

TMA 402 Fx 测量向导

文件编号: cPH60-TMA-02

目录

开机

气体与液氮

样品制备与装样

压缩/针入模式

拉伸模式

三点弯曲模式

编辑测量参数

开始测量

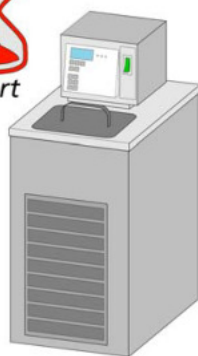
测量运行

测量完成

1. 开机

打开计算机与 TMA 402Fx 主机电源。打开恒温水浴。

一般在水浴与仪器打开 2~3 小时后，可以开始测试。如需达到更稳定的测试效果，建议水浴与主机提前一晚开机。



确认测量所使用的炉体类型（SiC 高温炉，或 Steel 低温炉）。

检查仪器上当前安装的支架与推杆类型（包括材质（石英、氧化铝）、形变模式（压缩、针入、拉伸、三点弯曲））是否适用于接下来的测量。如果不合适，则需更换合适的样品与推杆。



关于不同支架类型的相关应用，详见《TMA 测量附注》。
关于更换支架操作，详见《TMA 仪器维护》。

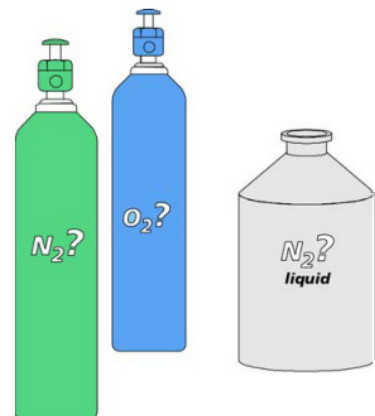
2. 气体与液氮

确认测量所使用的吹扫气类型。

根据不同的样品与应用，常用的气氛条件有 N₂（高分子常用）、air（陶瓷类常用）、Ar（金属类常用）、He（负温测试较适用，常规测试也可用于改善控温）、静态空气（即不通气氛）等。

如使用动态吹扫气氛，确认仪器是否连接了合适的气体钢瓶，及瓶中剩余气体量是否够用。气体钢瓶减压阀的出口压力（显示的是高出常压的部分），通常调到 0.5bar 左右，最高不能超出 1bar，否则易于损坏质量流量计 MFC。

对于低温炉在负温下的测试，则需要准备足够的液氮。

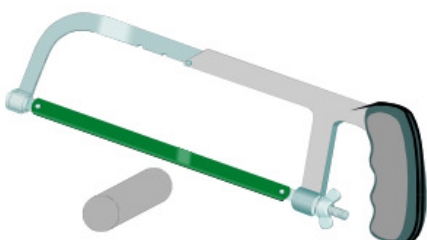


3. 样品制备与装样

以下装样操作，示意图中的支架均为石英支架。氧化铝支架的装样操作可借鉴参考。

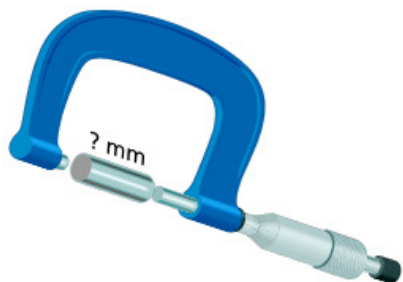
3.1 压缩/针入模式

制备合适尺寸的物品。



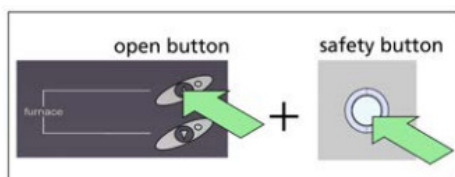
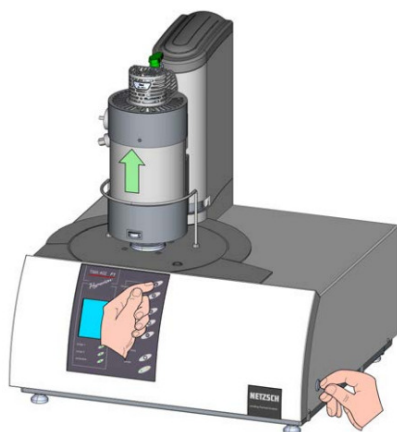
对于陶瓷、玻璃、金属类材料的线膨胀系数测量，在样品方便加工的情况下，通常建议将样品加工成与标样相同的尺寸规格。（最常见的标样规格为直径 6mm，长 25mm。另有长 12mm、20mm 等其他规格可选）。样品在测量方向上的两个端面，必须保证平行而光滑。
对于塑料粒子一类的样品，以及玻璃化转变点、软化点等测试应用，则不受此限。

测定样品在室温下、测量方向上的长度：

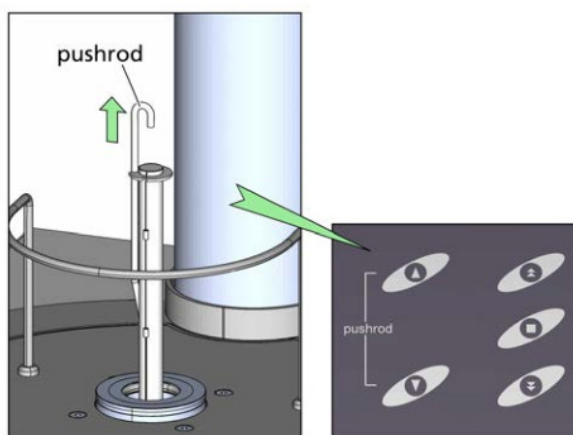
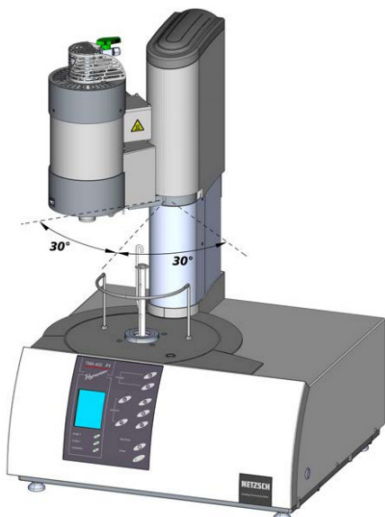


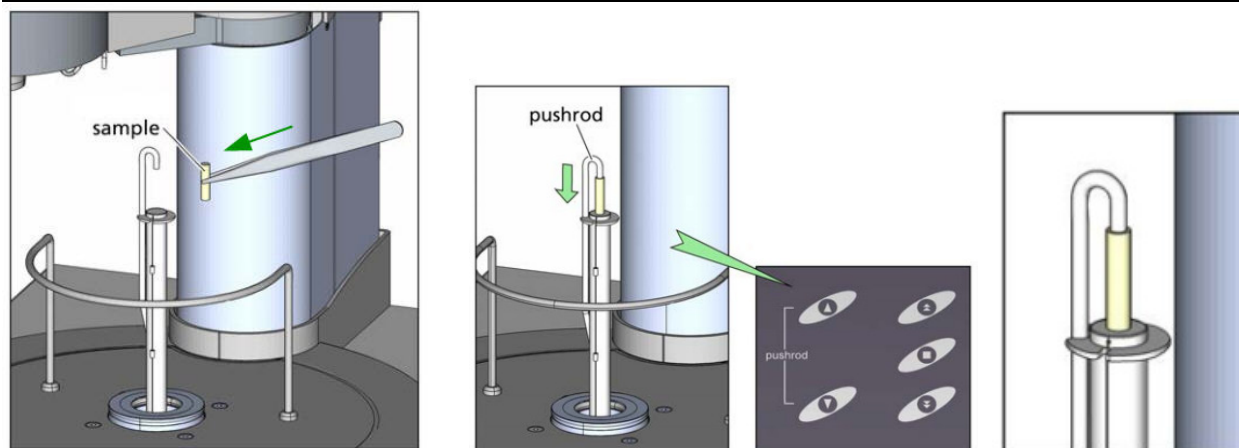
或使用测量软件中的“在测量开始时自动”功能测量样品长度，具体操作步骤，详见《TMA 测量附注》。

