



CÔNG TY TNHH SAO ĐỎ VIỆT NAM | Red Star Vietnam Co., Ltd.
17 Phạm Hùng, Cầu Giấy, Hà Nội, Việt Nam
Tel: +84-4-3556-7371 Fax: +84-4-3556-7382
E-mail: info@redstarvietnam.com URL: www.redstarvietnam.com

TÀI LIỆU HƯỚNG DẪN PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH NHIỆT

Hà Nội, 09 / 2015

MỤC LỤC

1.	Phân tích nhiệt là gì?	3
2.	Một số đường cong đặc trưng của phân tích nhiệt.....	4
3.	Phân tích nhiệt đồng thời	6
3.1.	TG (Phân tích nhiệt trọng).....	6
3.2.	Phân tích nhiệt vi sai DTA (Differential Thermal Analysis)	8
3.3.	Một số đường cong điển hình của TG-DTA	11
4.	DSC (Differential Scanning Calorimetry)	12
4.1.	Sơ đồ nguyên lý.....	12
4.1.1.	Nguyên lý của loại bù năng lượng.....	12
4.1.2.	Nguyên lý của loại dòng nhiệt	13
4.2.	Một số đường cong điển hình của kỹ thuật DSC	14
5.	Phân tích nhiệt cơ TMA	15
5.1.	Khái niệm và phân loại.....	15
5.2.	Các phương pháp đo và thông số khảo sát.....	15
5.3.	Cấu hình thiết bị	16
5.3.1.	Phương pháp tải nén.....	16
5.3.2.	Phương pháp tải kéo căng.....	19
5.3.3.	Phương pháp tải trọng đâm xuyên	20
5.4.	Một số đường cong điển hình của TMA.....	20

1. Phân tích nhiệt là gì?

Phân tích nhiệt là một nhóm các kỹ thuật phân tích trong đó các đặc trưng vật lý của mẫu hoặc sản phẩm phản ứng được đo như những hàm của nhiệt độ. Nhiệt độ của mẫu sẽ được điều khiển theo các chương trình định sẵn.

Một số tính chất đặc trưng và các kỹ thuật phân tích nhiệt tương ứng được liệt kê như bảng 1.1 dưới đây.

Đặc trưng khảo sát	Kỹ thuật phân tích nhiệt tương ứng	Tên viết tắt
Khối lượng	Thermogravimetry	TG
	Evolved gas analysis	EGA
	Temperature-programmed desorption spectrum	TDS · TPD
	Emanation thermal analysis	ETA
Nhiệt độ	Differential thermal analysis	DTA
Enthalpy	Enthalpy Differential Scanning Calorimetry	DSC
Kích thước	Thermodilatometry	
Tính chất cơ	Thermomechanical Analysis	TMA
	Dynamic Mechanical Analysis	DMA
Đặc trưng âm học	Thermoacoustic	
Đặc trưng quang học	Thermoluminescence	
Tính chất điện	Dielectric Relaxation easurement	
	Thermally Stimulated Current	TSC
Tính chất từ	Thermomagnetometry	

Bảng 1.1 Các đặc trưng vật lý được đo trong phân tích nhiệt

Các đặc trưng lý hóa thay đổi theo nhiệt độ, và dải đo của một số thiết bị phân tích nhiệt tiêu chuẩn được liệt kê trong bảng 1.2.

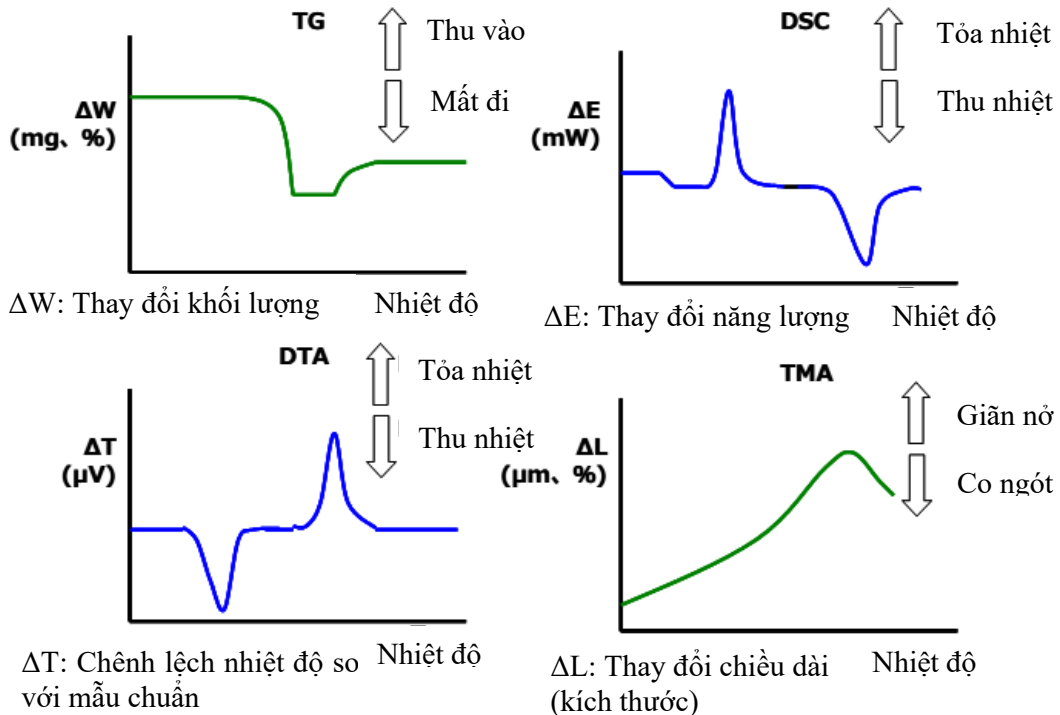
Thiết bị	Dải nhiệt độ	Các thông số điều chỉnh
TG-DTA	RT đến 1500°C	Phân hủy, ôxi hóa, xự suồng cấp, sự chuyển hóa, sự tan chảy, đông đặc, tinh thể hóa, sự mất nước, sự thăng hoa, sự bay hơi, sự hấp thụ, sự khử hấp thụ, sự tôi cứng, sự chuyển thủy tinh
DSC	-150°C đến 500 (750)°C RT đến 1500°C	Sự chuyển hóa, tan chảy, đông đặc, tinh thể hóa, chuyển thủy tinh, sự khử nước
TMA	-150°C đến 600°C RT đến 1500°C	Sự giãn nở, sự co rút, sự mềm hóa

Bảng 1.2 Các đặc trưng lý hóa thay đổi theo nhiệt độ, và dải đo của một số thiết bị phân tích nhiệt tiêu chuẩn.

2. Một số đường cong đặc trưng của phân tích nhiệt

Một số đường con đặc trưng thu được của kỹ thuật phân tích nhiệt tiêu chuẩn có dạng như hình bên dưới.

