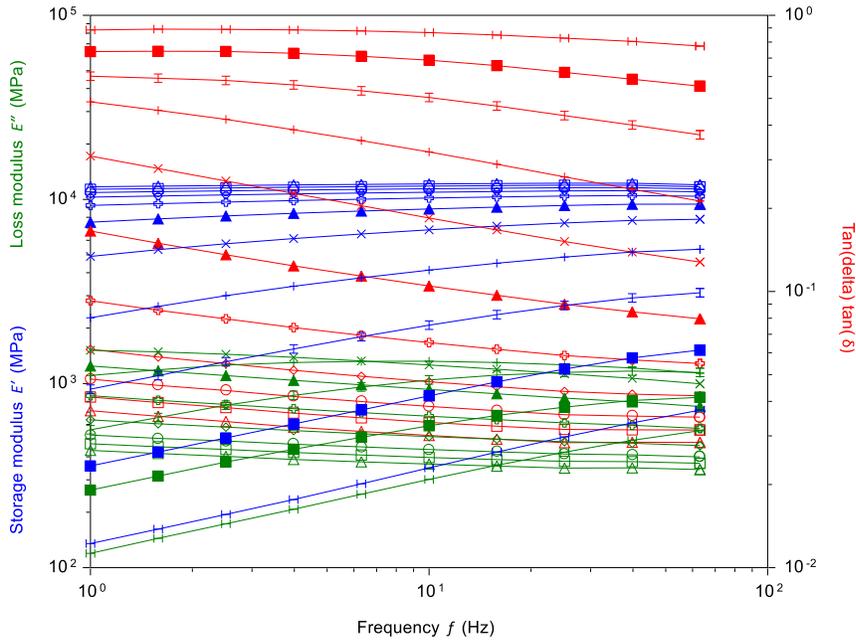


图 4-13 某弹性体的多频温度扫描结果

4.2.1.7 多频温度斜坡

【Oscillation】 - 【Temperature Ramp (Multifrequency)】，在温度升高的同时，不断地循环改变频率，获得同一个样品统一温度范围内多个频率的升温曲线。但要注意的是，如频率多于 5 个或有低于 1Hz 的频率，升温速率建议不超过 **2°C/min?**。如图 4-14 为双悬臂夹具的多频温度斜坡测试界面，测试结果一般如图 4-15 所示。

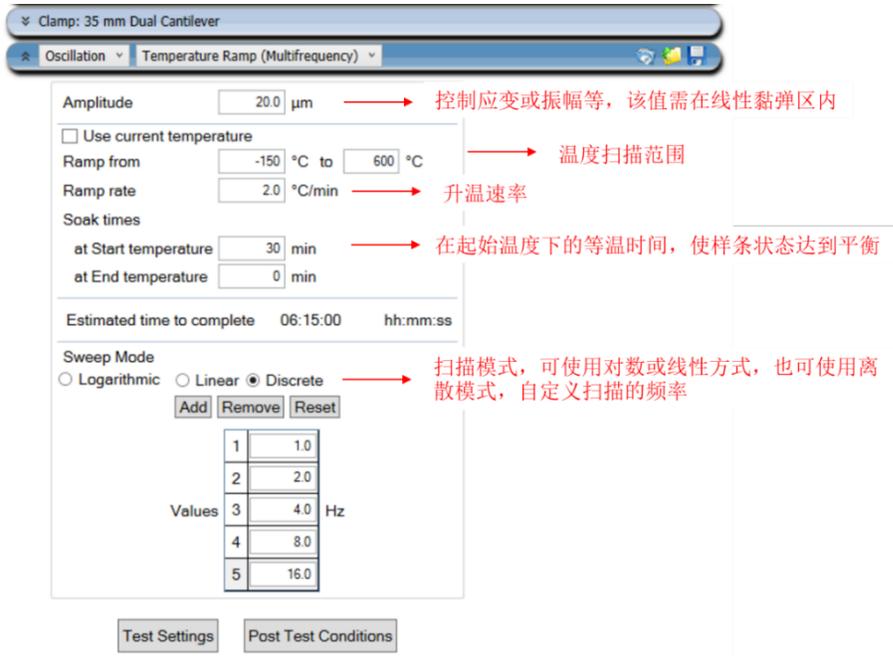


图 4-14 多频温度斜坡测试界面

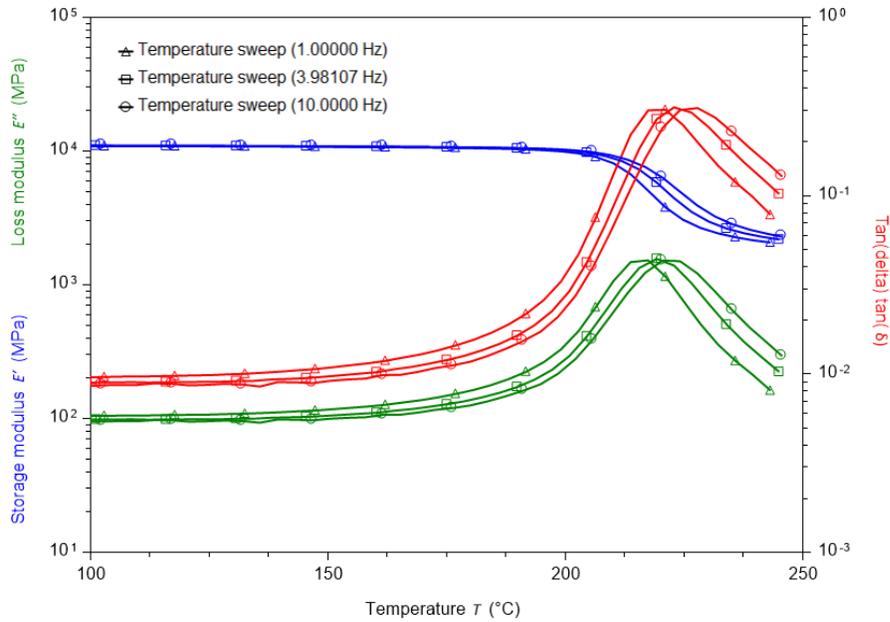


图 4-15 某 PCB 的多频温度斜坡测试结果

4.2.1.8 多步温度斜坡

【Oscillation】 - 【Temperature Ramp (Multistep)】，可添加多个温度斜坡步骤，改变升温速率或温度范围，常用于研究热固性材料固化过程及固化后的性能、模拟实际生产过程等。如图 4-16 为双悬臂夹具多部温度斜坡测试界面，测试结果一般如图 4-17 所示。