打开炉体：



当炉子升至最高位置时，往左或往右旋转 30° 固定，按按钮提升推杆，插入样品，使样品处于中心位置，按按钮下降推杆使与样品接触。



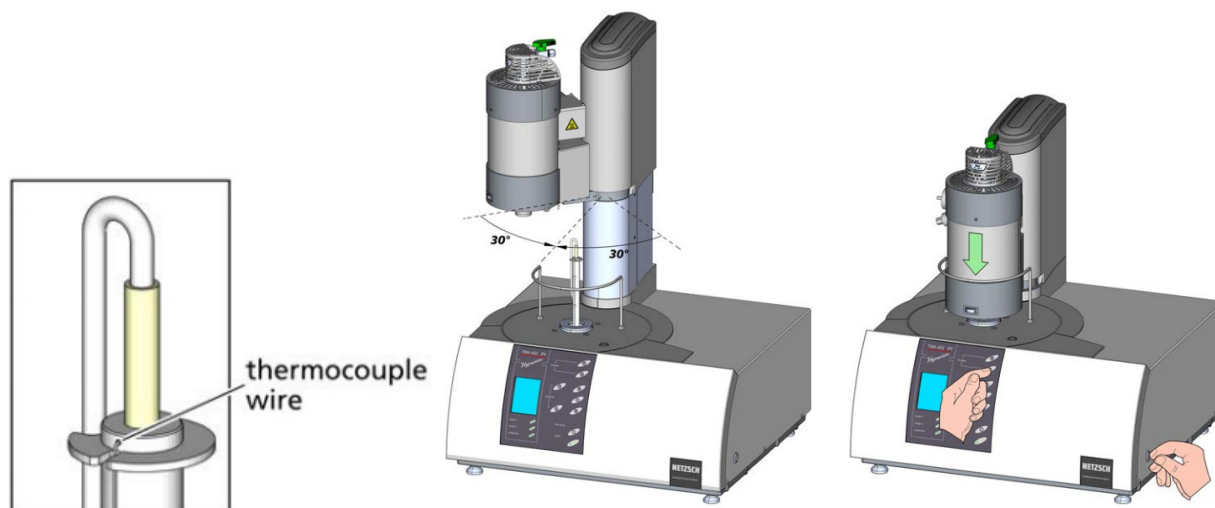


注：如果是使用 Al₂O₃ 膨胀支架，每次放上样品后，要按面板前“tare force”键进行清零，消除样品重力的影响。

必要时调整热电偶位置。

关于热电偶位置的相关讨论，详见《TMA 测量附注》。

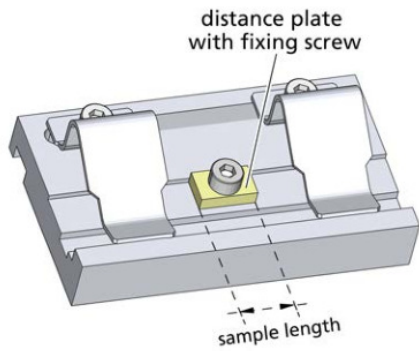
随后将炉体旋回中间位置，按按钮降下炉体。



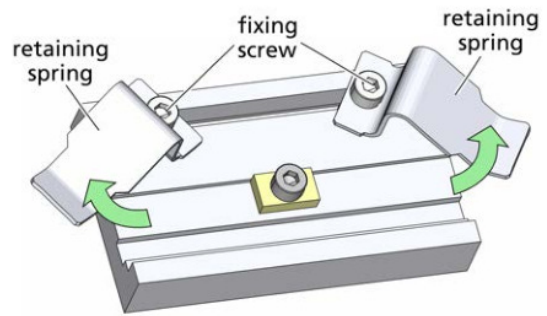
3.2 拉伸模式

剪取一定长度的样品（薄膜条或纤维丝）。

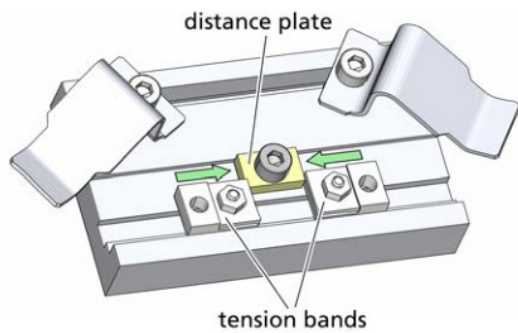
按以下步骤所示，使用拉伸制样辅助工具，将样条夹持到样品夹（tension bands）上，最终安装到支架上：



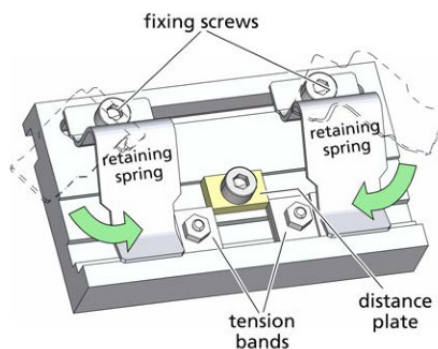
1. 根据所需要的样品拉伸段长度，选择合适的 distance plate，装到制样工具上。



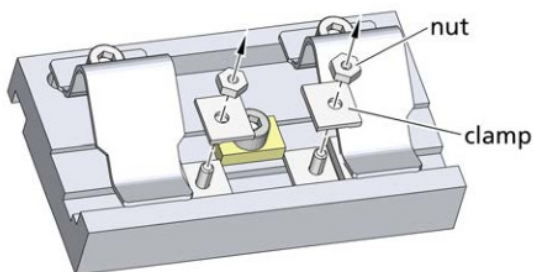
2. 稍稍松开 fixing screw，将 retaining spring 转到两侧。



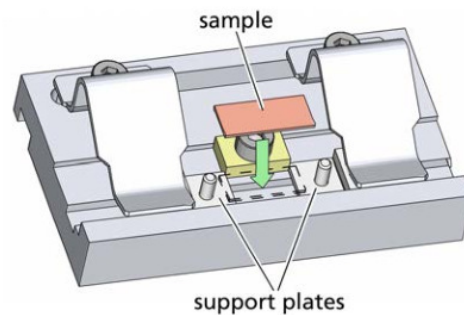
3. 将一对 tension bands 装到制样工具的导轨上，其夹样的两侧与 distance plate 紧紧相挨。



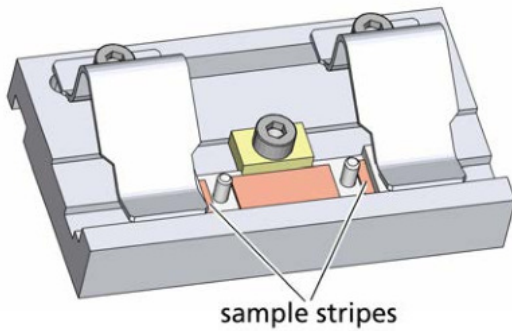
4. 转回 retaining spring 并调整其位置，使其两个内侧边缘夹紧 tension bands。拧住 fixing screws。



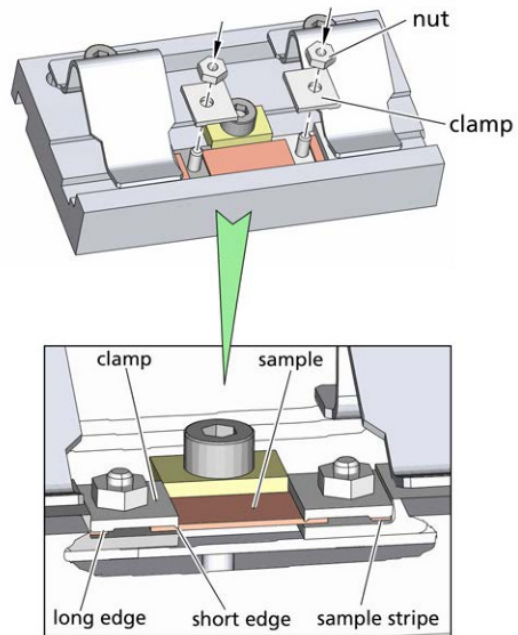
5. 松开两个 tension bands 上的 nut，取出 clamp。



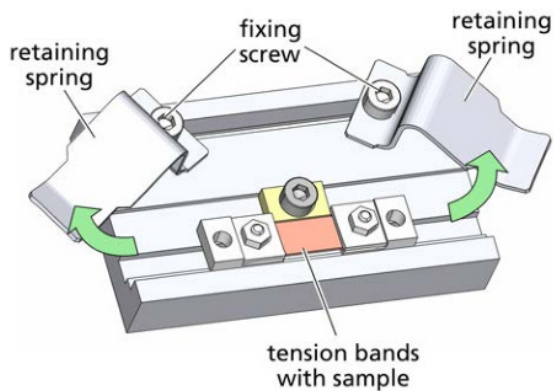
6. 将样品放到 tension bands 的 support plates 上。