Trục Y thể hiện giá trị đo của các đặc trưng vật lý trong phân tích nhiệt, trục X là nhiệt độ (thời gian).



Các thông tin thu được từ mỗi đồ thị phân tích nhiệt được liệt kê trong bảng 2.

Kỹ thuật	Thông tin thu được
TG	Nhiệt độ ban đầu và kết thúc của sự tăng và giảm khối lượng. Khối lượng mất đi.
DTA	Phản ứng thu nhiệt và tỏa nhiệt. Nhiệt độ bắt đầu và kết thúc phản ứng.
DSC	Phản ứng thu nhiệt và tỏa nhiệt. Nhiệt độ bắt đầu và kết thúc phản ứng. Năng lượng hấp thụ và tỏa ra của phản ứng (Enthalpy).
TMA	Sự giãn nở và co ngót. Hệ số giãn nở nhiệt, nhiệt độ hóa mềm.

Bảng 2. Các thông tin thu được từ kết quả đo phân tích nhiệt.

Sự khác nhau giữa 2 kỹ thuật DTA và DSC: DSC có thể ước lượng trực tiếp nhiệt lượng hấp thụ và tỏa ra bằng cách lấy tích phân các đỉnh phổ theo thời gian. Còn DTA không thể đo trực tiếp năng lượng và giá trị tích phân đỉnh DTA chỉ tỷ lệ thuận với nhiệt lượng hấp thụ và tỏa ra của phản ứng.

Như vậy, DSC là phân tích định lượng còn DTA là phân tích định tính.

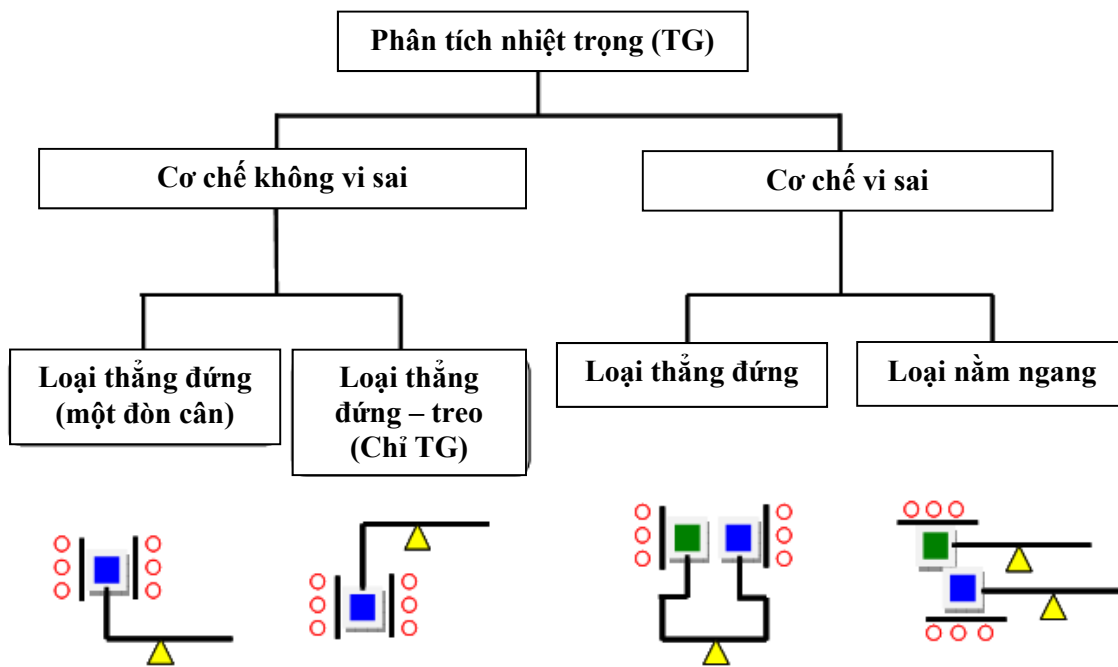
3. Phân tích nhiệt đồng thời

3.1. TG (Phân tích nhiệt trọng)

Phân tích nhiệt trọng là phương pháp phân tích trong đó sự thay đổi khối lượng của mẫu dưới sự thay đổi của nhiệt độ theo một chương trình được ghi lại như là một hàm số của nhiệt độ hoặc thời gian.

Kỹ thuật phân tích nhiệt trọng dựa trên cơ sở ghi lại liên tục sự thay đổi khối lượng của mẫu trong quá trình gia nhiệt hoặc làm lạnh, và hữu ích khi phân tích định lượng các thay đổi vật lý hoặc hóa học với sự thay đổi về khối lượng. Ví dụ các biến đổi về hóa học do sự mất nước, phân hủy, oxy hóa, và sự khử... hoặc các thay đổi vật lý như thăng hoa, bay hơi, hấp thụ và khử hấp thụ.

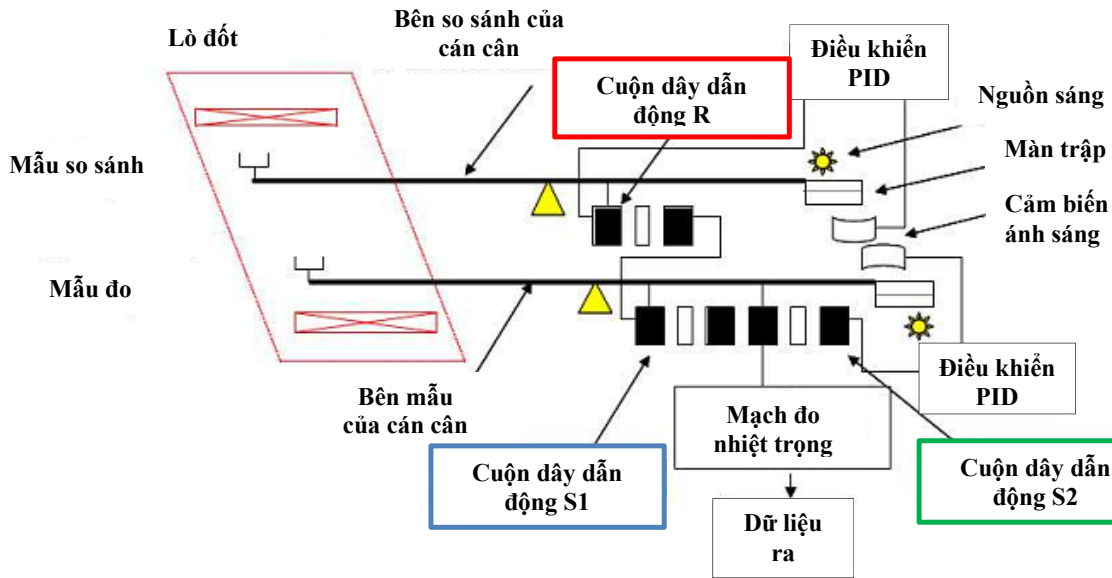
Sự đa dạng của kỹ thuật phân tích nhiệt trọng được thể hiện trong sơ đồ dưới đây.