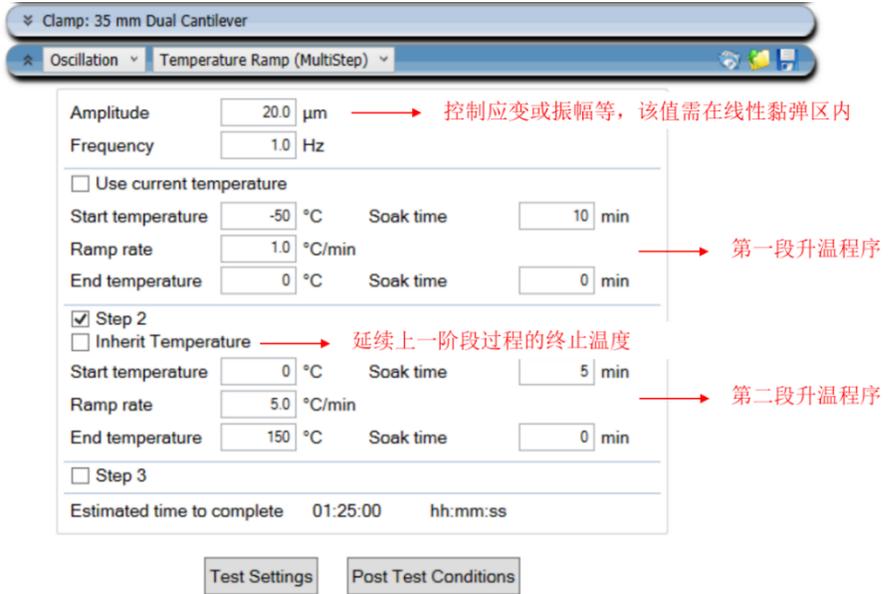


图 4-16 多步温度斜坡测试界面

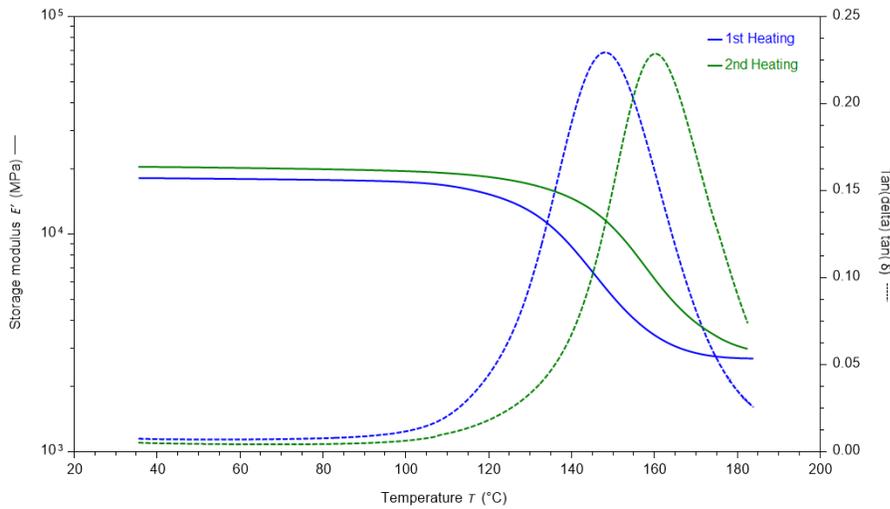


图 4-17 碳纤维填充的环氧树脂（半固化）两次加热结果比较

4.2.2 应变控制

4.2.2.1 应力松弛

应力松弛是指控制样品变形量，研究力随变形时间的变化情况。应力松弛结果给出的通常为松弛模量 $G(t)$ ，其计算方法如公式（1）所示。当松弛时间 $t \rightarrow 0$ 时， $G(t) = G_0$ ，为玻璃态模量。当 $t \rightarrow \infty$ 时， $G(t) = G_e$ ，为平衡模量。对于热塑性熔体而言， $G_e=0$ 。如应变 $\gamma_0 \rightarrow 0$ ， $G(t)$ 结果与 γ_0 无关，通常认为此时为线性黏弹模量。

$$G(t) = \frac{\sigma(t)}{\gamma_0} \quad (1)$$

此外，应力松弛模式还可输入回复时间，进一步研究样品的回复情况。如图 4-18 为拉伸夹具的应力松弛测试界面，测试结果一般如图 4-19 所示。

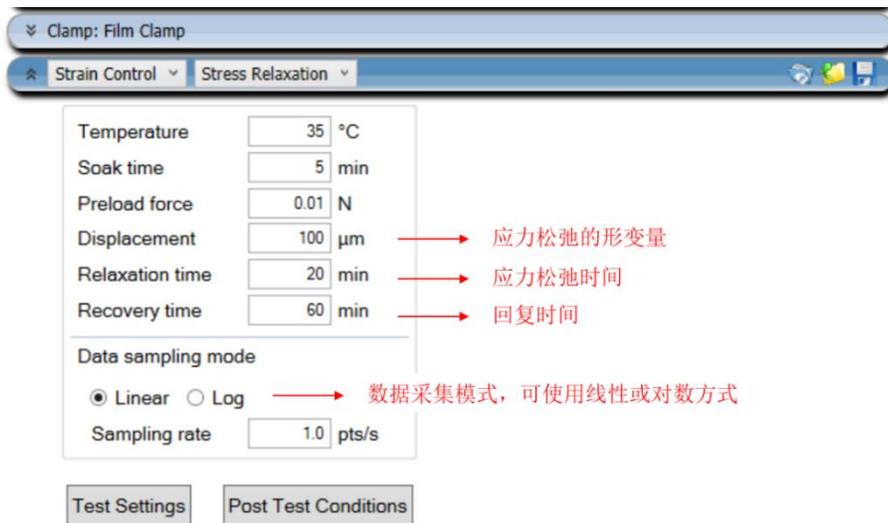


图 4-18 应力松弛测试界面

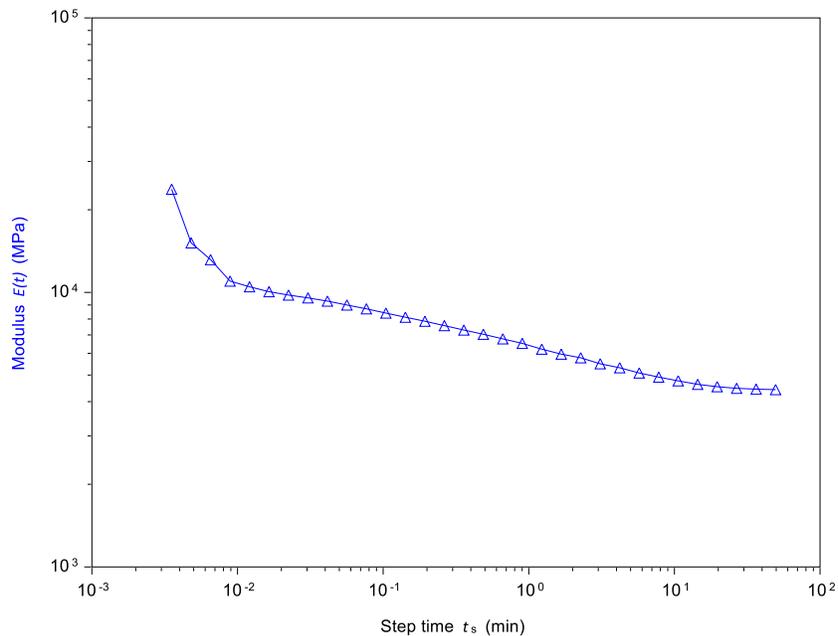


图 4-19 胶粘剂 30°C 应力松弛曲线（应变为 0.1%）

4.2.2.2 应力松弛 TTS

【Strain Control】 - 【Stress Relaxation TTS】，测试多个等温度区间的应力松弛曲线，获得松弛模量与时间的主曲线。如图 4-20 为拉伸夹具的应力松弛 TTS 测试界面，测试结果一般如图 4-21 所示。如需分析主曲线或转换为其他曲线，请参考【**TRIOS 操作说明 (Discovery DMA 850)**】的 3.2 章节进行分析。

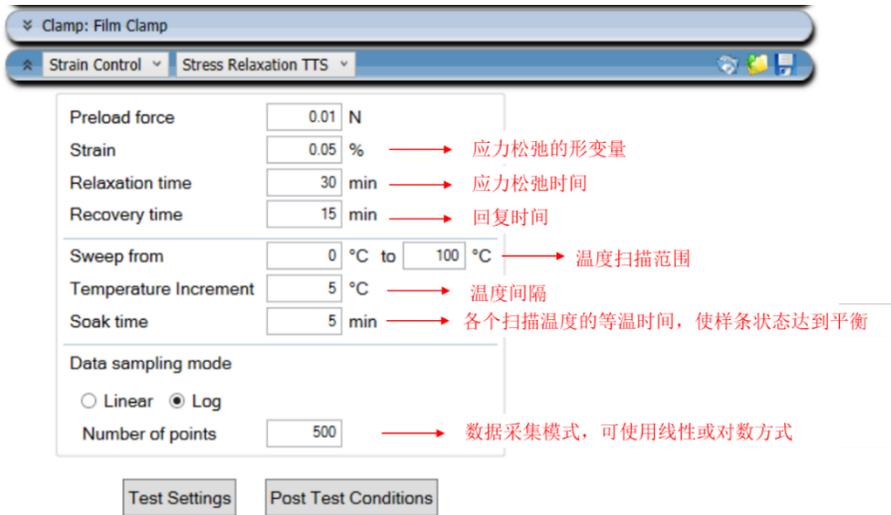


图 4-20 应力松弛 TTS 界面

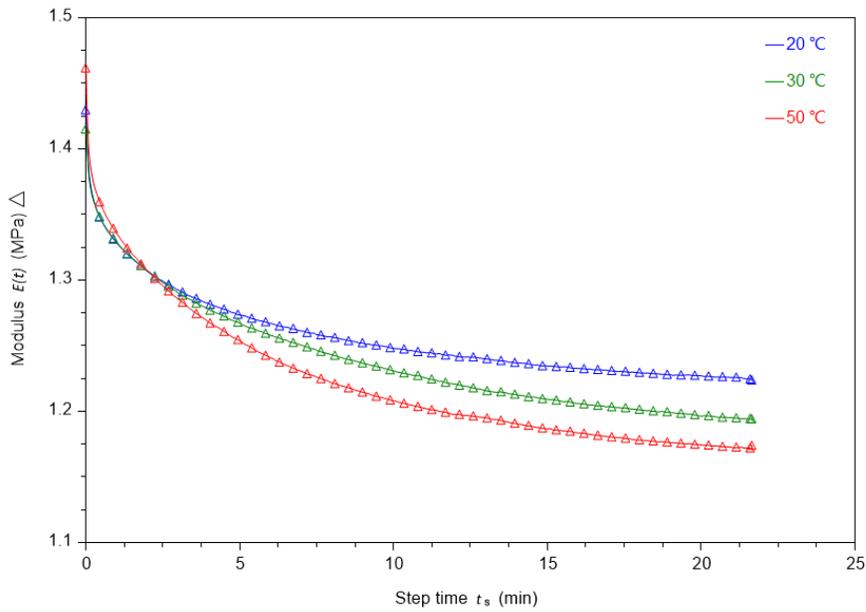


图 4-21 橡胶应力松弛 TTS 曲线

4.2.2.3 恒应变

【Strain Control】 - 【IsoStrain】，测量当尺寸不发生变化时，随着温度的升高样品内

力的释放过程。最常使用的夹具类型为拉伸和压缩夹具（含穿刺夹具）。如图 4-22 为拉伸夹具的恒应变测试界面，测试结果一般如图 4-23 所示。如样品内部没有任何现象，应力随温度升高而降低。当出现内应力释放、冷结晶、固化等现象时，拉伸样品的应力呈现峰形。

