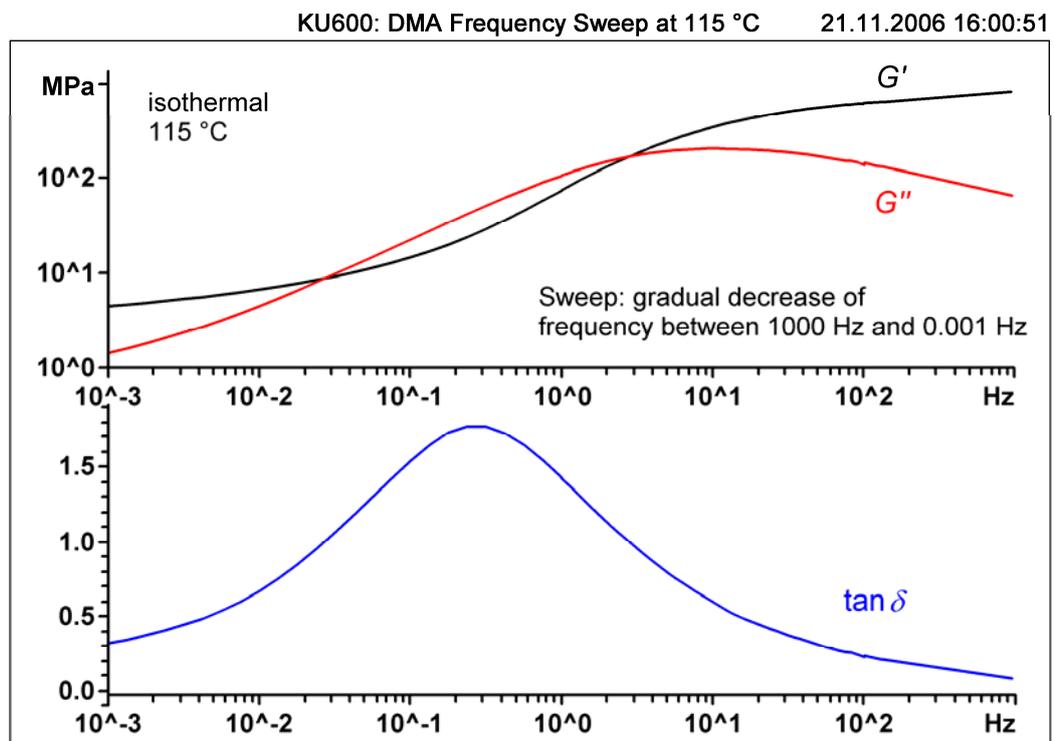


动态玻璃化转变

- 目的** 说明如何使用频率变化的等温测试(频率扫描)可得到关于松弛行为的信息。例如, 本节中所讨论的玻璃化转变和模量的频率依赖性。
- 样品** 固化的 KU600 环氧树脂粉末。
- 条件** 测试仪器: DMA, 剪切样品夹具
- 样品制备: 两个圆柱体, 直径 5 mm、厚 0.56 mm, 通过压实细小的未固化 KU600 粉末制成。圆柱体装在剪切样品夹具中, 以 2 K/min 加热至 250°C 固化树脂, 然后冷却到室温。
- DMA 测试: 测试在 115°C 下在 1kHz 至 1mHz 频率范围内进行。最大力振幅 5 N; 最大位移振幅 20 μm ; 偏移控制为零。
- 气氛: 静态空气



解释 在等温测试中, 模量随着频率而变化。在松弛范围内, 贮存模量台阶式变化。它在高频下比在低频下大。这意味着在高频下, 测试频率比对应的协同重排频率高, 相比协调重排的速度, 应力被快速施加。样品因此显得坚硬, 有大的贮存模量。在低频下, 分子重排能与外应力发生作用, 样品显得柔软, 有低的贮存模量。

在松弛范围内, 松弛模量 G'' 中出现了一个峰。在测试的样品中, 峰最大值的频率

是 10 Hz。损耗模量中峰的形状相当于松弛时间的分布。宽峰意味着松弛时间的宽分布，因此在协调重排的可能性中有较大差异。这可能是由复杂的分子间或分子内的结构所引起的。

在松弛范围内，损耗因子 $\tan \delta$ 也显示一个最大值在较低频率的峰。在本测试实例中，它在 2.75Hz。估算松弛行为的另一个数据来源是曲线形状。如果被测材料显示清晰的松弛范围，那么 G'' 峰和用对数-对数表示的 $\tan \delta$ 的两侧应该是直线。如果预期行为发生偏差，如本例中低于 0.025Hz 和大于 2.1Hz 时，那么这是一个其他频率依赖性过程的非常灵敏的信号。其可能的原因是由于内部表面(例如由于相分离)或复杂分子结构(例如形成分子网络结构)产生的松弛过程。

结论

等温条件下机械性能的频率依赖性测试是研究松弛行为的非常灵敏的方法。除了松弛强度和松弛的频率范围，宽度和曲线形状也是重要的：可以获得有关分子和超分子结构或它们的变化信息。因为松弛范围宽，为了解释目的，实验应该覆盖最大可能的频率范围。

由于许多工艺过程和材料应用涉及宽频率范围的动态应力，所以这种测试对产品最优化或对故障分析也会有用。动态测试应尽可能在材料实际受到应力作用的频率范围内进行，因为在其他频率下的行为可能完全不同，外推并不始终保证满意的结果。