

Из этой книги Вы узнаете об основах динамического механического анализа (ДМА). Мы рекомендуем её к прочтению тем специалистам в области исследования материалов, которым необходимо применять в своей работе метод ДМА, и они впервые столкнулись с этим методом.



Динамический термомеханический анализатор PerkinElmer DMA 8000

DMA 8000. Руководство для начинающих

Динамический механический анализ (ДМА) - это широко распространенный метод, который используется для исследования свойств материала в зависимости от температуры, времени, частоты, напряжения, атмосферы, либо от комбинации этих параметров. PerkinElmer DMA 8000 - это один из самых надежных и выгодных по цене анализаторов с самыми гибкими возможностями из всех коммерчески доступных приборов ДМА на рынке. Благодаря вращающемуся измерительному блоку и полному набору держателей, вы сможете исследовать ваши образцы в условиях, максимально приближенных к реальным.

Содержание

20 самых часто задаваемых вопросов о ДМА	3
Что такое ДМА?	3
В чем отличие ДМА от термомеханического анализа?	3
Как работает ДМА?	3
Что измеряют с помощью ДМА?	4
Можно ли сравнивать модуль накопления ДМА и модуль Юнга?	4
Почему необходимо сканировать модуль упругости в зависимости от температуры?	4
Что нужно для того, чтобы получить точные результаты?	5
Какую же геометрию выбрать?	5
Как определить температуру стеклования T_g ?	6
Как можно понять, действительно ли это температура стеклования T_g ?	7
Почему значение T_g при исследовании на ДМА отличается от T_g , измеренного на ДСК?	7
Можно ли на ДМА работать в режиме ТМА?	7
Можно ли с помощью ДМА изучать процессы отверждения?	7
Зачем выполнять частотное сканирование и мультичастотные эксперименты?	8
Какую информацию дает метод температурно-временной суперпозиции?	8
Для чего требуется выполнять измерения образцов, погруженных в жидкость?	9
Можно ли использовать ДМА для того, чтобы изучать влияние влажности на наши материалы?	10
Обязательно ли для исследования фотоотверждения использовать ДМА, если у меня уже есть фотокалориметр?	10
Наиболее часто встречающиеся обозначения в литературе по ДМА	11
Области вязкоупругого поведения	12
Словарь терминов ДМА	13
Что означают изменения в данных?	22
Рекомендуемая литература	24
Нормативные документы, посвященные ДМА	26
Нормативные документы ГОСТ, действующие в Российской Федерации	26
Важнейшие международные и зарубежные нормативные документы	26

20 самых часто задаваемых вопросов о ДМА

Что такое ДМА?

Динамический механический анализ, или сокращенно ДМА (DMA), это метод испытаний, в рамках которого к образцу применяется небольшая деформация циклического типа. Она позволяет получить различные отклики от материала, в зависимости от напряжения, температуры, частоты и других параметров. Также с помощью термина ДМА (DMA) называют приборы, необходимые для такого анализа. Еще иногда ДМА называют ДТМА (динамический термический механический анализ).

В чем отличие ДМА от термомеханического анализа?

Термомеханический анализ (ТМА) - это метод, в рамках которого мы прикладываем постоянную статическую силу к материалу, а затем наблюдаем за его поведением в зависимости от изменения температуры или в течение времени. Этот метод позволяет определить изменение размеров образца. В отличие от ТМА в методе ДМА используется циклическая нагрузка, а определяются изменения в жесткости и рассеяние энергии. Основная физическая величина, которую можно измерить с помощью ТМА — это коэффициент термического расширения. А с помощью ДМА измеряют модуль упругости. Оба метода способны определять термические переходы в материалах, однако чувствительность метода ДМА выше. На некоторых приборах ТМА можно работать в ограниченном режиме ДМА, а анализатор PerkinElmer® DMA 8000 — это единственный прибор, позволяющий работать в режиме ТМА.

Как работает ДМА?

Во время ДМА анализа образец определенной формы подвергается синусоидальной деформации, поэтому образец подвергается контролируемому напряжению и контролируемой релаксации. При известном напряжении образец деформируется на определенное значение, которое, очевидно, зависит от его жесткости. Для создания синусоидальной нагрузки в анализаторах ДМА используется электродвигатель, нагрузка передается к образцу с помощью вала. Как правило, на оси вала размещаются стабилизирующие подшипники, однако трение в них может снизить характеристики прибора. Анализатор DMA 8000 обладает совершенно иной конструкцией и не содержит пружин, либо стабилизирующих подшипников. Привод DMA 8000 схематически изображен на Рисунке 1.

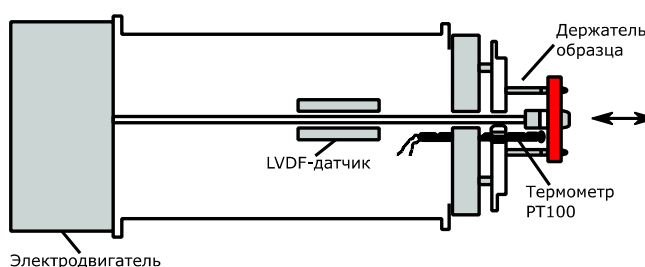


Рисунок 1. Схема привода анализатора DMA 8000

Что измеряют с помощью ДМА?

