

玻璃样品的TMA测定中实验参数的选择

No.TA-002

摘要： 本文描述了在利用岛津热机械分析仪TMA-60对玻璃材料的热膨胀系数、软化点等指标进行测定的过程中，如何根据样品性质选择升温速率、负载力大小等条件，从而得到比较理想的测定结果。

关键词： 热机械分析仪 玻璃

热机械分析分析在玻璃类材料的生产中有着广泛的应用。利用岛津TMA-60对玻璃材料进行测试，可以得到热膨胀系数、软化点等信息，从而对控制玻璃材料使用温度范围内的硬度、热稳定性等热性能有非常重要的作用。

岛津TMA-60有三种测定模式：拉伸模式、压缩模式和针刺模式。针对不同的样品和不同的测定目的选用不同的负载力模式。压缩模式主要用于考察样品形变与温度的关系，如热膨胀系数；针刺模式主要用于考察样品在负载力状态下的形变；拉伸模式主要用于测定薄膜和纤维样品。对于本文中测定玻璃材料的热膨胀系数等特性的测试，选择压缩模式。

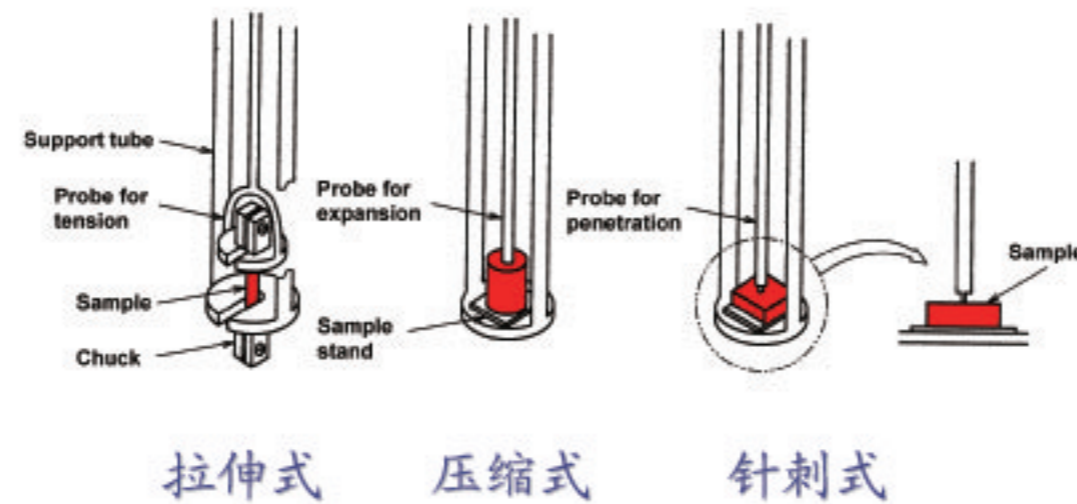


图1 岛津TMA-60的三种测定模式

实验部分

1、仪器

使用仪器：岛津热机械分析仪TMA-60

仪器参数：

氛围气：高纯氮

氛围气流量：30 mL/min

升温程序：以5 °C/min升温到600°C

力模式：压缩模式

力大小：-10 g

样品制备：

选择上下表面光滑平整且平行的样品，样品高度小于20 mm，直径小于8 mm。

2、实验数据

图2是玻璃样品以5 °C/min的升温速率加热到600°C的条件下得到的TMA曲线。在实验中，随着温度升高，样品随之膨胀。在557°C左右样品发生软化。软化点和工作温度范围内的热膨胀系数是考察玻璃材料热稳定性的重要指标。