Loại sử dụng cảm biến vi sai theo phương ngang là kỹ thuật phân tích chính thường được sử dụng vì sự trôi nhiệt do thay đổi khối lượng biểu kiến khi tăng nhiệt độ là tương đối nhỏ so với các phương pháp khác.

Hệ thống ThermoPlus EVO2 của Rigaku là một thiết bị áp dụng cảm biến vi sai theo phương ngang.

Nguyên lý của phân tích nhiệt trọng vi sai theo phương ngang được mô tả trong hình dưới đây.



Hệ thống thăng bằng bao gồm 2 đòn cân cho mẫu đo và mẫu so sánh. Điểm tựa trung tâm của hệ thống cân được đỡ bởi một đai xoắn. Trong cơ cấu đo nhiệt trọng vi sai, các đòn cân bên mẫu đo và bên mẫu so sánh chuyển động độc lập với nhau.

Mỗi đĩa cân (cho mẫu đo và mẫu so sánh) được gắn vào một đòn cân và đặt trong cùng một lò gia nhiệt bằng điện. Trong quá trình gia nhiệt, mẫu đo và mẫu so sánh được đặt trên các đĩa cân và cùng được gia nhiệt trong điều kiện môi trường giống nhau. Trên đầu đối diện của đòn cân cho mẫu phân tích có gắn một cửa trập, một cảm biến ánh sáng sẽ phát hiện ánh sáng phát ra từ nguồn sáng chiếu qua cửa trập.

Thêm vào đó, người ta lắp thêm các cuộn dây dẫn động cho đòn cân để điều khiển góc nghiêng của đòn cân và đưa chúng về trạng thái nằm ngang.

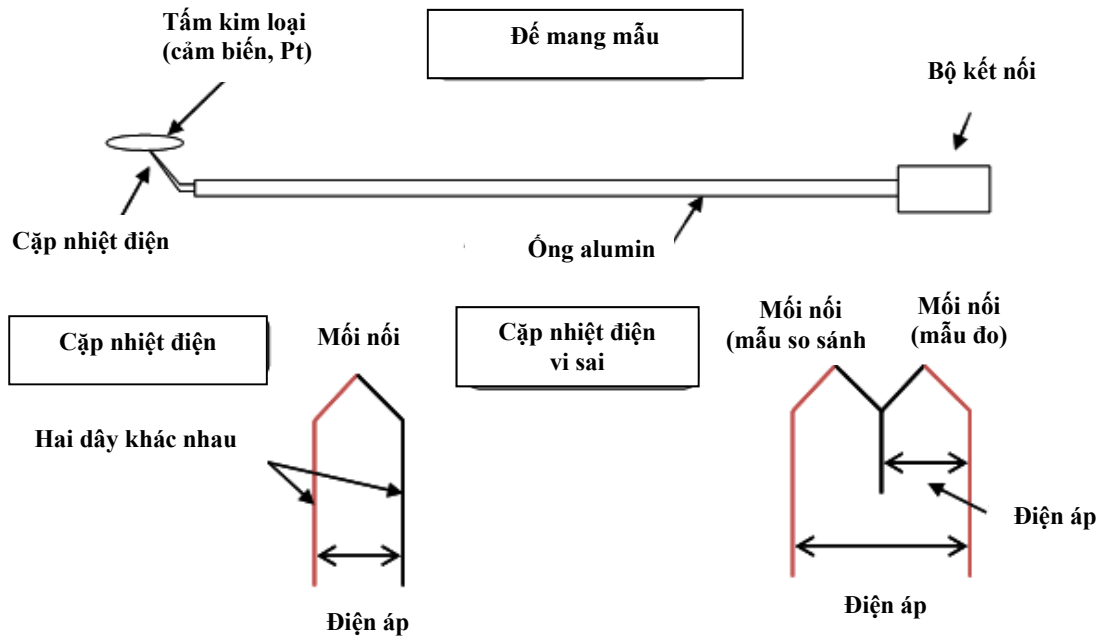
Trong quá trình gia nhiệt, thay đổi khối lượng biểu kiến diễn ra do sự thay đổi của lực nâng và dòng khí đối lưu trong lò. Mặc dù những thay đổi này tác động những lực như nhau đến cả bên mẫu so sánh và bên mẫu đo, chúng được hiệu chỉnh bởi cả hai cuộn dây dẫn động, cuộn R phát hiện giá trị hiệu chỉnh ở bên mẫu so sánh của hệ thống thăng bằng và cuộn S1 hiệu chỉnh thay đổi phát hiện bởi cuộn R ở bên mẫu đo của hệ thống cân, do đó kết quả là cấu tạo của hệ thống thăng bằng không ảnh hưởng đến sự thay đổi trọng lượng biểu kiến. Vì vậy, chỉ có sự thay đổi khối lượng của mẫu được phát hiện như là tín hiệu đo.

Trong quá trình đo, nếu khối lượng của mẫu đo thay đổi, chỉ có đòn cân chứa mẫu đo bị lệch, và màn trập gắn liền với nó sẽ di chuyển. Các cảm biến vị trí sẽ phát hiện chuyển động của màn trập và thay đổi dòng điện trong cuộn dây S2 để đưa màn trập vị trí ban đầu theo phương ngang. Dòng điện điều khiển này sẽ tỷ lệ với sự thay đổi khối lượng của mẫu phân tích, thiết bị sẽ đo và ghi lại giá trị dòng một cách liên tục, sự thay đổi của dòng sẽ tương ứng với sự thay đổi của khối lượng.

3.2. Phân tích nhiệt vi sai DTA (Differential Thermal Analysis)

Phân tích nhiệt vi sai (DTA) là kỹ thuật đo trong đó phát hiện sự chênh lệch nhiệt độ của mẫu đo và mẫu chuẩn (mẫu so sánh) để xác định các biến đổi nhiệt bên trong mẫu đang diễn ra sự thay đổi vật lý hoặc hóa học khi mẫu được gia nhiệt hoặc làm lạnh. Sự chênh lệch nhiệt độ giữa mẫu đo và mẫu chuẩn được phát hiện bởi cặp nhiệt điện đặt tại tấm đế kim loại của giá đỡ mẫu.

Sơ đồ đế mẫu và cặp nhiệt điện cho TG-DTA được trình bày như hình dưới đây.