7. 对于较厚的样品，建议在 tension bands 的螺丝外侧，即不接触样品的一侧加上小的样品碎片，以便加上 clamp 后两侧高度平衡，拧 nut 时受力均匀。



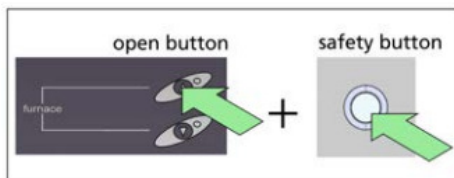
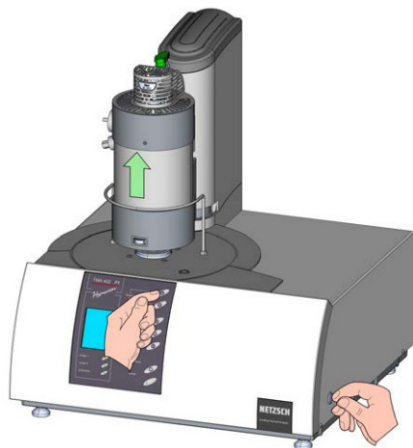
8. 加上 clamp 和 nut，用配套的内六角螺丝刀拧住 nut 以使 clamp 夹住样品(注意拧 nut 的力不要太大，以防部件损坏。另 clamp 有全平的和带尖两种。若使用带尖的 clamp，应使尖齿侧夹住样品，如上图所示)。



9. 再次稍稍松开 fixing screw，将 retaining spring 转到两侧。取出样条(用 tension bands 夹住的样品)。

10. 对于要求不是特别高的测试，可直接使用 distance plate 的长度(使用卡尺测量)作为样品长度，并在编辑测量参数时输入操作界面中。如希望更精确地获取样品长度，可使用测量软件中的“在测量开始时自动测量样品长度”功能。具体操作步骤，详见《TMA 测量附注》。

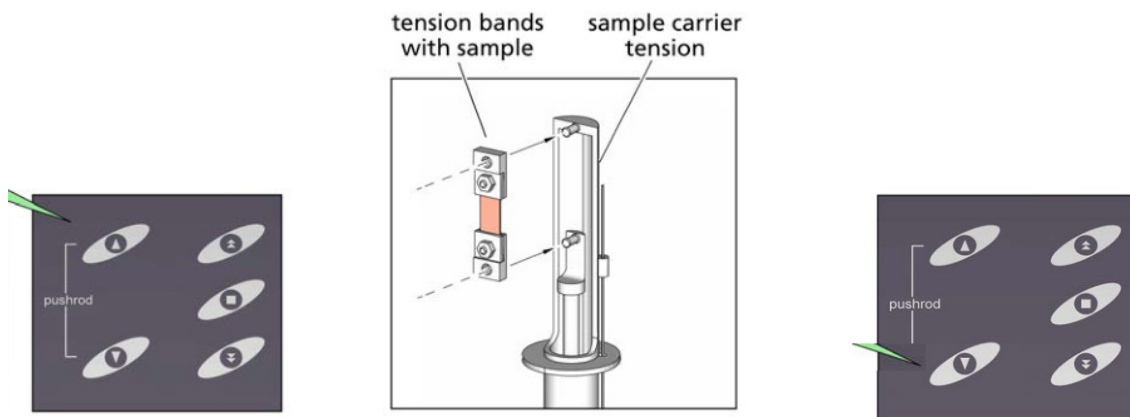
样品制备好后，按按钮升起炉体。将炉体转动至一侧：



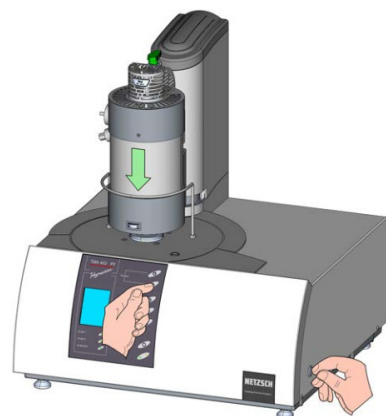
按动按钮（单箭头较慢，双箭头较快），调整推杆至合适位置。

装上样条。

按动向下的按钮，推杆会按照程序中设定的预置力将样条拉紧：



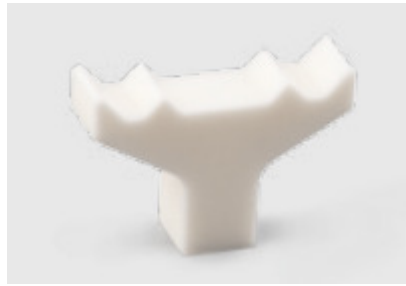
转回并合上炉体：



3.3. 三点弯曲模式

制备合适长、宽、高的棒状样品，将其搁到三点弯曲支架的两个支点上。

长一点的样品，可以搁在外侧两个支点上。
短一点的样品，可以搁在内侧两个支点上。
按动按钮，使推杆顶住样品中心。
合上炉体，进行样品测试。




4. 编辑测量参数

以下以改性聚苯醚 MPPO 塑料粒子的压缩模式测试为例，演示测量程序的编制过程。

打开 TMA 402F1 测量软件，等待几秒钟，待软件与仪器建立通讯：



点击测量软件“文件”菜单下的“新建”（工具栏按钮 ），创建新的测试：



注：此处测试不作标样基线扣除，而使用分析软件中自带的“样品支架”模式对系统膨胀进行修正，故使用“新建”创建新的测量。

对于有些样品，如果需要做标样基线扣除，则需事先准备好合适的基线文件，在此处则用“打开”功能打开基线文件，在基线基础上进行参数设定。

关于标样基线扣除（基线修正）：在 TMA 的升温测试过程中，除样品受热膨胀外，支架与推杆处于高温区的部分同样会受热膨胀。最终 LVDT 测到的，事实上是样品、支架、推杆三者膨胀的综合信号。后两者可笼统称为“系统膨胀”。“基线修正”的目的，就是为了获取与样品相近的测试条件下的系统膨胀数据。随后使用“修正+样品”模式进行样品测试，就可从样品实测数据中扣除系统膨胀部分，而获取样品本身真正的膨胀数据。相关更详细的原理描述及校正操作方法，详见《TMA 基线修正》。

点击“新建”后，将弹出“测量设定”对话框。该对话框的第一页面为“设置”，在此处进行仪器相关硬件配置的确（包括炉体类型，测量模式，支架类型，在测量之前用于压住样品的静态力，样品长度测定模式，等等）：

测量设定

● 设置 ● 基本信息 ● 温度程序 ● 最后的条目

属性	数值	
仪器名称	TMA 402F1 (TMA402F1-0015-M) 在 USBc1-414/6	修改仪器名称
炉体 (*)	Low Temp Steel K TC: K (-200 ... 1000°C/ 50 K/min)	<input type="checkbox"/> 禁用风扇控制
测量模式 (*)	Standard Expansion	
样品支架 (*)	Fused silica (Expansion - curved) TC: K (-200 ... 1000 °C)	样品支架图片
起始阈值	7.5 K, 加热: (20 K/min, 30 min), 冷却: (50 K/min, 300 min)	修改起始阈值
设备	MFCs, LN2 cooling, AUTOVAC 400 (旋转泵)	显示配置
特殊仪器控制	无	
STC (*)	开启	
热电偶校正 (50 °C) (*)	开启	
静态力	0.0500 N	修改静态力
样品长度测定 (*)	手动输入	
温度限制设备	No special device	
紧急温度	高出最高段温度: 25 K	重新设定增量
远程存取	激活	配置

当前硬件温度范围为从 -200 °C 到 1000 °C

(*) 条目有多个可能的值。

硬件配置确认后，点击对话框右下角的“下一步”按钮，进入“基本信息”页面：

测量设定

● 设置 ● 基本信息 ● 温度程序 ● 最后的条目

测量类型

- 修正
- 样品
- 修正 + 样品
- 样品 + 修正

实验室: NSI
 项目: c0000
 操作者: xl
 日期: 2015-3-26 15:22:08
 材料: mPPO

温度校正:

- 不使用
- 使用所选

选择...

