

TMA 数据分析向导

文件编号: cPH60-TMA-03

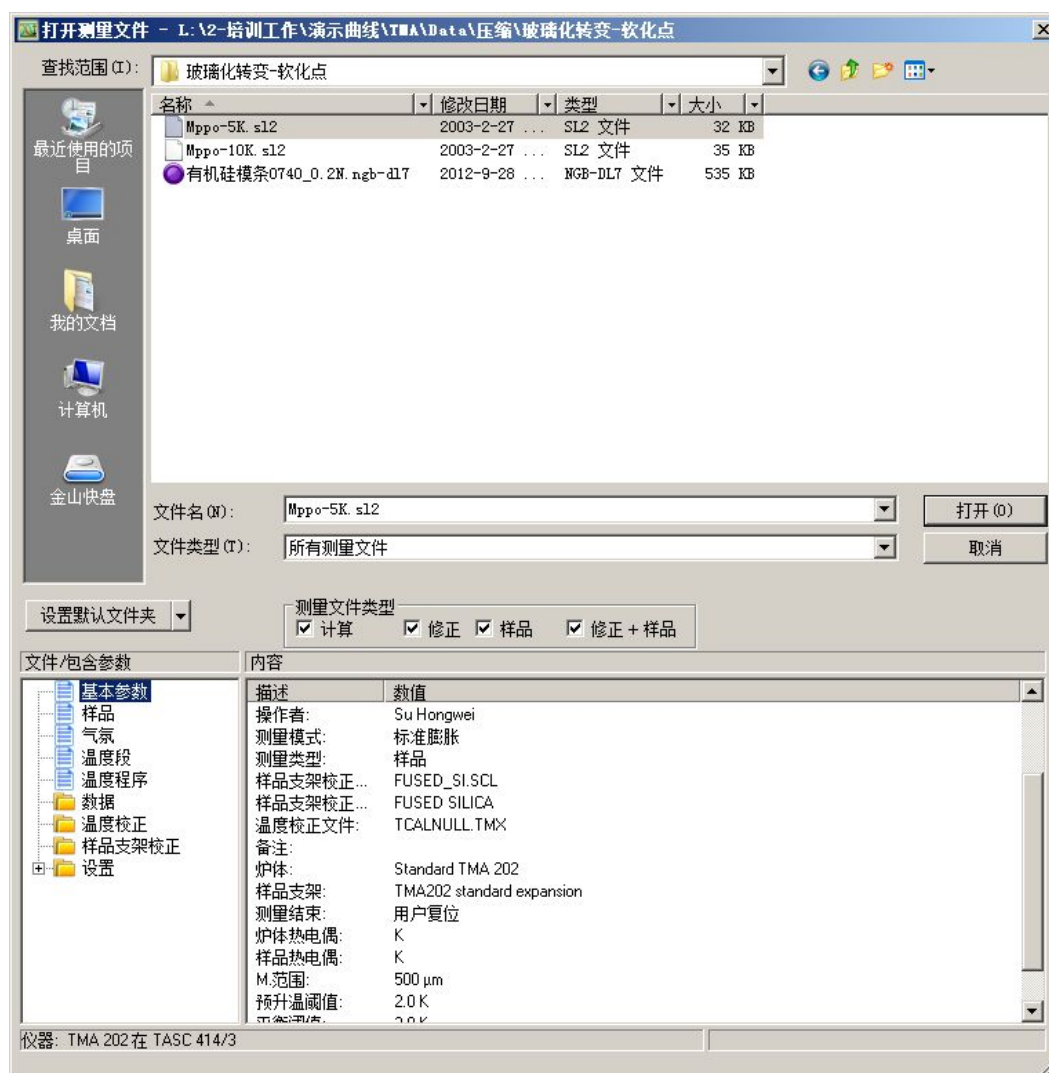
目录

- 打开数据文件
- 切换时间 / 温度坐标
- 力的显示或隐藏
- 确认修正
- 平滑
- 曲线标注
 - 线膨胀系数计算
 - 特征温度点标注
 - 膨胀/收缩比例标注
- 插入文字
 - 修改文字属性
- 保存分析文件
- 打印图谱
- 导出到图元文件
- 导出数据
- 附：更多分析示例
 - 玻纤复合材料-线膨胀-各向异性
 - PA66 的压缩蠕变

以下以聚苯醚 (MPPO) 塑料粒子的膨胀过程 (含玻璃化转变与软化点) 测试为例, 讲解如何对 TMA 的测量结果进行分析。

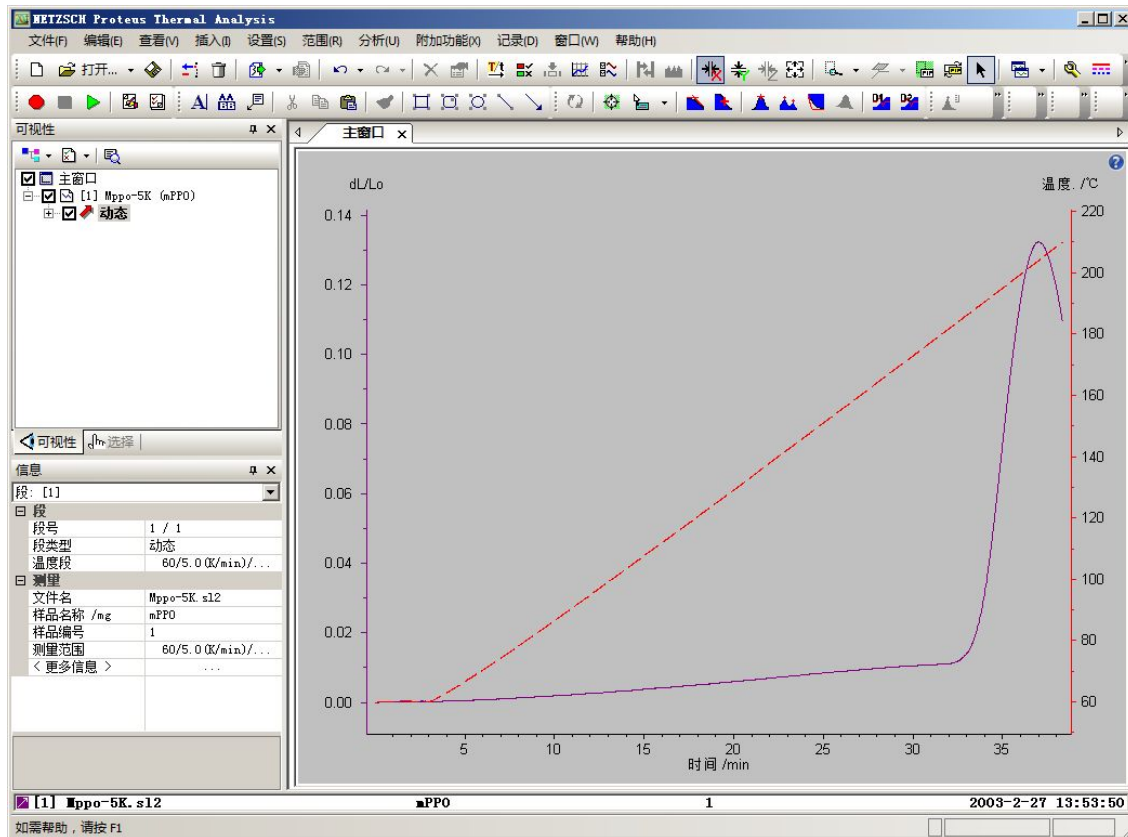
1. 打开数据文件

点击“文件”菜单下的“打开”项, 在分析软件中打开所需分析的数据文件。




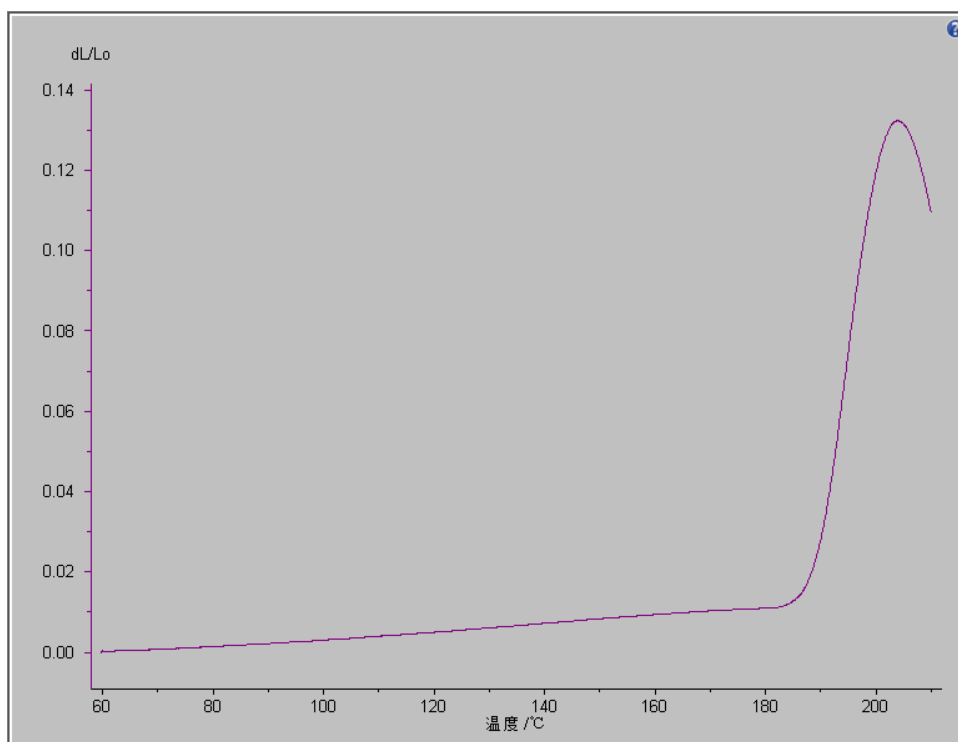
如果是对测量软件中正在测量的数据进行实时分析，也可在测量软件中点击“工具”菜单下的“运行实时分析”，软件将自动把已完成的测量部分调入分析软件中进行分析。若测量已完成，点击“运行分析程序”，软件也将自动载入新生成的数据文件进行分析。

