

Πανεπιστήμιο Πατρών, Σχολή Θετικών Επιστημών,  
Τμήμα Επιστήμης των Υλικών

# Δυναμική Μηχανική Ανάλυση

Χαρακτηρισμός Πολυμερών

**Άσκηση 2<sup>η</sup>:** Θερμο-μηχανικός χαρακτηρισμός σύνθετων υλικών πολυμερικής μήτρας με ενίσχυση κεραμικών νανοσωματιδίων.

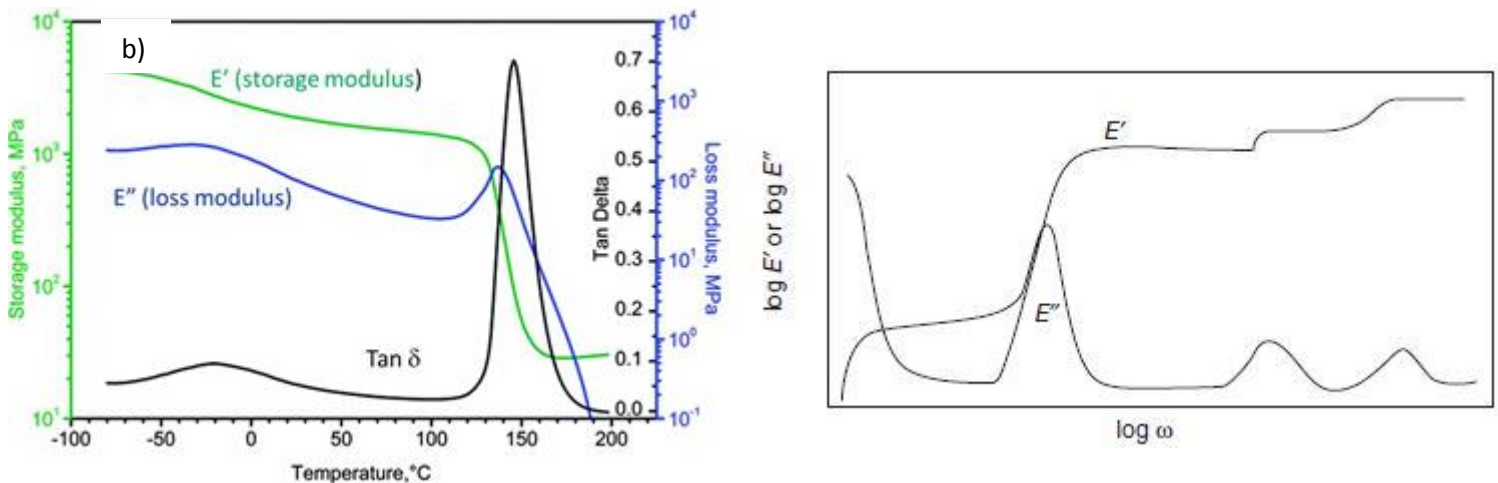
**Αντικείμενο άσκησης:** Προσδιορισμός του μέτρου αποθήκευσης ( $E'$ ) καθώς και της θερμοκρασίας υαλώδους μετάβασης ( $T_g$ ) μέσω μετρήσεων Δυναμικής Μηχανικής Ανάλυσης (DMA).

**Εργαστηριακός εξοπλισμός:** Συσκευή Δυναμικής Μηχανικής Ανάλυσης (DMA Q800 T.A. Instruments), δοκίμια κεραμικών νανοσωματιδίων-εποξειδικής ρητίνης.

### Πειραματική διάταξη

Η αρχή της Δυναμικής Μηχανικής Ανάλυσης βασίζεται στην κυκλική εφαρμογή μίας μικρής τάσης, μετρώντας την προκύπτουσα παραμόρφωση ή αντίστροφα ασκώντας μια κυκλική παραμόρφωση και μετρώντας την τάση την οποία αναπτύσσεται στο υλικό. Τα μεγέθη τα οποία μετρούνται είναι το Μέτρο Αποθήκευσης  $E'$  (Storage Modulus), το Μέτρο Απωλειών  $E''$  (Loss Modulus) και η εφαπτομένη των απωλειών ή συντελεστής διασποράς  $\tan\delta$

Η μορφή των δεδομένων τα οποία λαμβάνονται συναρτήσει της θερμοκρασίας ή της συχνότητας απεικονίζονται στο παρακάτω διάγραμμα (Σχήμα 1).



Σχήμα 1: Τυπικά διαγράμματα DMA συναρτήσει α) της θερμοκρασίας και β) της συχνότητας.

### Εφαρμογές της Δυναμικής Μηχανικής Ανάλυσης.

1. Ανίχνευση μεταβάσεων (χαλαρώσεων) οι οποίες προέρχονται από μοριακές κινήσεις ή διεργασίες χαλάρωσης.

2. Προσδιορισμός μηχανικών ιδιοτήτων π.χ. Μέτρο αποθήκευσης ( $E$ ) σε μεγάλο φάσμα θερμοκρασιών και συχνοτήτων.
3. Εκτίμηση σχέσεων δομής-ιδιοτήτων ή μορφολογίας.

Πληροφορίες σχετικά με τη δομή.

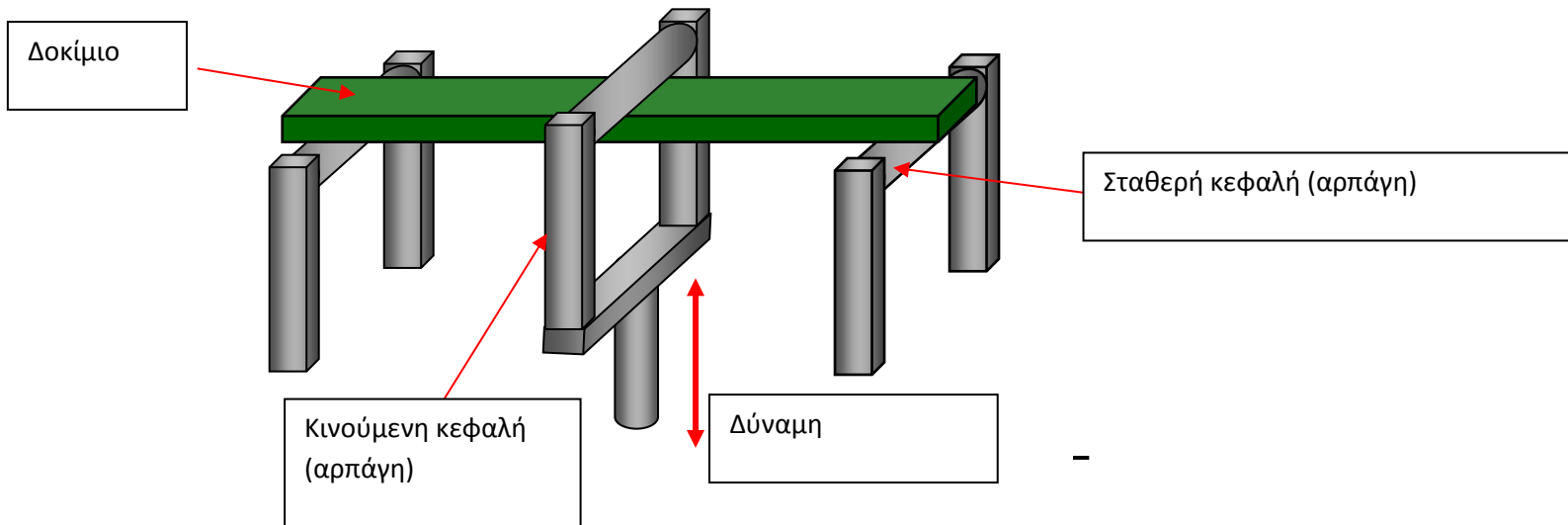
1. Θερμοκρασία υαλώδους μετάβασης ( $\alpha$  χαλάρωση)
2. Δευτερεύουσες μεταβάσεις ( $\beta$ ,  $\gamma$  χαλαρώσεις)
3. Κρυσταλλικότητα
4. Μοριακό Βάρος / Σταυροδεσμοί.
5. Διαχωρισμός φάσεων (μίγματα πολυμερών, σύνθετα υλικά)
6. Σύνθετα υλικά
7. Γήρανση (φυσική και χημική)
8. Πολυμερισμός- ανάπτυξη δικτύου
9. Μοριακός προσανατολισμός
10. Επίδραση πρόσθετων (πλαστικοποιητές, υγρασία)

Τα πειράματα Δυναμικής Μηχανικής Ανάλυσης μπορούν να πραγματοποιηθούν σε ένα ευρύ φάσμα θερμοκρασιών και συχνοτήτων, ενώ πέρα από τα δεδομένα πειράματα εφελκυσμού (tension) και θλίψης (compression) μπορούν να πραγματοποιηθούν πειράματα διάτμησης (shear), λυγισμού ή κάμψης (3-point bending, single/dual cantilever bending), ερπυσμού (creep) κ.α.

Τα υλικά τα οποία μπορούν να μετρηθούν μπορούν να είναι σε μορφή: φιλμ, ίνας είτε συμπαγή, καθώς υπάρχουν διαφορετικές αρπάγες για κάθε μορφή δοκιμίου.

Στην παρούσα εργαστηριακή άσκηση θα πραγματοποιηθεί πείραμα κάμψης (3-point bending) σύνθετου υλικού κεραμικών νανοσωματιδίων- εποξειδικής ρητίνης.

Η μορφή της αρπάγης (clamp) φαίνεται στο παρακάτω σχήμα (Σχήμα 2).



Σχήμα 2: Σχηματική αναπαράσταση δοκιμής κάμψης σε μηχανή DMA.

### **Πειραματική διαδικασία**

Αρχικά το δοκίμιο κόβεται ή έχει κατασκευαστεί στις κατάλληλες διαστάσεις έτσι ώστε να μπορεί να τοποθετηθεί εντός της διάταξης. Πριν το τοποθετήσουμε στις αρπάγες μετράμε τις διαστάσεις του. Έπειτα τοποθετούμε το δοκίμιο όπως φαίνεται στο Σχήμα 2, ελέγχουμε το ενεργό μήκος και εισάγουμε στο λογισμικό τις παραμέτρους/συνθήκες (δύναμη, θερμοκρασία, συχνότητα κτλ) στις οποίες θα πραγματοποιηθεί το πείραμα.

### **Υπολογισμοί/Ερωτήσεις**

1. Από τα δεδομένα του πειράματος κατασκευάστε συγκριτικά διαγράμματα της  $\epsilon''$  & του σύνθετου με εγκλείσματα GnP του μέτρου αποθήκευσης ( $E'$ ), του μέτρου απωλειών ( $E''$ ) και της εφαπτομένης απωλειών  $\tan\delta$ , συναρτήσει της θερμοκρασίας.
2. Από τα διαγράμματα που κατασκευάσατε τι πληροφορίες μπορούμε να εξάγουμε και για ποια μεγέθη; Εκτιμήστε αν παρατηρείται μετάβαση (χαλάρωση) στο υλικό, στο φάσμα θερμοκρασιών που εξετάστηκε. Σχολιάστε τι συμβαίνει στο υλικό σε κάθε μετάβαση που ταυτοποιήσατε.
3. Από τα δεδομένα σας είναι εφικτός ο προσδιορισμός της θερμοκρασίας υαλώδους μετάπτωσης; Αν ναι, προσδιορίστε την  $T_g$  με όσους διαφορετικούς τρόπους σας το επιτρέπουν τα διαγράμματα σας. Υπάρχει διαφορά στις τιμές σας και αν ναι που την αποδίδετε; Σε κάθε περίπτωση δικαιολογήστε την απάντησή σας.

## **Βιβλιογραφία**

- J. D. Menczel, R. Bruce Prime editors, Thermal Analysis of Polymers - Fundamentals and Applications, Wiley, 2009.