样品支架材料表 (-200 °C 至 1100 °C):
 C:\NETZSCH\Proteus61\cal\Fused_si_ne.sc

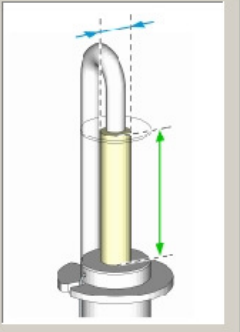
选择...

备注:
 用于操作向导的示范测试

输入样品长度, 在 0.005 与 30.0 mm 之间。

样品

编号: demo
 名称: mPPO
 形状: 圆柱体
 长度: 1.63 mm
 直径: 2.7 mm



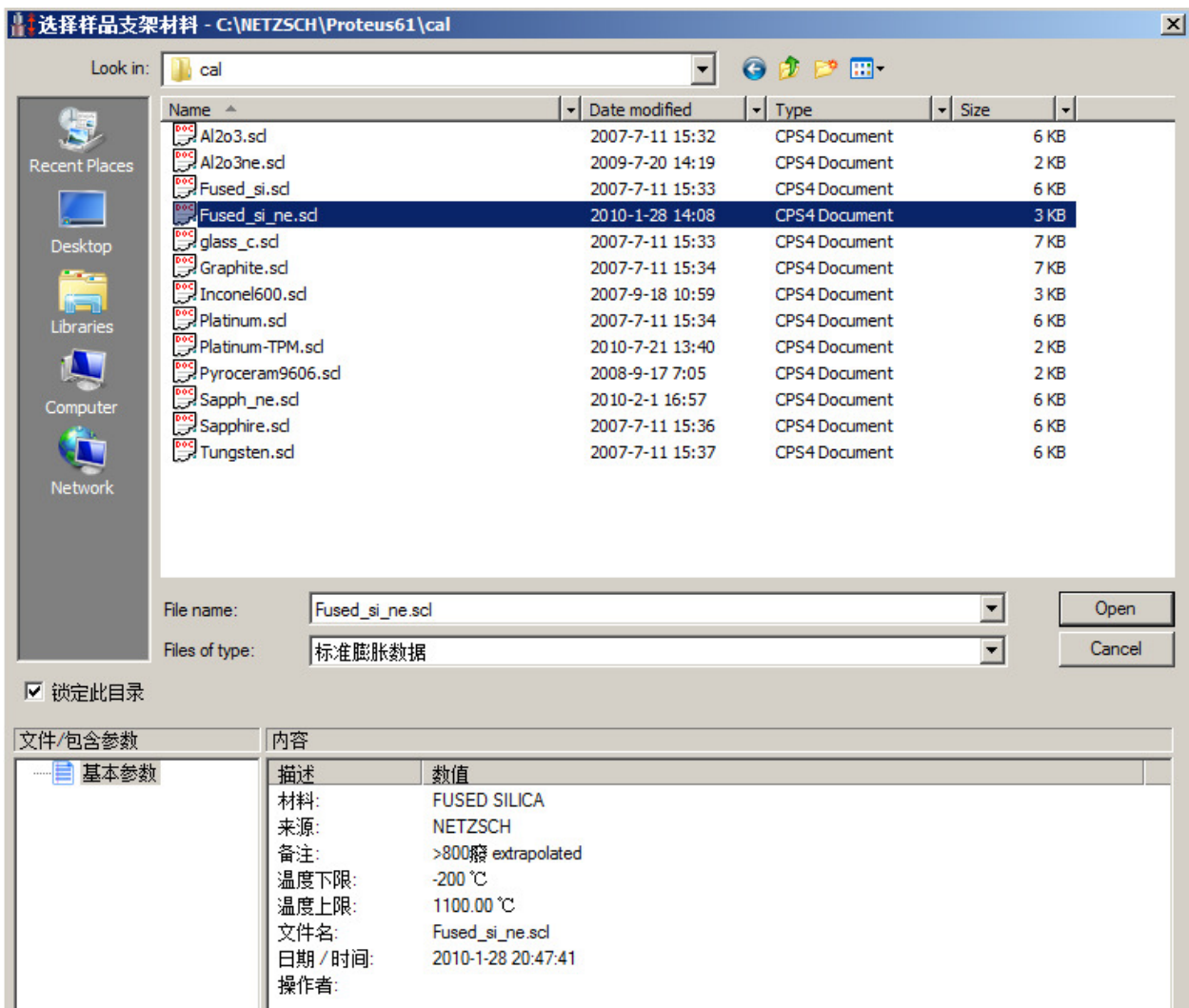
MFC 气体

设备	数值
吹扫气 1 MFC	AIR(80/20)
吹扫气 2 MFC	NITROGEN
保护气 MFC	NITROGEN

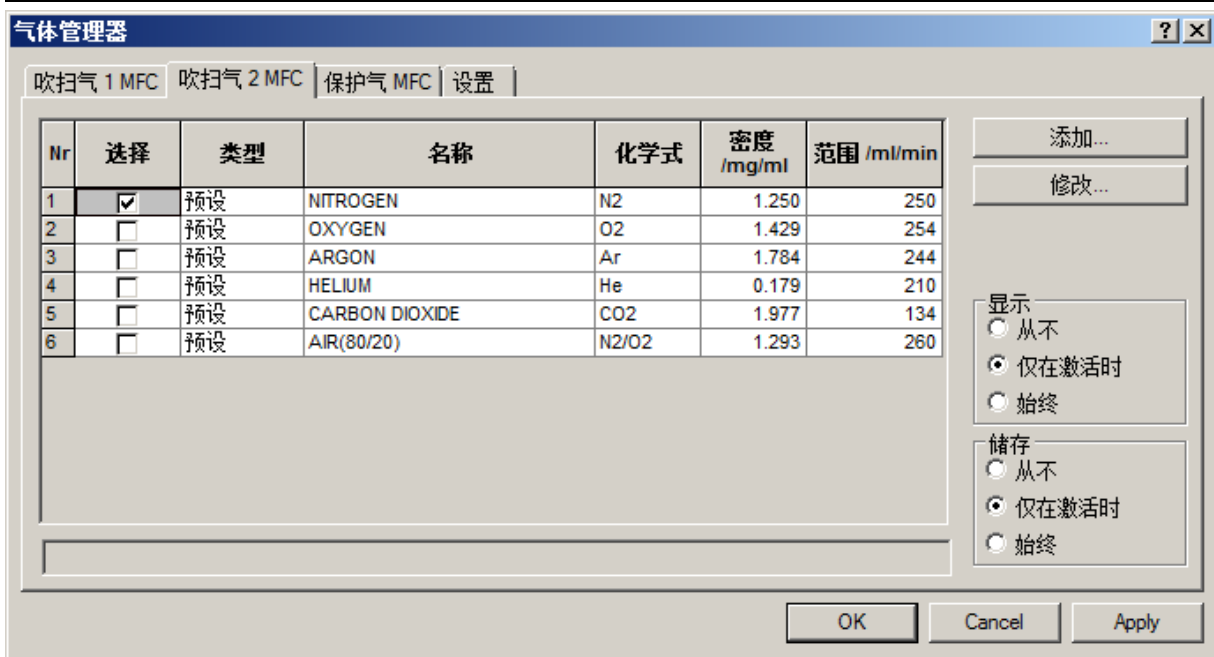
改变气体

在“测量类型”中选择“样品”模式，填入实验室、项目、操作者、材料类别等相关信息。根据需要，选择适当的温度校正文件，或不使用温度校正（详见《TMA 温度校正》）。在“样品支架材料表”中确认对应的支架材料表。在“样品”项目中输入样品的名称、编号，选择样品形状（圆柱体，立方体，不规则体等），输入样品尺寸信息。若为手动测量样品长度，此处可直接填入样品长度。确认测量所使用的气体。