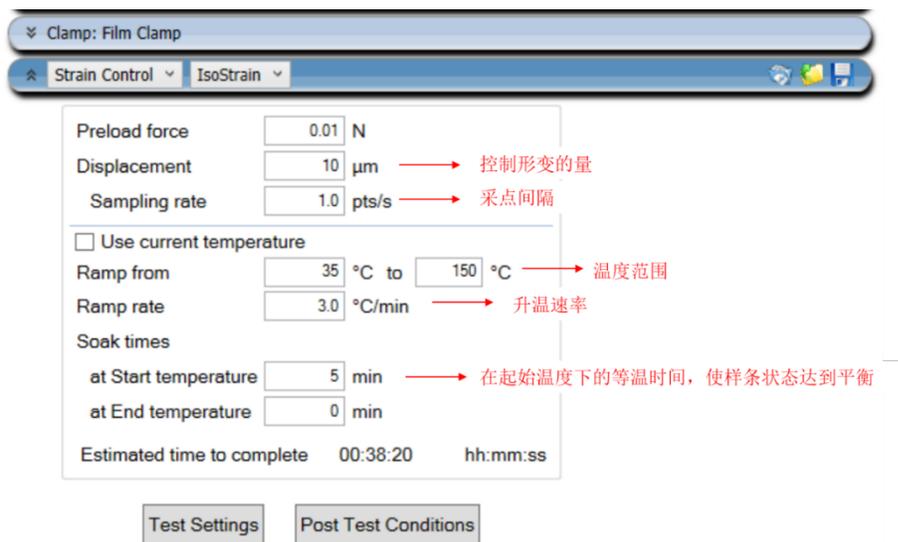


图 4-22 恒应变测试界面

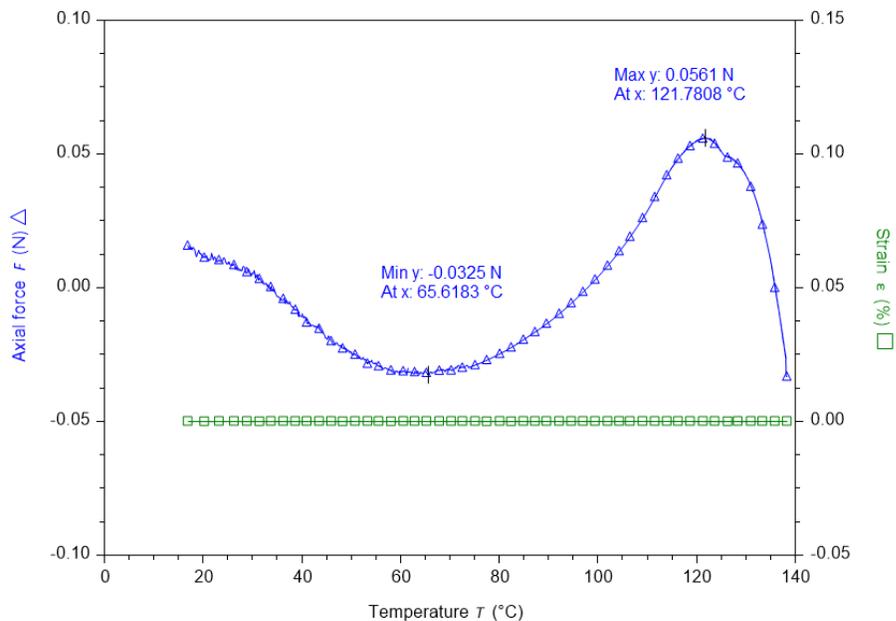


图 4-23 PE 薄膜的内应力曲线（位移 0 μm）

4.2.3 应力控制

4.2.3.1 蠕变

蠕变是指对样品施加一定的应力（不超过屈服强度），研究变形随施力时间的变化情况。蠕变实验结果通常为柔量 $J(t)$ 。如图 4-24 为拉伸夹具的蠕变测试界面，测试结果一般如图 4-25 所示。

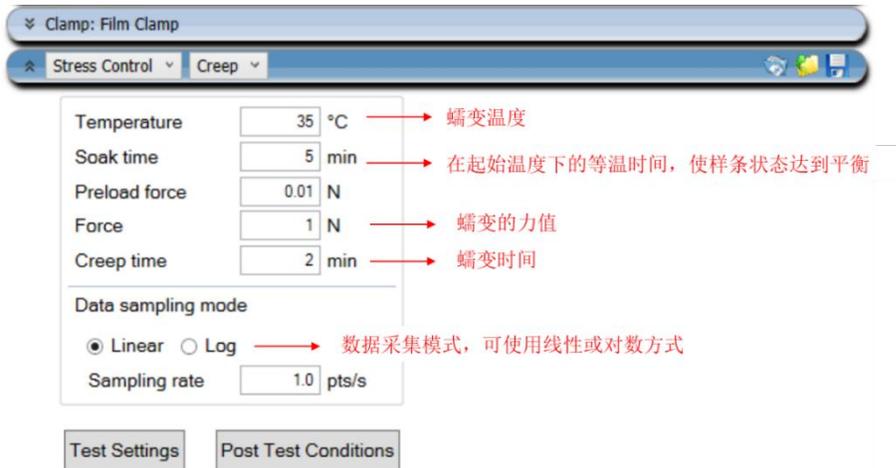


图 4-24 蠕变测试界面

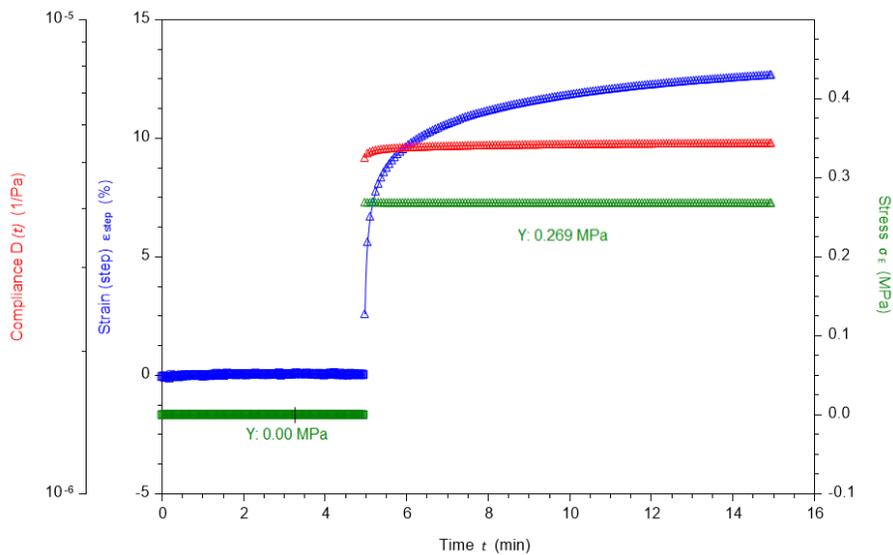


图 4-25 PU 在 25°C、0.269MPa 的蠕变曲线

4.2.3.2 蠕变回复

蠕变后也可紧接着执行回复过程，进一步研究样品的回复情况。如图 4-26 为拉伸夹具的蠕变回复测试界面，测试结果一般如图 4-27 所示。随着蠕变应力的施加，样品迅速开始变形。当蠕变时间 $t \rightarrow \infty$ 时，应变与时间呈线性关系。撤去外力后，由于弹性的作用，形变开始回复，但无法完全回复到原状。不可逆部分的形变反映了材料的黏性性能。