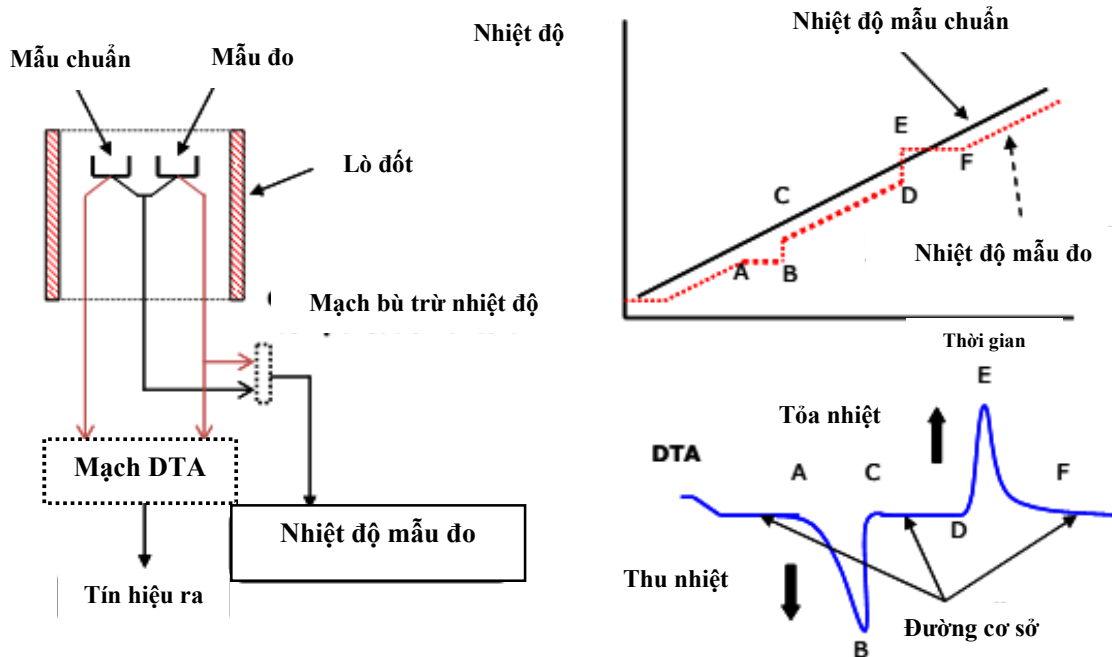
Một cặp nhiệt điện được sử dụng để đo nhiệt độ. Cấu tạo của nó bao gồm hai dây kim loại khác nhau được nối lại với nhau để tạo ra sức điện động hay điện áp thay đổi theo nhiệt độ của mối nối.

Vật liệu chế tạo dây kim loại của cặp nhiệt điện thường sử dụng platinel, Pt/Rh hay chromel-alumel, mối quan hệ giữa nhiệt độ và điện áp sinh ra của mỗi cặp nhiệt điện được biết trước. Thiết bị phân tích nhiệt trọng quét vi sai của Rigaku TG-DTA sử dụng cặp nhiệt điện Pt-Pt / Rh.

Trong thực tế, để mang mẫu được đặt trên một tấm kim loại và cặp nhiệt điện được hàn ở mặt sau của tấm kim loại. Nhiệt độ mẫu đo và mẫu chuẩn sẽ được đo bằng cặp nhiệt điện. Các thiết bị của Rigaku sử dụng cặp nhiệt điện vi sai trong đó kết nối 2 cặp nhiệt điện. Phương pháp này cho phép phát hiện sự chênh lệch nhiệt độ giữa mẫu đo và mẫu chuẩn ở mỗi điểm hàn.

Trong thực tế đo nhiệt độ, người ta đo sự chênh lệch nhiệt độ giữa nhiệt độ mỗi hàn tham chiếu (0°C), bên trong cặp nhiệt điện đã tích hợp mạch bù nhiệt độ thấp. Mạch bù có tác dụng hiệu chỉnh sự thăng giáng nhiệt độ môi trường để đảm bảo nhiệt độ tham chiếu đã cài đặt.

Nguyên lý của phương pháp DTA được trình bày như trong hình dưới đây.



Mẫu đo và mẫu chuẩn được đặt trong một môi trường nhiệt độ đồng nhất bên trong lò điện để được gia nhiệt với một tốc độ không đổi. Cặp nhiệt điện được gắn vào mặt sau của tấm kim loại. Cặp nhiệt điện vi sai cho phép đo nhiệt độ chênh lệch giữa mẫu đo và mẫu chuẩn trong khi mỗi cặp nhiệt riêng sẽ đo nhiệt độ riêng của mẫu đo và mẫu chuẩn.

Trong trường hợp không có sự hấp thụ hay tỏa nhiệt của mẫu đo trong quá trình gia nhiệt, chênh lệch nhiệt độ giữa mẫu đo và mẫu chuẩn là một hằng số, đường đặc trưng DTA thu được sẽ là một đường thẳng nằm ngang. Đường này được gọi là đường cơ sở, không có sự thay đổi về nhiệt.

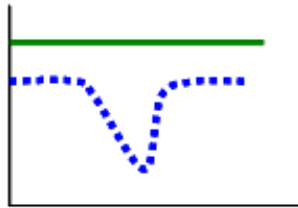
Ta hãy xét ví dụ trong đó mẫu đo hấp thụ nhiệt, một phần năng lượng nhiệt cung cấp bởi lò điện được hấp thụ do có phản ứng thu nhiệt diễn ra, nhiệt độ mẫu đo sẽ ngừng tăng (đoạn thẳng AB). Trong khi nhiệt độ của mẫu chuẩn vẫn tăng đều theo thời gian với một tốc độ không đổi đã thiết lập, do đó sự chênh lệch nhiệt độ giữa mẫu đo và mẫu chuẩn ngày càng tăng. Nhiệt độ mẫu đo lại tiếp tục tăng khi phản ứng thu nhiệt kết thúc (Đoạn BC), sự chênh lệch nhiệt độ giữa mẫu đo và mẫu chuẩn giảm. Ngược lại, nhiệt độ mẫu đo sẽ tăng thêm nếu trong mẫu xảy ra phản ứng tỏa nhiệt, chênh lệch nhiệt độ giữa mẫu đo và mẫu chuẩn ngày càng tăng, đường đặc trưng sẽ có chiều ngược lại so với trường hợp phản ứng thu nhiệt (đoạn DE).

Sự chênh lệch nhiệt độ giữa mẫu đo và mẫu chuẩn được ghi lại theo thời gian, nó được coi như đường đặc trưng DTA để khảo sát các phản ứng thu nhiệt và phản ứng tỏa nhiệt.

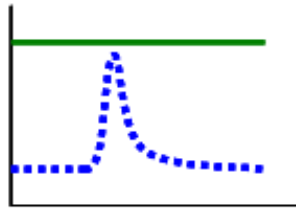
Với các vật liệu kính hoặc gốm sứ, đường cơ sở thay đổi không chỉ do phản ứng thu nhiệt/tỏa nhiệt mà còn do sự thay đổi độ dẫn nhiệt do sự thay đổi hình dạng.

