

## 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

制备合适尺寸的样品。





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:







Image: Construction of the stripes	clamp clamp clamp bog edge bort edge sample stripe
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 有全平的和带尖的两种。 若使用带尖的 clamp,应使尖齿侧夹住样品,如上 图所示)。
retaining spring	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》。
<b>9</b> . 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)。	

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:

🕌 TMA 402F1 在 1-414/6 ; 测量									
文化	‡(F)	编辑(E)	查看(V)	测量(V)	图形(M)	_			
1	新建	≹(N)			Ctrl+N				
12	打开	F(O)			Ctrl+O	۲			
2	仪器	¥设置(I)							

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 硬件配置的确认(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):



	劉祖	
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)	🗌 禁用风扇控制
则重模式(1)	Standard Expansion	
样品支架 (1)	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 (1)	开启	
热电偶校正 (50 °C) (¹)	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	重新设定增重

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:

<ul> <li>&gt;</li></ul>	4400 名称: mPPO 形状: 圆柱体 长度: 1.63 mm 直径: 2.7 mm	
温度校正: ◎ 不使用 ◎ 使用所选	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	
2:WETZSCH\Proteus61\cal\Fused_si_ne.sd 选择 注: 目于操作向导的示范测试		



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:

🕌 选择样品支架	是材料 - C:\NE	TZSC	H\Proteus61	\cal				2	×
Look in:	🔒 cal				•	G 🜶 📂 🖽•			
1	Name 🔺			-	Date modified	▼ Type	- Size	-	
3	Al2o3.sc	1		373	2007-7-11 15:32	CPS4 Document		6 KB	
Recent Places	Al2o3ne	scl			2009-7-20 14:19	CPS4 Document		2 KB	
	Fused_s	.scl			2007-7-11 15:33	CPS4 Document		6 KB	
	👺 Fused_s	_ne.s	d		2010-1-28 14:08	CPS4 Document		3 KB	
Desktop	glass_c.	scl			2007-7-11 15:33	CPS4 Document		7 KB	
<u></u>	Graphite	.scl			2007-7-11 15:34	CPS4 Document		7 KB	
	Inconel6	00.sd			2007-9-18 10:59	CPS4 Document		3 KB	
Libraries	Platinum	.scl			2007-7-11 15:34	CPS4 Document		6 KB	
	Platinum	-TPM.	scl		2010-7-21 13:40	CPS4 Document		2 KB	
	Pyrocera	m960	6.scl		2008-9-17 7:05	CPS4 Document		2 KB	
Computer	Sapph_n	e.sd			2010-2-1 16:57	CPS4 Document		6 KB	
	Sapphire	.scl			2007-7-11 15:36	CPS4 Document		6 KB	
	Tungster	n.sd			2007-7-11 15:37	CPS4 Document		6 KB	
Network									
	File name:		Fused_si_ne.s	cl			•	Open	I
	Files of type:		标准膨胀数据	Ę			•	Cancel	i
☑ 锁定此目录			11112200100220	•					1
文件/包含参数		内容							
🛛 🔤 基本参数	<u>ل</u>	描述	Ŕ	数值					
		材料	4:	FUSED SILICA					
		来源	E:	NETZSCH					
		备注	E	>800 extrapolated	ł				
		温度	₹下限:	-200 °C					
		温度	≹上限:	1100.00 °C					
		文件	名:	Fused_si_ne.scl					
		日期	月/时间:	2010-1-28 20:47:41					
		操作	音:						

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:



Nr	选择	类型	名称	化学式	密度 /mg/ml	范围 /ml/min	添加
	<b>v</b>	预设	NITROGEN	N2	1.250	250	18改…
2		预设	OXYGEN	02	1.429	254	
5		预设	ARGON	Ar	1.784	244	
ł.		预设	HELIUM	He	0.179	210	_8-
		预设	CARBON DIOXIDE	CO2	1.977	134	亚小
<b>i</b>		预设	AIR(80/20)	N2/02	1.293	260	
							<ul> <li>● 仅在激活时</li> <li>● 始终</li> <li>● 储存</li> <li>● 从不</li> <li>● 仅在激活时</li> <li>● 始终</li> </ul>

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:

俚设定	È														? >
i 🍚	设置 🔵 基本	[信息] 🝚 🧃	温度程序 ┃ 🝚 :	最后的条目											
Nr	类型	°C ; F1	K/min ; TR	Time ; A	pts/min ; D	pts/K ; T	F	0 ; Cycles	STC	N2/02	N2	N2	LN2 功革	☑ 基本	真空
1	<b>•</b>	26.0			抽真空 + 充气	ĩ	_	0.0500	Γ	0	20	20	关 <b></b> n/a	n/a	
授券 S S C C C C N T C N T に 、 S の に の の の の の の の の の の の の の の の の の	4 TC 扫气 1 MFC 开启 (80/20) 扫气 2 MFC 开启 ROGEN 护气 MFC 开启 ROGEN 2 冷却	20	ml/min ml/min ml/min		终止温度: 升温速率 采样速率: 采样速率: 采样速率: Po 0.0500	□ 1	C /min ts/K ts/min					步 初初 <b>动恒</b> 结结	<b>彩分类</b> 術給 容温 東 東 手 待 一 里 新 当 插入动 插 五 次 術	■ ■ 1 前 森 温 段 段	
	12  天闭 冷却功率 初始功率 朝空	<u> </u>	6	F0	- <b></b> л	F0						「「「「「」」」	除当  数  号: !计:	前段	0

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:

- Ki	五  🤍 基4	1月記   🤍 油	11受柱序   🤝 1	反后的余日												_
Ir	类型	°C ; F1	K/min ; TR	Time ; A	pts/min ; D	pts/K ; T	F	0 ; Cycles	STC	N2/02	N2	N2	LN2	功率	基本	真
	<u> </u>	26.0			抽真空 + 充气	ζ	_	0.0500	Γ	0	20	20	×٦	n/a	n/a	Γ
		250.0	5.000	0:44:48	75.00	15.00	_	0.0500		0	20	20	×⊾	n/a	n/a	Γ
STC 吹扫 <sup>4</sup> □ 开 AIR(80 吹扫 <sup>4</sup> ○ 开	: 肩 0/20) 气 2 MFC — 启 0GEN	0 n	nl/min		紧急复位》	LE度: 275.0 F0 0.0500	ľ N	2				初初动恒錯结	始等待 始 ふ 温 東 東 等待	÷		
保护	气 MFC —— 启 DGEN	20 r	nl/min										更插	<b>増加</b> 新当育 入动惑	般	
		_											插	入恒温	殿	
IY # NITRC LN2 ☆ LN2	≫却 │关闭	<u> </u>											刪	际当日	142	

# NETZSCH

"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。



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:



夏望设定
文件名     ●     选择…
Hittige and the second seco
Save in: 🚺 Data 💽 🌀 🎓 🖽 🗸
Name
File name: mPPO Save
Save as type: TMA 402F1 样品文件 Cancel

# 最后点击下方"测量"按钮:

_ (B)/ul				
	🝚 输入完成 🛛 🕤 输入需要校验		无法存取页面	⊖ 输入不需要
<- 上一步	确定	测量	取消	下一步->

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 0um (0.00%),此时测量范围为±2500um,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"1500um(30%) 预期大的收缩量",初始信号调整在接近+1500um,此时所允许的最大样品收缩量即为-4000um,但正(膨胀)方向的量程就很有限了。反之亦然。



TMA 402F1 在	1上调整		<u>? x</u>
DIL	实际力	开始	
2500	0.6	设置初始力/气体	
1500	0.4 =		
500	0.2	提升装置解锁定	
		退出	
-1000 -	-0.2		
-1500	-0.4 <u> </u>	┌预加热\预冷却阈值──	
-2500 —	-0.6	阈值:	7.5 K
5000µm 💌		当前差别:	0.0 K
R 0.0% - 就绪			
不使用温度校正	E!		
准备在 <mark>26.0℃</mark>	± 7.5K 开始		
 - 伯牧母 ———			
価が生			
0 µm (0.00 %	6) 标准		<u> </u>
0 µm (0.00 %	う 标准		
-1500 µm (-3	0.00 %) 预期	大的膨胀里	
1500 µm (30.	00 %) 预期	大的收缩里	
100500			

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:

Г	偏移里		-
	0 µm (0.00 %)	标准    ▼	
	修改\添加项目	4	

进入如下对话框:

添加/修改偏移里			<u>? ×</u>
「偏移里			
绝对值 <b>/</b> µm	相对值 /%	描述	
0	0.00	标准	
-1500 1500	-30.00 30.00	预期大的膨胀里 预期大的收缩里	
이	µm 0.00 %	% 标准	
	増加	修改 删除	
请输入一个在 -2500 2500 范围内的数字			
确定取消			



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℃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: <u>nsi-lab@netzsch.com</u> <u>www.netzsch.com</u>