载入数据后的分析界面如下：




2. 切换时间 / 温度坐标

刚调入分析软件中的图谱默认的横坐标为时间坐标。对于动态升温测试一般习惯于在温度坐标下显示，可点击“设置”菜单下的“X-温度”或工具栏上的相应按钮将坐标切换为温度坐标。切换后的效果如下：



3. 力的显示或隐藏

TMA 测试中能够设定力的大小，因此在数据分析中可以显示力的大小及变化。对于在测试中所使用的固定的静态力，习惯上将其隐藏，但若测试条件中涉及力的变化，则应相应保留。

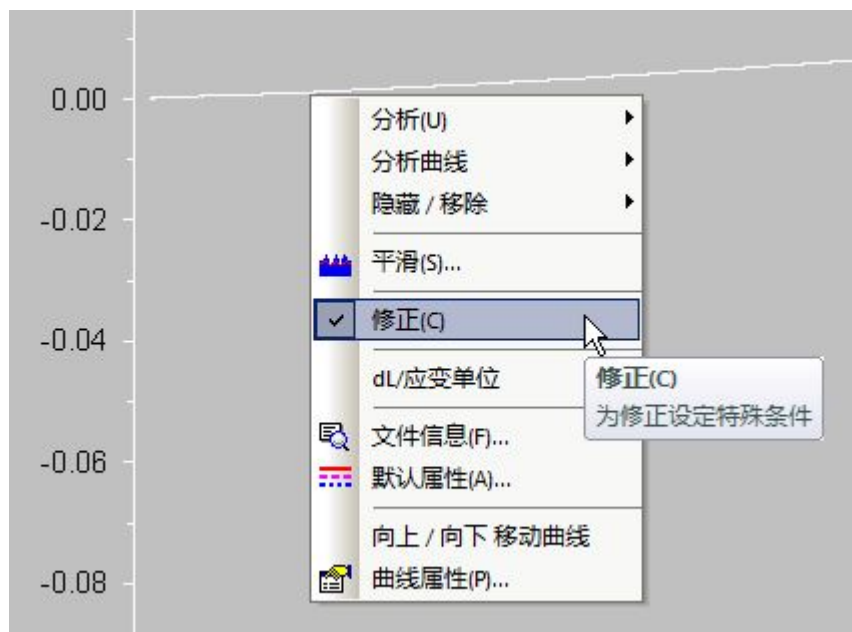
使用“查看”菜单下的“坐标轴、曲线、网格线”或工具栏上的  按钮可以选择隐藏或显示力的信号。



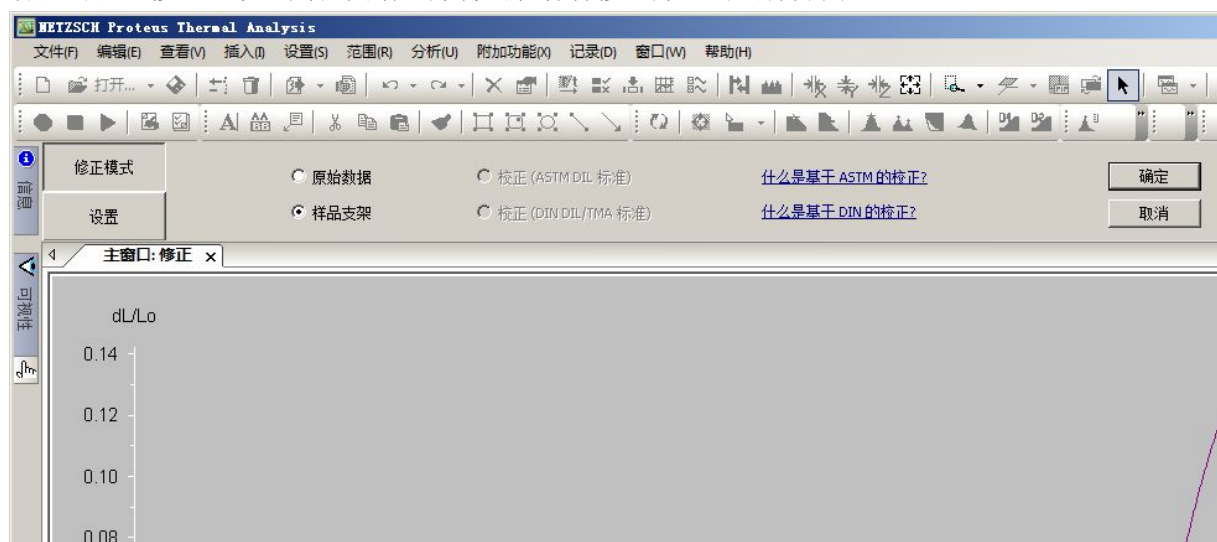
4. 确认修正

TMA 测得的 dL 曲线需要进行“修正”，以扣除系统膨胀的部分，显示样品本身的膨胀曲线。

从 Proteus 6.1 起，曲线在载入分析软件之后，已经自动使用最合适的方法进行了修正。这一点可在曲线的右键菜单中确认：



若点击该“修正”项，则在图谱上方将出现各种修正方法的选择界面：

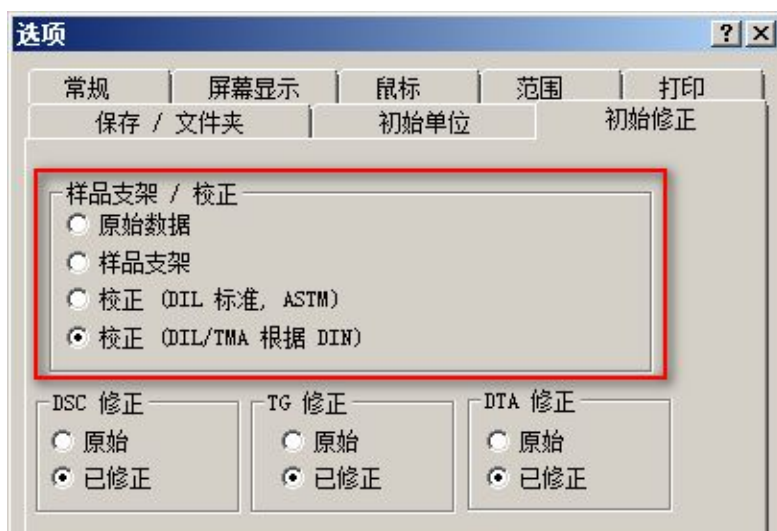


对于“样品”模式的测试结果，默认使用“样品支架”方式进行修正。

若使用“修正+样品”模式（即使用标样进行基线校正）得到的测量结果，将额外多出“校正（ASTM DIL 标准）”与“校正（DIN DIL/TMA 标准）”两个选项。一般推荐选择“校正（DIN DIL/TMA 标准）”方法。

选择合适的修正方法之后，点击上图界面中的“确定”，将对当前测量曲线应用这一修正方法。

注：在菜单“设置”-->“选项”中，可以设置软件在载入数据之后默认使用的修正方法：



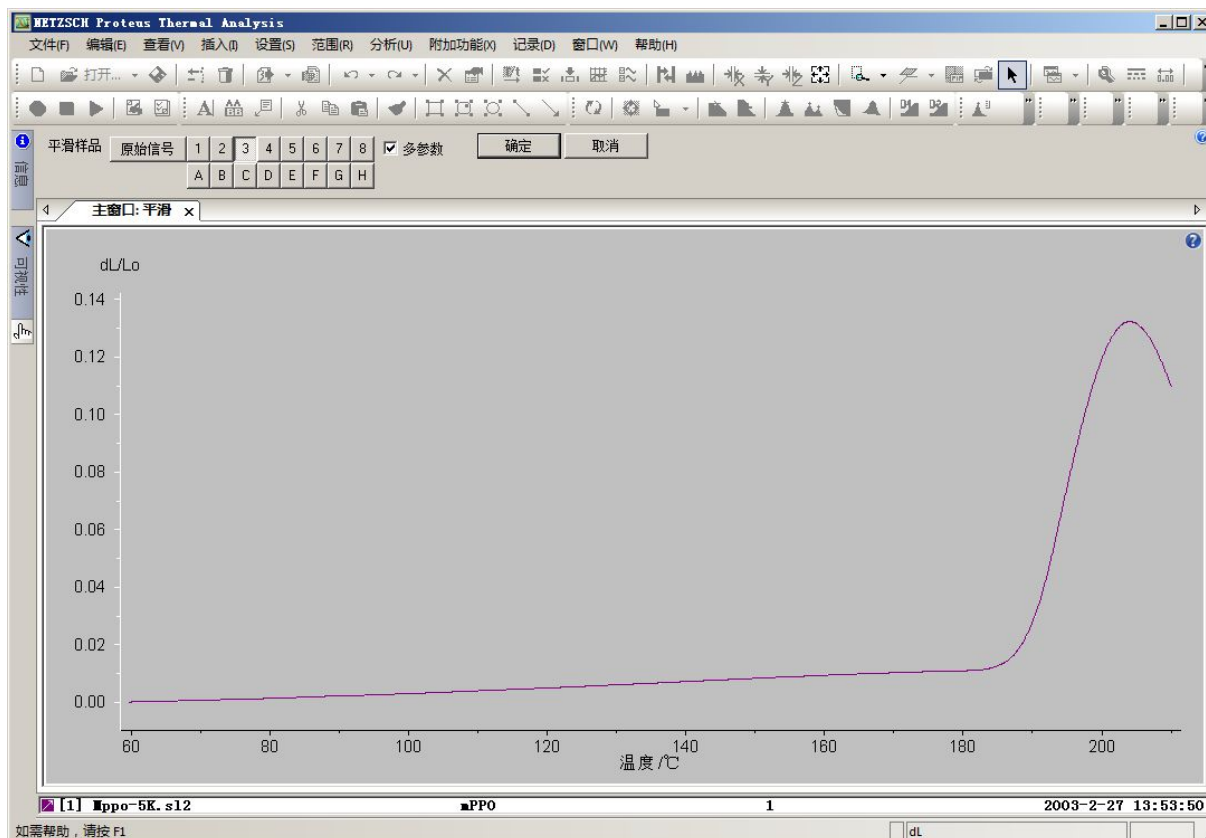
关于修正的原理性描述，以及几种不同方式修正之间的区别与应用场合，详见《TMA 基线校正》。关于“设置”选项卡中的一些特殊功能：