3.3. Một số đường cong điển hình của TG-DTA

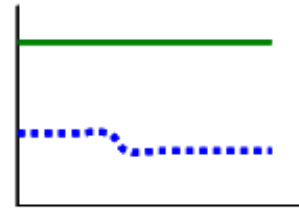
Một số đường cong điển hình của TG-DTA thu được có dạng như hình dưới đây. Đường màu xanh dương là TG đường nét đứt màu xanh lá là DTA.



**Nóng chảy,
Biến đổi cấu trúc**



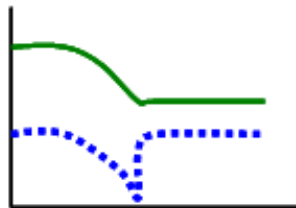
**Kết tinh,
Biến đổi cấu trúc**



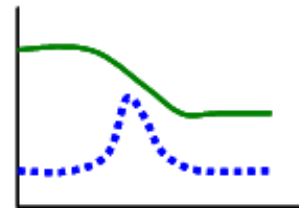
Chuyển pha thủy tinh



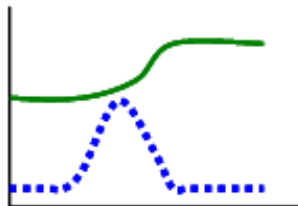
**Sự giảm phẩm chất,
Sự khử**



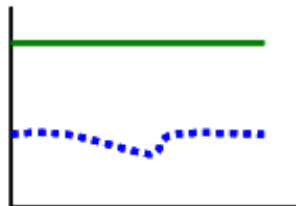
**Bay hơi,
Thăng hoa,
Khử nước**



Sự cháy



Ôxy hóa, Hấp phụ



Biến đổi từ

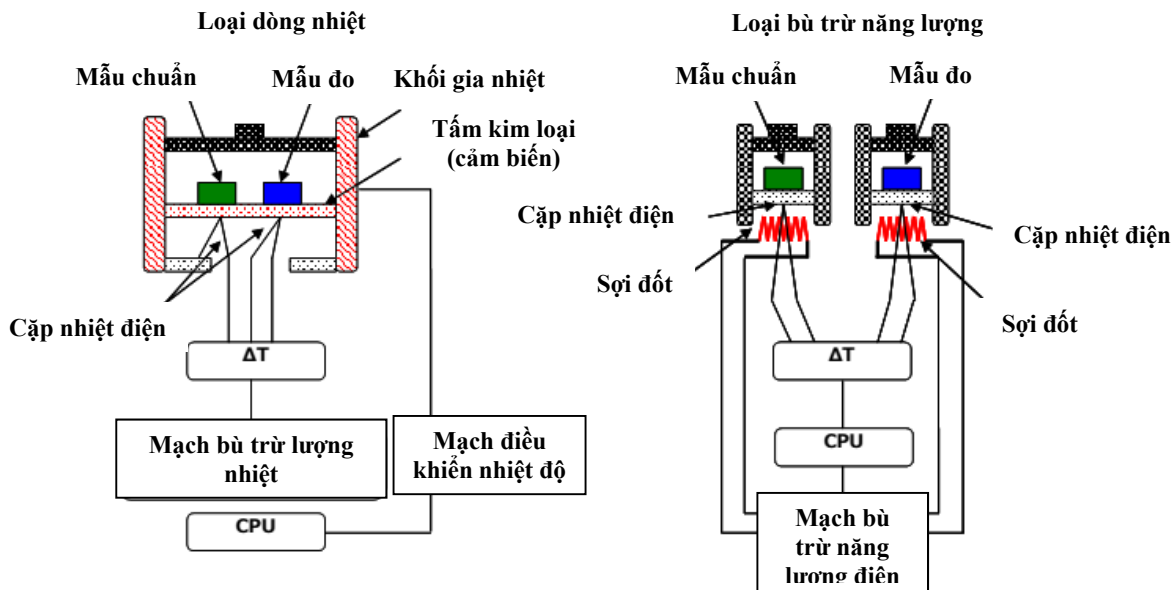
4. DSC (Differential Scanning Calorimetry)

DSC là một kỹ thuật có thể lặp lại dùng để phát hiện và định lượng sự thay đổi năng lượng khi mẫu được gia nhiệt hoặc làm lạnh. Về nguyên lý, DSC được chia thành loại dòng nhiệt và loại bù năng lượng.

Loại dòng nhiệt bắt nguồn từ kỹ thuật DTA trong đó lượng năng lượng được đo bằng định lượng DTA. Loại bù năng lượng sử dụng một thanh đốt đặt ở bên dưới mẫu để duy trì nhiệt độ không đổi. Năng lượng điện cung cấp cho thanh đốt được điều chỉnh theo nhiệt phản ứng và đây cũng chính là tín hiệu đầu ra của nhiệt lượng kế. Kỹ thuật này đo dòng điện chạy qua thanh đốt.

Loại bù trừ năng lượng được phát triển từ sớm hơn, trong khi loại dòng nhiệt được sử dụng rộng rãi trừ một số trường hợp đặc biệt.

4.1. Sơ đồ nguyên lý



4.1.1. Nguyên lý của loại bù năng lượng.

Trong kỹ thuật DSC loại bù năng lượng, nguồn nhiệt được đặt tại mặt sau của tấm kim loại dưới mỗi mẫu đo và mẫu chuẩn. Dòng điện cấp cho bộ gia nhiệt được điều khiển để tốc độ gia nhiệt không đổi cho cả mẫu đo và mẫu chuẩn.

Trong trường hợp xảy ra phản ứng thu nhiệt trong mẫu, nhiệt độ của mẫu ngừng tăng, và thanh đốt gia nhiệt cho mẫu được cung cấp dòng điện bổ sung để duy trì chênh lệch nhiệt độ giữa mẫu chuẩn và mẫu đo, ΔT , bằng không. Năng lượng phản

ứng sẽ tương ứng với nhiệt lượng Jun, và được tính thông qua điện trở của thanh đốt và cường độ dòng bổ sung.

4.1.2. Nguyên lý của loại dòng nhiệt

Về cơ bản, DSC loại dòng nhiệt phát hiện tín hiệu giống như kỹ thuật DTA. Để tăng cường định lượng năng lượng DAT, kỹ thuật này đo năng lượng bằng cách cải tiến cấu trúc của bộ dụng cụ và thực hiện hiệu chỉnh toán học.