С помощью ДМА измеряют жесткость и амортизацию, а для их выражения используют модуль упругости и угол потерь соответственно. Поскольку мы воздействуем на образец синусоидальной нагрузкой, то модуль накопления будет компонентом, находящимся с этой волной в фазе, а модуль потерь будет компонентом, находящимся в противофазе (см. Рисунок 2). Модуль накопления, как правило, обозначают E' либо G' . Эта величина выступает в качестве меры эластичного поведения образца. Отношение модуля накопления к модулю потерь обозначают $\tan \delta$ и называют коэффициентом амортизации или углом потерь. Эта величина показывает рассеяние энергии материалами.

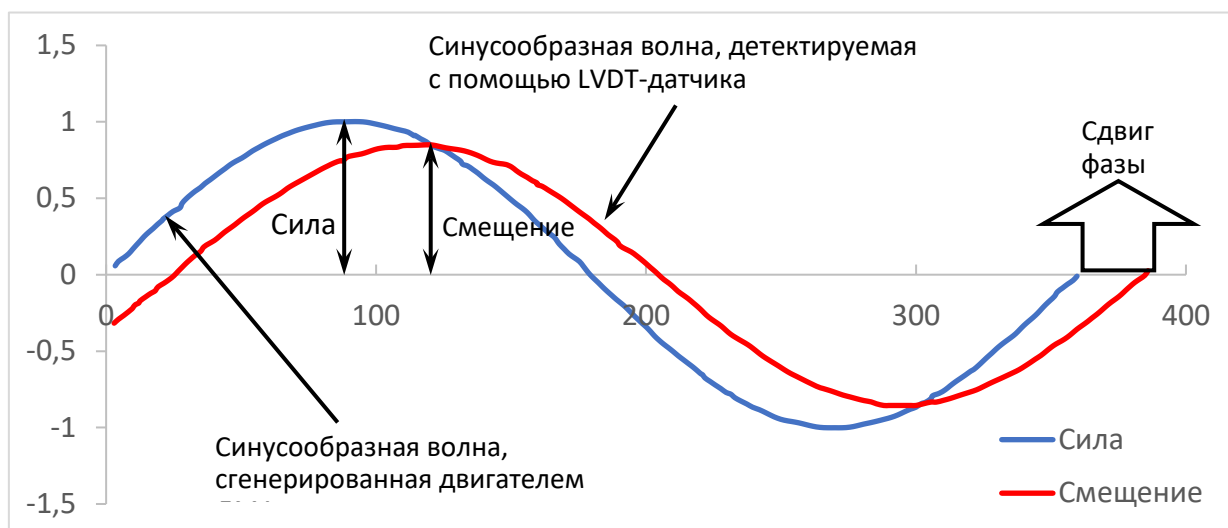


Рисунок 2. Отношение приложенной к образцу синусоидальной нагрузки и его отклик. Также показана задержка фазы и деформация.

Можно ли сравнивать модуль накопления ДМА и модуль Юнга?

Несмотря на то, что модуль Юнга можно вычислить исходя из наклона начальной части кривой напряжение-деформация, и близость обоих понятий, все же модуль накопления и модуль Юнга - не одно и то же. Также как и модули сдвига, сжатия и объемный модуль, различаются для одного материала, так и модуль упругости не будет иметь одинакового с модулем Юнга значения.

Почему необходимо сканировать модуль упругости в зависимости от температуры?

Изменение модуля упругости в зависимости от температуры и переходах в материалах можно зафиксировать как изменение сигнала на кривых зависимости E' или $\tan \delta$ от температуры. Такое поведение характерно не только для стеклования или плавления, но также и для других переходов в области плато высокоэластичного состояния и плато стекловидности (см. Рисунок 3). Эти переходы описывают более тонкие изменения в материале. В нашем анализаторе ДМА 8000 вы можете начинать эксперименты от $-190\text{ }^{\circ}\text{C}$ при использовании стандартной печи, либо от $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ при использовании погружной ванны. Во втором случае становится возможным наблюдать даже за самыми небольшими перемещениями молекул в материалах (см. Рисунок 3).