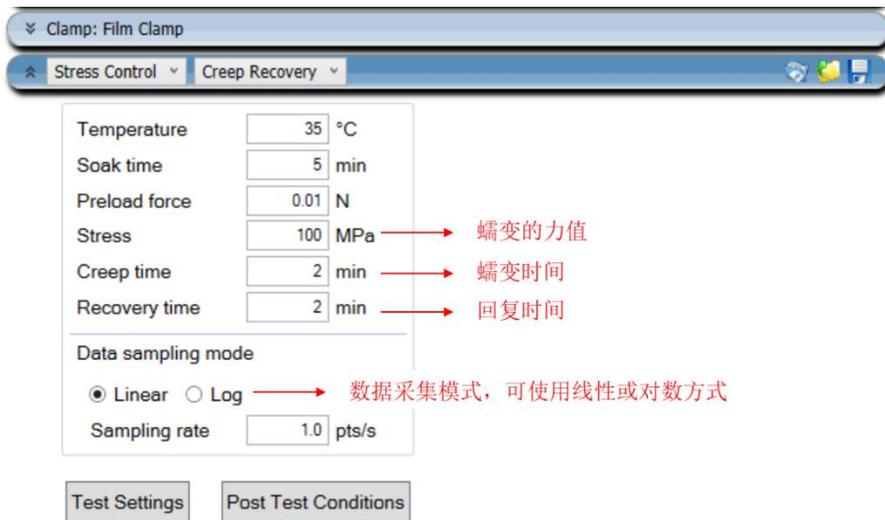


图 4-26 蠕变回复测试界面

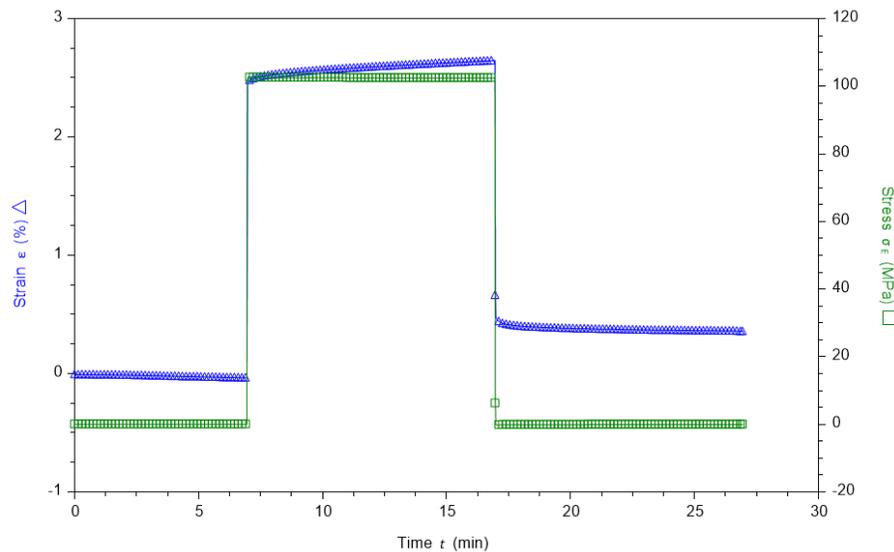


图 4-27 某薄膜在 25 °C、100MPa 的蠕变回复曲线

4.2.3.3 蠕变 TTS

【Stress Control】-【Creep TTS】，测试多个等温温度的蠕变曲线，获得柔量与时间的主曲线。如图 4-28 为压缩夹具的蠕变 TTS 测试界面，测试结果一般如图 4-29 所示。如需分析主曲线或转换为其他曲线，请参考【*TRIOS 操作说明 (Discovery DMA 850)*】的 3.2 章节进行分析。



图 4-28 蠕变 TTS 测试界面

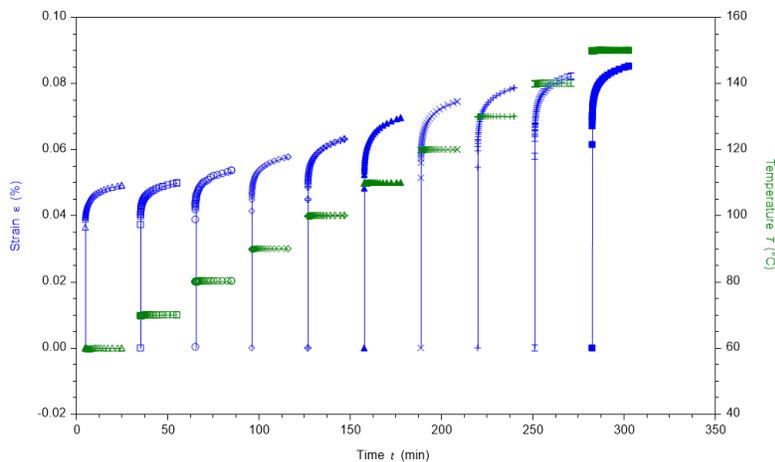


图 4-29 某聚合物材料在 5MPa 的蠕变 TTS 曲线

4.2.3.4 恒应力

【Stress Control】 - 【IsoStress】，用于测量样品在恒定力作用下，其尺寸随温度升高或降低的变化过程，与 TMA 及膨胀仪的功能相似。最常使用的夹具类型为拉伸和压缩夹具（含穿刺夹具）。必须注意，绝大多数 DMA 夹具为金属材质，其本身的膨胀系数较大，会影响测试结果，因此 DMA 不能完全取代 TMA 进行膨胀系数的测量。如图 4-30 为拉伸夹具的恒应变测试界面，测试结果一般如图 4-31 所示。

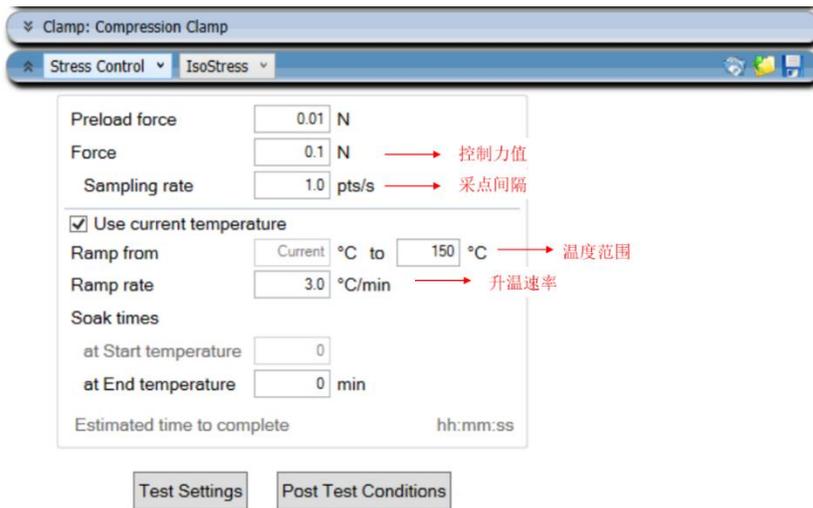


图 4-30 恒应力测试界面

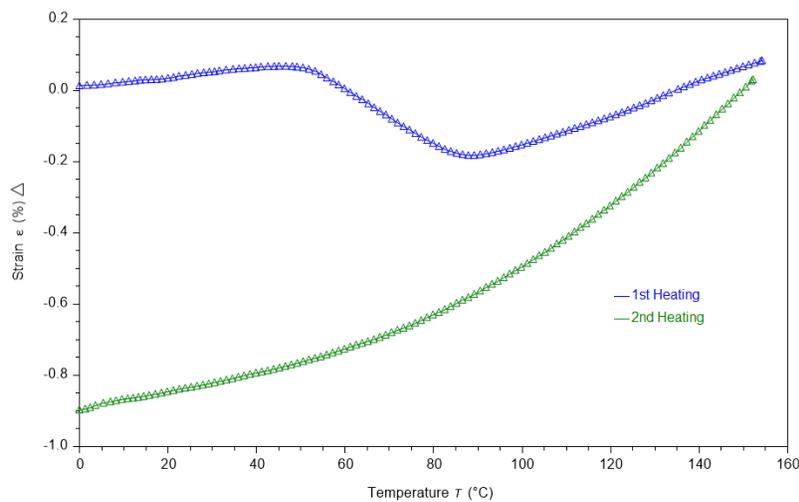


图 4-31 某树脂两次加热的膨胀曲线

4.2.4 速率控制（应力-应变曲线）

4.2.4.1 应变速率

以一定的应变速率使样品发生变形，测量应力值，获得完整或部分的应力-应变曲线。如图 4-32 为拉伸夹具的应变速率测试界面，测试结果一般如图 4-33 所示。如使用拉伸夹具，还可获得某一温度下的杨氏模量。