Khi tăng nhiệt độ của khối gia nhiệt ở tốc độ không đổi, nhiệt độ mẫu chuẩn và mẫu so sánh tăng với tốc độ như nhau. Nếu trong mẫu đo xảy ra phản ứng thu nhiệt, nhiệt độ mẫu đo sẽ ngừng tăng trong khi phản ứng xảy ra. Ở đây có sự chênh lệch nhiệt độ giữa mẫu chuẩn và mẫu so sánh, ΔT , trong quá trình xảy ra phản ứng. Dòng nhiệt qua tấm kim loại và ΔT được giảm xuống, trong khi dòng nhiệt vào trên một đơn vị thời gian tỷ lệ với ΔT . Do đó, có thể đo được năng lượng phản ứng bằng cách lấy tích phân ΔT theo thời gian.

Trong quy trình đo thực tế, khi đo quá trình nóng chảy của các mẫu đã biết, hằng số thiết bị (k) xác định theo phương trình dưới đây.

$$k = \frac{S_{obs}}{H_{lit}}$$

S_{obs} : Giá trị tích phân của ΔT , đơn vị tính $\mu V \cdot sec$

H_{lit} : Giá trị lý thuyết, đơn vị tính J

Thứ nguyên của hằng số thiết bị là $(\mu V \cdot sec) / J$, chỉ ra rằng giá trị DTA tích phân trên một đơn vị nhiệt lượng. Vì vậy giá trị đo năng lượng E của mẫu được tính theo công thức sau:

$$E = \frac{S_{obs}}{k}$$

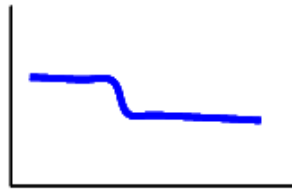
E : Giá trị năng lượng

S_{obs} : Giá trị tích phân của ΔT , đơn vị tính $\mu V \cdot sec$

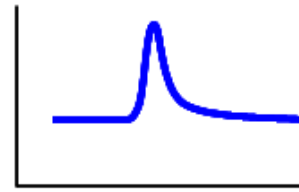
4.2. Một số đường cong điển hình của kỹ thuật DSC



**Nóng chảy,
Biến đổi cấu trúc**



Chuyển pha thủy tinh



**Kết tinh,
Ôxy hóa,
Cường hóa**



**Thăng hoa,
Khử nước**

Đỉnh phổ DSC tương ứng với đỉnh của DTA do có cùng nguyên lý, nếu với cùng một mẫu cho ra các kết quả khác nhau, thì cần phải kiểm tra lại.

5. Phân tích nhiệt cơ TMA

5.1. Khái niệm và phân loại

Phân tích nhiệt cơ (TMA) được định nghĩa là kỹ thuật trong đó mẫu đo trải qua một chương trình nhiệt độ được điều khiển để gây ra các biến đổi trong khi đặt lên mẫu một tải trọng không đổi và đo sự thay đổi hình dạng của mẫu như là một hàm của nhiệt độ. Kỹ thuật này phát hiện các thay đổi hình dạng của mẫu khi được gia nhiệt hoặc làm lạnh.

Phân tích nhiệt nở TDL là kỹ thuật phân tích nhiệt trong đó sự giãn nở hoặc co lại vì nhiệt của mẫu được đo như một hàm của nhiệt độ, mẫu đo sẽ được áp một tải trọng không đổi giúp cho kích thước của mẫu không thể thay đổi trong khoảng nhiệt độ đo. Như vậy, trong trường hợp TMA sử dụng tải nén và TDL được thực hiện dưới cùng điều kiện tải, thì 2 phương pháp sẽ trùng làm một.

Trong kỹ thuật đo TMA, người ta chia ra làm 3 ba phương pháp thực hiện khác nhau tùy theo điều kiện tải được áp dụng và thông số hình dạng cần đo: tải nén, tải kéo và tải đâm xuyên.

5.2. Các phương pháp đo và thông số khảo sát.

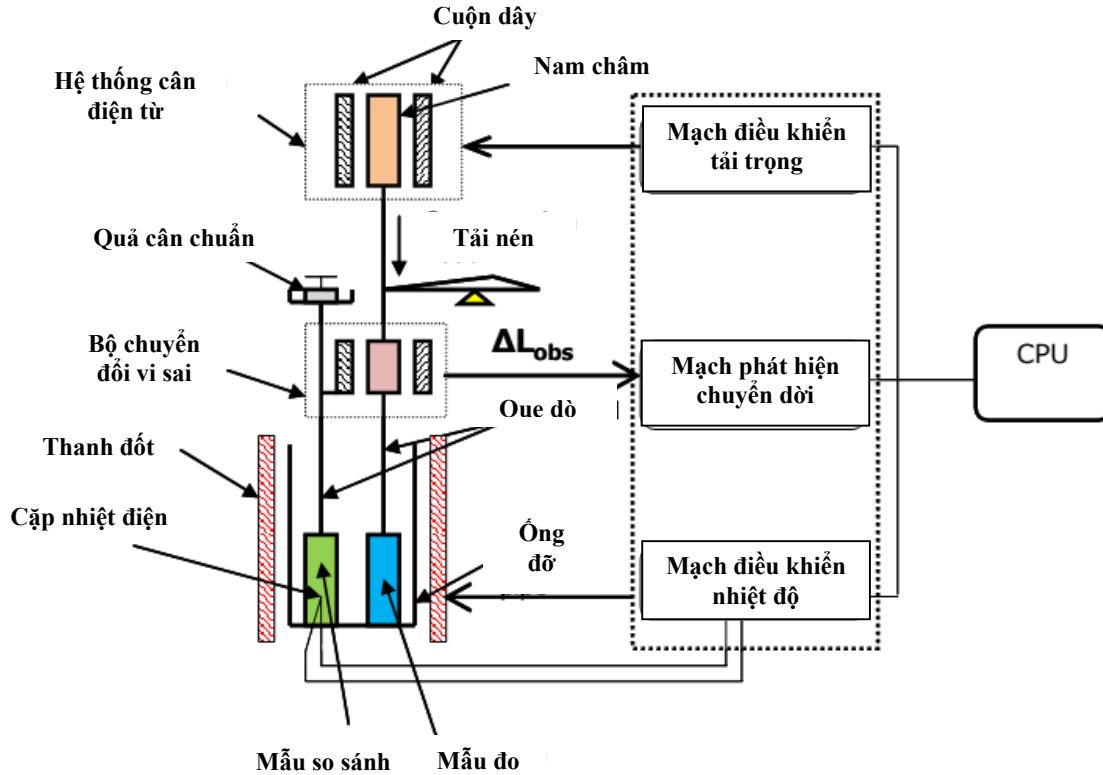
Các phương pháp đo và thông số thu được được liệt kê như bảng dưới đây.