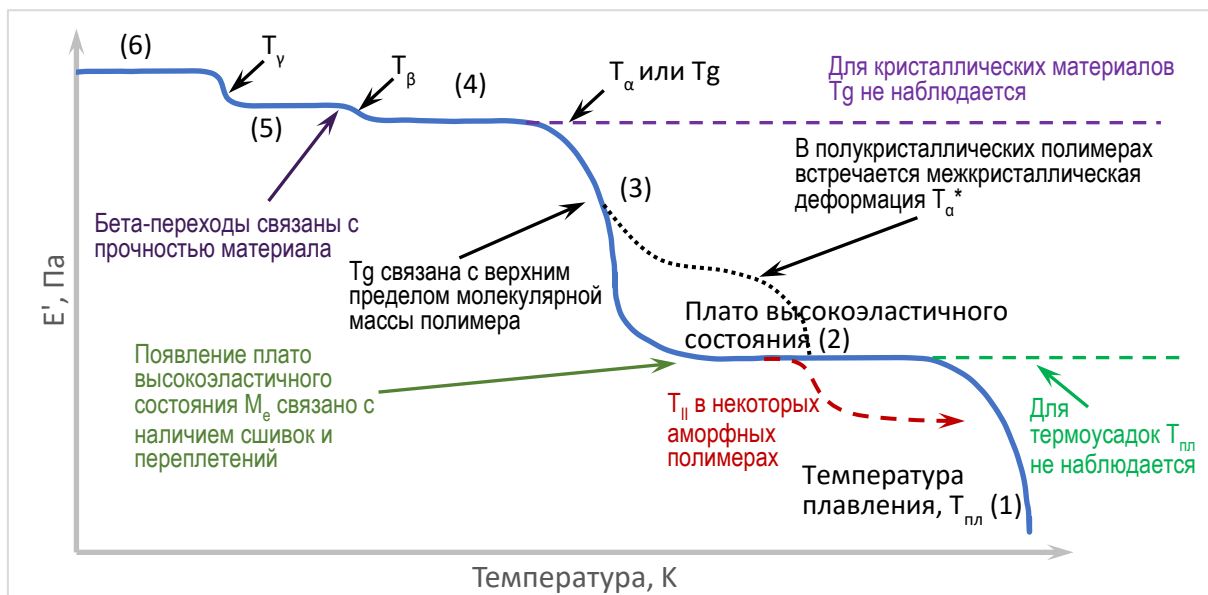


Рисунок 3. Кривые E' и $tg \delta$ в зависимости от температуры показывают температурные изменения модуля упругости и переходы в материалах.

Что нужно для того, чтобы получить точные результаты?

Для получения хороших результатов необходимо учесть несколько факторов: необходимо правильно откалибровать прибор, подготовить образец определенной формы и размеров, выбрать наиболее подходящую геометрию и скорости нагрева. Для того, чтобы откалибровать прибор, необходима калибровка и температуры, и силы. В качестве образца рекомендуется использовать прямоугольные кусочки материала постоянной толщины. Для выбора подходящей геометрии следует учесть, что наиболее оптимальна для образца амплитуда деформации около 50 мкм. Скорости нагрева для большинства экспериментов составляют 2-3 °С/мин.

Какую же геометрию выбрать?

Выбор подходящей геометрии для эксперимента зависит от физического состояния материала в начале эксперимента, удобством крепления образца в держателе, а также от типа эксперимента, который необходимо выполнить. Например, твердый фрагмент полимера можно анализировать в любых держателях, однако в основном на практике для этого используют одноконсольный изгиб, поскольку в этом случае образец очень просто закрепить в анализаторе. Кроме этого, одноконсольный держатель не препятствует термическому расширению образца (см. Рисунок 4). Неотвержденные термоусаживаемые полимеры всегда анализируют в режиме на сдвиг. В комплект анализатора DMA 8000 входят все возможные держатели для трехточечного изгиба, одноконсольного и двухконсольного изгиба, растяжения, сжатия и сдвига. Кроме этого, мы можем предложить вам уникальные пакеты для материалов, позволяющие анализировать порошки и мягкие образцы, деформирующиеся под своим весом. Кроме этого, конструкция нашего прибора и настраиваемое программное обеспечение позволяет даже пользоваться держателями, изготовленными самостоятельно.

Наилучший выбор	Модуль упругости, Па	Рекомендуемая геометрия (для указанного размера образца)	Толщина образца, мм	Свободная длина, мм	Рекомендуемая скорость нагрева/охлаждения, °С/мин
	$10^{10} - 10^6$	Растяжение	<0.02	2	5
X	$10^{10} - 10^5$	Растяжение	от 0.02 - 1	2 - 10	5
X	$10^{10} - 10^6$	Одноконсольный изгиб	от 1 до 2	5 - 10	3
X	$10^{10} - 10^6$	Одноконсольный изгиб	2 - 4	10 - 15	2
	$10^{10} - 10^6$	Одноконсольный изгиб	> 4	15 - 20	1
X*	$10^{10} - 10^6$	Двухконсольный изгиб	2 - 4	10 - 15	2
*для высокоориентированных образцов, сжимающихся после температуры стеклования.					
X	$10^{12} - 10^8$	Трехточечный изгиб	от 1 до 3	от 10 до 20	3
	$10^{11} - 10^7$	Трехточечный изгиб	>4	от 15 до 20	2
X	$10^7 - 10^2$	Простой сдвиг	от 0.5 до 2	Ø (5 - 10)	≤2
	$10^7 - 10^2$	Сжатие (подходит для образцов неправильной формы, а также образцов, которые сложно установить в держатели)	от 0.5 до 10 (высота или диаметр)	от 5 до 10	≤2
Ширина	В основном рекомендуется работать с образцами шириной 5 мм, но для экспериментов эта величина не является критичной. Тем не менее следует помнить, что образцы шириной более 5 мм нельзя нормально установить в держатель. Жесткие образцы небольшой ширины (1-2 мм) идеально подходят для режима на расширение.				

Рисунок 4. Рекомендуемая геометрия ДМА-анализа для образца определенных размеров

Как определить температуру стеклования Tg?

Переходный процесс стеклования (Tg) на кривых ДМА определяется в виде сильного падения (в десять раз и более) модуля накопления. Для этого необходимо установить логарифмическую шкалу для модуля и линейную шкалу для температуры (см. Рисунок 5). Соответствующий пик также будет наблюдаться и для угла потерь (tg δ). Обычно, в заводских лабораториях, в зависимости их деятельности, температуру стеклования Tg выражают как абсциссу начала падения E', либо как абсциссу пика tg δ, либо как пик E'.

