

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

G01N 21/25 (2006.01)

G01N 3/08 (2006.01)

G01B 11/00 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200710063739.7

[45] 授权公告日 2009年8月26日

[11] 授权公告号 CN 100533121C

[22] 申请日 2007.2.8

[21] 申请号 200710063739.7

[73] 专利权人 中国科学院化学研究所

地址 100080 北京市海淀区中关村北一街
2号

[72] 发明人 张秀芹 向前 谢保全 孔磊
董侠 赵莹 周勇 刘学新
韩志超 王笃金

[56] 参考文献

JP64-85735A 1989.3.30

CN201004051Y 2008.1.9

CN2192033Y 1995.3.15

审查员 胡江海

[74] 专利代理机构 上海智信专利代理有限公司

代理人 李柏

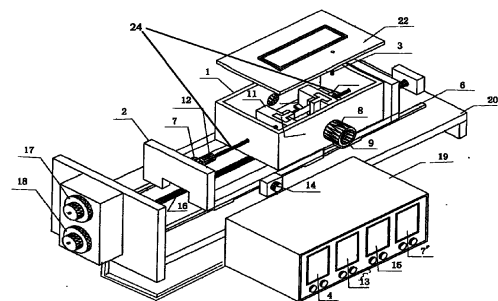
权利要求书2页 说明书8页 附图5页

[54] 发明名称

用在红外光谱仪上的微型拉伸仪

[57] 摘要

本发明涉及对纤维材料和薄膜材料在不同温度和拉伸状态下进行红外光谱测试时使用的红外光谱仪上的微型拉伸仪。本发明是在一底座上安装内部带有耐高温直线导轨和样品夹具的加热室、带有直线位移数显尺的直线导轨，并且在直线导轨上安装带有穿入加热室内，与样品夹具座相连接的推拉杆的等速双向拉伸机构，以及一穿过等速双向拉伸机构底部，并与固定在等速双向拉伸机构的两块底板底部上的带有螺扣的固定块的螺扣相吻合的双向螺杆；双向螺杆通过与快速移动机构及减速机的轴套连接，并通过温度控制装置、直线运动速度控制-显示装置、直线位移控制显示装置、应力传感器显示装置的控制，在实现对样品的加热保温-恒温的同时对样品进行拉伸。



1. 一种用在红外光谱仪上的微型拉伸仪，由加热室、等速双向拉伸机构、温度传感器、温度控制-显示装置、加热室内耐高温直线导轨、加热室外直线导轨、应力传感器、应力传感器显示装置、盐片、样品夹具、夹具座、隔热柱、直线运动速度控制-显示装置、直线位移数显尺、直线位移控制-显示装置、双向螺杆、电机减速驱动装置、快速移动机构、电控箱、底板、推拉杆和减速机构成；其特征是：

一加热室和带有直线位移数显尺的直线导轨固定在一底座上，且直线导轨位于加热室下方；在加热室下方的直线导轨上有等速双向拉伸机构的两块底板，一穿过等速双向拉伸机构两块底板底部的双向螺杆的一端置于底座上的双向螺杆固定装置中，另一端穿过一减速机的轴套直接与快速移动机构连接，一电机减速驱动装置通过齿轮与减速机的齿轮相连接，且双向螺杆分别穿过固定在等速双向拉伸机构的两块底板底部上的带有螺扣的固定块，并且双向螺杆上的螺纹与固定块上的螺扣相吻合；

所述的等速双向拉伸机构的一底板垂直连接有一安装推拉杆的挡板，该推拉杆的一端上安装有隔热柱，隔热柱与应力传感器相连，该推拉杆的另一端穿入加热室中，并与加热室中的一带有样品夹具的夹具座相连接；等速双向拉伸机构的另一底板垂直连接有一安装另一推拉杆的挡板，该另一推拉杆的另一端穿入加热室中，并与加热室中的另一带有样品夹具的夹具座相连接；

一带有盖的加热室，在加热室中安装有耐高温直线导轨，两带有样品夹具的夹具座分别固定在耐高温直线导轨上；在垂直于推拉杆方向上的加热室的两侧壁上开有对称的通光孔，在通光孔内安装有盐片，在加热室的上盖装有温度传感器；

一电控箱上的温度控制装置通过数据线与温度传感器相连接，直线运动速度控制-显示装置通过数据线与电机减速驱动装置和快速移动机构相连接，直线位移控制显示装置通过数据线与直线位移数显尺相连接，应力传感器显示装置通过数据线与应力传感器相连接。

2. 根据权利要求 1 所述的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪，其特征是：所述的减速机的轴套上开有一安装锁定双向螺杆旋转运动的螺栓孔，且在该孔

上有一螺栓。

3.根据权利要求1所述的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪,其特征是:所述的加热室外直线导轨或加热室内耐高温直线导轨各是2根。