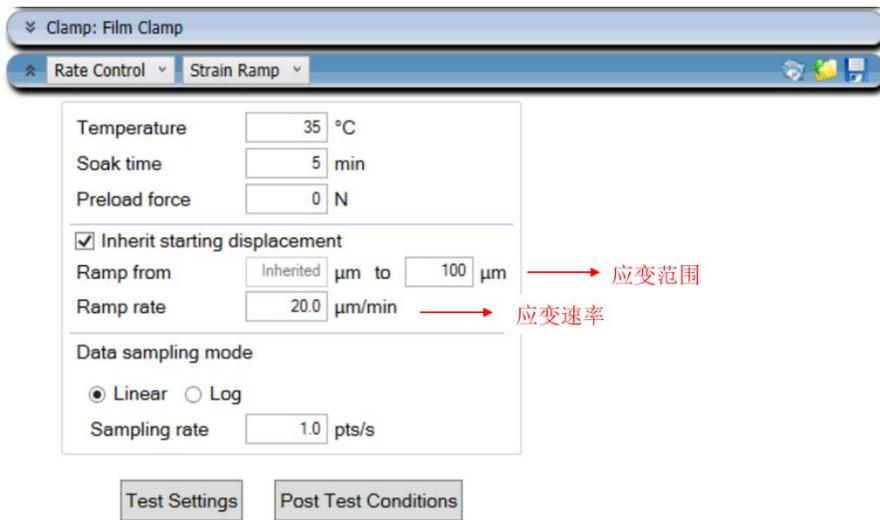


图 4-32 应变速率测试界面

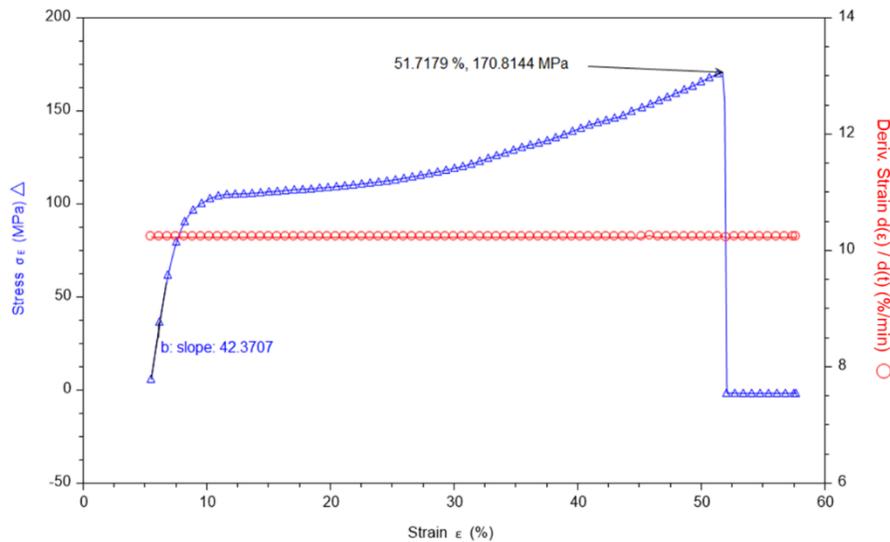


图 4-33 头发丝室温下的应力应变曲线

4.2.4.2 应力速率

以一定的应力速率使样品发生变形，测量应变值，获得完整或部分的应力-应变曲线。如图 4-34 为拉伸夹具的应力速率测试界面，测试结果一般如图 4-35 所示。如使用拉伸夹具，还可获得某一温度下的杨氏模量。值得注意的是，尽管采用应变速率和应力速率控制均可获得应力-应变曲线（图 4-36），但由于黏弹性质的存在导致结果可能出现不一致。

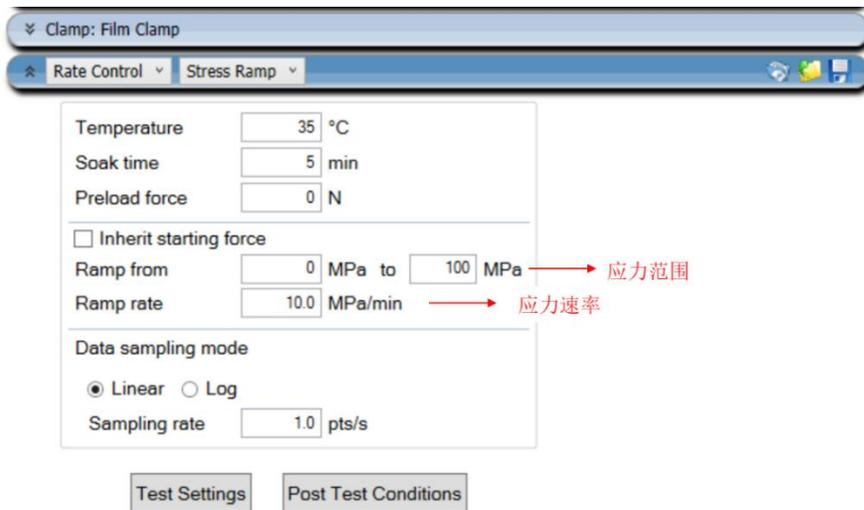


图 4-34 应力速率测试界面

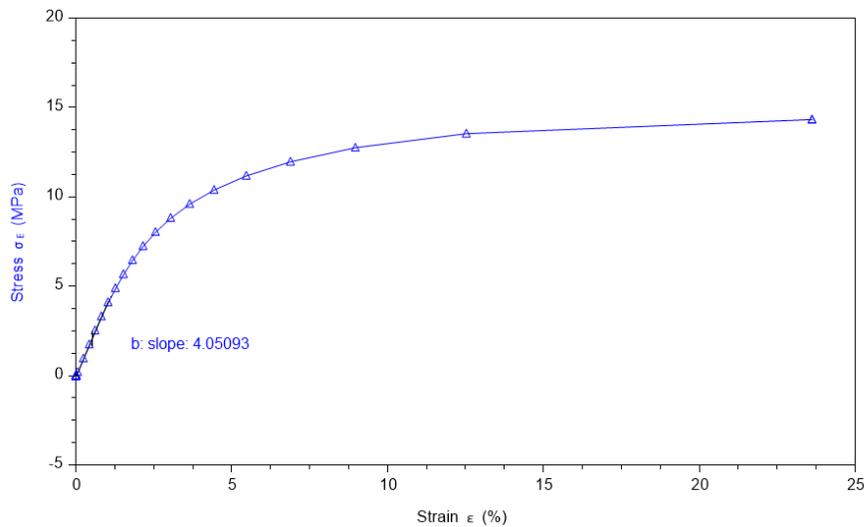


图 4-35 聚乙烯薄膜的应力应变曲线（应力速率 3N/min）

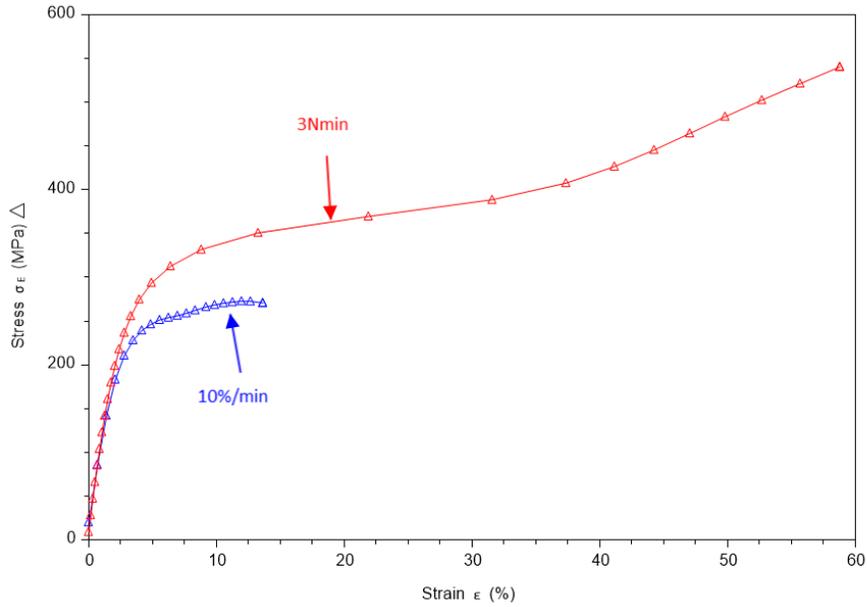
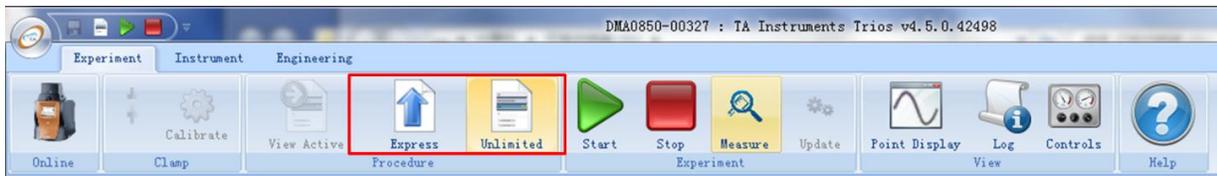


图 4-36 蛋白丝应力速率控制和应变速率控制的应力应变曲线

4.3 软件设置

4.3.1 Express 模式和 Unlimited 模式

TRIOS 软件提供了两种控制模式，Express 快捷模式和 Unlimited 高级模式。前者针对简单实验，该模式下只能设置单个过程；后者针对多模式的复杂过程，可根据测试的逻辑进行合理设计。