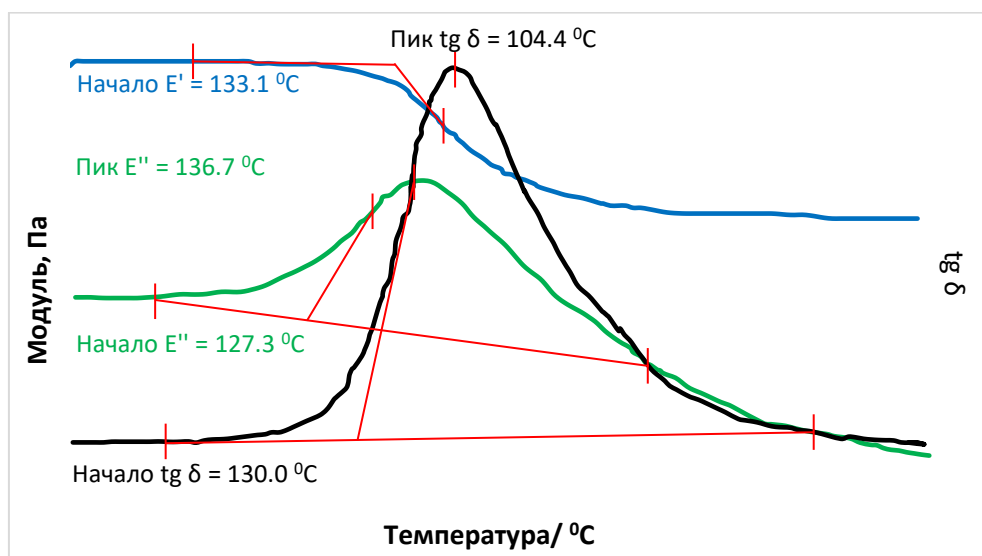


Рисунок 5. Температура стеклования на кривых модуля накопления и tg δ

Как можно понять, действительно ли это температура стеклования T_g ?

Для того, чтобы идентифицировать переход как стеклование, необходимо выполнить мультимодальный анализ перехода и рассчитать энергию активации. Она поможет правильно идентифицировать переход. В частности, энергия активации для стеклования примерно равна 300-400 кДж/моль. С другой стороны, например, для бета-переходов (T_β), энергия активации составляет всего около 30-50 кДж/моль. А в случае плавления ($T_{пл}$) частотная зависимость для энергии активации вообще нарушается.

Почему значение T_g при исследовании на ДМА отличается от T_g , измеренного на ДСК?

Здесь нет ничего странного. Стеклование материала - это не одна температура, а целая область поведения материала. Для удобства среди ученых ранее появилось договоренность обозначать этот процесс одной температурой по отношению к стандартным образцам. В разных областях науки и промышленности используются различные стандартные образцы, поэтому для одного и того же материала разница в данных может достигать до 15 °С. Также, следует помнить, что ДСК, ТМА, и ДМА измеряют совершенно разные величины, что также может вызывать различия в температуре стеклования. Так, иногда можно наблюдать разницу между результатами ДСК и ДМА вплоть до 25 градусов. Этот случай представлен на Рисунке 5.

Можно ли на ДМА работать в режиме ТМА?

Все зависит от тех экспериментов, которые необходимо выполнить. Большинство тестов, например на изгиб, пенетрацию, ползучесть или простой тест на напряжение и деформацию выполнить можно. Ранее анализаторы ДМА не могли генерировать данные для измерения коэффициента термического расширения, однако, DMA 8000 может выполнять некоторые эксперименты в режиме ТМА и давать довольно неплохие значения КЛТР для самых различных образцов. КЛТР показывает, насколько ваш материал может расширяться в зависимости от температуры. Эта информация жизненно важна при создании продукции, состоящей из совершенно различных материалов, которым необходимо нагреваться совместно (например, при создании печатных плат и двигателей), а также при работе с материалами, способными к усадке при отверждении.

Можно ли с помощью ДМА изучать процессы отверждения?

ДМА наиболее часто используют именно для изучения отверждения, в частности потому, что для этого процесса модуль упругости будет крайне сильно расти. Этот метод идеально подходит для определения точки желатинизации и точки стеклования материалов, подверженных термической усадке. Отверждение можно исследовать как при изменении температуры, так и в изотермических условиях. Анализатор DMA 8000 может быть укомплектован кварцевыми смотровыми окошками и специальными держателями для исследования фотоотверждения.



Рисунок 6. DMA 8000 со специальным держателем для исследования фотоотверждаемых систем

Зачем выполнять частотное сканирование и мультимастотные эксперименты?

Конечная продукция, изготовленная из большинства материалов, может анализироваться на нескольких особенно важных частотах. Например, для резиновых уплотнений, используемых в ветровых стеклах автомобилей, тестируют и широкий диапазон частот, и широкий диапазон температур. Зависимости модуля упругости от частоты показывают, как свойства материала изменяются в зависимости от частоты. Для вязких материалов таким образом можно получить информацию об их текучести. Также довольно часто рекомендуется изучать поведение модуля упругости на разных частотах не только при одной температуре, но исследовать образец на разных частотах при изменении температуры. Таким образом мы сможем определить, каким образом термические переходные процессы будут зависеть от температуры. Например, для некоторых полимеров изменение частоты от 1 до 100 Гц сдвинет T_g на 14 градусов, что сразу же дает нам рекомендацию не использовать такие материалы при высоких частотах.

Какую информацию дает метод температурно-временной суперпозиции?

Согласно модели Уильямса-Ландела-Ферри в определенных условиях температура и время могут быть математически взаимозаменяемыми. Таким образом, применив метод температурно-временной суперпозиции (TTS), и выполнив температурное сканирование на различных частотах, мы сможем предсказать поведение материала на физически недоступных частотах (см. Рисунок 7). С помощью программного обеспечения для DMA 8000 сделать это достаточно легко. Данные при этом преобразуются в формат времени для того, чтобы предсказать изменение характеристик материала во времени. Обратите внимание на то, что TTS-расчеты делаются на основе приближений, которые не всегда могут выполняться для реальных объектов. В частности, одним из таких предположений является единичное время релаксации, которое можно определить по диаграмме Коул-Коула, либо построить график в полностью логарифмических координатах (по обеим осям).