4.根据权利要求1或3所述的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪,其特征是:所述的加热室内耐高温直线导轨和加热室外直线导轨均是矩形直线导轨或圆形直线导轨。

5.根据权利要求1所述的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪,其特征是:所述的底板与连接安装推拉杆的挡板为一体成型。

6.根据权利要求1所述的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪,其特征是:所述的盐是NaCl或KBr。

7.根据权利要求1所述的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪,其特征是:所述的加热室的盖带有观察窗。

8.根据权利要求1或7所述的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪,其特征是:所述的加热室为夹层壁,在夹层中安装有等功率密度的电热元件,且在夹层中填充有保温材料。

9.根据权利要求1所述的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪,其特征是:所述的样品夹具为带T形凸台或燕尾形凸台的嵌入式平行板夹具,夹具座为T型槽或燕尾槽。

用在红外光谱仪上的微型拉伸仪

技术领域

本发明涉及高分子材料样品的变温动态红外光谱测试设备，尤其涉及对纤维材料和薄膜材料在不同温度和拉伸状态下进行红外光谱测试时使用的红外光谱仪上的微型拉伸仪。

背景技术

现有各种红外光谱测试设备是在室温或变温（室温以下或室温以上）状态下对样品进行结构变化测试。而现有各种样品的力学测试设备（如美国 INSTRON 公司生产的拉伸仪）只能提供样品的力学性能（如模量、断裂伸长率和应力-应变曲线）等而不能同时对样品进行结构变化分析，即样品的力学性能变化和结构变化是分开进行的。然而，随着材料科学技术的发展，迫切需要对样品进行力学测试的同时了解样品结构变化。如何将这两者有机地结合在一起满足材料研究，尤其是满足高分子材料研究需要是一件值得研究的问题。

从广义上讲，凡是在样品结构状态变化过程中（如化学变化，变温过程，拉伸形变等）进行在位红外光谱测量，均属于动态红外光谱范畴。但常常在文献中动态红外光谱专指在应力作用下高分子材料的结构和取向的变化。在这种测量中，把特制的小型拉伸机放在红外光谱仪的样品池内，这样就可以在样品拉伸过程或应力作用下连续测量红外光谱。以前使用的静态测量方法，只能得到样品拉伸至某一阶段后处于平衡状态的分子结构信息，而与测量的应力-应变曲线不能很好地对应；而使用动态测量，则可以获得高分子材料在拉伸过程中每一瞬间的分子结构和取向信息，并与测量的应力-应变有着更直接的关系。动态红外光谱广泛用于研究高分子材料在应力作用下的形变过程、结构变化、取向弛豫以及断裂机理等。

文献报道的动态红外光谱测量用小型拉伸机的设计和结构如 H. W. Siesler, FOURIER TRANSFORM INFRARED (FTIR) SPECTROSCOPY IN POLYMER

RESEARCH, Journal of Molecular Structure, 59(1980)15~37。R. P. Wool and W. O. Statton, Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition, vol. 12, 1575~1586 (1974), Dynamic Polarized Infrared Studies of Stress Relaxation Creep in Polypropylene。沈德言,“红外光谱法在分子研究中的应用”,科学出版社,北京,1982。上述动态红外光谱测量用小型拉伸机的结构各不相同,有的采用立式结构,有的采用卧式结构,外观五花八门。这些小型拉伸机都是为配合某种特定的红外光谱仪而定做的,大多采用圆柱导轨-丝杆机械移动的开放式框架结构(见附图1),不能加热保温-恒温,只能在常温下进行红外光谱测试。其外形尺寸和体积都较大,而市售商品红外光谱仪样品池空间狭小,容纳不下。这类拉伸机只能用于前述的特种红外光谱仪。

发明内容

本发明的目的在于解决微型拉伸仪怎样与普通市售红外光谱仪有机地结合的问题,即在不改变现有红外光谱仪的任何结构,特别是样品池结构的前提下,提供一种用在红外光谱仪上的微型拉伸仪,将该微型拉伸仪放入红外光谱仪的样品池狭小的空间中直接使用,在实现对样品的加热保温-恒温的同时对样品进行拉伸。

目前商品化的红外光谱仪的样品池形状为长方体或正方体,其上下左右前后6个面中,左右两个面为红外光束的发出和接收位置,而后面和下面本身是光谱仪的一部分,不可拆分更不能占用。只剩下前面和上面可作为自由空间。这样,微型拉伸仪只能向上面伸展(立式结构)或前面伸展(卧式结构)。考虑到商品红外光谱仪样品池中,红外光束的发出和接收中心连线到后面的距离大多比到下面的距离更远,为了充分利用样品池仅存的狭小空间,本发明采用直线导轨板式紧凑结构和卧式单轴双向等距拉伸方式,以获得最大拉伸幅度并使样品的被测位置保持不变。