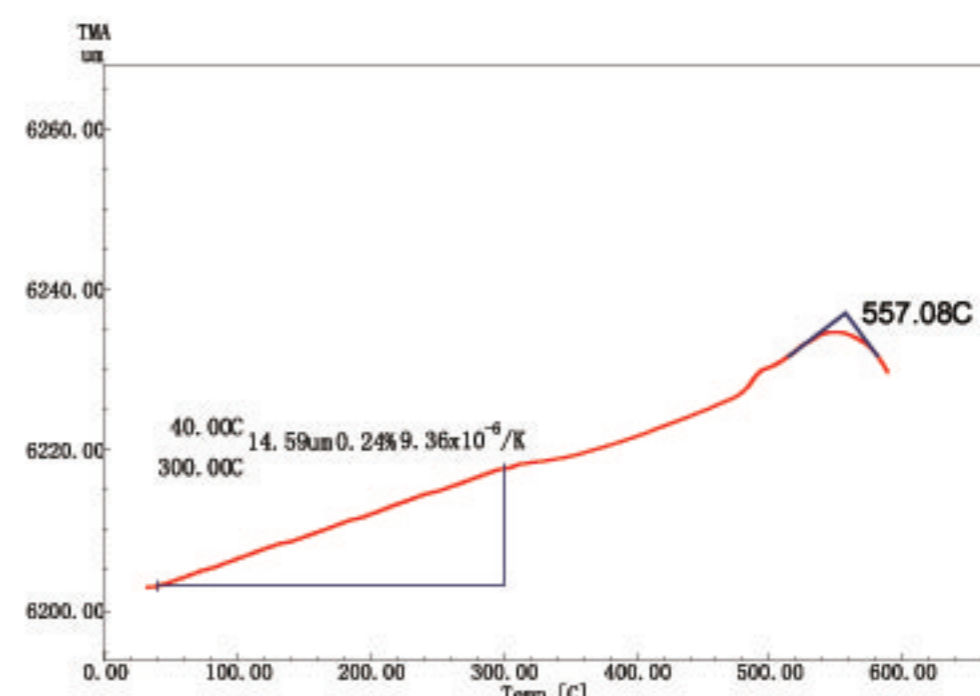


图2 玻璃样品TMA测试结果图

在图3中可以明显看出，在20°C/min的升温速率下测得的软化点比5°C/min测得的软化点结果高几十度。这是由于在较高的升温速率下，样品内外温度分配不均匀，造成测定结果滞后。而较低的升温速率（5°C/min）有利于样品在升温过程中保持样品内外温度分配均匀，结果更准确。

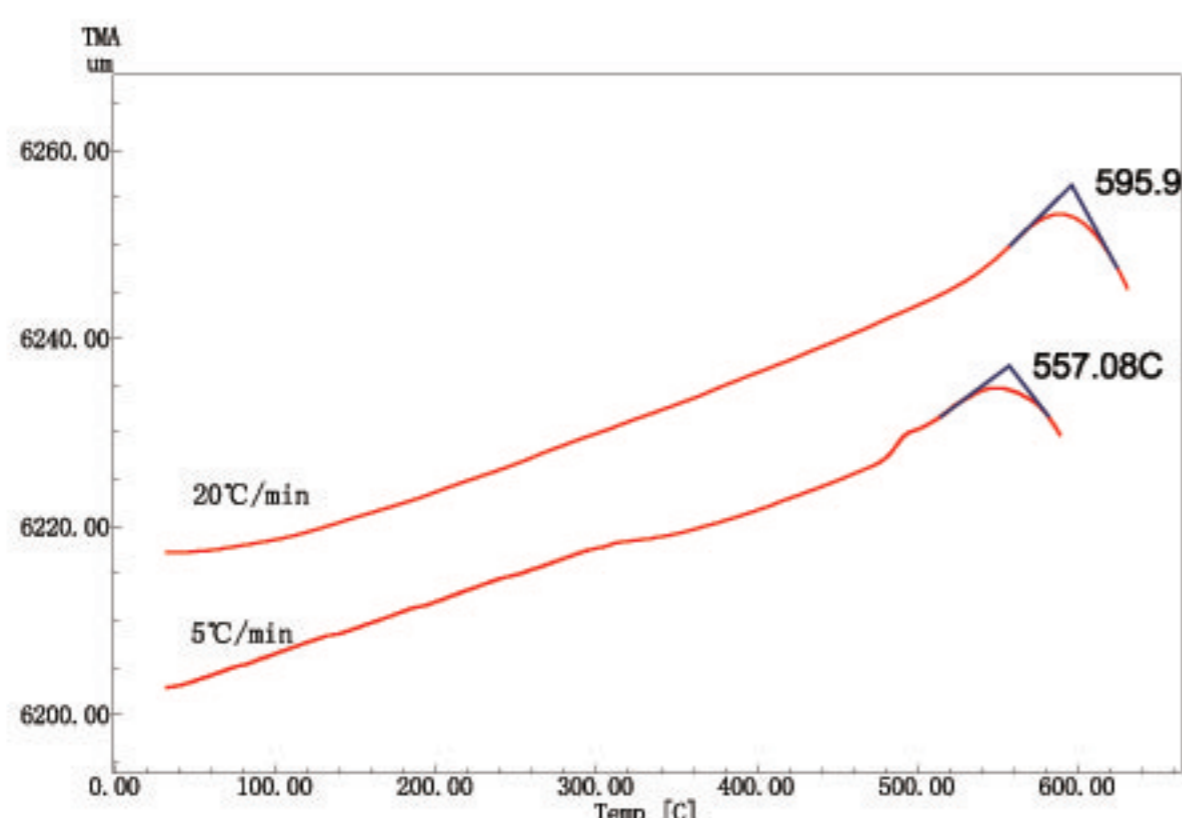


图3 不同升温速率下软化点测定结果比较

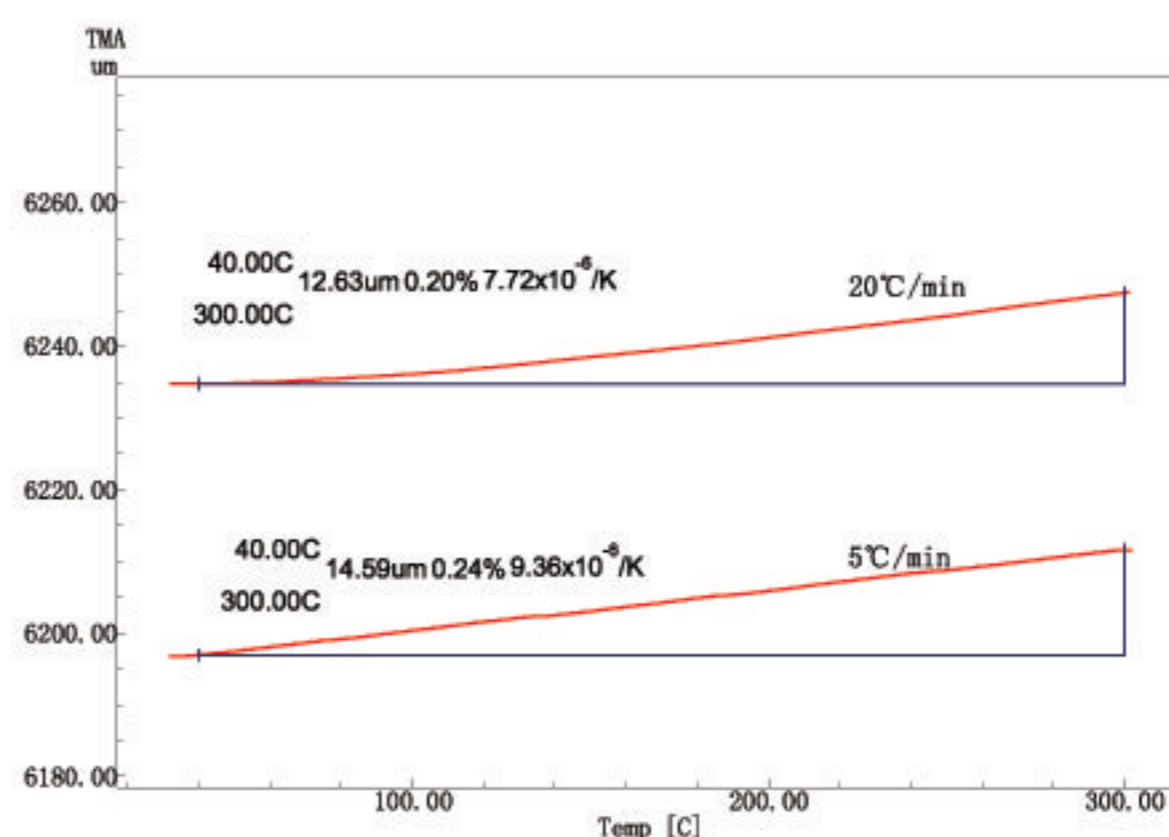


图4 不同升温速率下热膨胀系数结果比较

同样，在对此样品40°C到300°C的热膨胀系数的分析中，20°C/min下测试结果从比5°C/min速率下的测试结果明显低（如图4），这也是升温速率过高引起的滞后现象造成的。因此，为了得到更准确的结果，在TMA的测定中，通常把升温速率设为比较低的值（例如2.5–10°C/min）。

在TMA实验中，针对不同的样品要选择不同大小的力。在压缩模式下测量热膨胀系数时，对于硬度比较大的样品，例如玻璃、陶瓷、金属等，要选择比较大的力（5–10 g），以获得比较稳定的结果；对于高分子材料等硬度较小的样品，要选择较小的力（1–5 g），防止样品因为力作用而变形。在针刺模式下，为了使样品在力的作用下发生形变，通常选择更大的力，如50g。在此实验中，设定力为10 g压力（-10 g）。

用TMA测定材料到达软化温度后，如果没有及时停止实验，TMA的探针很容易在探入到样品中，很难清理。岛津TMA-60软件有自动停止测定的功能。通过设定样品软化后样品尺寸减小的范围来设定测定自动停止的条件。这样可以使样品在软化后，一旦超出形变范围，便立即结束分析，同时使TMA探针上升，解除对样品的负荷，从而有效避免了样品对探针的污染。

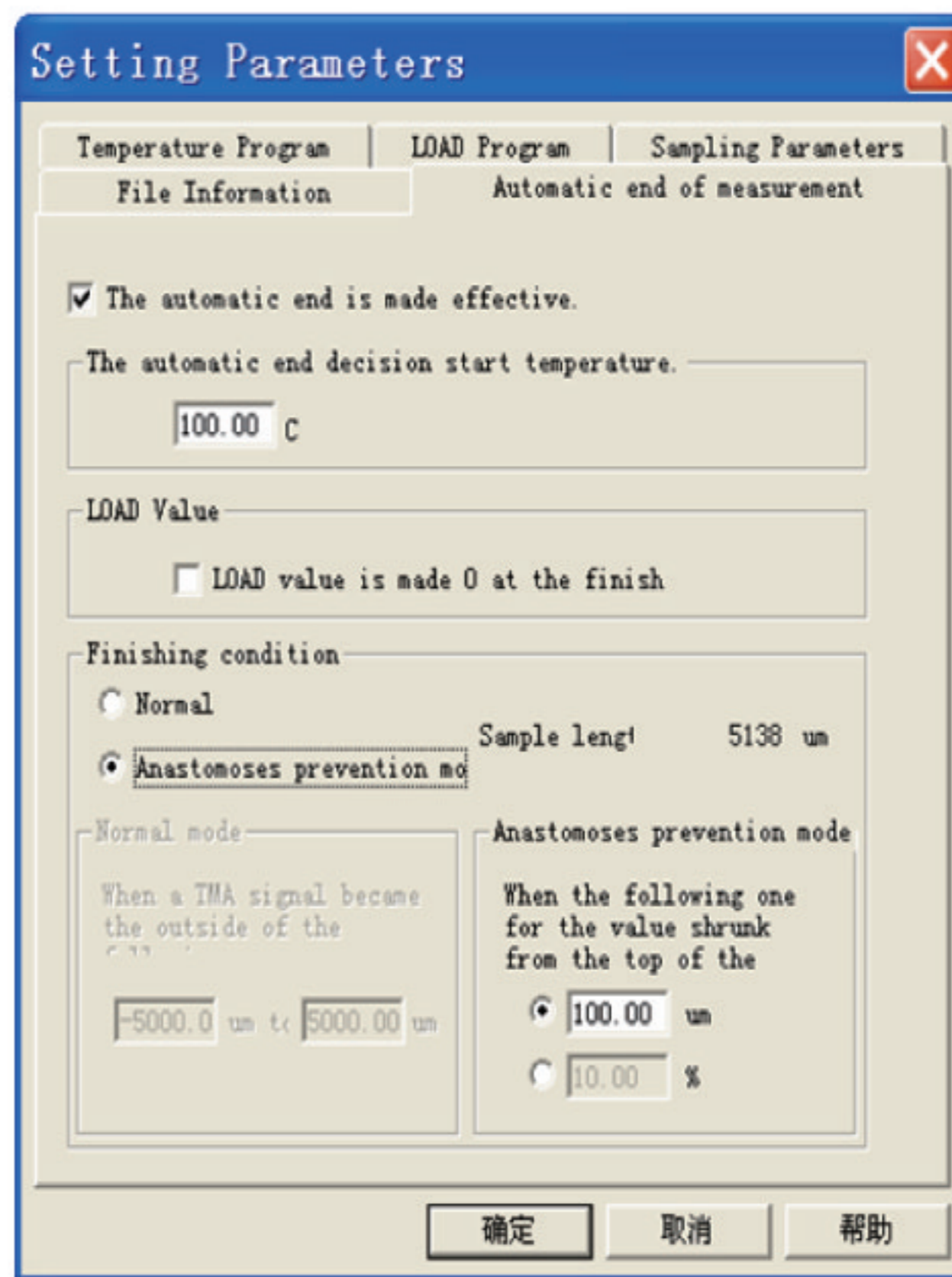


图5 自动停止测定的设置

实验数据

在优化了升温速率、负载力大小等实验条件后，在压缩模式下利用岛津热机械分析仪（TMA-60）对玻璃材料进行测定，可以得到比较准确的结果。