Bảng 3. Kỹ thuật đo TMA

Phương pháp đo	Loại vật liệu	Thông số
Phương pháp tải nén	Chất rắn	Lý lẽ giãn nở/ co rút, hệ số giãn nở nhiệt. Sự chuyển thủy tinh, sự kết tinh, sự thay đổi thể tích, sự nóng chảy
Phương pháp tải kéo	Màng, bản mỏng, sợi	Lý lẽ giãn nở/ co rút, hệ số giãn nở nhiệt. Sự chuyển thủy tinh, sự kết tinh, sự nóng chảy
Phương pháp tải đâm xuyên	Tấm	Sự mềm hóa, (chuyển thủy tinh)

5.3. Cấu hình thiết bị

5.3.1. Phương pháp tải nén



Các mẫu đo được đặt trên ống đỡ. Hệ thống cân điện tử và đầu dò tải trọng được sử dụng để áp một tải cố định lên mẫu cần đo. Các mẫu đo, mẫu chuẩn và mẫu tham chiếu, được đặt trong lò một cách đối xứng. Sự sắp xếp như vậy đảm bảo sự sự gia nhiệt đồng đều cho các mẫu ở cùng một điều kiện nhiệt độ. Các cảm biến vị trí vị sai cấu tạo bao gồm các lõi và cuộn dây. Cuộn dây được liên kết tới đầu dò tải trọng của mẫu tham chiếu, còn lõi được liên kết tới cảm biến tải trọng của mẫu đo. Sự giãn nở vì nhiệt nếu có của hệ thống ống đỡ và cảm biến tải trọng sẽ không ảnh hưởng đến kết quả đo theo nguyên lý của cấu trúc đo vị sai. Tín hiệu đầu ra ở cảm biến vị sai, ΔL_{obs} , được xác định bởi phương trình dưới đây.

$$\Delta L_{obs} = \Delta L_{sample} - \Delta L_{reference}$$

ΔL_{obs} : Tín hiệu đầu ra ở cảm biến vị

ΔL_{sample} : Sự thay đổi chiều dài của mẫu đo

$\Delta L_{reference}$: Sự thay đổi chiều dài ở mẫu chuẩn

Trong quá trình phân tích, giá trị chính xác của ΔL_{sample} được xác định bởi phương trình bên dưới. $\Delta L_{reference}$ được tính toán ở nhiệt độ xác định, trong phần mềm ThermoPlus EVO2, được thực hiện bởi hiệu chỉnh tiêu chuẩn.

$$\Delta L_{sample} = \Delta L_{obs} + \Delta L_{reference}$$

Về mặt nguyên lý, hệ thống có thể bỏ qua sự giãn nở của hệ thống ống đỡ và cảm biến tải trọng được gọi là phương pháp đo giãn nở vi sai. Phương pháp này được sử dụng để đo chính xác chiều dài giãn nở một cách chính xác kể cả trong trường hợp các mẫu có độ giãn nở nhỏ. Ở đây, hệ số giãn nở được tính toán theo công thức

$$\frac{\Delta L_{sample}}{L_0}$$

L_0 : Chiều dài mẫu đo tại nhiệt độ phòng (nhiệt độ tham chiếu)

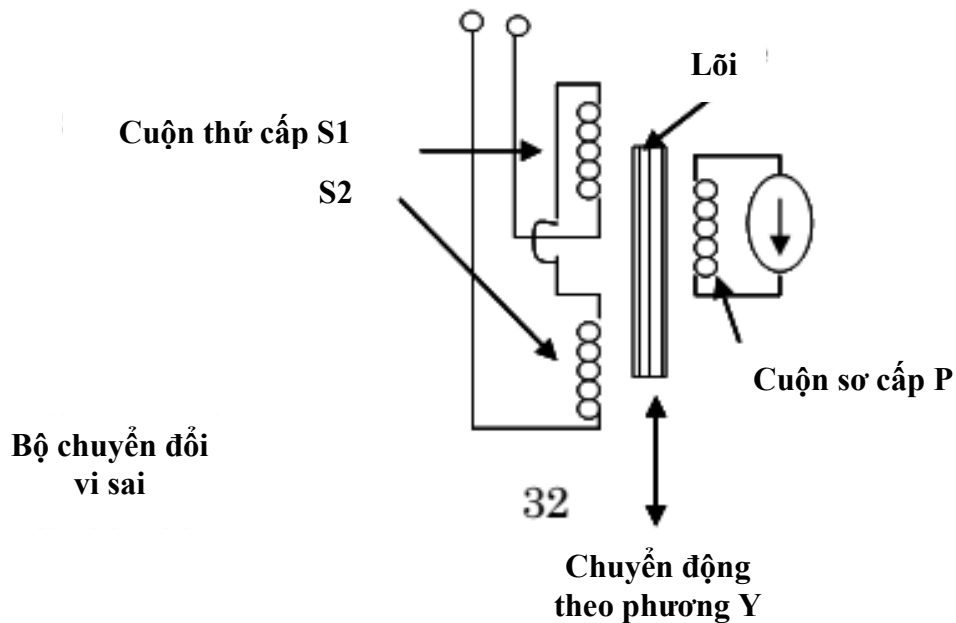
Hệ số giãn nở nhiệt, CTE, được tính toán bởi phương trình dưới đây. CTE là hệ số giãn nở trên một đơn vị nhiệt độ theo dải nhiệt độ trong máy tính.

$$CTE = \frac{1}{L_0} \times \frac{\Delta L_{sample}}{T_1 - T_0}$$

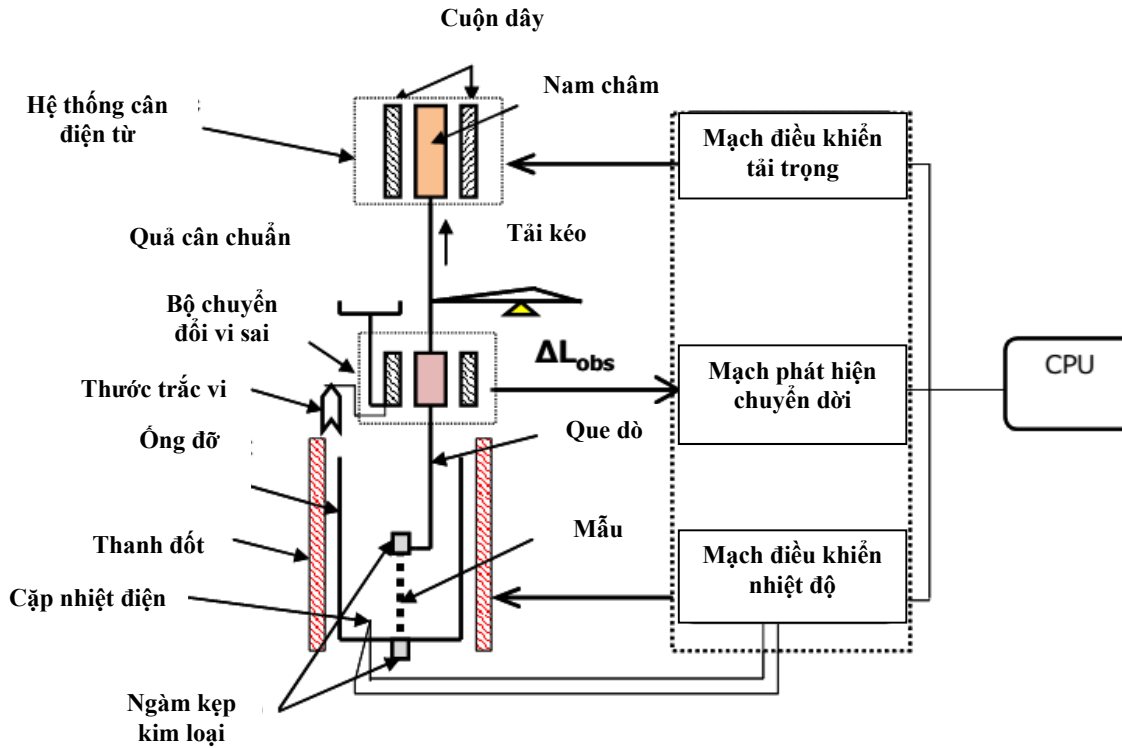
Tham khảo

Một bộ cảm biến vị sai được sử dụng như một cảm biến phát hiện chuyển dời. Cấu tạo bao gồm 1 cuộn sơ cấp, 2 cuộn thứ cấp và một lõi. Từ thông từ cuộn sơ cấp đi xuyên qua các cuộn thứ cấp.

Khi lõi ở vị trí trung tâm, điện áp ở hai cuộn thứ cấp của cảm biến vị trí là bằng nhau, nhưng do 2 cuộn được mắc ngược chiều lên điện áp tổng ở đầu ra của cảm biến là bằng không. Nếu lõi cảm biến lệch khỏi vị trí trung tâm, điện thế trên một cuộn thứ cấp sẽ tăng, trong khi điện thế trên cuộn thứ cấp còn lại bị giảm, tín hiệu đầu ra đó chính là sự chuyển dời vị trí. Do đó, cơ cấu này có tác dụng như một cảm biến vị trí cho các chuyển động tuyến tính trên trục Y.



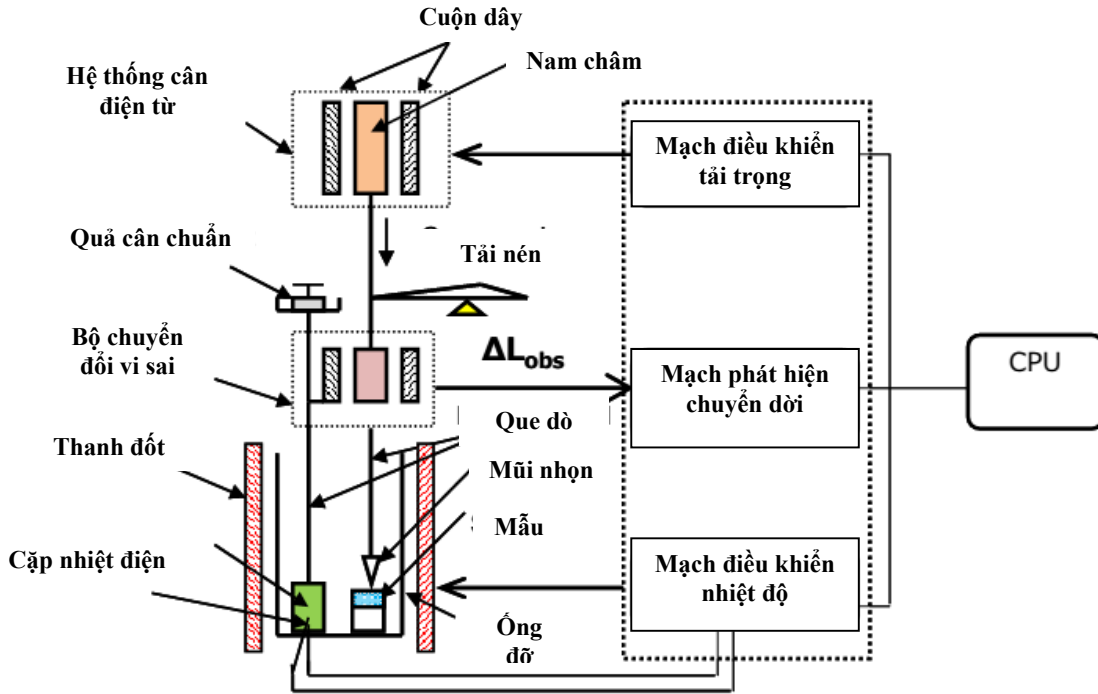
5.3.2. Phương pháp tải kéo căng



Phương pháp này được áp dụng cho các mẫu đo dạng màng, bản mỏng hoặc sợi. Mẫu phân tích được đặt trong 2 ngàm kẹp kim loại và được kéo căng bởi hệ thống ống đỡ và cảm biến tải trọng.

Ở đây có sự khác biệt giữa phương pháp tải kéo căng và phương pháp tải nén. Chỉ có một que dò và lõi kết nối với bộ chuyển đổi vi sai. Cuộn dây được cố định bởi một thước trắc vi. Vì vậy, phương pháp tải kéo căng sử dụng nguyên lý giãn nở đơn, trong đó sự thay đổi chiều dài của mẫu phân tích được đo bằng một cảm biến tải trọng. Phương pháp này được áp dụng đối với các mẫu có hệ số giãn nở tương đối lớn.

5.3.3. Phương pháp tải trọng đâm xuyên

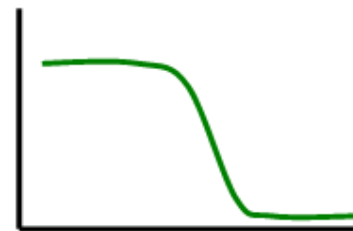


Phương pháp này sử dụng với các mẫu màng, bản mỏng hoặc mẫu có dạng khối. Một mũi nhọn được sử dụng để đâm vào mẫu với một lực tải không đổi. Phương pháp tải trọng đâm xuyên được sử dụng để đo nhiệt độ mềm hóa, và sự co rút do mềm hóa. Có ba loại mũi nhọn được sử dụng: Loại mũi hình côn, và 2 loại phẳng (0.5mm và 1 mm) các mũi được chọn tùy theo độ mềm của mẫu đo. So với phương pháp tải trọng nén và tải trọng kéo căng, phương pháp tải trọng đâm xuyên tạo ra tải trọng trên một đơn vị di diện tích lớn hơn rất nhiều.

5.4. Một số đường cong điển hình của TMA.



Sự chuyển pha thủy tinh



**Sự chảy dẻo
Sự nung kết**