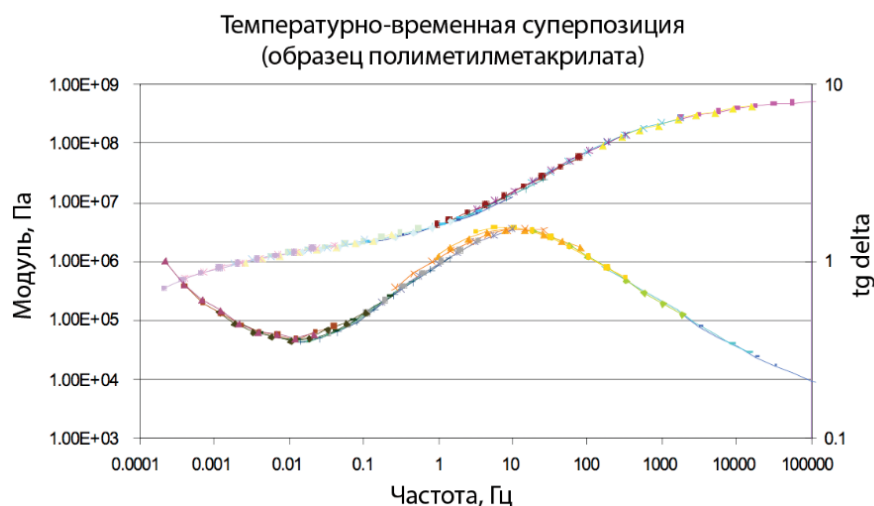


Рисунок 7. Температурно-временная суперпозиция.

Наше программное обеспечение для DMA 8000 поможет Вам определить, верна ли модель TTS. Для этого вы сможете легко в нём построить как кривые в логарифмических координатах, так и диаграмму Коул-Коула. Таким образом, если полученные данные соответствуют модели Уильямса-Ландела-Ферри, то зависимость E'' от E' или $\text{tg } \delta$ должна выглядеть как полукруг, напоминая средневековую калитку. В зарубежной литературе часто встречается термин "wicket plot", что дословно можно перевести, как "график калитки" (Рисунок 8). Если же зависимость имеет другой вид, то мы имеем дело с реологически сложным материалом, не подчиняющемуся закону Уильяма-Ландела-Ферри.

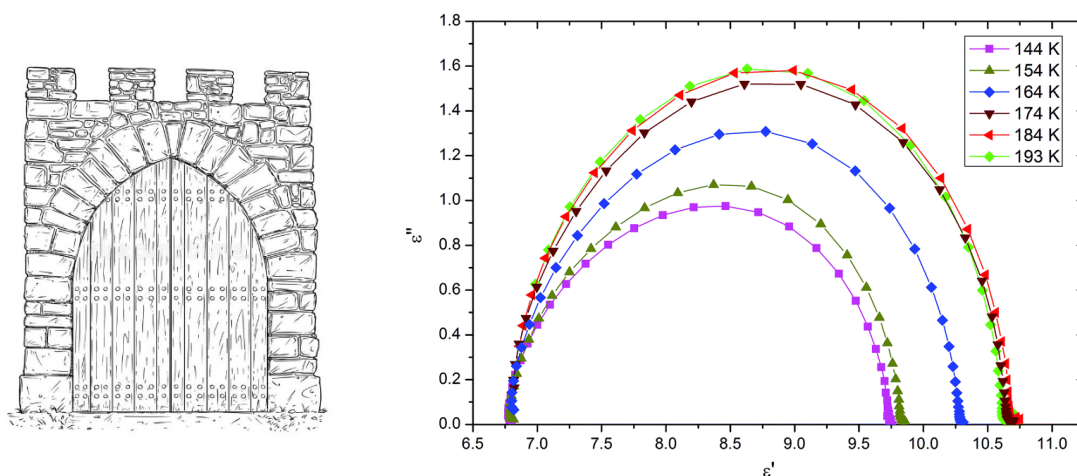


Рисунок 8. Изображение средневековой калитки и диаграмма Коул-Коула (wicket plot)

Для чего требуется выполнять измерения образцов, погруженных в жидкость?

Если мы будем выдерживать исследуемый материал в различных растворителях, то он может стать в них мягким. И наоборот, в других растворителях материалы могут стать жесткими. Оба этих эффекта могут сыграть очень важную роль в разрушении эксплуатационных свойств самых разных материалов, применяющихся в биологии и медицине, а также различных красок, покрытий и уплотнений. Кроме этого, напряжения

в погруженном материале будут зачастую отличаться от напряжений, которые мы получим, если просто намочим материал в растворителе, а затем будем его исследовать на воздухе. Погружная ванна для анализатора DMA 8000 позволит исследовать материалы в различных условиях, напрямую погрузив их в жидкость.



Рисунок 9. Анализатор DMA 8000 с погружной ванной.

Можно ли использовать ДМА для того, чтобы изучать влияние влажности на наши материалы?

Как известно, влажность оказывает огромное влияние на свойства огромного числа материалов, начиная от полимеров, и заканчивая бумагой и материалами природного происхождения. К анализатору DMA 8000 можно подключить генератор влажности, который позволяет точно контролировать влажность внутри печи. С его помощью Вы сможете проводить воспроизводимые и высокоточные эксперименты, позволяющие оценить влияние влажности на свойства ваших материалов.