详见《TMA 数据分析附注》。

5. 平滑


如需对曲线进行平滑，可点击“设置”菜单下的“平滑”项或工具栏上的相应按钮，分析界面变为：

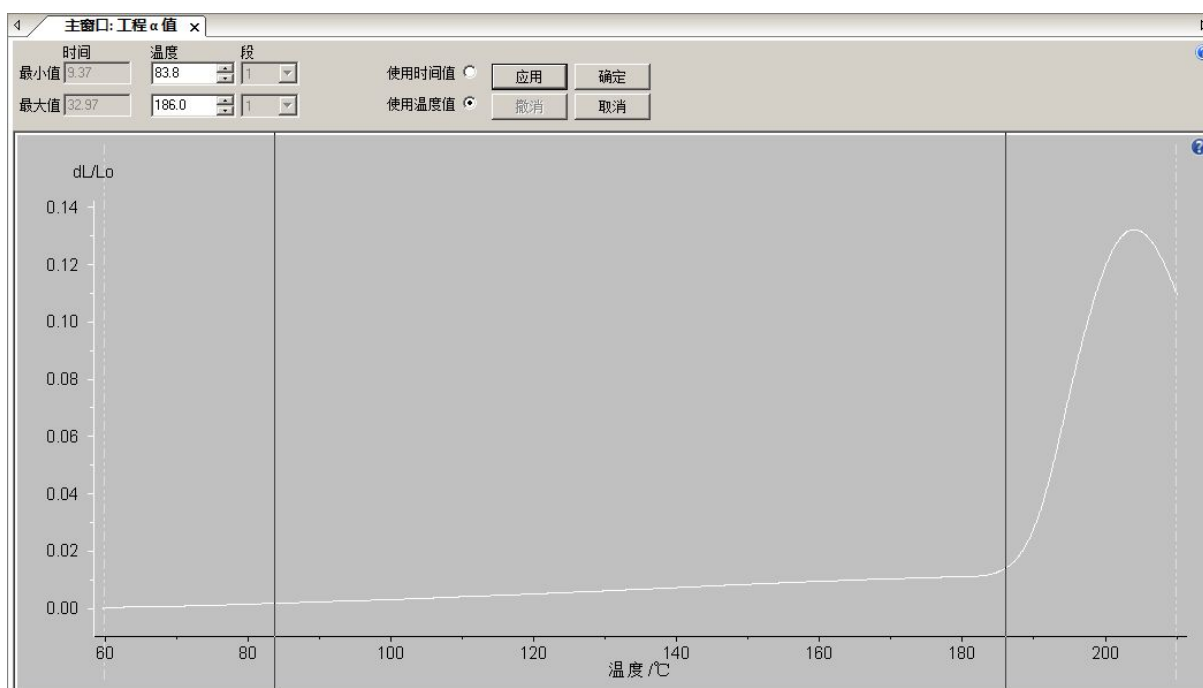


平滑等级共分十六级（1..8, A..H），等级越高，平滑程度越大，但须注意在高的平滑等级下曲线可能会稍有些变形。一般的平滑原则为在不扭曲曲线形状的前提下尽可能的去除噪音、使曲线光滑一些。在左上角选择平滑等级，分析界面上将动态出现平滑后的效果与原曲线（白线）作对照，若对平滑效果满意，点击“确定”即可。

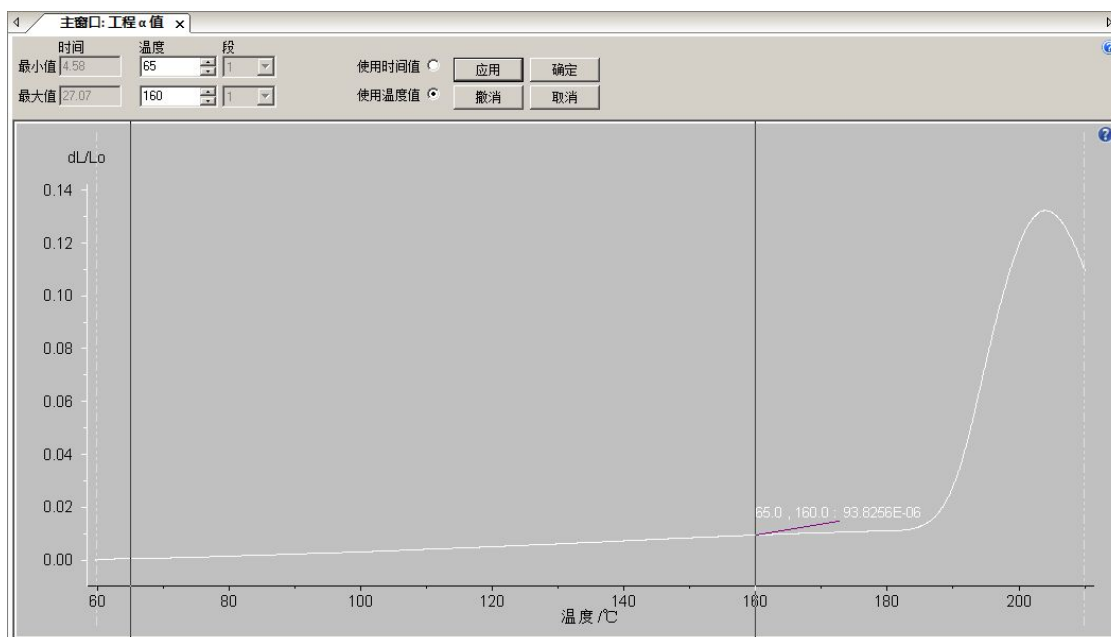
6. 曲线标注

线膨胀系数计算

点击选中待标注的曲线（曲线变白，表示曲线被选中），点击“分析”菜单下的“工程 α 值”（工具栏按钮 ），出现如下分析界面：



例中计算材料在 65 ... 160°C 范围内的平均膨胀系数，则将左线拖动到 65°C（“参考温度”），右线拖动到 160°C（或在“温度”的最小值与最大值输入框中输入相应的数字），点击“应用”，软件即自动在曲线上标注出 65°C ~ 160°C 的工程 α 值。