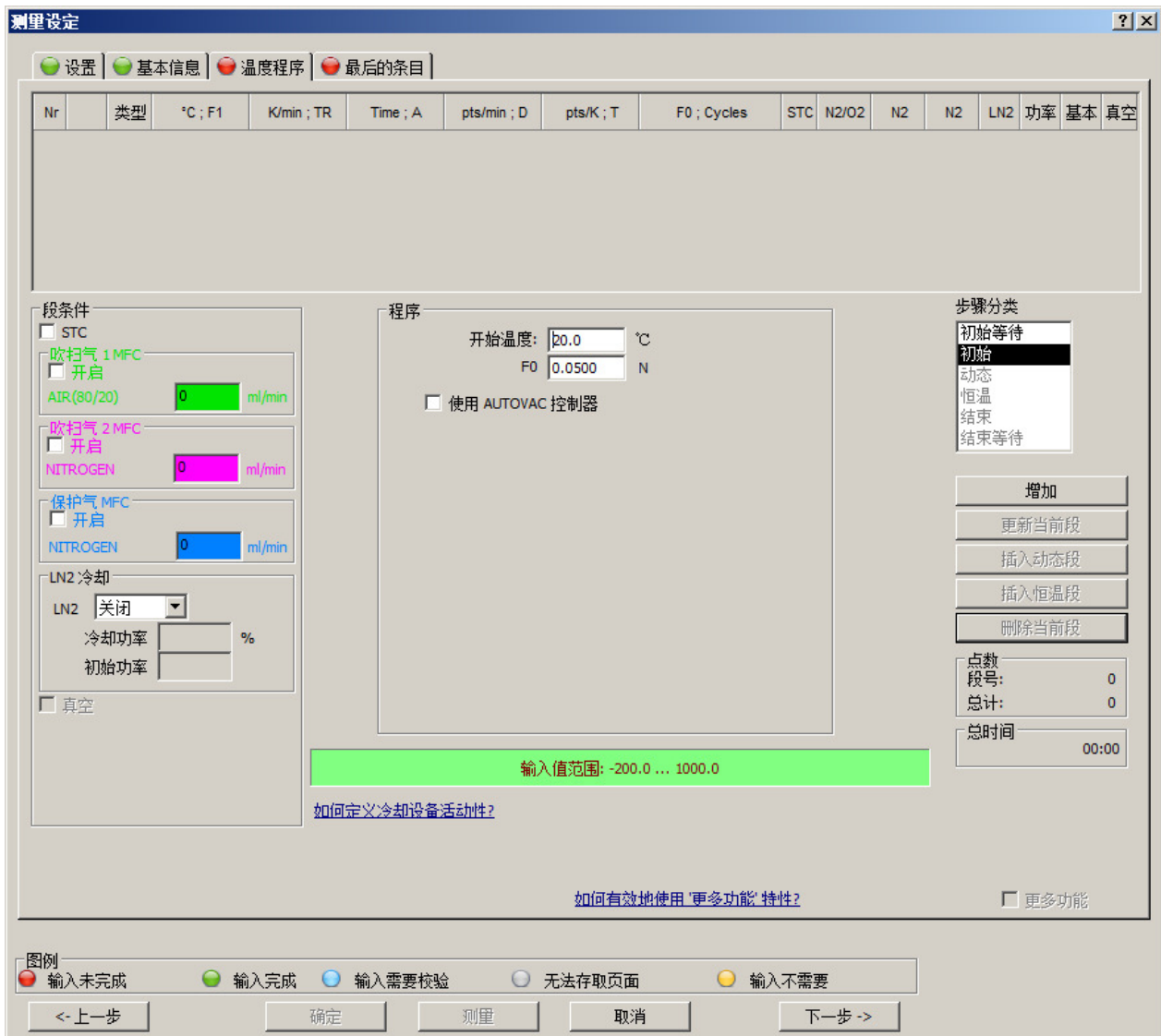
关于样品支架材料表：点击相应的“选择”按钮，可选择合适的支架材料表（理论膨胀数据）。支架材料对应的理论膨胀表默认存于安装路径的 cal 子路径下。一般石英支架选择 Fused_si_ne.scl 文件，氧化铝支架则选择 Al2O3ne.scl 文件：



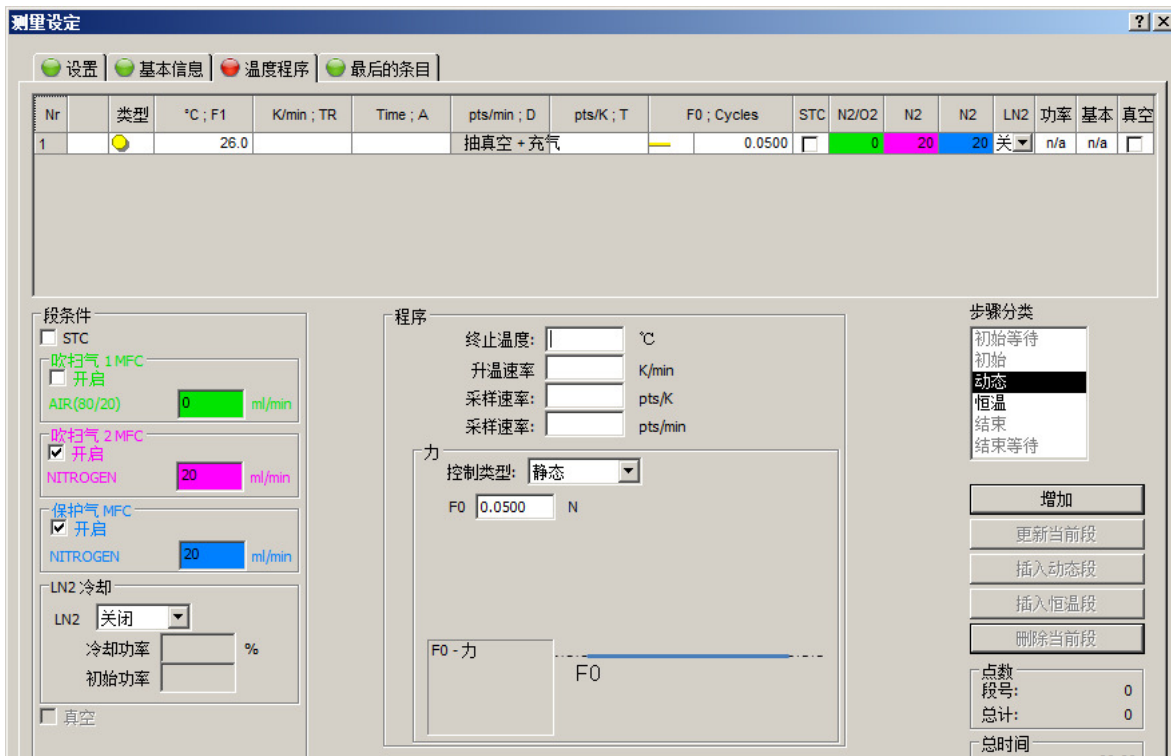
关于气体类型：根据测量需要及仪器实际连接的气体类型，点击“改变气体”可进行设定更改：