Обязательно ли для исследования фотоотверждения использовать ДМА, если у меня уже есть фотокалориметр?

С одной стороны, с помощью фотокалориметра можно оценить энергию фотоотверждения. С другой стороны, если изучать фотоотверждение с помощью ДМА, то Вы сможете увидеть изменения физических свойств отверждаемого материала и понять, когда его модуль упругости станет соответствовать требуемым значениям прочности и жесткости. Эта информация может быть очень ценной при разработке экономически эффективных решений в области отверждаемых материалов. Использование ДМА с УФ-источником позволит исследовать деградацию материалов и изучать свойства упаковочных материалов, фармацевтических субстанций и т.д.

Наиболее часто встречающиеся обозначения в литературе по ДМА

A	Shift factor	Коэффициент сдвига	Коэффициент показывает, насколько нужно сдвинуть кривую для того, чтобы она совпала с референтной кривой.
D	Molecular weight distribution	Молекулярно-массовое распределение	Отношение типов молекулярных весов M_n и M_w (подробнее см. Молекулярный Вес), которое описывается горизонтальным перемещением точки пересечения кривых частотного сканирования.
δ	Delta	Дельта	Фазовый угол или фазовая задержка. Также см. $\tan \delta$
E	Modulus	Модуль упругости	Мера упругости материала, измеряемая при изгибе, сжатии или растяжении.
E'	Storage modulus	Модуль накопления	Мера эластичного отклика материала. Не путать с модулем Юнга! Также называется фазовой компонентой.
E''	Loss modulus	Модуль потерь	Мера вязкого отклика материала. Также его называют мнимым модулем или внефазовой компонентой.
E*	Complex modulus	Комплексный модуль	Сумма фазовой и внефазовой компоненты.
E _a	Activation Energy	Энергия активации	Энергия, которую необходимо затратить на протекание фазового перехода или химической реакции.
ϵ	Epsilon	Эпсилон	Мера деформации, измеряемая при изгибе, сжатии или растяжении. В рамках диэлектрического термоанализа используется как модуль упругости.
G	Shear modulus	Модуль сдвига	Модуль упругости, измеряемый в геометрии сдвига
γ	Gamma	Гамма	Мера деформации в геометрии сдвига
J	Compliance	Податливость	Отношение релаксации образца к напряжениям образца в линейной области кривой ползучести.
Λ	Lambda	Лямбда	Модуль упругости, измеряемый в геометрии крутильного маятника, аналогичен E.
M	Molecular weight	Молекулярный вес	Молекулярная масса или длина цепи материала, применяемая в анализе полимеров для описания их различных свойств, например, температуры стеклования T _g . Пожалуй, это самое важное свойство полимеров, после типа мономерного звена. Как правило, в литературе и в результатах исследований молекулярный вес выражается как среднее число (M_n) и средний вес (M_w). Описывает вертикальное перемещение точки пересечения кривых частотного сканирования.
η	Viscosity	Вязкость	Свойство текучих тел оказывать сопротивление перемещению одной их части относительно другой
σ	Sigma	Сигма	Напряжение, прилагаемое к образцу во время испытаний в геометрии изгиба, растяжения, сжатия и сдвига.

T_{α}	Alpha transition	Альфа-переход	См. T_g
T_{β}	Beta Transition	Бета-переход	Начало снижения модуля накопления при нагревании, сопровождающееся появлением пика $\text{tg } \delta$ во время сканирования по температуре. Переход расположен до T_g и вызван локализованными движениями основной или боковой цепи молекул полимера.
T_g	Glass Transition	Температура стеклования	Это температура, при которой происходит релаксация в полимерах, а материал переходит из стеклообразного в резинообразное состояние.
$\text{tg } \delta$	Tan delta	Тангенс дельта	Механические потери - тангенс угла сдвига фаз, либо отношение E''/E' .
ν	Poisson's ratio	Отношение Пуассона	Отношение изменения ширины или глубины образца при изменении его длины. Обычно для полимеров оно равно 0.5
ν_f	Free volume	Свободный объем	Пространство внутри полимера между его молекулами.
ω	Radians	Радианы	Частота, выраженная в рад./сек.

Области вязкоупругого поведения

Glassy plateau	Плато стекловидности	Образец - твердый и жесткий, подобен горной породе. Происходят только валентные и деформационные колебания в молекулах; $\text{tg } \delta$ меньше 0,01. Ниже, чем T_g .
Glass transition region	Область стеклования	Образец становится менее твердым, при этом модуль упругости падает, а $\text{tg } \delta$ даёт пик. Высота пика $\text{tg } \delta$ обычно находится в интервале от 0,1 до 1,2. Начало процесса можно считать температурой стеклования T_g .
Leathery region	Область кожеподобности	Образец все еще упругий, но гибкий. В основной цепи полимера появляются движения групп и совместные движения сегментов: $\text{tg } \delta$ ниже 1,0. Температура чуть выше, чем T_g .
Rubbery plateau	Плато резинообразности	Образец становится пружинящим и эластичным. Основная полимерная цепь проявляет постепенное проскальзывание; $\text{tg } \delta$ около 1,0. Температура выше, чем T_g .
Viscous region	Область вязкости	Образец начинает течь и становится все более жидким по мере увеличения температуры. В больших масштабах проявляется подвижность основной цепи; $\text{tg } \delta$ выше 1,0. Гораздо выше, чем T_g . Степенная зависимость.
Fluid region	Жидкое состояние	Образец растекается, подобно воде. Наблюдается свободное движение цепей и перемешивание между цепями; $\text{tg } \delta$ значительно выше 1,0. В кристаллических материалах эта область выше температуры плавления $T_{пл}$. Зачастую эта область рассматривается вместе с областью вязкости.