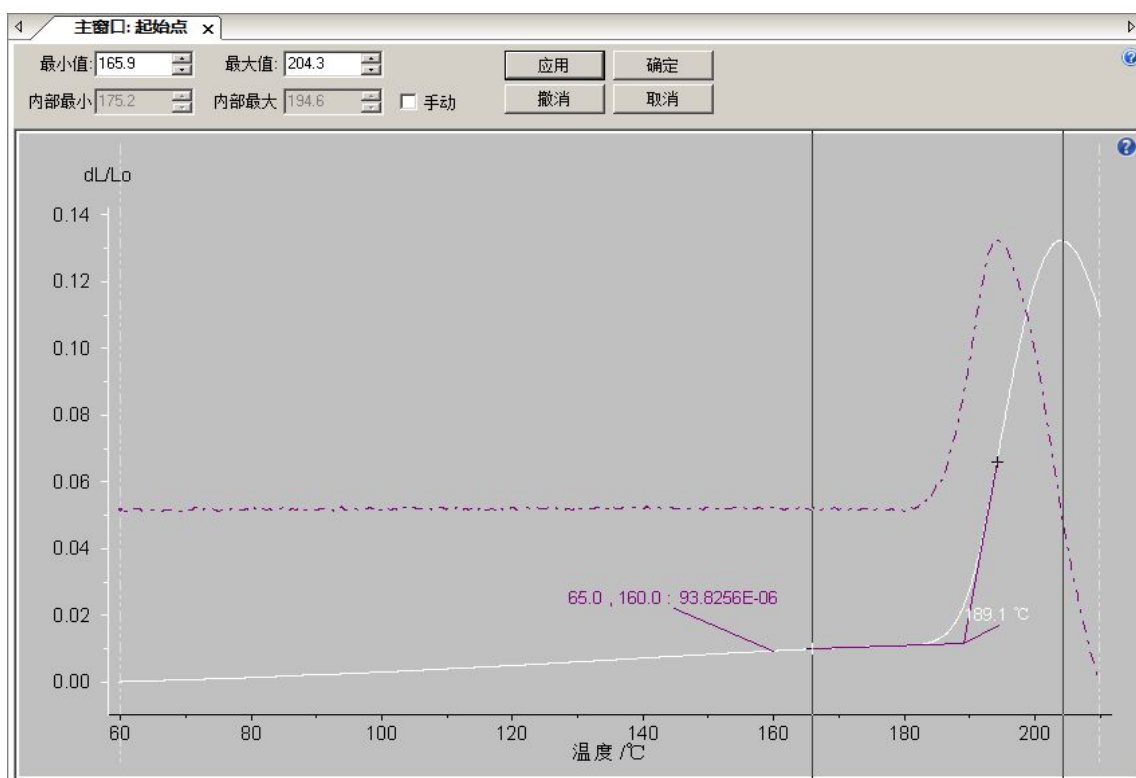


对于特别关注线膨胀系数的测量，还可点击“分析”菜单下的“工程 α 曲线”，调出材料相对于参考温度的平均膨胀系数变化曲线。详见《TMA 数据分析附注》。

特征温度点标注

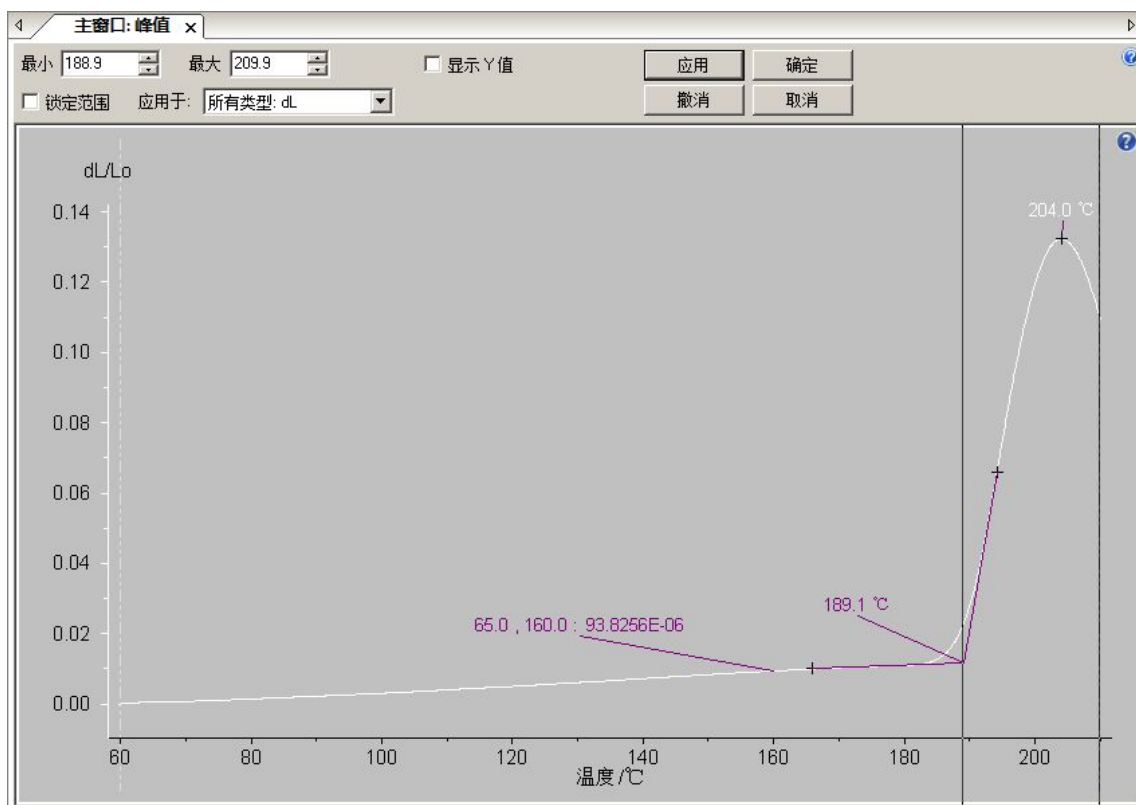
例中样品在 190°C 前后发生了玻璃化转变，导致膨胀系数出现突变。在玻璃化转变之后材料的膨胀系数明显变大，膨胀加速，曲线斜率明显增大。

点击“分析”-->“起始点”，出现起始点标注界面。将界面中的两条黑线拉到合适的位置，点击“应用”，可标出膨胀斜率变化处的外切起始点，以作为玻璃化转变温度的表征：



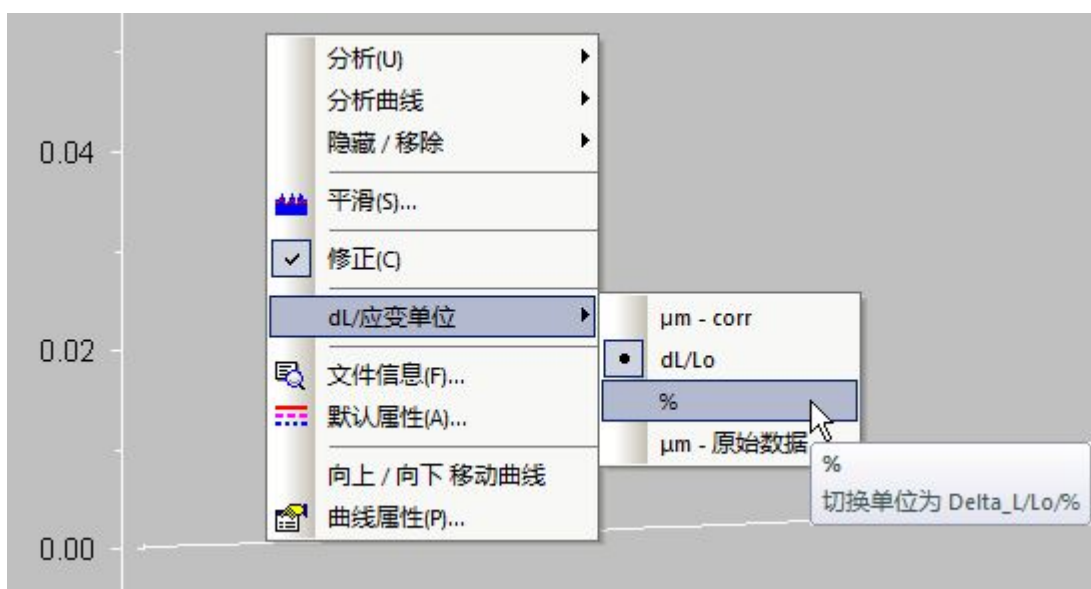
样品经玻璃化转变之后，进入快速膨胀阶段。随后到达一定温度后，随着材料的逐渐软化，将承受不住推杆的压缩力而发生收缩。

点击“分析”-->“峰值”，在出现的峰值标注界面中将两条黑线拖动到样品由膨胀转收缩区域的两侧，点击“应用”，可标出这一区域的峰值温度，以作为软化点的表征：

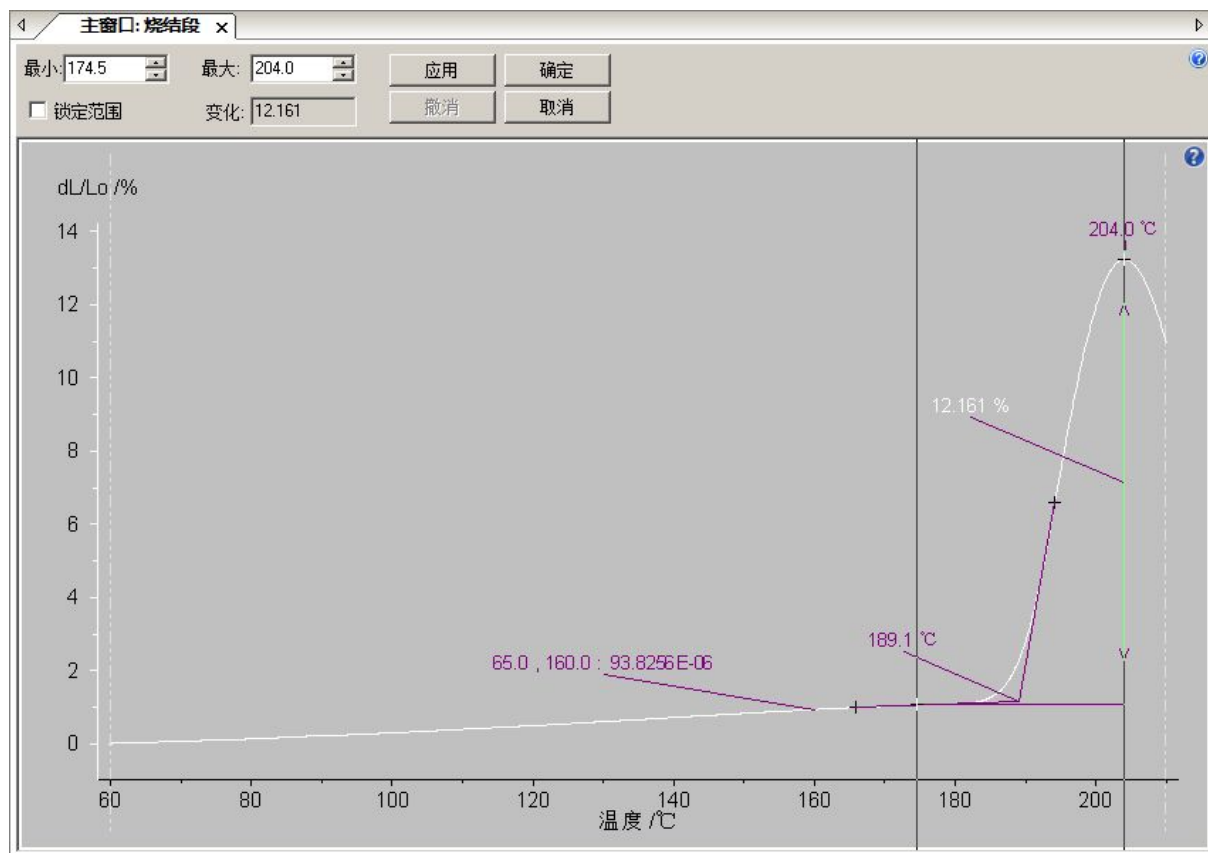


膨胀/收缩比例标注

右键点击 dL 曲线，在 dL/应变单位中将 dL 坐标切换为百分比%坐标：



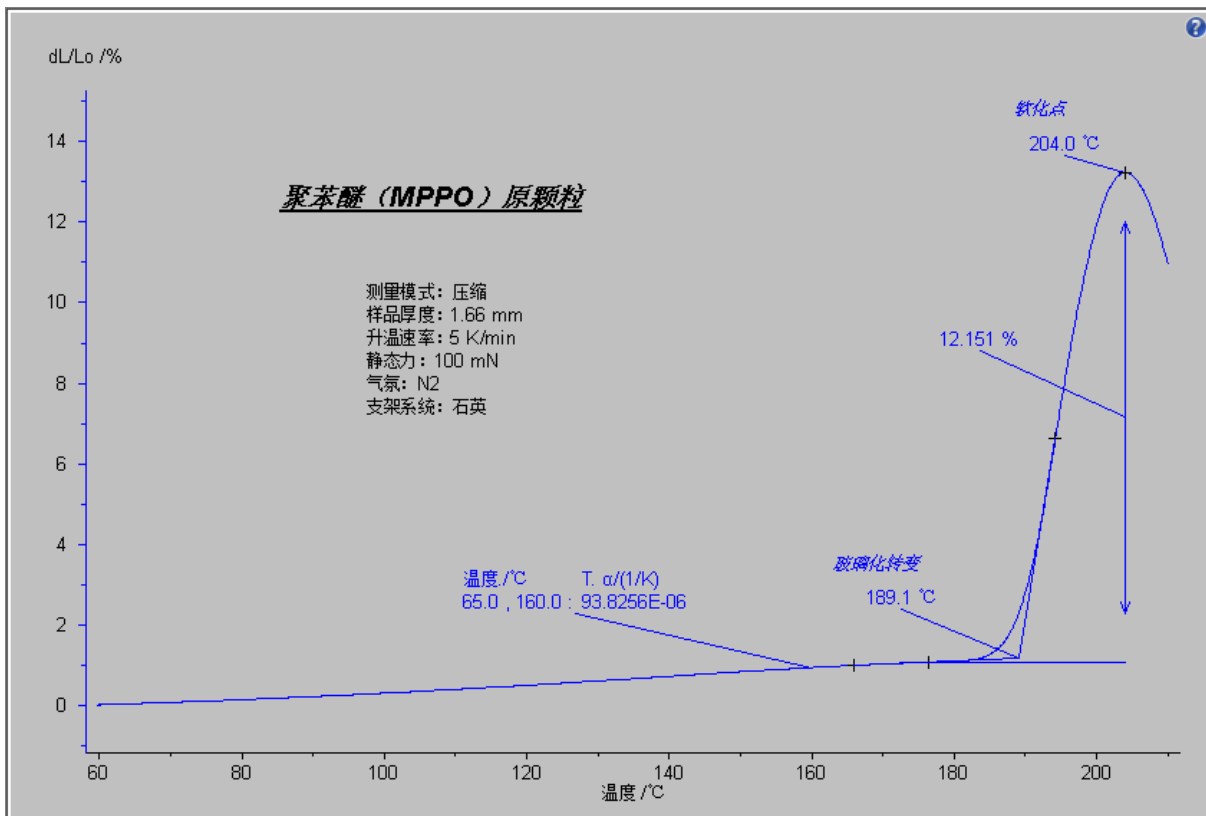
点击“分析”-->“烧结步骤”，在弹出的“烧结段”标注界面（实为膨胀/收缩比例标注界面）中，将两条黑线拖动到待计算膨胀比例的前后范围处，点击“应用”，即标出了样品在一定温度范围（此处为加速膨胀区域）内的膨胀比例：