本发明的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪由加热室、等速双向拉伸机构、温度传感器、温度控制-显示装置、加热室内耐高温直线导轨、加热室外直线导轨、应力传感器、应力传感器显示装置、盐片、样品夹具、夹具座、隔热柱、直线运动速度控制-显示装置、直线位移数显尺、直线位移控制-显示装置、

双向螺杆、电机减速驱动装置、快速移动机构、电控箱、底板、推拉杆和减速机等构成。

一加热室和带有直线位移数显尺的直线导轨固定在一底座上，且直线导轨位于加热室下方；在加热室下方的直线导轨上有等速双向拉伸机构的两块底板，一穿过等速双向拉伸机构两块底板底部的一双向螺杆的一端置于底座上的双向螺杆固定装置中，另一端穿过一减速机的轴套直接与快速移动机构连接，一电机减速驱动装置通过齿轮与减速机的齿轮相连接，且双向螺杆分别穿过固定在等速双向拉伸机构的两块底板底部上的带有螺扣的固定块，并且双向螺杆上的螺纹与固定块上的螺扣相吻合；

所述的等速双向拉伸机构的一底板垂直连接有一安装推拉杆的挡板，该推拉杆的一端上安装有隔热柱，隔热柱与应力传感器相连，该推拉杆的另一端穿入加热室中，并与加热室中的一带有样品夹具的夹具座相连接；等速双向拉伸机构的另一底板垂直连接有一安装推拉杆的挡板，该推拉杆的另一端穿入加热室中，并与加热室中的另一带有样品夹具的夹具座相连接；

一带有盖的加热室，在加热室中安装有耐高温直线导轨，两带有样品夹具的夹具座分别固定在耐高温直线导轨上；在垂直于推拉杆方向上的加热室的两侧壁上开有对称的通光孔，在通光孔内安装有盐片，在加热室的上盖装有温度传感器；

一电控箱上的温度控制装置通过数据线与温度传感器相连接，直线运动速度控制-显示装置通过数据线与电机减速驱动装置和快速移动机构相连接，直线位移控制显示装置通过数据线与直线位移数显尺相连接，应力传感器显示装置通过数据线与应力传感器相连接。

所述的减速机的轴套上开有一安装锁定双向螺杆旋转运动的螺栓孔，且在该孔上有一螺栓。

所述的直线导轨或耐高温直线导轨各是2根。

所述的底板与连接安装推拉杆的挡板可为一体成型。

所述的盐是NaCl或KBr。

所述的加热室的盖带有观察窗。

所述的加热室为夹层壁（包括底部），在夹层中安装有等功率密度的电热元件，且在夹层中填充有保温材料（如轻质岩棉）。

加热室通过四个隔热柱支撑并固定在底板上，其外形为长方体形封闭结

构，内壁、外壁和底部均由不锈钢板制成，顶部为玻璃视镜以便随时观察加热室内红外光斑是否对准样品以及样品被拉伸的情况。内壁与外壁之间的四周和整个底部均匀分布等功率密度的电热元件，以保证加热温度的均匀性。在夹层中填充有保温材料（如轻质岩棉），以达到高效隔热保温。加热室的左右壁上各有一通光孔，其中各安装的盐片起隔热作用同时让红外光透过而不让加热室与外界相连通（盐片不会影响样品的红外光谱）。

隔热柱用特制刚性绝热材料制成，起隔热作用避免加热室内的高温直接传导给应力传感器以保证其正常的工作温度。

样品夹具为带 T 形凸台或燕尾形凸台嵌入式平行板夹具，将样品在加热室外夹紧后将其嵌入加热室内夹具座的 T 型槽或燕尾槽中。

电控箱内装有温度控制-显示装置、直线运动速度控制-显示装置、直线位移控制-显示装置及应力传感器显示装置的数显表。通过操纵电控箱可选择适当的升温速度/加热温度、位移（拉伸）速度、位移量（拉伸幅度）和应力（拉力）。

电机减速驱动装置通过驱动双向螺杆旋转，带动等速双向拉伸机构的两块底板在直线导轨上作相向直线运动，这种直线运动又通过应力传感器、隔热柱和推拉杆最终传递给加热室内的样品夹具。

加热室外直线导轨位于底板之上加热室之下并固定在底板上。其作用是，将双向螺杆的旋转运动转化为直线运动和承载通过应力传感器和隔热柱的作用。而加热室内耐高温直线导轨固定在加热室内的底部。其作用是，承载和引导样品夹具、夹具座及样品，与加热室外直线导轨一起不使它们悬空，从而避免它们在移动时发生颤动，共同保证样品平稳地被拉伸。

直线运动速度控制-显示装置和直线位移控制-显示装置都是利用霍尔效应来测量电机的转速和转动的圈数，从而间接测定和控制直线运动速度和直线位移。而直线位移数显尺则直接测量直线位移。从直线位移控制-显示装置和从直线位移数显尺得出的数值相互印证，以确保位移量的准确性。

快速移动机构的功能是，迅速移动样品夹具至指定位置。尤其在完成上一样品的测试后，迅速使样品夹具回到指定位置开始下一个样品的测试。

根据所用红外光谱仪样品池的大小，尤其是样品池左右两侧红外光束的发出和接收中心连线到样品池后面的距离，充分有效地实施本发明。

具体地，根据样品池的宽度设计本发明微型拉伸仪的宽度[亦即底板的宽

度], 其宽度为品池宽度的 60%至 90% , 最好为 70%至 80%。考虑到样品池左右两侧红外光束的发出和接收中心连线到样品池后面的距离是影响样品夹具的最大位移(最大拉伸幅度)的决定因素, 为了充分利用样品池仅存的狭小空间, 本发明的实施宜采用卧式单轴双向等距拉伸方式, 以获得最大拉伸幅度并使样品的被测位置保持不变。具体地, 通过双向螺杆的中心与两个夹具座间的中点之间延长线大致垂直于样品池底部, 并与样品池左右两侧红外光束的发出和接收中心连线相交。考虑到加热室的壁厚和等速双向拉伸机构占据的位置, 最大拉伸幅度为倍样品池左右两侧红外光束的发出和接收中心连线到样品池后面的距离的 70%至 80%。

底板可用铝或不锈钢等金属材料制成, 也可用玻璃钢等复合材料制成。双向螺杆可用不锈钢、中碳钢或轴承钢等金属材料制成。样品夹具和夹具座可用铝或不锈钢等金属材料制成, 也可用其它耐高温材料制成。加热室内耐高温直线导轨和加热室外直线导轨均可使用矩形或圆形直线导轨及滚珠滑块, 但前者的尺寸比后者要小得多。

本发明的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪可直接放入常见红外光谱仪的样品池中使用, 可在室温至 280℃和拉伸状态下同时获得样品的红外光谱和应力-应变曲线, 用于表征高分子样品尤其是纤维和薄膜样品在拉伸和变温过程中的微观结构变化。

附图说明

图 1. 已知背景技术的小型拉伸仪(卧式)。

图 2. 已知背景技术的小型拉伸仪(立式)。

图 3. 本发明的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪的结构示意图。

图 3-1. 本发明的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪的加热室的结构示意图。

图 4. 本发明的用在红外光谱仪上的微型拉伸仪的俯视图。

图 5. 本发明实施例 1 的红外光谱图。

图 6. 本发明实施例 2 的红外光谱图。

附图标记

1. 加热室

2. 等速双向拉伸机构

- | | |
|-----------------|-------------------|
| 3. 温度传感器 | 4. 温度控制-显示装置 |
| 5. 加热室内耐高温直线导轨 | 6. 加热室外直线导轨 |
| 7. 应力传感器 | 7'. 应力传感器显示装置 |
| 8. 通光孔 | 9. 盐片 |
| 10. 样品夹具 | 11. 夹具座 |
| 12. 隔热柱 | 13. 直线运动速度控制-显示装置 |
| 14. 直线位移数显尺 | 15. 直线位移控制-显示装置 |
| 16. 双向螺杆 | 17. 电机减速驱动装置 |
| 18. 快速移动机构 | 19. 电控箱 |
| 20. 底板 | 21. 样品 |
| 22. 加热室上盖（带观察窗） | 23. 红外光 |
| 24. 推拉杆 | 25. 减速机的轴套 |
| 31. 底座 | 32. 手动绞盘 |
| 33. 导轨 | 34. 移动座 |
| 35. 夹具 | 36. 样品 |
| 37. 驱动马达 | 38. 双向螺杆 |
| 39. 直线位移传感器 | 41. 液压缸 |
| 42. 拉杆 | 43. 控制阀 |
| 44. 滑轨 | 45. 直线位移传感器 |
| 46. 活塞 | 47. 样品夹具 |
| 48. 应力传感器 | 49. 样品 |
| 50. 底座 | 51. 夹头 |

具体实施方式

实施例 1.

请参见图 3、图 3-1 和图 4。

一有观察窗的带有盖 22 的加热室 1（包括加热室的底部为夹层壁，在夹层中安装有等功率密度的电热元件，且在夹层中填充有如轻质岩棉）由不锈钢板制成，加热室 1 和带有直线位移数显尺 14 的由铝合金制成的 2 根矩形直线导轨 6 固定在一用铝合金板制成的底座 20 上，且直线导轨 6 位于加热室 1 下方；在加热室 1 下方的直线导轨 6 上有等速双向拉伸机构的两块由不锈钢

板制成的底板，一穿过等速双向拉伸机构 2 两块底板底部的一用不锈钢棒制成的双向螺杆 16 的一端置于底座 20 上的双向螺杆固定装置中，另一端穿过一减速机的轴套 25 直接与快速移动机构 18 连接，一电机减速驱动装置 17 通过齿轮与减速机的齿轮相连接，且双向螺杆 1 分别穿过固定在等速双向拉伸机构 2 的两块底板底部上的带有螺扣的固定块（如螺母），并且双向螺杆 1 上的螺纹与固定块上的螺扣相吻合；

所述的等速双向拉伸机构 2 的一底板垂直连接有一安装由不锈钢棒制成的推拉杆 24 的由不锈钢板制成的挡板，该推拉杆 24 的一端上安装有隔热柱 12，隔热柱 12 与应力传感器 7 相连，该推拉杆 24 的另一端穿入加热室 1 中，并与加热室 1 中的一用不锈钢棒制成的带有样品夹具 10（用不锈钢棒制成）的夹具座 11 相连接；等速双向拉伸机构 2 的另一底板垂直连接有一安装由不锈钢棒制成的推拉杆 24 的由不锈钢板制成的挡板，该推拉杆 24 的另一端穿入加热室 1 中，并与加热室 1 中的另一带有样品夹具 10 的夹具座 11 相连接；

在加热室 1 中安装有 2 根由铝合金制成的耐高温矩形直线导轨 5，两带有样品夹具 10 的夹具座 11 分别固定在耐高温直线导轨 5 上；在垂直于推拉杆 24 方向上的加热室 1 的两侧壁上开有对称的通光孔 8，在通光孔 8 内安装有 NaCl 盐片 9，一样品 21 被两样品夹具 10 夹住，红外光 23 经通光孔 8 照射在样品 21 上，在加热室 1 的上盖 22 装有温度传感器 3；

一电控箱 19 上的温度控制装置 4 通过数据线与温度传感器 3 相连接，直线运动速度控制-显示装置 13 通过数据线与电机减速驱动装置 17 和快速移动机构 18 相连接，直线位移控制显示装置 15 通过数据线与直线位移数显尺 14 相连接，应力传感器显示装置 7' 通过数据线与应力传感器 7 相连接。

电机减速驱动装置 17 和快速移动机构 18 均采用微型直流电机/调压调速谐波齿轮减速，但在同一电压时后者的最终输出转速是前者的 30 倍。拉伸速度在 0.1 毫米/分~10 毫米/分任意调节，最大拉伸幅度为 110 毫米。温度控制-显示装置 4 采用 PID 型数显温控仪和 Pt-100 温度传感器，温控范围在室温至 280℃，温控精度 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

电机减速驱动装置 17 也可采用计算机/步进电机驱动方式（但会增加成本）。直线位移数显尺 14 采用市售数显游标卡尺加工而成，量程 150 毫米，精度 0.01 毫米。应力传感器 7 采用压电式应力传感器，量程 10Kgf，测量精度 0.05%FS。

在减速机的轴套 25 上开有一安装锁定双向螺杆 16 旋转运动的螺栓孔，且在该孔上有一螺栓，松开锁定双向螺杆 16 旋转运动的螺栓，由快速移动机构 18 驱动双向螺杆 16 快速移动到达样品所需位置，此时电机减速驱动装置 17 不工作；当对样品进行拉伸时，锁定双向螺杆 16 旋转运动的螺栓，快速移动机构 18 停止工作，由电机减速驱动装置 17 工作，电机减速驱动装置 17 驱动双向螺杆 16 移动（快速移动机构 18 由双向螺杆 16 带动，被动空转），并驱动推拉杆 24 带动夹具座 11 运动，对样品进行拉伸。松开锁定双向螺杆 16 旋转运动的螺栓，也可由快速移动机构 18 直接驱动双向螺杆 16 移动（电机减速驱动装置 17 不工作），并驱动推拉杆 24 带动夹具座 11 运动，对样品进行拉伸。

上述微型拉伸仪可直接放入如美国 BRUKER 公司产的 TENSOR 27 型或 EQUINOX 55 型等常见红外光谱仪的样品池中使用，在室温至 280℃和拉伸状态下同时获得样品的红外光谱。

间规聚丙烯（sPP）薄膜，尺寸长×宽×厚为 10×3×0.1mm，在室温下（25℃）拉伸，拉伸速度 5mm/min，拉伸应变为 100%、150%、200%、250%、300%和 400%，红外谱图如图 5 所示。

实施例 2.

利用实施例 1 的微型拉伸仪，放入美国 BRUKER 公司产的 TENSOR 27 型或 EQUINOX 55 型等常见红外光谱仪的样品池中，在室温至 280℃和拉伸状态下同时获得样品的红外光谱。

间规聚丙烯（sPP）薄膜，尺寸长×宽×厚为 10×3×0.1mm，在 60℃下拉伸，拉伸速度 10mm/min，拉伸应变为 100%、150%、200%、250%、300%和 400%，红外谱图如图 6 所示。

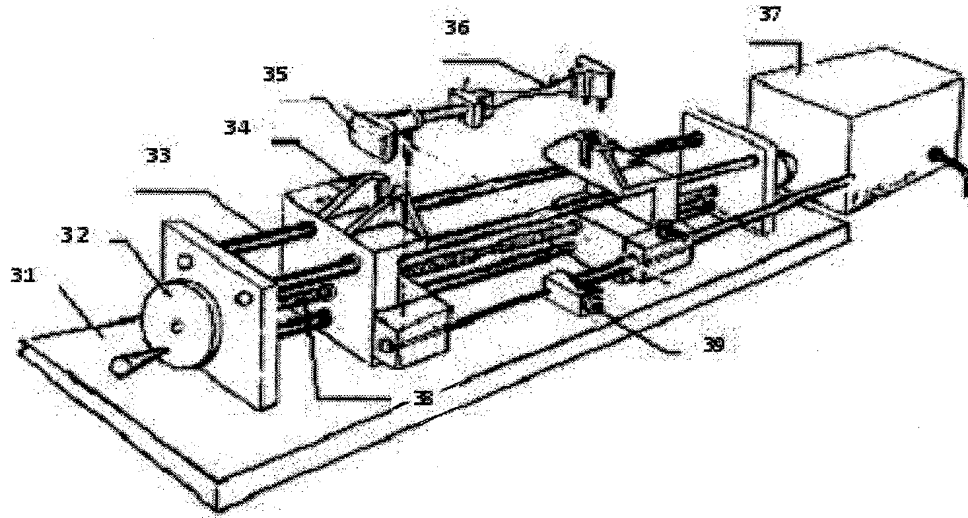


图 1

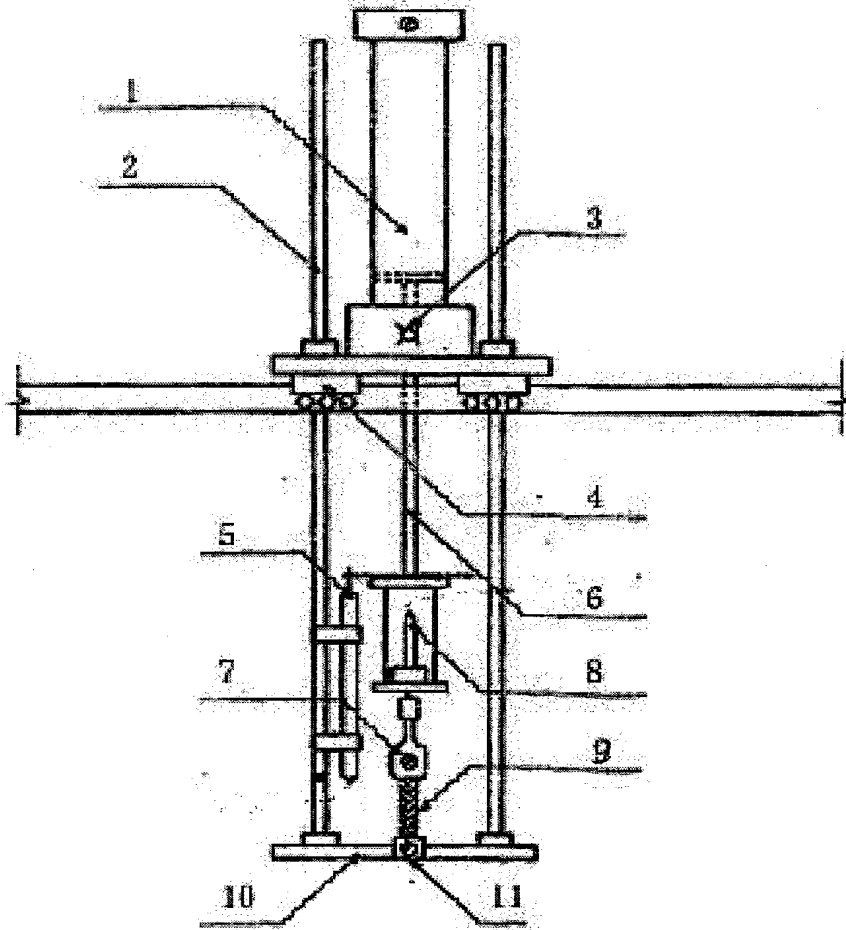


图 2

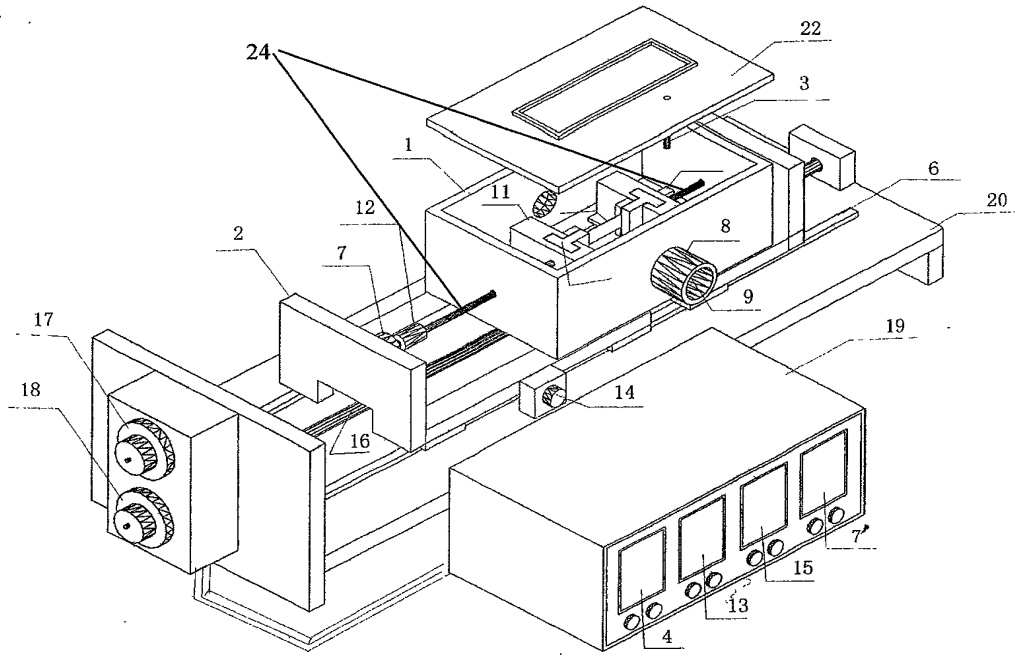


图 3

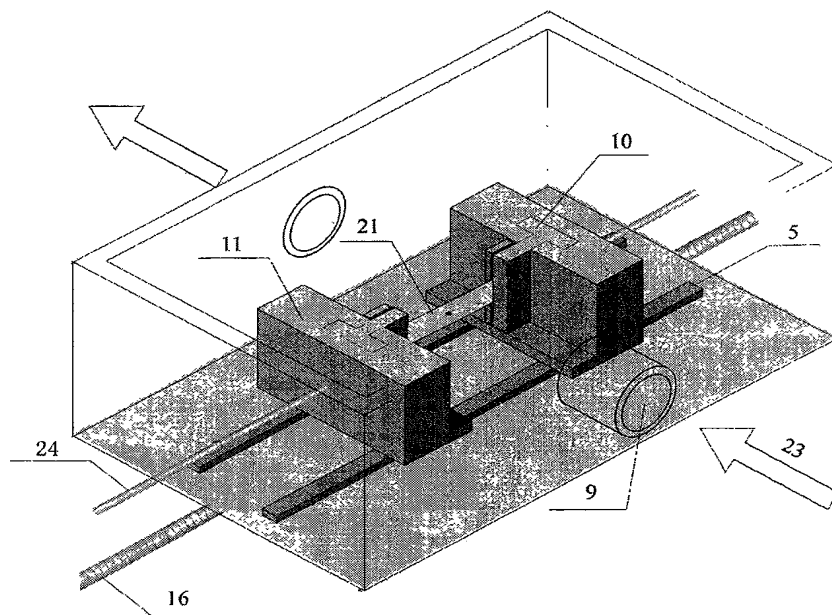


图 3-1

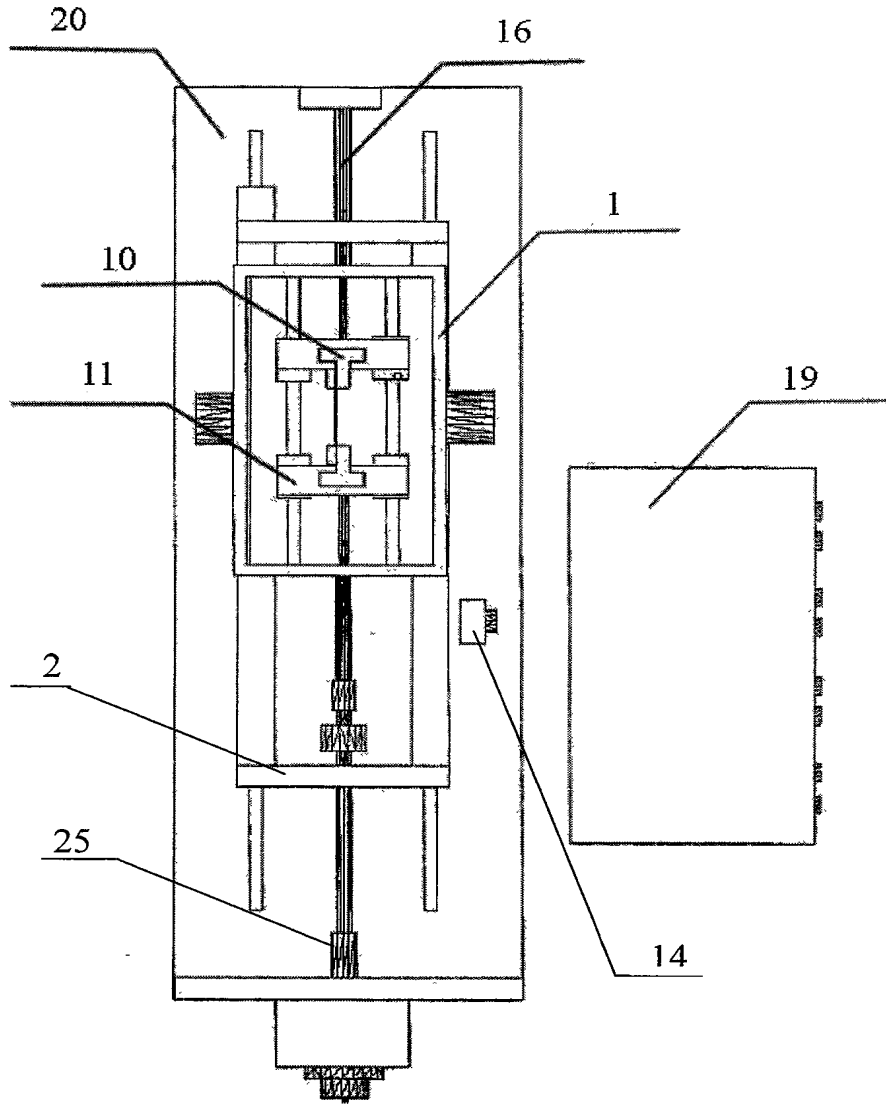


图 4

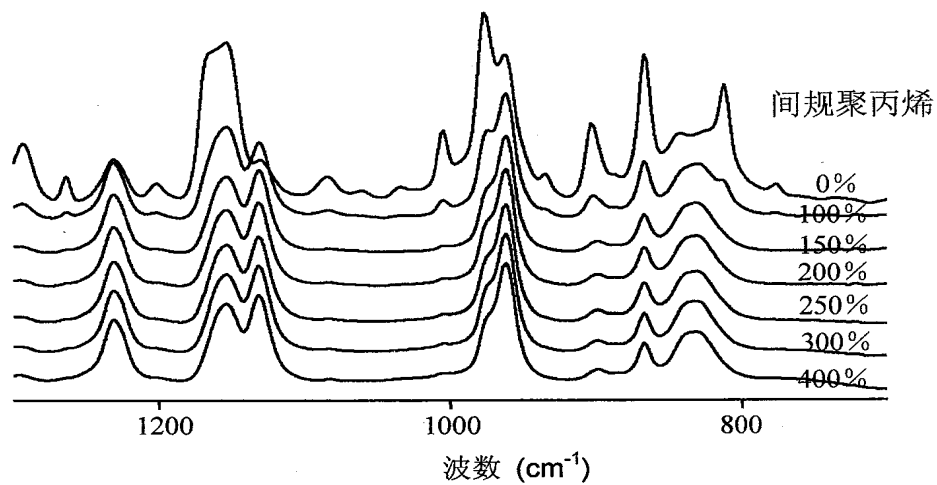


图 5

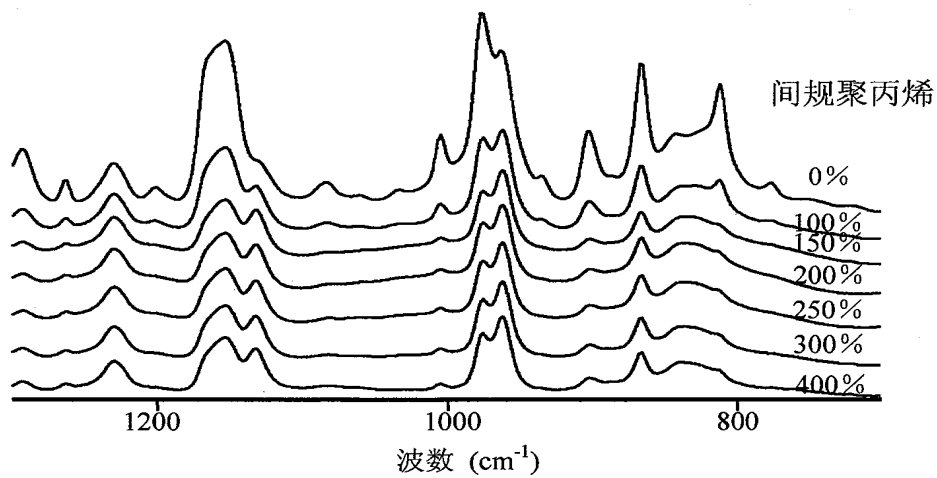


图 6