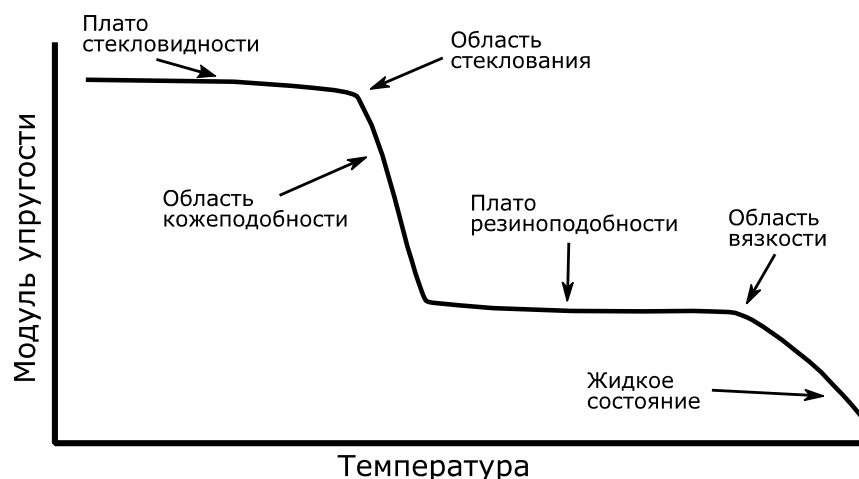

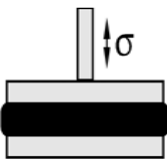
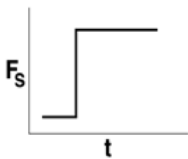
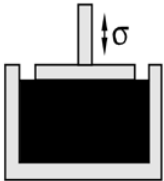
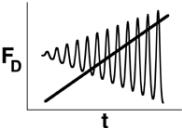



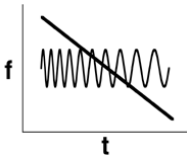
Рисунок 9. Области вязкоупругого поведения.

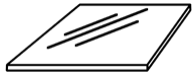

Словарь терминов ДМА



Activation Energy	Энергия активации	Энергия, необходимая для того, чтобы вызвать движение. Зависимость энергии активации от частоты используется для определения типов фазовых переходов.
Additives	Добавки	Проявляются при изотермическом сканировании модуля накопления.
Alloy	Сплав полимеров	Механически перемешанная композиция полимеров.
Alpha transition	Альфа-переход	Следующий за плавлением фазовый переход (при убывании температуры). Обычно – это стеклование, T_g .
Amorphous	Аморфный	Неупорядоченная химическая структура, в которой присутствуют складчатость и перемешивание.
Amorphous content	Аморфная составляющая	Рассчитывается по площади пика модуля потерь при T_g .
Amorphous phase	Аморфная фаза	Случайный фрагмент химической структуры. Произвольная ориентация полимерной цепи. Некристаллическое стекловидное состояние.
Amplitude	Амплитуда	Высота смещения при синусоидальной нагрузке
		
Anisotropy	Анизотропия	Изменение свойств материала в зависимости от направления.
Annealing temperature	Температура отжига	Начало шага снижения модуля накопления, одновременно с увеличением $\tan \delta$ во время сканирования по температуре. Сразу после T_g (по убыванию). При нагреве полимера происходит релаксация его скрытых напряжений.

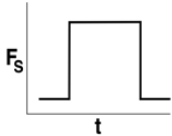

Backbone	Основная цепь	Первичная структура полимера. Обычно - это длинная цепь атомов углерода.
Beta transition	Бета-переход	Начало понижения модуля накопления при нагревании, одновременно с образованием пика $\text{tg } \delta$ во время сканирования по температуре
Blending	Смесь	Результат успешного перемешивания нескольких полимеров. Для смеси полимеров можно определить одну, либо две температуры стеклования в зависимости от эффективности перемешивания.
Branching	Разветвление	Обычно оценивается по конечной зоне модуля накопления во время частотного сканирования.
Cole-Cole Plot	Диаграмма Коул-Коула	Зависимость между E' и E'' (либо $\text{tg } \delta$), которая используется для оценки правильности температурно-временной суперпозиции. Строится в логарифмических координатах по обеим осям.
Compatibility of polymer blends	Совместимость полимерных смесей	Критерий, который показывает, насколько хорошо два или несколько полимеров комбинируются друг с другом.
Complex modulus	Комплексный модуль	Объемное поведение образца. Показатель вязкоупругости.
Compliance	Податливость	Отношение релаксации образца к напряжениям образца в линейной области кривой ползучести.
Compression	Сжатие	Метод, при котором образцы в виде дисков и прямоугольных пластин деформируются с использованием чаши и пластины, пластины и лотка, стопки параллельных пластин, конуса и пластины
		
Copolymer	Сополимер	Проявляется как снижение модуля упругости при изотермическом сканировании или снижение наклона модуля накопления при температуре стеклования T_g .
Creep	Ползучесть	Наблюдается деформация образца при увеличении нагрузки и выдерживании при постоянной температуре. Получается временная зависимость, как функция давления (напряжения) либо температуры.
		