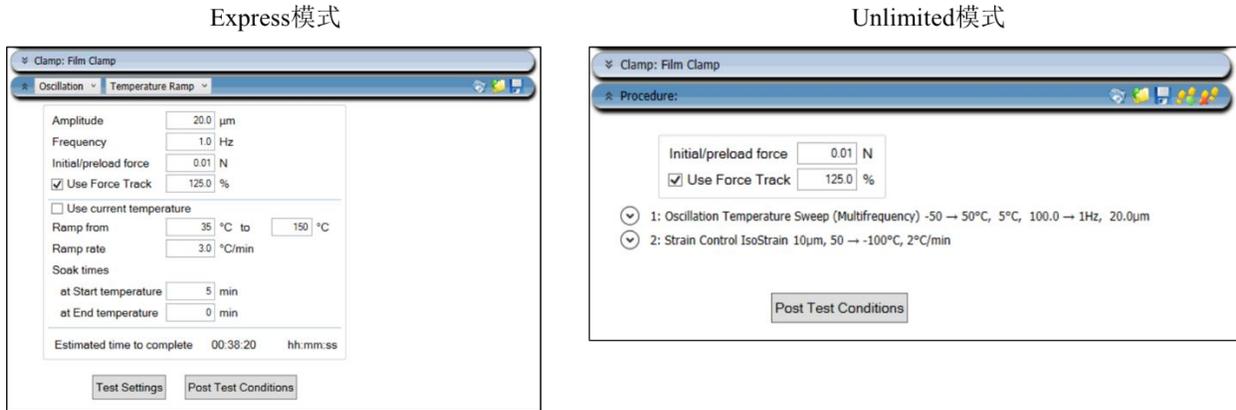


图 4-37 TRIOS 软件的 Express 和 Unlimited 模式

表 4-3 给出了 Express 模式下各个过程在 Unlimited 对应的步骤。

表 4-3 使用 Unlimited 的组合步骤实现 Express 模板模式

Express 模式	Unlimited 模式
频率扫描 Oscillation-Frequency Sweep	Conditioning-Temperature Oscillation-Frequency Sweep
应变扫描 Oscillation-Strain Sweep	Conditioning-Temperature Oscillation-Strain Sweep
应力扫描 Oscillation-Stress Sweep	Conditioning-Temperature Oscillation-Stress Sweep
时间扫描 Oscillation-Time Sweep	Conditioning-Temperature Oscillation-Time Sweep
温度扫描 Oscillation-Temperature Sweep	Oscillation-Temperature Sweep
温度斜坡 Oscillation-Temperature Ramp	Oscillation-Temperature Ramp
多频温度扫描 Oscillation- Temperature Sweep (Multifrequency)	Oscillation- Temperature Sweep (Multifrequency)
多频温度斜坡 Oscillation- Temperature Ramp (Multifrequency)	Oscillation- Temperature Ramp (Multifrequency)
多步温度斜坡 Oscillation- Temperature Ramp	Oscillation-Temperature Ramp Oscillation-Temperature Ramp

(Multistep)	
疲劳测试 Oscillation-Fatigue Test	Conditioning-Temperature Oscillation-Fatigue Test
应力松弛 Strain Control-Stress Relaxation	Conditioning-Temperature Strain Control-Stress Relaxation
应力松弛 TTS Strain Control-Stress Relaxation TTS	Strain Control-Stress Relaxation TTS
恒应变 Strain Control-IsoStrain	Strain Control-IsoStrain
蠕变 Strain Control-Creep	Conditioning-Temperature Strain Control-Creep
蠕变-回复 Strain Control-Creep Recovery	Conditioning-Temperature Strain Control-Creep Recovery
蠕变 TTS Strain Control-Creep TTS	Strain Control-Creep TTS
恒应力 Strain Control-IsoStress	Strain Control-IsoStress
应变斜坡 Rate Control-Strain Ramp	Conditioning-Temperature Rate Control-Strain Ramp
应力斜坡 Rate Control-Stress Ramp	Conditioning-Temperature Rate Control-Stress Ramp

4.3.2 Conditioning (Unlimited 模式)

该模式为条件设置，可在过程中设置温度、湿度、应力、应变等条件。

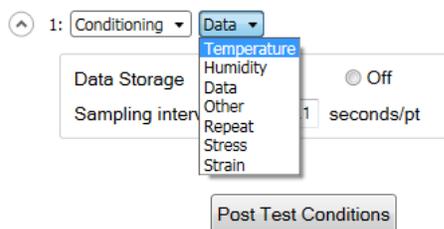


图 4-38 Unlimited 模式的 Conditioning 模式

4.3.2.1 温度 Temperature

温度条件，使得样品的温度以平衡（Equilibrate）、跳跃（Jump）等方式到达某一温度，并等温一定时间（Soak time）。如在 Unlimited 模式下没有设置温度步骤，实验将使用当前温度开始实验。

- 平衡 Equilibrate: 该模式会先改变设置温度点，然后快速升温/降温至设置温度点，随后慢慢趋近直至达到该温度。如后面设置了等温时间（soak time），达到温度后会执行等温过程。
- 初始温度 Initial: 执行过程与平衡相似，当温度达到稳定后，程序暂停，软件会弹出一对话框。只有点击确认键，才能解除暂停，开始下一个步骤。
- 跳跃 Jump: 执行该模式会改变设置温度点。如没有设置等温时间，更改温度设置点后该步骤结束。

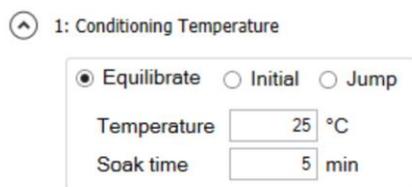


图 4-39 Unlimited 模式的温度设置

4.3.2.2 数据 Data

设置数据记录的开启和关闭。



图 4-40 Unlimited 模式的数据存储设置

4.3.2.3 湿度 Humidity

湿度条件，可用于设置特定湿度点，或湿度增量。详细设置过程见 4.4 章节。

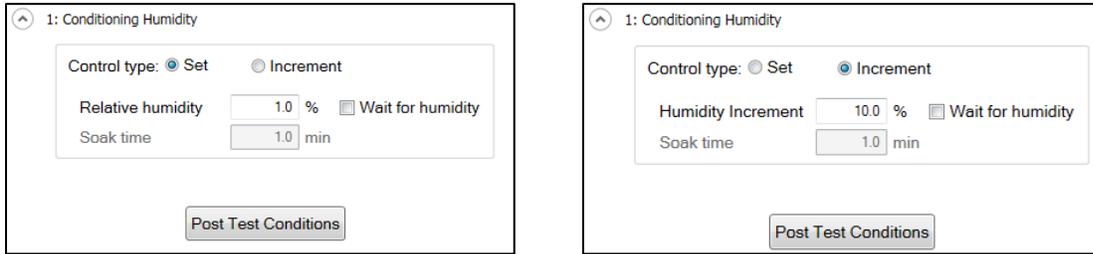


图 4-41 Unlimited 模式的湿度设置（左图：设定特定湿度点；右图：设定湿度增量）

4.3.2.4 重复 Repeat

重复前一个或几个步骤，可完全重复前一个过程，或改变温度、湿度、应力、应变等条件重复前面的过程。如图 4-42 给出了重复命令的运行逻辑。

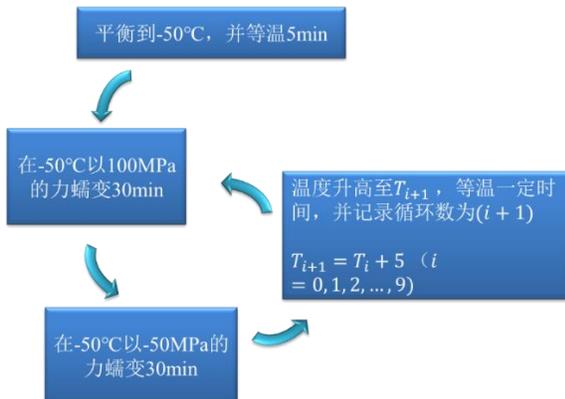
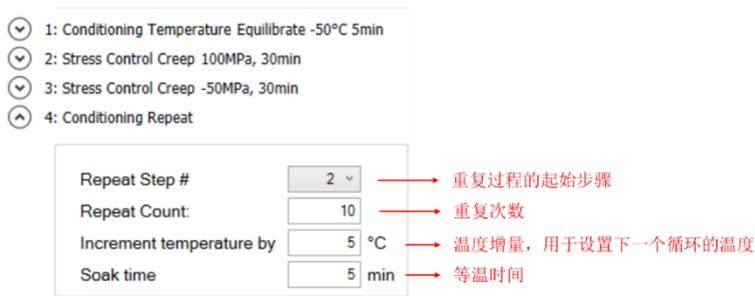


图 4-42 上: Unlimited 的重复设置; 下: 为本例中实验的执行逻辑

4.3.2.5 应力 Stress

应力条件, 可设置为某一应力 (或力), 也可输入应力增量, 或直接保持与上一个过程相同的应力。

- Equilibration criteria: 平衡条件, 当位移速率达到某一限定值 10s 后, 该条件的等温过程结束。

1: Conditioning Stress

Set Increment Maintain

Force Stress

Force N

Soak time min

Equilibration criteria

Rate μm/min

Post Test Conditions

图 4-43 Unlimited 模式的应力设置

4.3.2.6 应变 Strain

应变条件, 可设置为某一应变 (或位移), 也可输入应变增量, 或直接保持与上一个过程相同的应变。

- Equilibration criteria: 平衡条件, 当力速率达到某一限定值 10s 后, 该条件的等温过程结束。

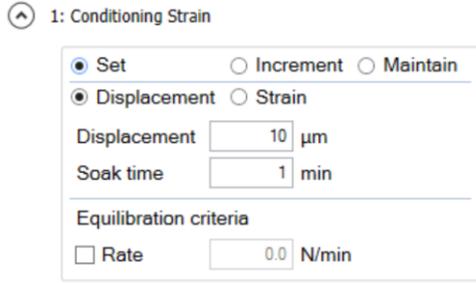


图 4-44 Unlimited 模式的应变设置

4.3.2.7 其他 Other

设置仪器在实验前或某一过程前后是否需要开启马达和机械制冷。也可更改加热方式。

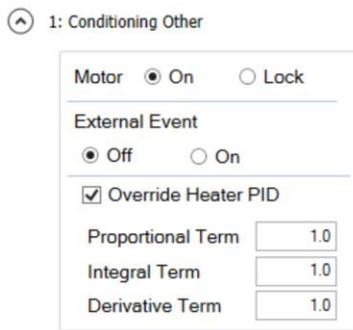


图 4-45 Unlimited 模式的制冷、马达及加热方式的设置

4.3.3 添加、删除和移动步骤 (Unlimited 模式)

TRIOS 软件 Unlimited 模式下，可新增、插入、删除程序。如图 4-46 给出了 Unlimited 模式下的各个图标的功能。

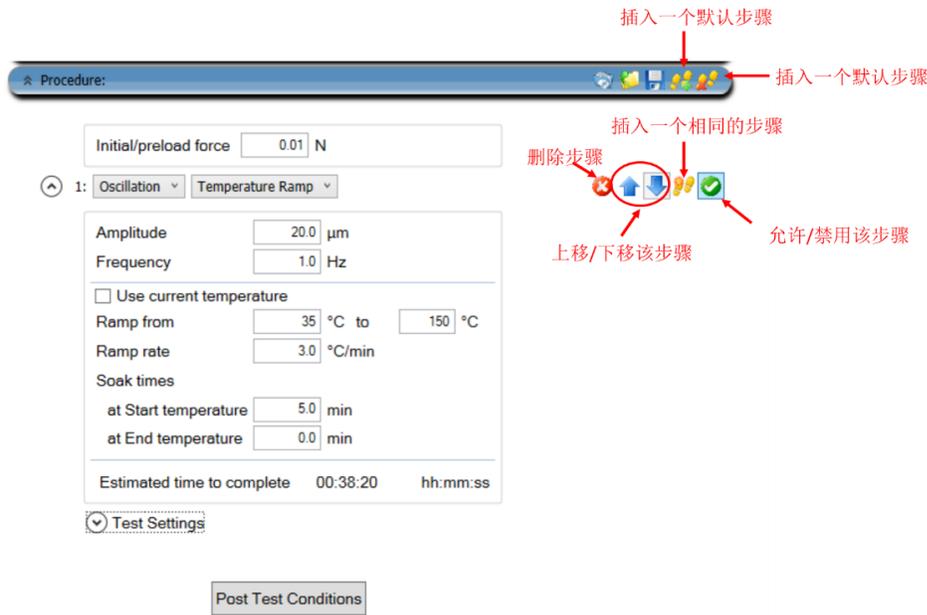


图 4-46 Unlimited 模式的应变设置

4.3.4 静态载荷

静态载荷仅在执行振荡测试的拉伸型夹具中生效。如不施加静态力，会出现样品弯曲或脱离的情况，如图 4-47 所示。此时需施加一静态载荷，确保静态力一直大于动态力，使样品一直保持竖直，或保持夹具与样品相互接触，如图 4-48 示意图所示。

静态载荷的施加有两种方法，恒定静态载荷和动态追踪。恒定静态载荷法，在整个实验过程中保持一恒定向下的静态力，其设置如图 4-48 左图所示。动态追踪法，在整个实验过程中静态力伴随着动态力而变化，两者保持一定的比例，软件设置位置及各夹具的推荐值如图 4-48 右图及表 4-4 所示。对于普通样品的振荡升温测试而言，如模量在测试范围内几乎不发生显著变化，两种方法均可使用，如高填充、高交联、高结晶等体系。而模量会发生显著变化的话，建议使用动态追踪法，防止样品在测试过程中出现过度变形。

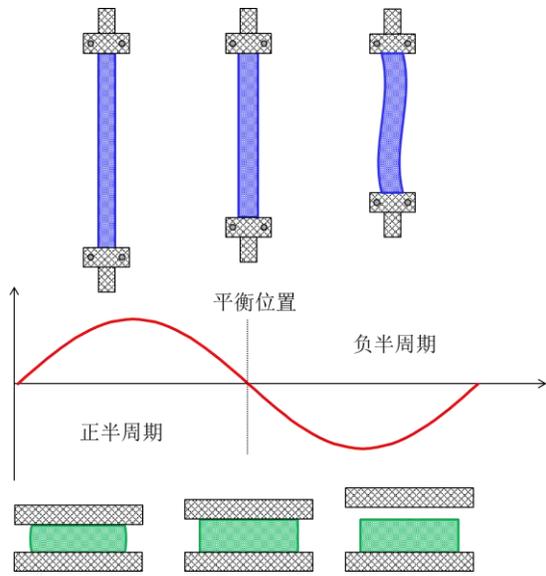


图 4-47 拉伸型夹具不施加静态力时，样品在一个周期内的变化示意图

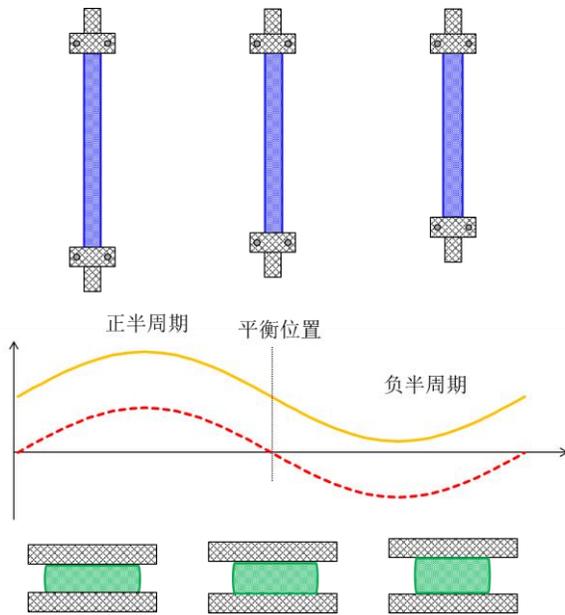


图 4-48 拉伸型夹具施加静态力后，样品在一个周期内的变化示意图

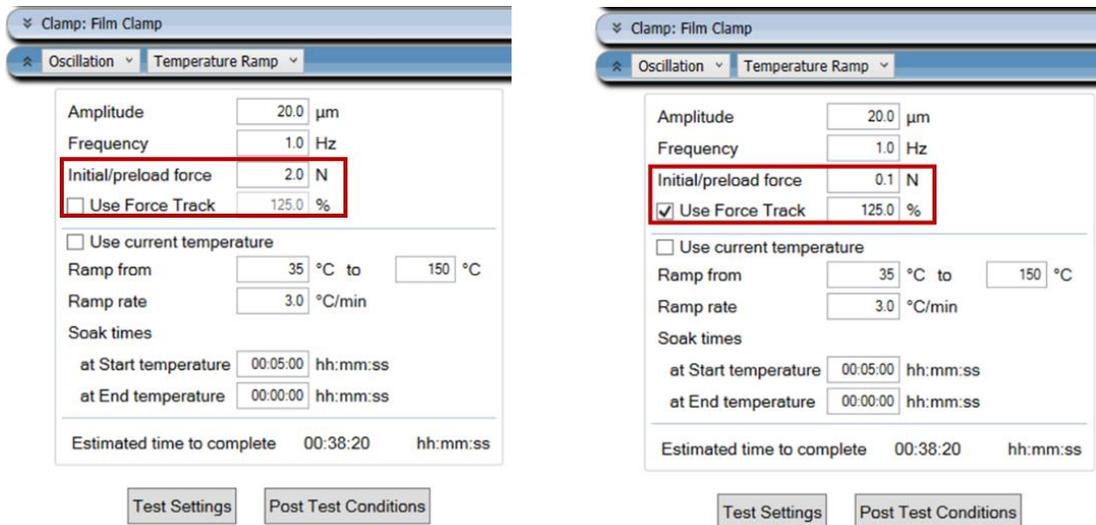


图 4-49 左：使用恒定静态力；右：使用动态追踪

表 4-4 Force Track 设定推荐值

样品及变形	预载静态载荷 (Preload)	动态追踪 (Force Track)
薄膜拉伸	0.01 N	120 – 150 %
纤维拉伸	0.001 N	120 %
压缩	0.001 – 0.01 N	125 %
热塑性样品三点弯	1 N	125 – 150 %
刚性热固性样品三点弯	1 N	150 – 200 % 可使用恒定静态力

4.3.5 真实应力/应变

拉伸和压缩夹具在执行测试时，样品的长度/厚度会不断变化。如仍使用原有尺寸进行计算，可能会影响实验结果的真实性和准确性。可在尺寸栏中勾选上【Use constant volume (true stress/strain)】选项，使实验过程中的模量计算是依据每一个温度下的长度和面积值，获得更为准确的结果。

- 注意：该选项不适用于在实验过程中体积明显改变的样品，如海绵。

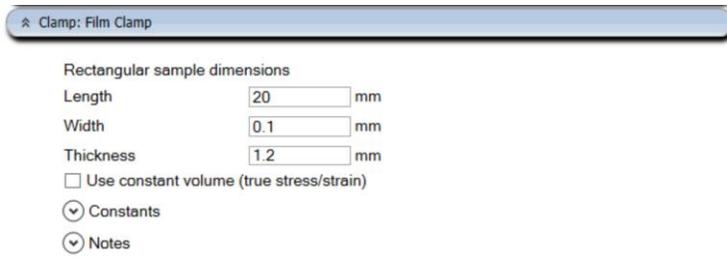


图 4-50 真实应力/应变设置

4.3.6 Test setting

修改实验条件，完善测试过程。

振荡测试设置

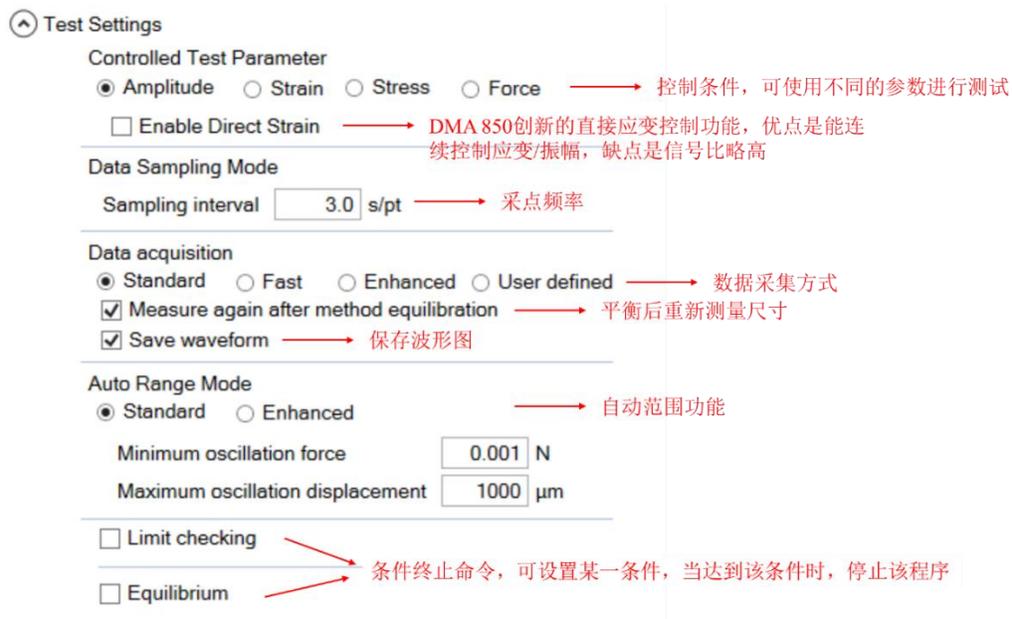


图 4-51 振荡实验测试设置

- 数据采集方式：一般地，仪器是默认先以 4 个周期进行稳定，随后采集 3 个稳定

周期的结果作为最终呈现的数据点。

- **Auto Range 模式：**用于振荡升温模式下应变控制的程序中。可设置动态力范围和位移范围。在较低温度时，仪器以设置的振幅进行控制。随着温度的升温，实现同样振幅所需的力逐渐降低，可能会超出仪器的测量范围（即振荡力可能会达到 10^{-3}N 的数量级）。此时设置合适的最小振荡力，使得样品在较高温度下切换为力控制，以最小振荡力作为控制条件。可使用标准设置或高级设置。

Auto Range Mode	
<input checked="" type="radio"/> Standard	<input type="radio"/> Enhanced
Minimum oscillation force	0.01 N
Maximum oscillation displacement	10000 μm

Auto Range Mode	
<input type="radio"/> Standard	<input checked="" type="radio"/> Enhanced
Minimum oscillation force	0.05 N
Maximum oscillation force	8 N
Minimum oscillation displacement	1 μm
Maximum oscillation displacement	10000 μm

图 4-52 Auto Range 模式

瞬态测试设置

Test Settings

Controlled Test Parameter
 Displacement Strain % \longrightarrow 控制条件，可使用不同的参数进行测试

Transient force precision
 Standard Enhanced \longrightarrow 设置测试开始前力归零的方式

Linear Sampling Mode
 points/second seconds/pt Number of points \longrightarrow 采点方式

Data acquisition
 Measure again after method equilibration \longrightarrow 平衡后重新测量尺寸
 Limit checking \longrightarrow 设置终止条件控制
 Equilibrium \longrightarrow 设置平衡条件

图 4-53 瞬态实验测试设置

- 数据采集方式

- points/second : 一秒采集的点数
- seconds/pt: 采集一个点需要的时间
- Number of points: 总点数
- 条件设置: 可设置温度、力、速度、位移、间距、应力、时间等参数作为终止和平衡的条件。

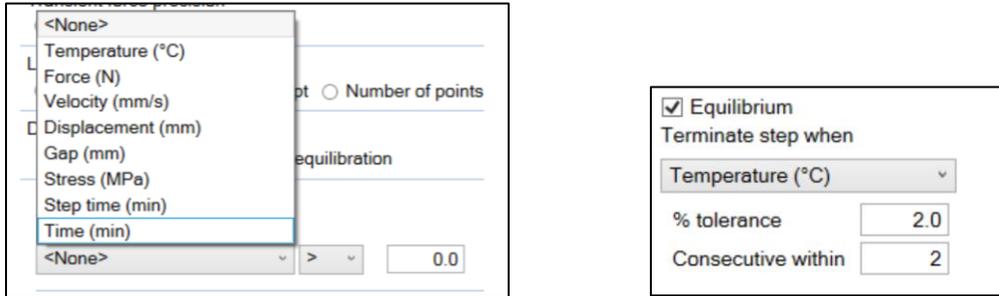


图 4-54 左: Limit Checking, 条件终止设置; 右图: 平衡参数设置

4.3.7 Post Setting

测试完成后的设置, 可设置夹具状态 (浮动、解锁或锁定) 和温度控制 (保持当前或某一待机温度)。

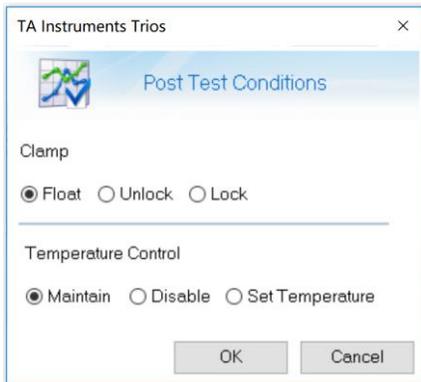


图 4-55 测试完成后设置仪器状态

4.3.8 步骤过渡时间 (Unlimited)

在 Unlimited 模式下，各个步骤的过渡时间是非常重要的。预加力、马达控制、数据采集设置都会影响过渡时间，需合理设置来降低过渡所需的时间。

瞬态模式下的过渡时间

瞬态模式下的测试，预加力保持恒定，因此不需要对预加力进行归零，样品上的力为控制力和预加力。过渡时间通常约 0.3~0.4s。

- Conditioning stress→creep transient，无需预加力归零，过渡时间小于 0.5s。
- Conditioning stress→conditioning stress，后一步骤的力会作为新的预加力，此时施加的力需稳定归零，存在时间延迟。一般过渡时间为 1~1.5s。

瞬态模式到振荡模式的过渡时间

从瞬态模式切换到振荡模式，其间的过渡时间约 3s。根据数据采集设置，第一个数据点采集还需要额外的时间。在 Direct Strain 模式下，数据通常在第一个关联循环后即可显示。在振荡应变或振荡应力控制模式下，第一个点采集下来的时间强烈依赖于频率和振荡振幅，通常 1Hz 频率下需 15~30s，且随频率降低而延长。

振荡模式间的过渡时间

振荡模式间切换的过渡时间与瞬态-振荡切换相似。如振荡频率和振荡设置相同的话，与时间相关的振荡测试会更快，如时间扫描、温度邪僻、疲劳测试等。振荡振幅允许改变，力开始以上一个测试点的刚度来施加和控制，且假定材料在线性黏弹区内。相关设置如循环数和频率也会影响时间。