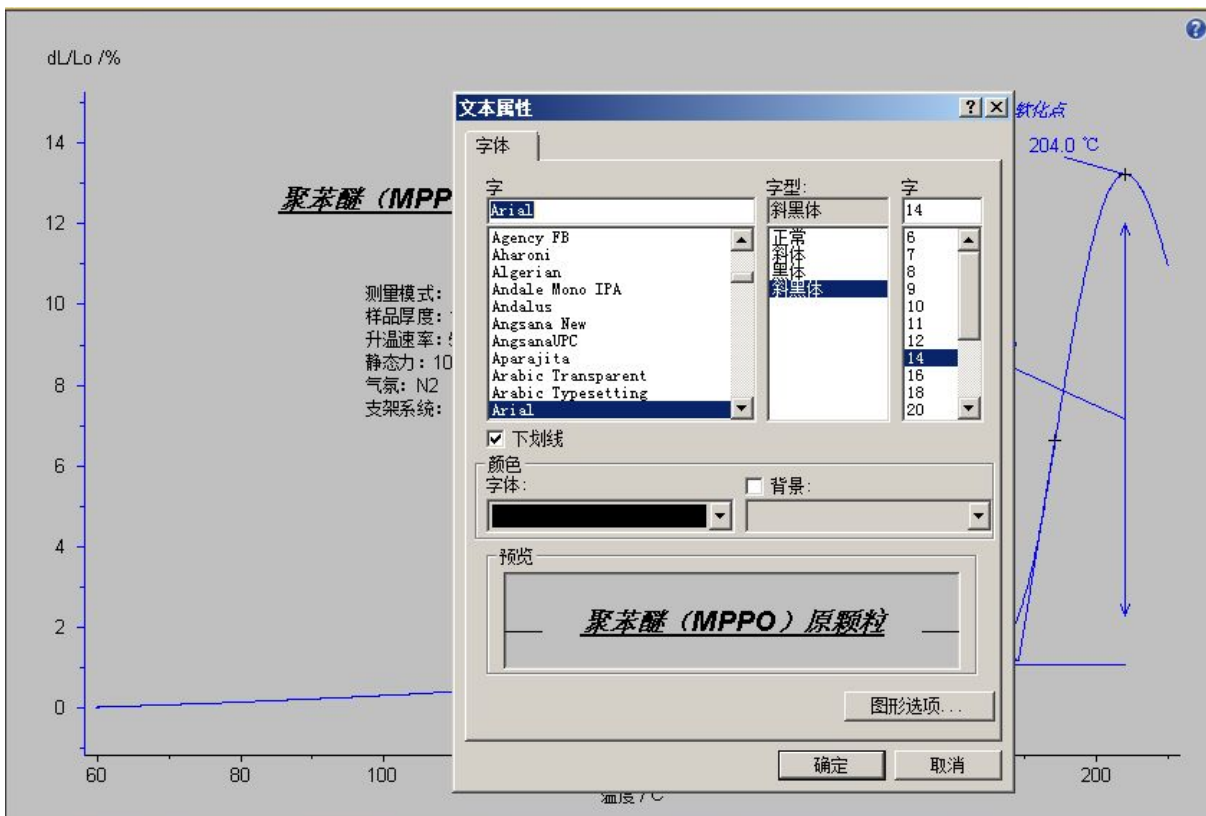
注：在 TMA 上测得的高分子材料的玻璃化温度与软化点，是一个取决于测量条件的特定结果。不同的作用力、包括不同的测量模式、样品尺寸与升温速率下，得到的转变温度、软化点与膨胀比例等均可能略有差异。因此为了确保测量结果的可重复性，以及样品之间结果的可对比性，应确保各测试在测量模式、样品尺寸、力的大小等方面的一致性。

7. 插入文字

上述操作完成以后，如果还需要在图谱上插入一些样品名称、测试条件等说明性文字，可以点击“插入”菜单下的“文本”或工具栏上的相应按钮，在分析界面上插入文字（文字的多行书写使用“Shift-Enter”进行换行）。




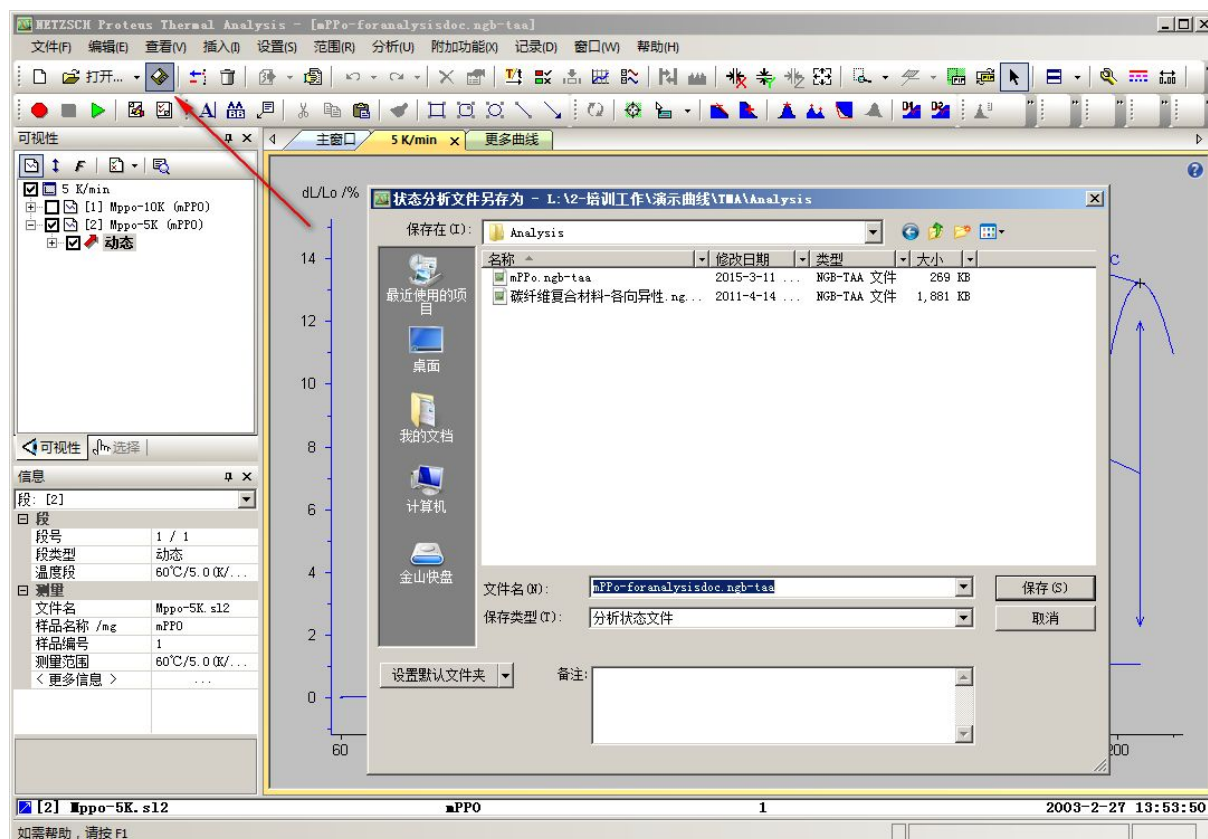
对插入的文字还可进行字体、字型、字号等设置，方法是右键单击文字块，在弹出菜单中选择“文本属性...”：



对于经常插入的类似文字，可在右键菜单中点击“保存为预设文字”，将其保存为文字模板。后续在新的图谱中需要插入这些文字，可点击“插入”-->“预定义文字”并选择合适的文字模板。