Cross link	Сшивка	Химическая связь между молекулами полимеров.
Crossover point	Точка пересечения	Обычно изучают точки пересечения модуля накопления и комплексной вязкости в координатах одного и того же масштаба (лучше всего - в логарифмических) на графиках частотного сканирования. Для изучения отверждения изучают пересечение E' и E'' (при $\text{tg } \delta = 1$).
Crystalline	Кристаллический	Химическая структура с высокой степенью организации, размещенная на очень низких энергетических уровнях.
Crystalline phase	Кристаллическая фаза	Высокоупорядоченная химическая структура. Близко упакованная и высокоориентированная полимерная цепь.



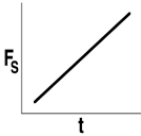

СТЕ	КТР	Обычно - это состояние полимера с самой низкой энергией.
Cure of thermosetts	Отверждение термоусадок	Химическая связь между основными цепями полимеров.
Cure rate (kinetics)	Скорость отверждения (кинетика)	Оценка наклона модуля накопления при его увеличении во время изотермического отверждения.
Damping	Амортизация	Рассеяние и потеря механической энергии. Модель амортизации.
Deborah number	Число Деборы	Время всего эксперимента, разделенное на время измеренного свойства.
Degree of cure	Степень отверждения	Показывает насколько отвержден материал. Как правило, определяется либо по значениям модулей, либо по температуре стеклования T_g в ДМА.
Degree of polymerization	Степень полимеризации	Показывает, насколько завершилась реакция полимеризации. См. «степень отверждения».
Dilatometer	Дилатометр	Измеряет объемное расширение, превращая увеличение во всех трех направлениях в линейное перемещение поршня. Такой способ дает возможность измерить объемное расширение образцов неправильной формы, либо объемный модуль. Совместно с другими величинами это позволит определить отношение Пуассона.
		
DMA	ДМА	Динамический механический анализатор. Прибор, прикладываемый к образцу синусоидальную нагрузку и регистрирующий отклик образца на нее в зависимости от температуры.
DMA fingerprint	Область отпечатков пальцев ДМА	Частотное сканирование при температуре выше, чем T_g и ниже, чем $T_{пл}$
DMA modulus test	Тест модуля упругости на ДМА	Быстрый тест (30 секунд), во время которого необходимо поместить образец в прибор и наблюдать за изменением модуля накопления в реальном времени. Используется для контроля качества готовой продукции.
Dynamic Scan	Динамическое сканирование	Эксперимент, при котором деформация образца увеличивается при увеличении напряжения, в то время как температура и частота остаются постоянной. Наклон кривой дает значение модуля упругости ДМА, включающий в себя эффект амортизации.
		
Elastic	Эластичный	Свойство материала возвращаться в его исходную форму. Такое поведение можно моделировать с помощью пружины
		

Elastomers	Эластомеры	Материалы, проявляющие эластичные свойства, могут быть термопластами или термоусадочными
End use properties	Конечные свойства	Свойства или результаты испытаний материала, на основании которых делается вывод о его пригодности для конкретного применения.
Entanglement	Запутанность	Физическое (стерическое) влияние на движение полимера.
Equilibrium modulus	Равновесный модуль	Мера доли восстановления при анализе на упругое восстановление при ползучести, либо наклон кривой "ползучесть-деформация", экстраполированной к пересечению начала цикла ползучести.
Equilibrium viscosity	Равновесная вязкость	Мера невозстанавливаемости при анализе на упругое восстановление при ползучести, или угол наклона кривой "ползучесть-деформация".
Extensometer	Экстензометр	Прибор для измерения деформации при испытаниях на растяжения для образцов больших размеров.
Flexural	На изгиб	Метод, при котором образцы в форме стержней или цилиндров деформируются с помощью трехточечного изгиба, четырехточечного изгиба, либо одно- или двухконсольного изгиба. Это - наиболее простая геометрия для измерения.
		
Fluid	Жидкий	Образец течет, подобно воде.
		
Fluid bath	Погружная ванна	Специальная печь, позволяющая измерять образцы, погруженные в жидкость.
Fluid region	Область текучести	Образец растекается, подобно воде. Наблюдается свободное движение цепей и перемешивание между цепями. $\tan \delta$ гораздо больше 1,0. В кристаллических материалах эта область выше температуры плавления ТПА
		
Force	Сила	Приложение механической энергии.
		
Force motor	Силовой привод	Механизм, прикладывающий к образцу силу, и вызывающий его деформацию.
Frequency scan	Частотное сканирование	Изучается деформация образца при повышении частоты колебаний, напряжение и температура удерживаются постоянными. Используется как отпечатки пальцев для идентификации различных полимеров по резонансным и гармоническим частотам. Также используется для расчетов TTS и энергии активации.
		
Friction	Фрикция	Сила, которую необходимо затратить на преодоление поверхностного взаимодействия молекул двух материалов.

Functional group	Функциональная группа	Химическое вещество, присоединенное к основной цепи полимера.
Furnace	Печь	Устройство, контролирующее температуру образца
Gel point	Точка желатинизации	Начало роста модуля накопления на кривой изотермического отверждения. Точка, при которой частотная зависимость E' исчезает. Точка пересечения E' и E'' при отверждении.
Glass transition (Tg)	Стеклование	Интервал температур, в котором материал становится мягким. Начало на кривой модуля накопления уменьшается, при этом появляется пик $\tan \delta$ при нагреве во время температурного сканирования. "Плавление аморфной фазы".
Glassy 	Стекловидный	Жесткий, пружинистый, подобный горной породе.
Heterogeneity	Гетерогенность	Неоднородность состава материала в образце.
Homogeneity	Гомогенность	Однородность состава материала в образце. