

有色金属行业计量技术规范项目建议书

建议项目名称	动态热机械分析仪校准规范		
制定或修订	■制定    □修订	被修订计量技术规范号	/
计量技术规范性质	□检定规程 ■技术规范	计量技术规范类别	□重点 ■基础
主要起草单位	国标（北京）检验认证有限公司		
联系人	王晶晶	联系电话	17736517689
任务年限	2 年	申请经费	5 万元
参加单位	北京航空航天大学分析测试中心、北京科技大学高效轧制与智能制造国家工程研究中心、中国商用飞机有限责任公司北京民用飞机技术研究中心		
目的、意义和必要性	<p>随着现代工业的发展，特别是在武器装备、汽车制造业和航空航天等高科技领域，对材料性能的要求日益严格。动态热机械分析仪（DMA）作为测试材料阻尼性能和动态力学性能的关键设备，其测量结果的准确性直接关系到产品质量和安全性。然而，目前国内尚无统一的动态热机械分析仪校准规范，导致各实验室和企业在使用 DMA 时缺乏统一的校准标准，测试结果的可比性和可靠性受到严重影响。因此，制定《动态热机械分析仪校准规范》旨在填补这一空白，提供统一的校准程序和技术指标，确保 DMA 测量结果的准确性和一致性。</p> <p>然而，由于 DMA 设备体积较小，高温炉空间有限，常规的通过热电偶校准炉温的方法难以实现。此外，DMA 实验过程中施加的力值较小，因此对力值的精确测量也十分重要。目前，国内尚无动态热机械分析仪的校准规程或规范等指导性文件用于评定力、位移和温度等的示值误差和确保测量值准确。因此，有必要制定《动态热机械分析仪校准规范》，为指导并有效开展对 DMA 的校准工作提供详细的校准程序及技术指标，保证量值的准确。</p> <p>通过制定《动态热机械分析仪校准规范》，提高在武器装备、汽车、航空航天等领域材料性能测试的准确性，从而增强产品的安全性和可靠性，保障行业安全；同时，规范将促进材料的优化选择和使用，减少资源浪费和环境污染，为环保材料的选择提供科学依据，助力绿色制造和可持续发展；此外，规范的制定还将推动材料测试技术的标准化和规范化，促进相关产业的升级和发展，具有重要的行业和社会价值。</p> <p>该项目的先进性和亮点在于其自主创新性和全面覆盖性，填补了国内 DMA 校准规范的空白，并注重实用性和可操作性。其社会效益显著，能提高 DMA 测量结果的准确性和可比性，促进材料测试技术的标准化和规范化，降低校准成本，提高工作效率。此外，该规范具有广阔的推广应用前景，将在高科技领域和</p>		

	<p>相关学科中发挥重要作用，特别是在绿色制造和环保材料选择方面，为可持续发展提供有力支持。</p> <p>目前国内尚无针对动态热机械分析仪的专门校准规程或规范，仅在部分测试方法标准中提及了相关校准和校验内容，但缺乏统一性和规范性。在国际上，虽然存在一些与 DMA 相关的温度校准规范（如 ASTM E1867-22）和测试方法标准（如 ASTM E2425-21、ASTM E2254-24 等），但这些标准主要侧重于温度校准和特定材料的测试方法，尚未形成全面的 DMA 校准规范。此外，ISO 等国际标准组织也尚未制定 DMA 的校准规范。</p> <p>综上所述，本项目制定的《动态热机械分析仪校准规范》将填补国内外在该领域的空白，具有重要的创新性和实用性。</p>
产业链应用	<p>本规范可用于新能源汽车、锂电池和光伏、民用大飞机等产业链。动态热机械分析仪（Dynamic Mechanical Analysis，简称 DMA）是近些年发展起来的金属材料阻尼测试仪。随着现代工业的发展，特别是在武器装备、汽车制造业和航空航天等高科技领域，对材料性能的要求日益严格。DMA 作为测试材料阻尼性能和动态力学性能的关键设备，其测量结果的准确性直接关系到产品质量和安全性。然而，目前国内尚无统一的动态热机械分析仪校准规范，导致各实验室和企业在使用 DMA 时缺乏统一的校准标准，测试结果的可比性和可靠性受到严重影响。DMA 作为一种先进的材料测试技术，在多个产业链中发挥着至关重要的作用，特别是在新能源汽车、锂电池和光伏、民用大飞机等领域。</p> <p>1、新能源汽车产业链</p> <p>镁合金应用：新能源汽车对轻量化材料的需求日益增长，镁合金作为轻质高强度的金属材料，在车身结构、电池包外壳等方面具有广泛应用。DMA 测试能够准确评估镁合金在高温、高压等复杂环境下的模量、阻尼等性能，为新能源汽车的轻量化设计提供数据支持。</p> <p>电池材料研究：锂电池是新能源汽车的核心部件，其电极材料、隔膜等组件的性能直接影响电池的安全性和寿命。DMA 测试可以用于研究电池材料在不同温度下的力学性能和阻尼特性，为电池材料的研发和优化提供依据。</p> <p>2、锂电池和光伏产业链</p> <p>光伏材料：在光伏产业中，DMA 测试可以用于研究光伏材料（如硅基材料、薄膜材料等）的力学性能和热稳定性，帮助优化光伏组件的设计，提高光伏系统的效率和可靠性。</p> <p>锂电池封装材料：锂电池的封装材料需要具备良好的密封性和耐热性。DMA 测试可以评估封装材料在不同温度下的力学性能和阻尼变化，确保锂电池在长期使用过程中的安全性和稳定性。</p> <p>3、民用大飞机产业链</p> <p>结构材料：民用大飞机对结构材料的要求极高，需要具备良好的力学性能、耐腐蚀性和耐疲劳性。DMA 测试可以用于研究镁合金、高熵合金等新型金属材料在飞机结构中的应用，评估其在不同温度和频率下的刚度和阻尼变化，为飞机的设计和制造提供</p>

	<p>科学依据。</p> <p>阻尼材料：大飞机在飞行过程中会产生振动和噪音，阻尼材料的使用可以有效减少这些不良影响。DMA 测试可以评估阻尼材料的性能，为飞机的振动和噪音控制提供数据支持。</p>
范围和主要 计量特性	<p>1、本规范适用于行业动态热机械分析仪的温度、力值和位移的校准，温度范围为-100℃~300℃。</p> <p>2、计量技术规范主要计量特性的技术指标</p> <p>DMA 为力控制型动态力学分析设备，其结果是通过刚度（Stiffness）和结构因子（Geometry Factor）来获得的。</p> $E/G=S \times GF$ $S=Force/Displacement$ <p>刚度通过力与位移的比值计算得出。因此对力和位移数值的精确测量是确保测试结果精度的重要前提。此外，在动态力学分析中，温度传感器在试样附近的大气中自由浮动。在温度编程条件下，试样周围气氛以高达 5℃/min 的速度加热或冷却，试样的温度可能领先或滞后于附近的温度传感器。DMA 为材料粘弹性随温度和频率的变化提供了一种量化方法。在大多数情况下，量化的结果是所研究的转变的温度。因此，必须通过调整表观温度标度来精确校准所有 DMA 热曲线的温度轴（横坐标），以匹配感兴趣温度范围内的实际温度。</p> <p>其主要计量特性包括：</p> <p>(1) 试验力示值误差：≤±1%</p> <p>(2) 试验力测量重复性：≤±1%</p> <p>(3) 位移示值误差：≤±1%</p> <p>(4) 位移测量重复性：≤±1%</p> <p>(5) 温度示值误差：≤±3℃</p> <p>3、主要测量标准的技术指标</p> <p>动态热机械分析仪主要用于表征材料在一定温度、环境以及机械刺激（应力/应变）下的黏弹力学性能，常规可以得到：储能模量、损耗模量、应力、应变、振幅、频率、温度、时间和损耗因子等，可以研究应力松弛、玻璃化温度和次级松弛等技术指标。</p> <p>4. 简要描述主要计量项目的技术原理</p> <p>DMA 工作原理如图 1 所示，将待测样品夹持在加热炉内的夹具上，驱动马达通过夹具对样品施加周期性变化的力。同时位于驱动轴上的位移传感器测量样品随施加所产生的周期性变形及滞后的时间或相位。从而通过相应的物理学公式计算得到材料相应的特性参数，进而来表征材料的阻尼性能。使用这种设备，可以便捷地得到相位角的频率-阻尼关系、温度-阻尼关系和振幅-阻尼关系，并且可以同时改变两个参数，从而模拟在实际工况中材料的变化趋势。</p>

(b)

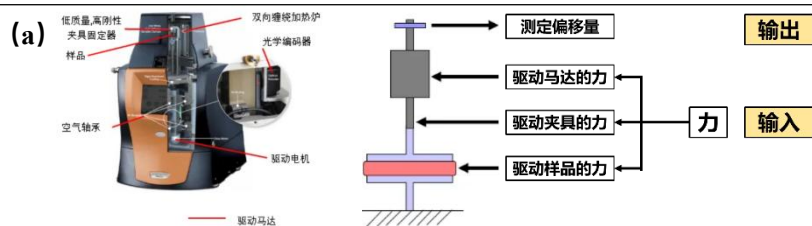


图 1 DMA 工作原理示意图

如图 2 所示，DMA 主要由机架、驱动单元、加热装置、致冷装置、形变测量装置、记录装置、温度程序控制装置等组成：

(1) 驱动马达：非接触式电机，可提供 0.1 mN 至 18N 的连续力控制，精密的电子原件控制，瞬态响应的速率显著提高，阶跃响应的速率提高到 50ms，应力控制准确度高。

(2) 无摩擦低柔量的空气轴承，确保优异的力控制灵敏度和准确度，实现动态应变范围达到 0.5 nm~10 mm，最大静态应变达到 25mm。同时满足于各种动态和静态测试；

(3) 加热装置：为程序控制系统，最高温达 600℃，恒温稳定性为 0.1℃；

(4) 致冷装置：最低可达-150℃；

(5) 形变测量装置：独特的光学编码器技术，可在 25mm 的连续运动范围内提供 0.1nm 的分辨率，实现最终测试的多功能性。

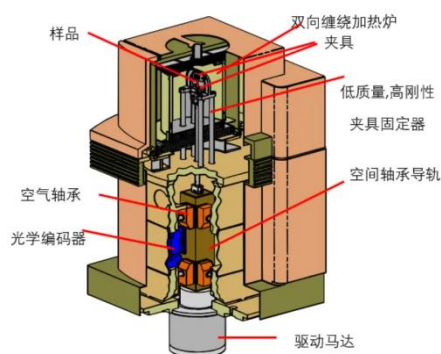


图 2 DMA 结构示意图

综上，需要对力值、位移、温度等计量特性进行校准。对于力值的计量，主要通过测力仪对装置力值进行校准；对于位移的计量，主要通过移动夹具的工作范围内任意位置选择最大位移的 1%和 50%两个测量范围进行检定，每个测量范围检定 3 次。温度的计量是通过使用低导热性材料将校准试样(及其一阶过渡)与其机械支撑和周围大气分离来实现的。温度传感器和试样之间的热滞后被确定为加热速率的函数。然后，该值用于在等温环境条件下校准后调整指示温度。

水平	□国际先进      ■国内先进
----	------------------

国内外情况 简要说明	<b>1.动态热机械分析仪国内外生产企业</b>			
	热膨胀仪生产企业包括德国耐驰、德国林赛斯、美国 TA、日立、梅特勒-托利多、安东帕、珀金埃尔默、凯璞科技等仪器厂家。以上企业生产的 DMA 设备工作原理相同，其中应用较多的耐驰、TA 及梅特勒三家公司的 DMA 设备具体性能参数情况如表 1 所示。			
	表 1 DMA 仪器情况对比			
	性能参数	耐驰 DMA 242E	TA DMA 850	梅特勒 DMA 1
	温度范围	-170℃～600℃	-160℃～600℃	-190℃～600℃
	温度分辨率	0.2℃	0.5℃	0.1℃
	力值范围	0~24N	0~18N	±0.001~±10N
	力值分辨率	最小 0.0006N	最小 0.00001N	最小 0.00025N
	频率范围	0.01~100Hz	0.001~200Hz	0.001~300Hz
	模量范围	10 <sup>-3</sup> ~10 <sup>6</sup> MPa	10 <sup>3</sup> ~3*10 <sup>12</sup> Pa	10 <sup>3</sup> ~10 <sup>12</sup> Pa
	tanδ范围	0.005~100	0.001~50	0.0001~50
	形变范围	最大 20mm	最大 10mm	最大 1mm
综上，耐驰 DMA 242E 为方式炉体，密封性好，但频率范围为规定档位，非连续可调；TA DMA 850 采用空气轴承，摩擦影响小，并且采用光学编码器，对位移的测量更准确。				
<b>2.动态热机械分析仪校准规范研制情况及存在问题</b>				
2.1 国外标准情况				
目前，国外与 DMA 相关的温度校准规范为《E1867 – 22 Standard Test Methods for Temperature Calibration of Dynamic Mechanical Analyzers》，该方法开发了一个方程，用于实验观察到的程序或传感器温度与参考材料已知熔融或玻璃化转变的实际熔融温度的线性相关性，通过纵坐标信号（表观储能模量、应力、逆应变或探头位置）的快速减小来识别外推的熔化开始。标准《ASTM E2425-21 Standard Test Method for Loss Modulus Conformance of Dynamic Mechanical Analyzers》和《ASTM E2254-24 Standard Test Method for Storage Modulus Calibration of Dynamic Mechanical Analyzers》中则主要通过将 DMA 确定的弹性参考材料的损耗模量/储能模量信号与该参考材料的报告损耗模量/储能模量进行比较。由此得出的线性关系用于将实验中损耗模量/储能模量信号与参考材料的报告值相关联。				
此外，国际标准中还有一些 DMA 在高分子材料中的测试方法标准，具体如表 2 所示。				
表 2 DMA 测试 ASTM 与 ISO 标准				
ASTM D4065-20	Standard Practice for Plastics: Dynamic mechanical properties: Determination and Report of Procedures			
ASTM D5023-15	Standard Test Method for Plastics: Dynamic mechanical properties: In Flexure (Three-point Bending)			

	ASTM D5024-15	Standard Test Method for Plastics: Dynamic mechanical properties: In Compression			
	ASTM D5026-15	Standard Test Method for Plastics: Dynamic mechanical properties: In Tension			
	D5279	Test Method for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: In Torsion			
	ASTM D5418-15	Standard Test Method for Plastics: Dynamic mechanical properties: In Flexure (Dual Cantilever Beam)			
	ASTM D7028-07(2015)	Standard Test Method for Glass Transition Temperature (DMA Tg) of Polymer Matrix Composites by Dynamic Mechanical Analysis (DMA)			
	ASTM E1640-18	Standard Test Method for Assignment of Glass Transition Temperature By Dynamic Mechanical Analysis			
	ISO 6721-1	Plastics-Determination of Dynamic Mechanical Properties, Part 1, General Principles			
	2.2 国内标准情况				
	目前国内尚无针对该仪器的相关检定规程或校准规范较少，在设备检定校准中通常采用测试方法标准中相关校准和校验部分的内容和要求进行检定。与 DMA 相关的分析测试方法如表 3 所示。				
	表 3 国内现有 DMA 测试方法标准				
	GB/T 33061.11-2022	塑料 动态力学性能的测定 第 11 部分: 玻璃化转变温度			
	GB/T 33061.6-2023	塑料 动态力学性能的测定 第 6 部分: 非共振剪切振动法			
	GB/T 33061.5-2023	塑料 动态力学性能的测定 第 5 部分: 非共振弯曲振动法			
	GB/T 33061.7-2023	塑料 动态力学性能的测定 第 7 部分: 非共振扭转振动法			
	GB/T 33061.4-2023	塑料 动态力学性能的测定 第 4 部分: 非共振拉伸振动法			
	GB/T 40396-2021	聚合物基复合材料玻璃化转变温度试验方法 动态力学分析法 (DMA)			
推荐意见		该规范规定了动态热机械分析仪的计量特性，技术先进，同意推荐。			
主要起草单位	(签字、盖章) 月 日	计量委员会	(盖公章) 月 日	部委托支撑单位	(签字、盖章) 月 日