8. 保存分析文件

图谱分析完毕后可将其保存为分析文件，方便以后调用查看。点击“文件”菜单下的“保存状态为...”或工具栏上的按钮，在随后弹出的对话框中设定文件名进行保存。

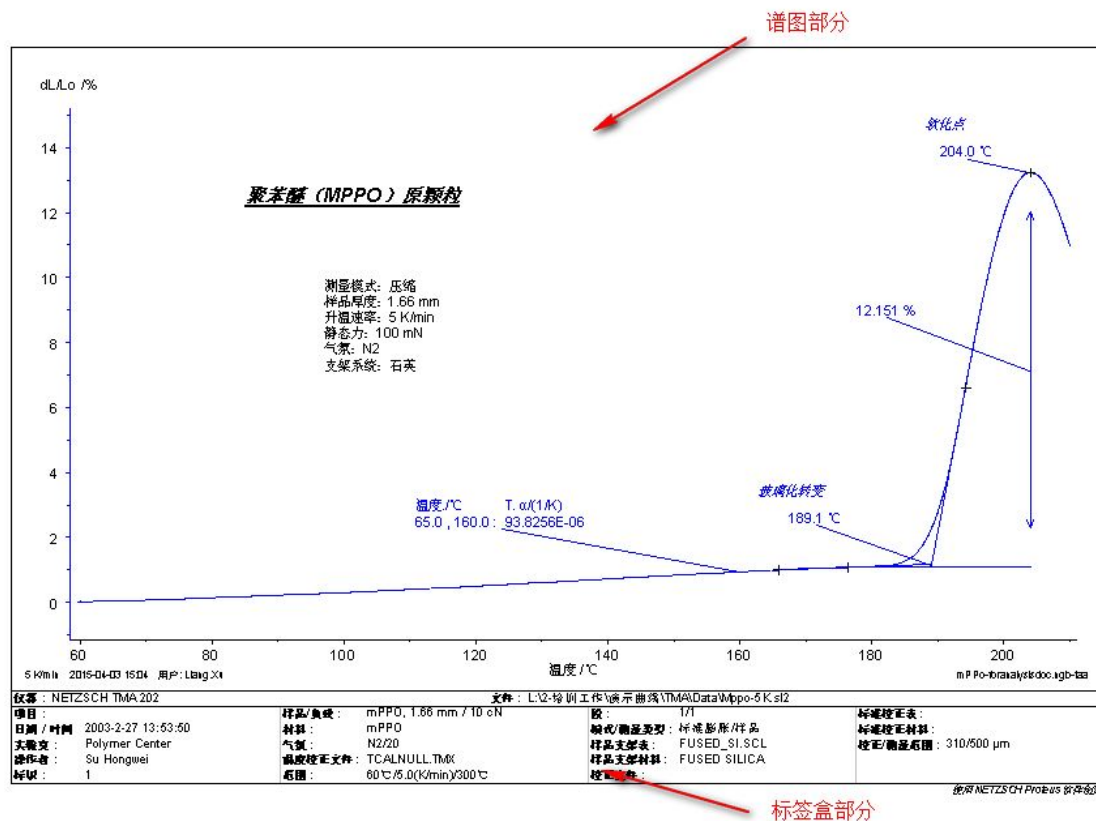


注：存盘分析文件后缀名为*.ngb-taa，在一个文件中保存了软件界面各子窗口中的所有标注内容。打开时不使用“文件”菜单下的“打开”，而是使用“恢复状态...”功能项。另软件也支持在 windows 资源管理器中双击打开 *.ngb-taa 文件。

9. 打印图谱

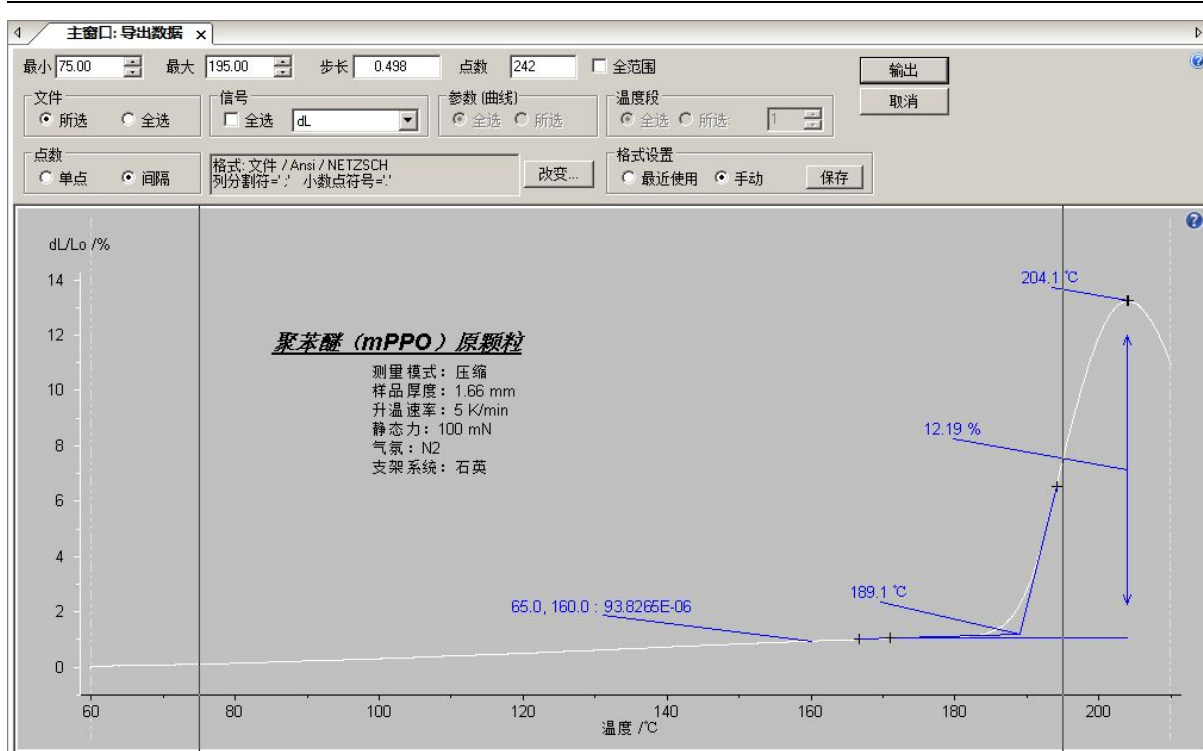
分析结束后，点击“文件”菜单下的“打印分析结果”或工具栏上的相应按钮，可对图谱进行打印。如需对打印机进行设定，可点击“文件”菜单下的“打印机设置...”。如需在打印前预览效果，可点击“文件”菜单下的“打印预览”。

此时可设定导出目标：剪贴板或文件；图片中是否包含标签盒（即图片下部包含样品名称、测量参数等信息的部分）；导出格式：EMF, PNG, TIF, JPG...（推荐使用 EMF，较清晰）等。右上角有导出图片的效果预览。本例中按默认设置将分析结果导出为文件，则只需点击“输出...”，在出现的“另存为”对话框中设定文件名，即可导出。



11. 导出数据

如果需要将数据在其他软件中作图或进行进一步处理，可把数据以文本格式导出。选中需要导出的曲线，点击“附加功能”菜单下的“导出数据”，出现如下界面：



其中导出范围可通过拖动两条黑线、或在操作界面左上角的“左边界”与“右边界”中输入相应的数值来调整。导出步长（即每隔多少时间 / 温度导出一个点）可在“步长”一栏中进行设定。对于界面上有多条曲线（如 dL/L0 曲线与 T.α 曲线）的情况，如需将所有曲线导出到同一文本数据文件中，可在“信号”处的“全选”上打勾。如果需要对导出格式进行设定，可点击“改变...”按钮，出现如下对话框：



在该对话框中可对导出格式进行一些设置（其中 CSV 为 Microsoft Excel 文件格式的一种）。在全部设置完成后可点击“保存”按钮，软件自动将本次设置记忆为“最近使用”的设置，方便下

一次类似的数据导出。

随后点击“输出”，即出现如下文件保存对话框：



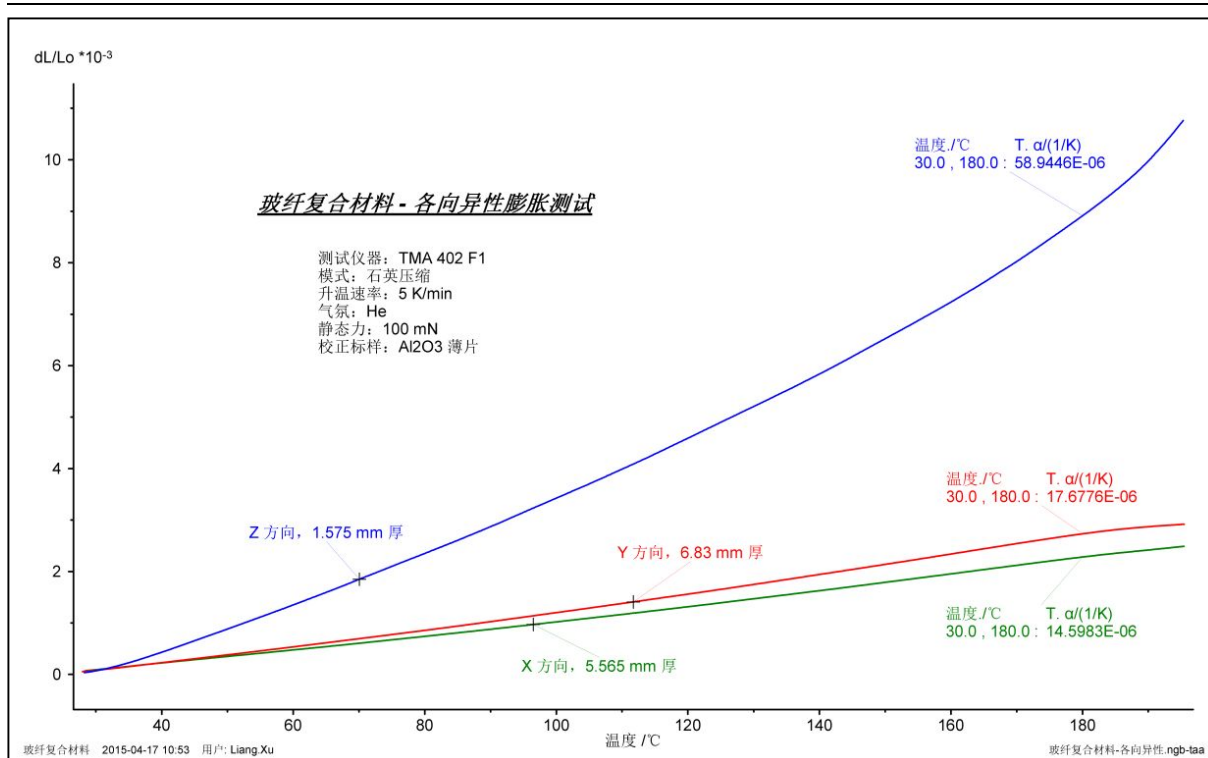
设定存盘路径与文件名后，点击“保存”即可。

附：更多分析示例

例 1、玻纤复合材料-线膨胀-各向异性

以下对各向异性的玻纤复合材料样品进行各个不同方向上的膨胀系数的标注与比较。

1. 点击“文件”-->“打开”，载入各条原始曲线（X、Y、Z 方向，共计 3 条曲线）。
2. 切换横坐标为温度。
3. 隐藏静态力曲线（此步骤可选。对于在测试全过程中固定不变的静态力，单独作为曲线显示意义不大，可隐去，在文字标注中注明力的大小即可）。
4. 在 dL 曲线的右键菜单中确认合适的修正类型（本例中使用 Al₂O₃ 薄片作为标样进行基线修正，修正类型为“DIN DIL/TMA 标准”）
5. 分别选中各条曲线，点击“设置”-->“平滑”，对曲线作适度平滑。
6. 分别选中各条曲线，点击“分析”-->“工程 α 值”，为其计算 30..180℃ 范围内的 T.Alpha。
7. 插入文字标注。
8. 保存分析文件。
9. 打印与图谱导出。图谱如下：

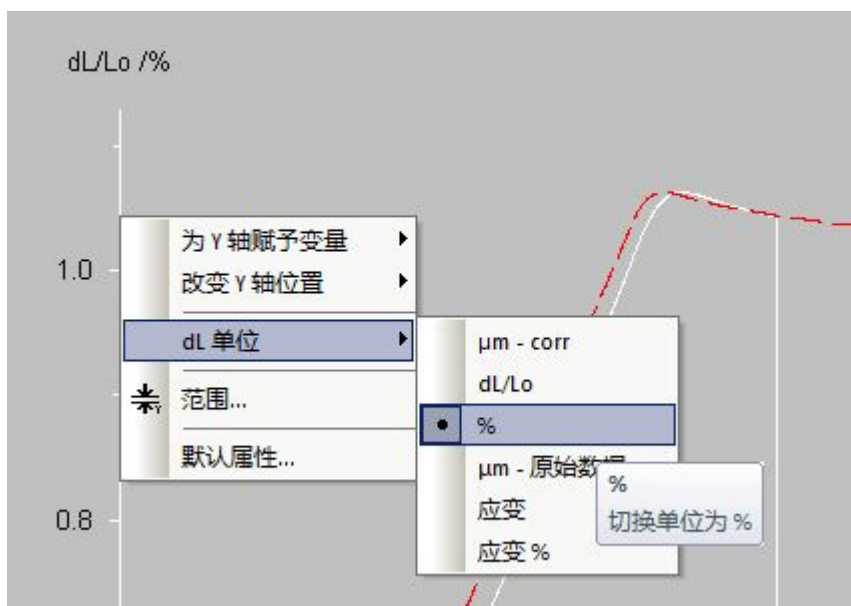


例 2、PA66 的压缩蠕变

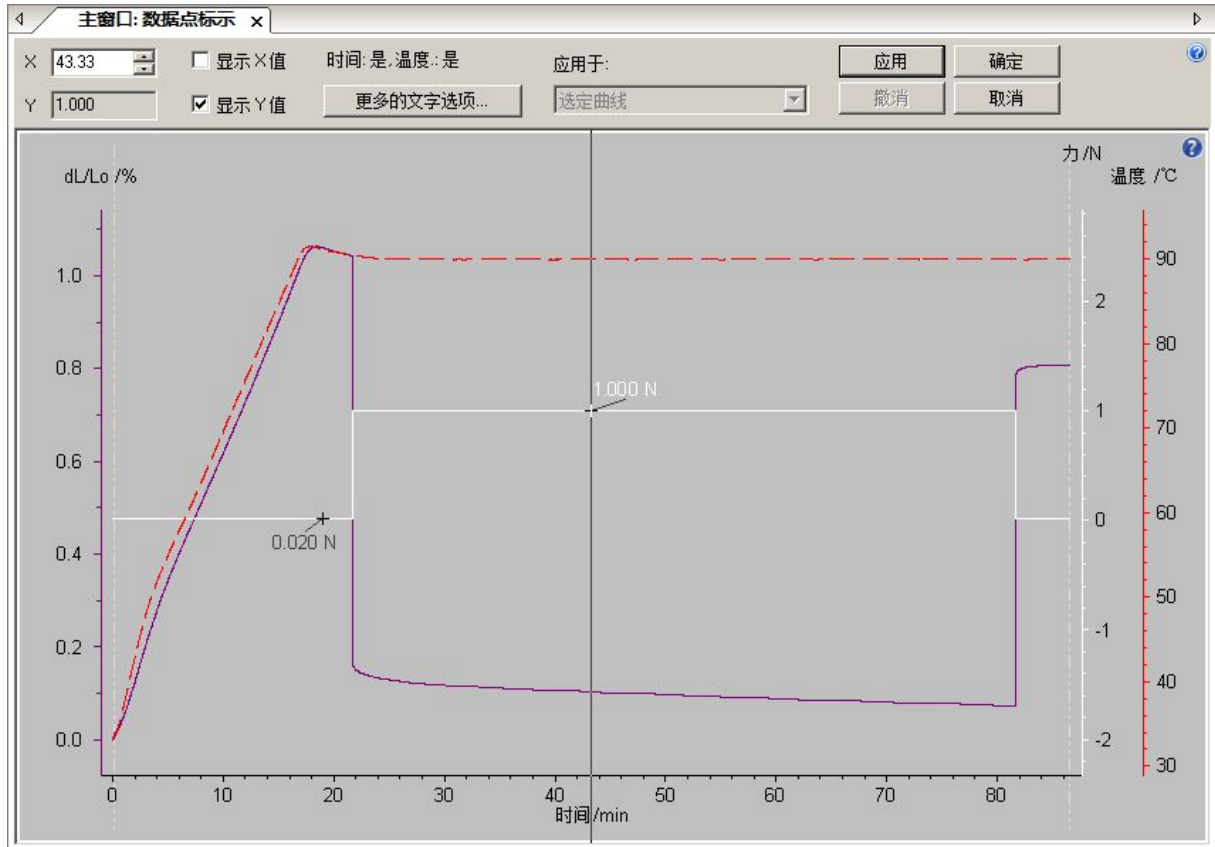
本例中，对某一 PA66 塑料小粒在 90°C 恒温下、使用 1N 压缩力进行了压缩蠕变测试。具体温度程序为：

- RT ... 3K/min ... 90°C, 0.02N (升温)
- 90°C 恒温 5min, 0.02N (恒温预稳定)
- 90°C 恒温 1hr, 1.00N (恒温下的压缩蠕变)
- 90°C 恒温 5min, 0.02N (力撤销, 观察形变回复)

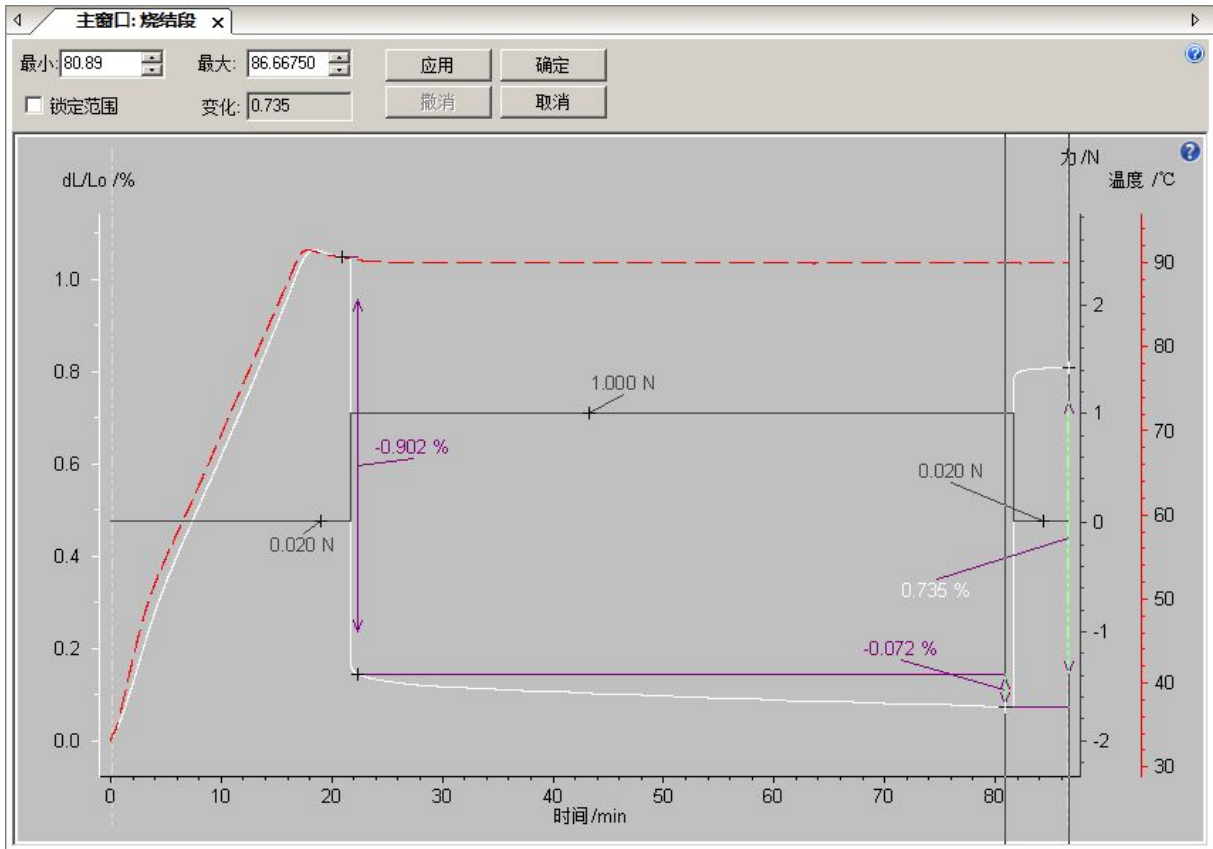
1. 点击“文件”-->“打开”，载入原始数据。
2. 右键点击 dL 坐标轴，在弹出菜单中将 dL 坐标设为 % 单位：



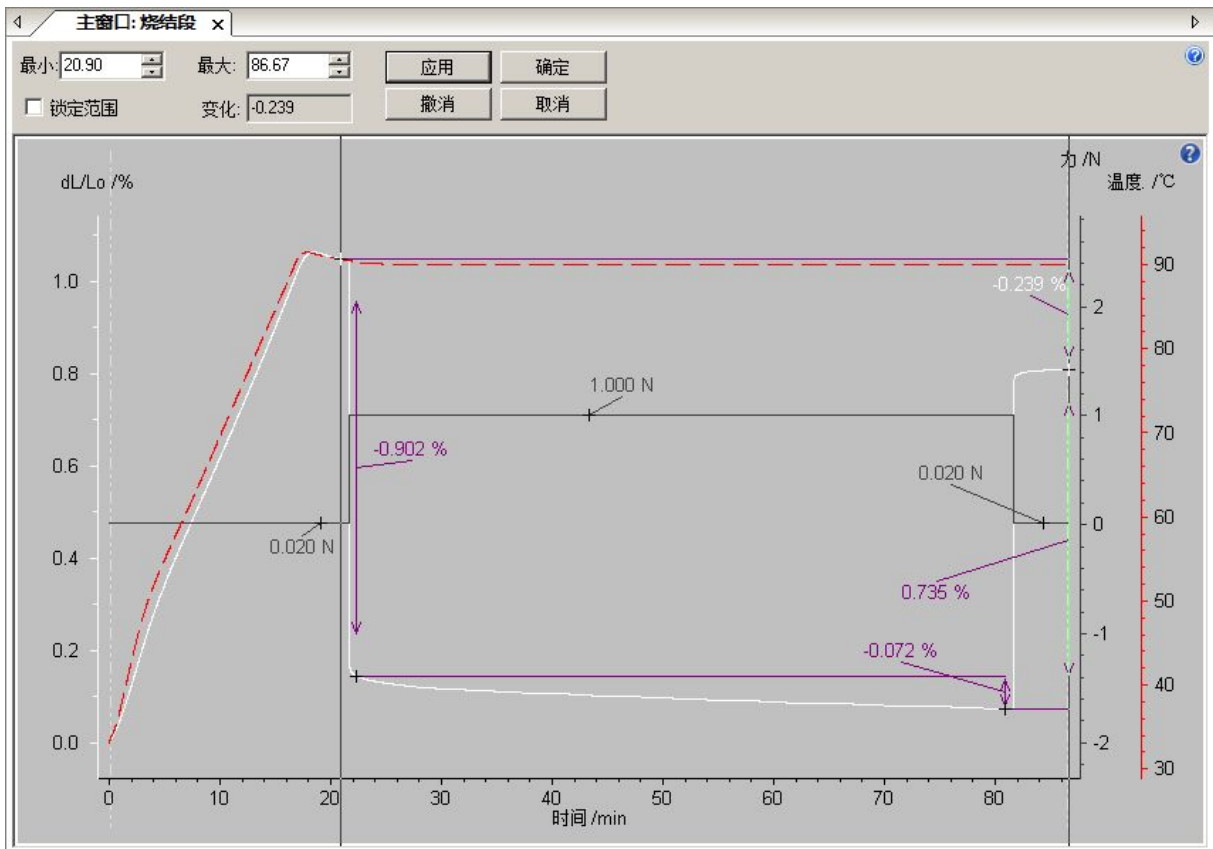
3. 在 dL 曲线的右键菜单中确认修正状态。
4. 对曲线作适度平滑。
5. 选中“力”曲线，使用“分析”菜单下的“数据点标示”功能，在“力”曲线上标出各阶段所使用的力值。



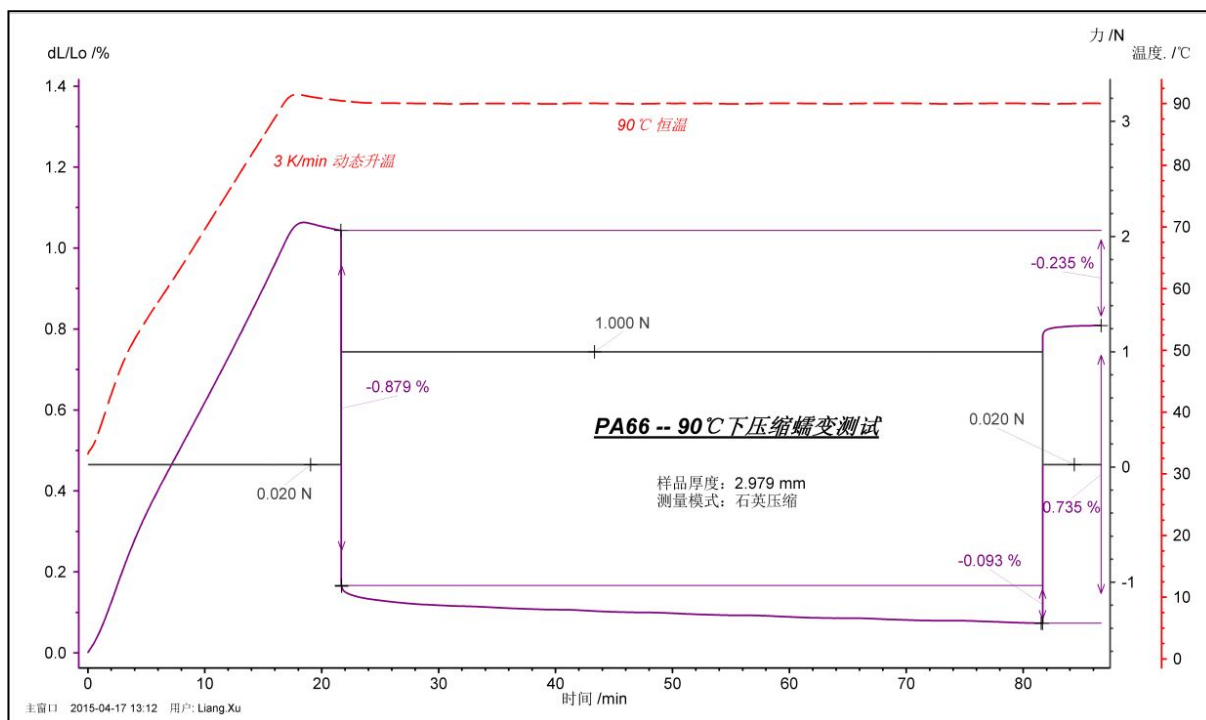
5. 选中 dL 曲线，使用“分析”菜单下的“烧结步骤”功能，标出样品在受到 1N 压缩力之后的收缩比例，以及力撤销之后的形变回复比例：



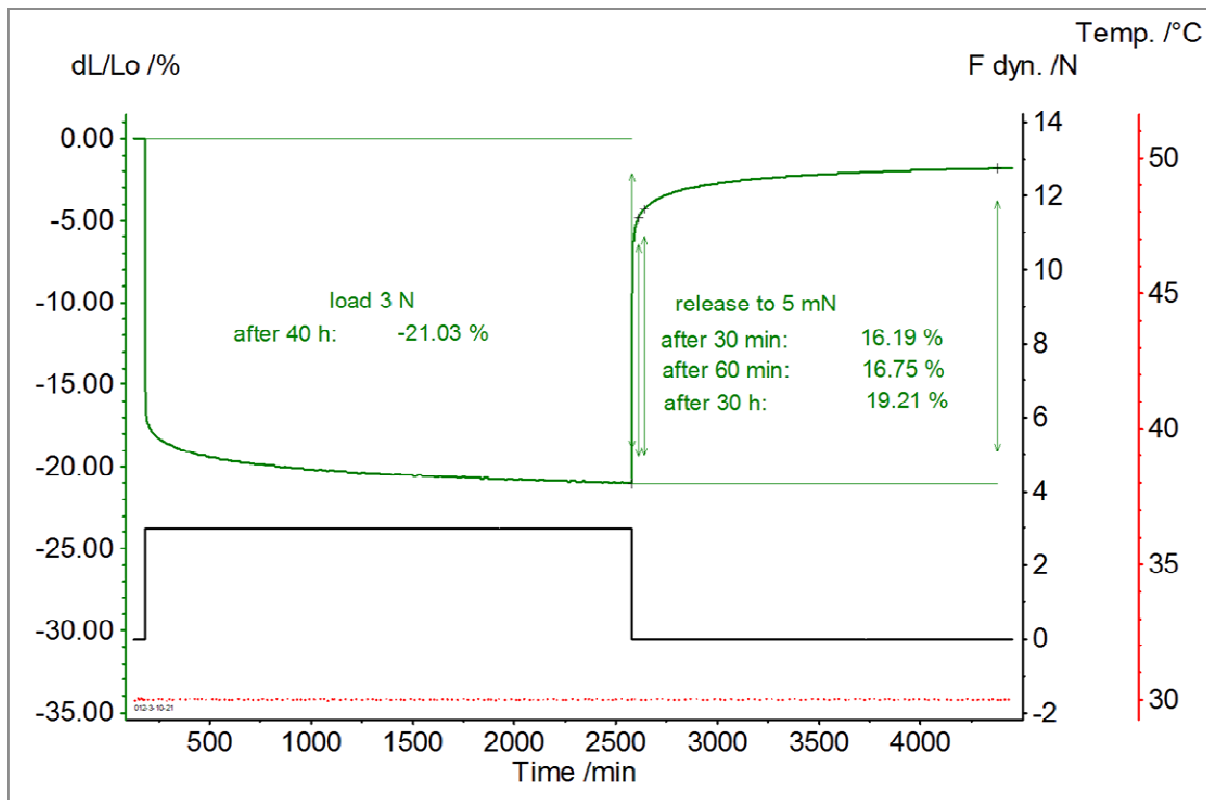
6. 使用“烧结步骤”功能，标出样品在受力前后的厚度的变化（压缩残余形变量）：



7. 插入文字标注。
8. 保存分析文件。
9. 打印与图谱导出。图谱如下：



附图：下图为更为典型的橡胶密封材料压缩残余形变量的测试。测试温度为室温。图中样品在 3N 压缩力下维持 40 小时，随后释放力，观察不同时间（30min，60min，30hr）下形变回复的程度：



耐驰科学仪器商贸（上海）有限公司 应用实验室

徐梁，刘珊

初稿：2014. 2.

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