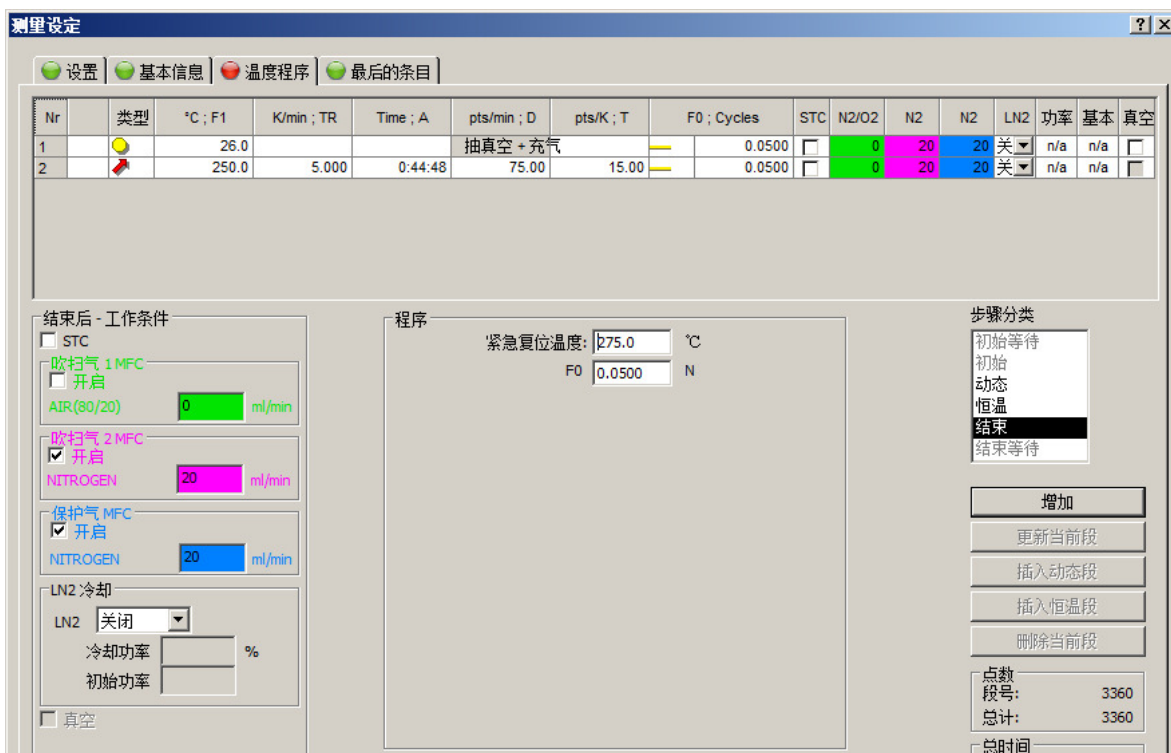
以上项目设定完成后，点击“下一步”按钮，进入温度程序设定界面：



本例所使用的温度程序为：26℃ ... 5K/min, N2, 50mN ... 250℃，则先将“开始温度”处改为 26（对于从室温附近开始，且无需扣除基线的测试，一般可将起始温度直接设为合上炉子并稳定之后的当前实际温度），F0 设为 0.05N，将吹扫气 2（假设接的是 N2）和保护气左侧打上勾，流量一般用默认值（对于 N2，保护气 / 吹扫气各为 20ml/min）即可。点击“增加”，“温度段类别”自动跳到“动态”，设定界面变为：



在“终止温度”处输入 250，“升温速率”处输入 5，采样速率可使用默认值，力保持“静态”与 0.05N 不变。点击“增加”，再在“温度段类别”处选择“结束”，界面变为：



“紧急复位温度”与温控系统的自保护功能有关，指的是万一温控系统失效，当前温度超出此复位温度时系统会自动停止加热。该值一般使用默认值即可（默认为终止温度+25℃。在“设置”选项卡的“紧急温度”中可修改此默认值）。F0 则为测试结束后，推杆恢复到使用多大的力压住样品。此处使用默认的 50mN。

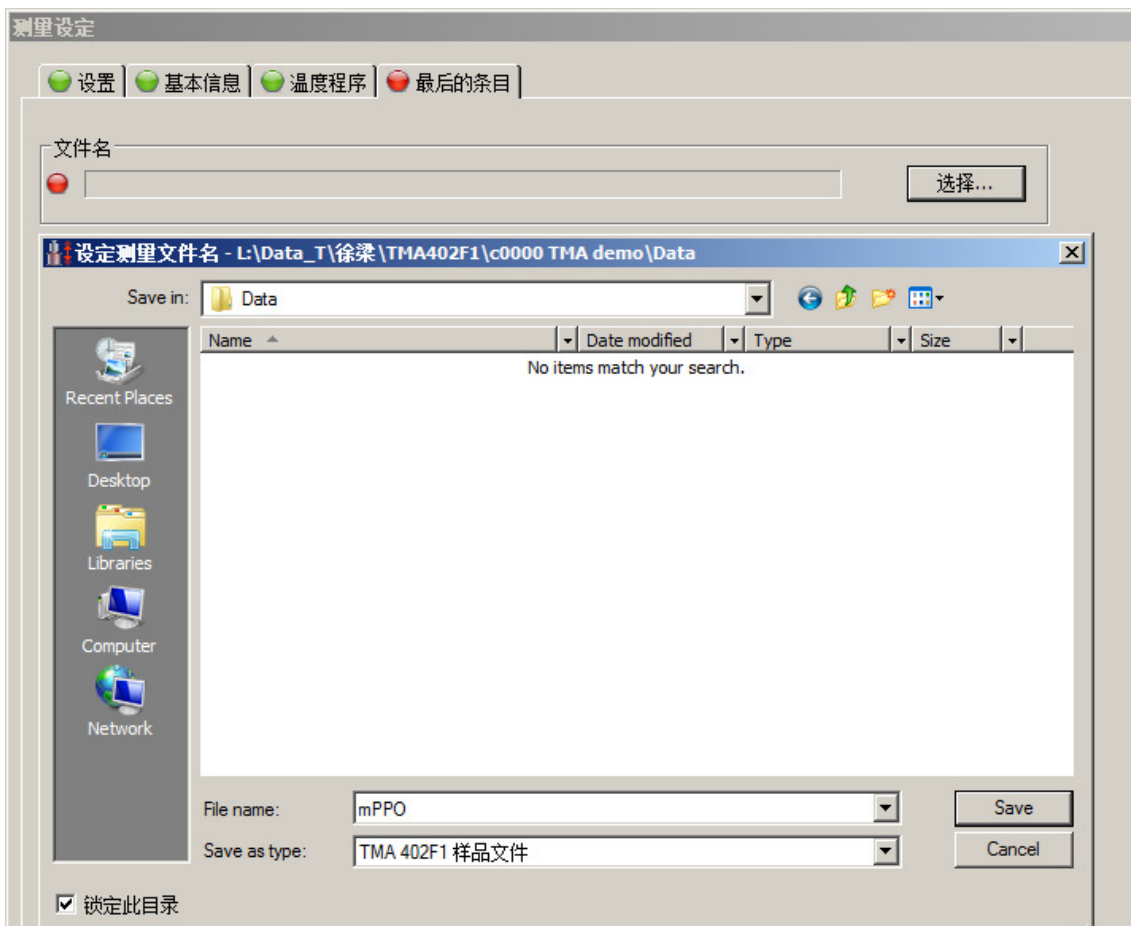
随后再点击“增加”，界面变为：



此时温度程序的编辑已经完成，“结束等待”段一般不必设置。如果需要对上述设置进行修改，可直接在编辑界面上侧的温度程序列表中点入编辑；如果没有其他改动，可点击“下一步”，进入下一步骤。

关于温度程序编辑的其他相关问题，如“初始等待”、“结束等待”、STC、“更多功能”等，以及一些更复杂的温度程序的编制示例，参见《TMA 测量附注》。

温度程序确认或调整之后，点击“下一步”，进入“最后的条目”页面。在此页面中确认存盘文件名：



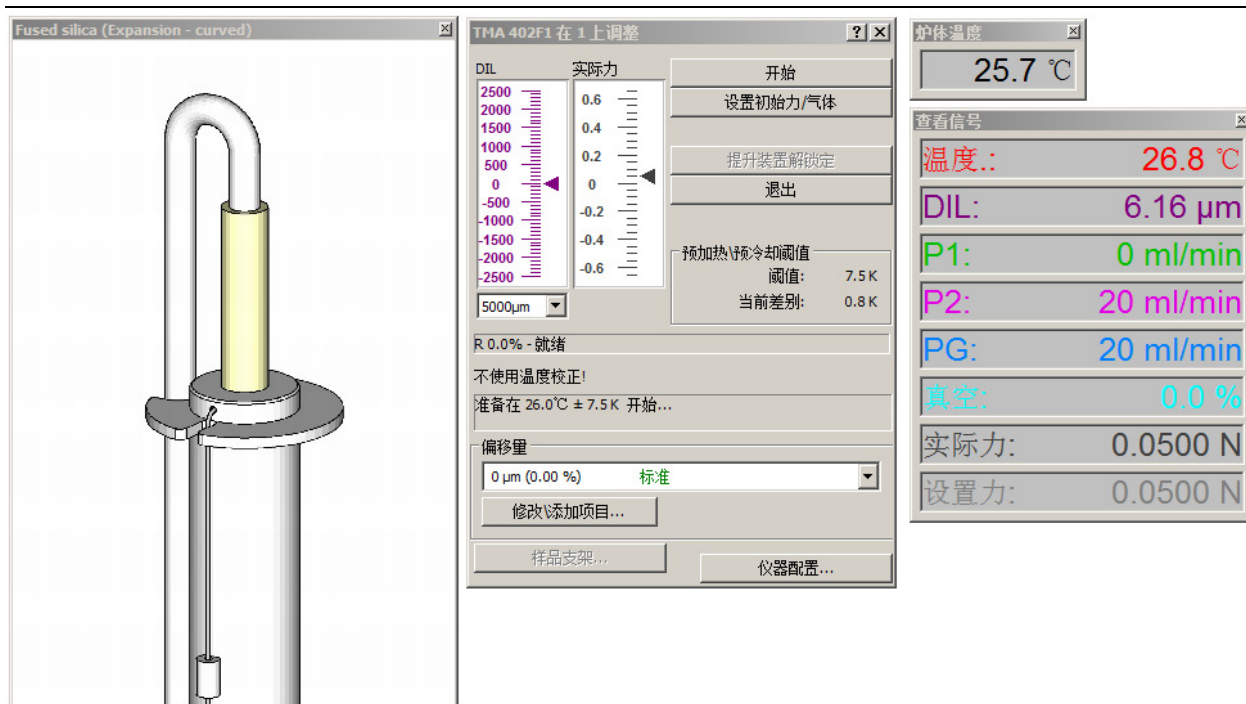
最后点击下方“测量”按钮：



软件自动退出上述实验设定对话框，并弹出“TMA 402Fx 在...调整”对话框。

5. 开始测量

点击“诊断”菜单下的“炉体温度”与“查看信号”，与“调整”对话框放在一起。如下图：



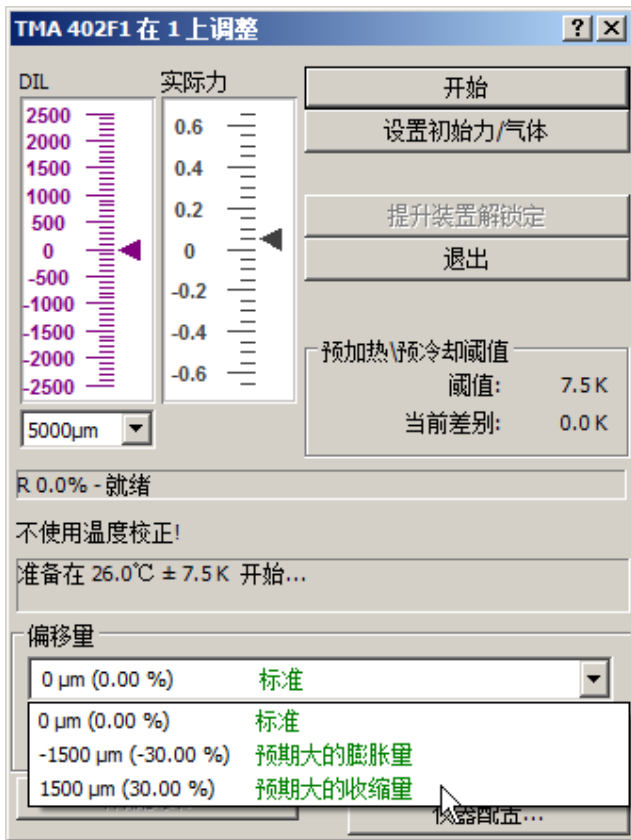
点击上图“调整”对话框中的“设置初始力/气体”按钮，可观察到“查看信号”对话框中的“实际力”项目变为温度程序“起始”段的力值，气体流量（此处使用 P2 与 PG）则被调整为起始段的气体流量，并自动弹出“气体与开关”对话框。

此时观察仪器状态满足如下条件：

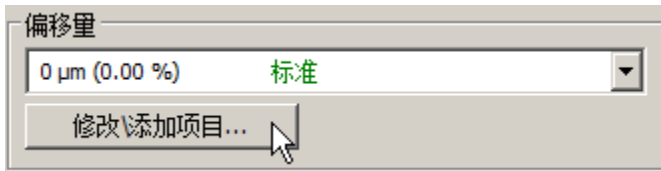
1. 炉体温度、样品温度相近而稳定，且与设定起始温度相吻合。
 2. 力值、气体流量稳定。
 3. DIL 信号稳定基本无漂移。
- 即可点击“开始”开始测量。

注：“TMA 402Fx 调整”对话框左下角的“偏移量”默认为 0μm (0.00%)，此时测量范围为±2500μm，即所能检测到的样品相对于室温下的最大膨胀量为 2.5mm，最大收缩量为-2.5mm。

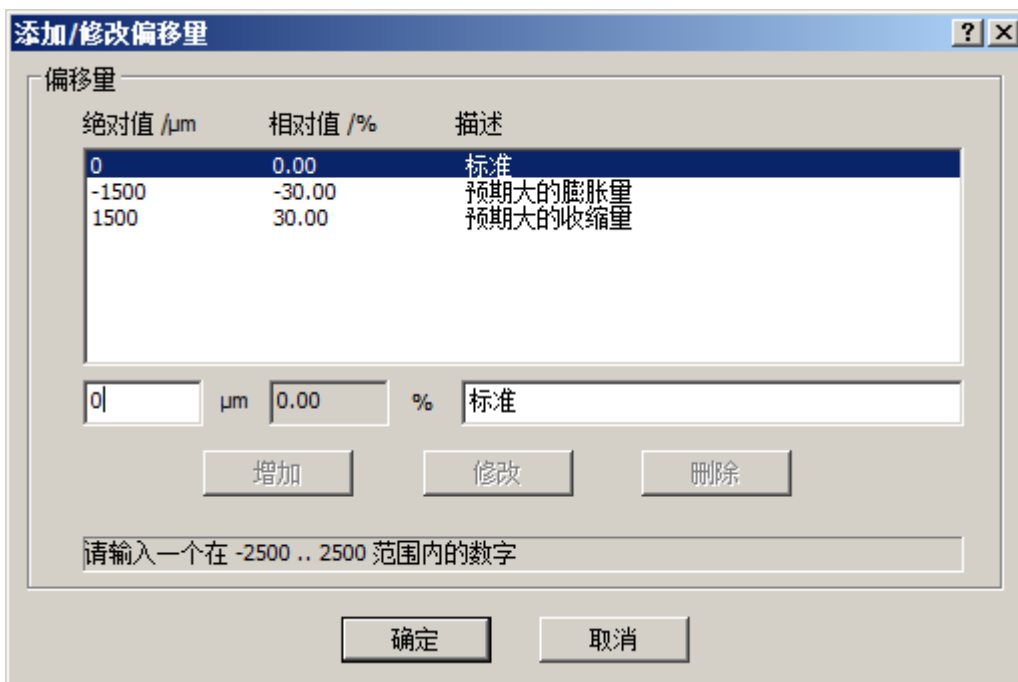
这一偏移量可根据样品的实际情况进行调整。比如样品在测量过程中会发生大的收缩，收缩量将近 -4mm，这时也可点击下拉框，选择偏移量为“1500μm (30%) 预期大的收缩量”，初始信号调整在接近 +1500μm，此时所允许的最大样品收缩量即为 -4000μm，但正（膨胀）方向的量程就很有有限了。反之亦然。



此外，下拉框中的偏移量设定还可以进行修改或添加。点击“修改/添加选项”按钮：



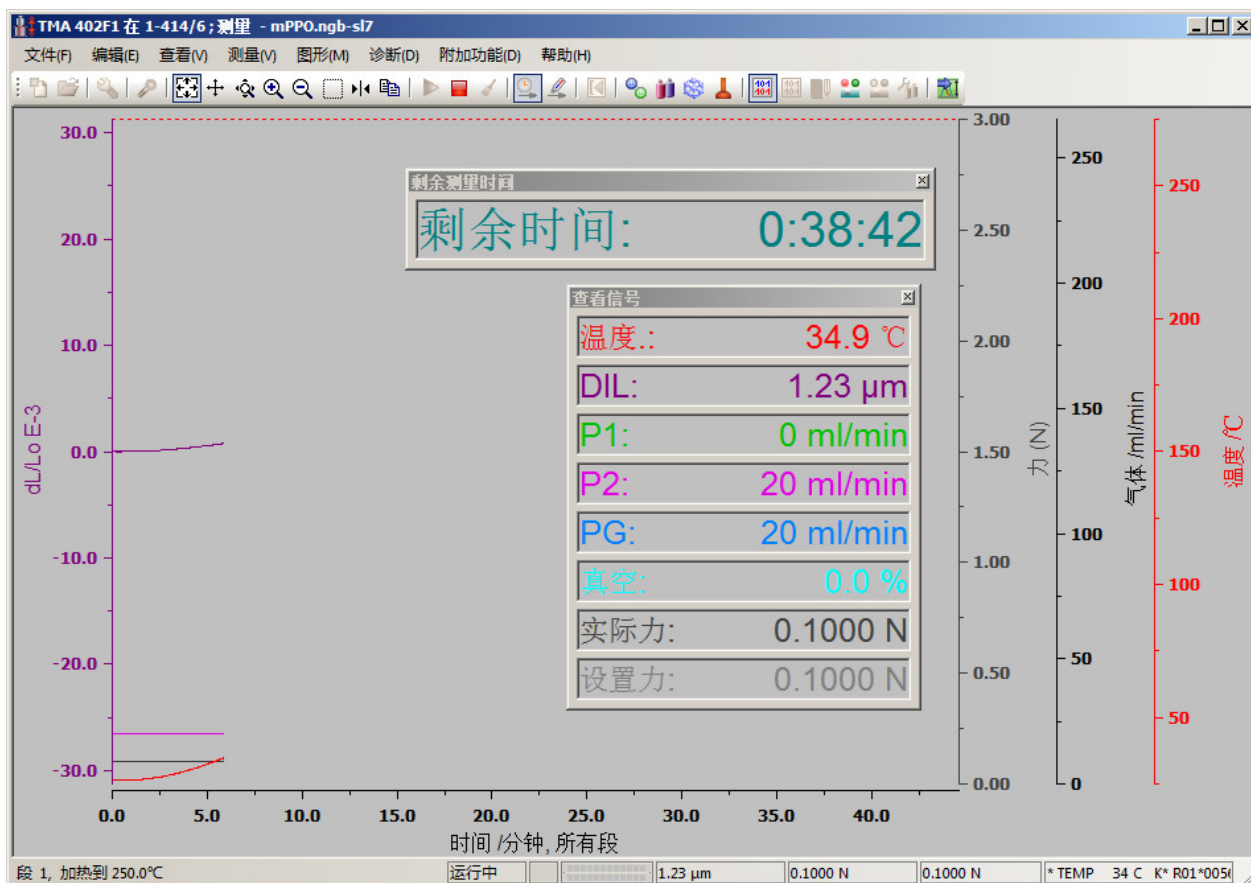
进入如下对话框：



在此对话框中可新增不同的偏移量设定，或修改现有的项目。所作的修改及新增项目将反映在“调整”对话框的“偏移量”下拉框中。

另，选择不同的起始偏移量，只是测量开始时位移传感器的物理零位不同，但不影响相对的长度变化测试。在测量开始之时，仪器会自动根据当前偏移量进行数字归零。

测量界面为：



在测量界面中显示的是尚未经过修正（“样品支架”修正，或标样基线扣除）的原始曲线。一旦载入到分析软件中，曲线即自动得到修正。

6. 测量运行

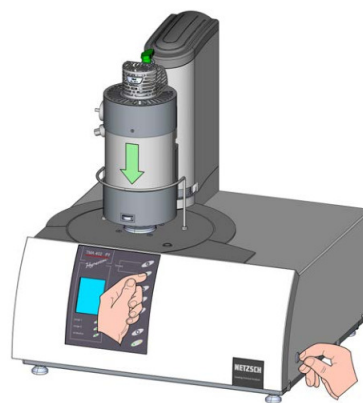
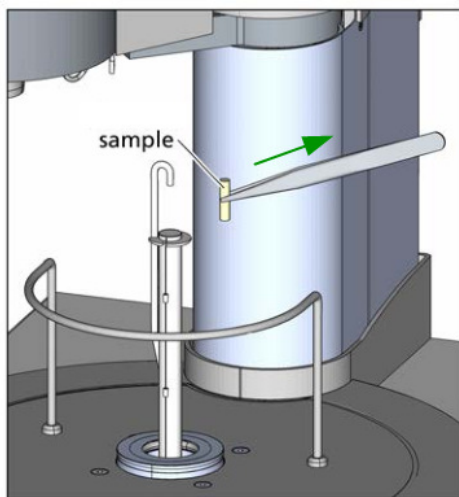
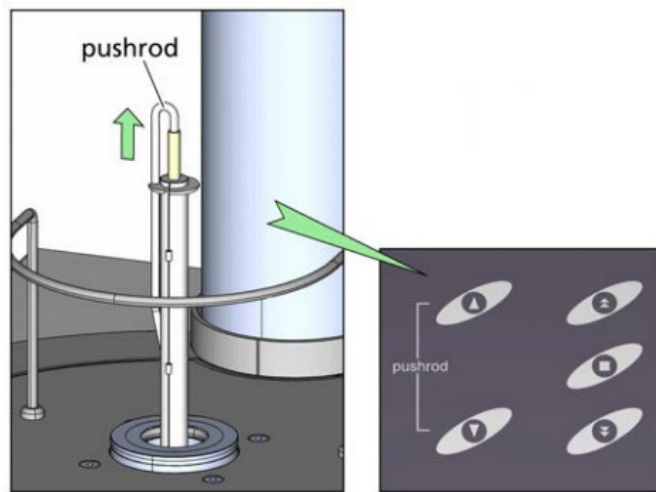
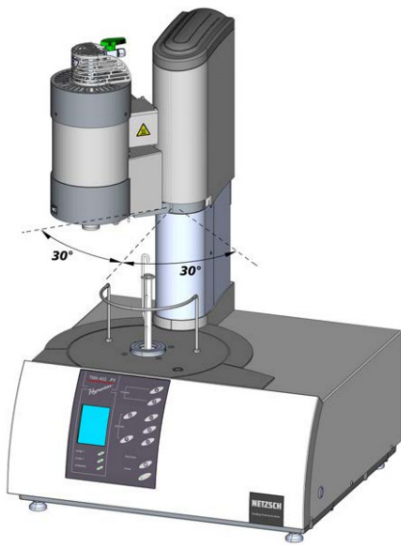
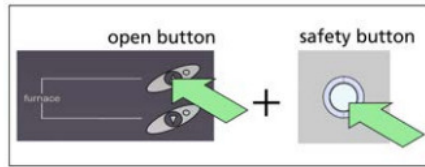
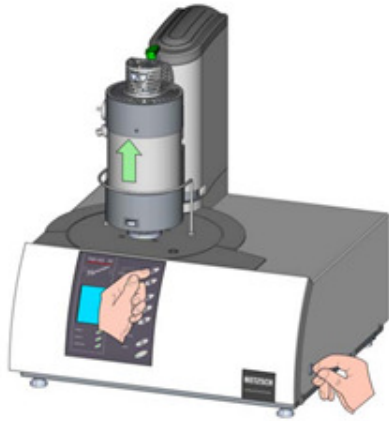
如果需要在测试过程中将当前曲线（已完成的部分）调入分析软件中进行分析，可点击“附加功能”菜单下的“运行实时分析”。

如果需要提前终止测试，可点击“测量”菜单下的“终止测量”。

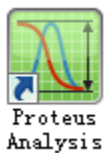
关于测量过程中其他可使用的软件功能的描述，详见《TMA 测量附注》。

7. 测量完成

待炉体温度降至 150°C 以下后，按动开炉按钮升起炉体，将炉体推至侧面，按动相关按钮升起推杆或松开样品。取出样品。再按动按钮合上炉体。



点击“工具”菜单下的“运行分析程序”，将测量曲线调入分析软件中进行分析。



关于数据分析过程，详见《TMA 数据分析向导》。

耐驰科学仪器商贸（上海）有限公司 应用实验室

徐梁，汪霞云

初稿：2014. 3.

最后修订于：2015. 4.

基于 Proteus 6.1 版

技术支持邮箱：nsi-lab@netsch.com

www.netsch.cn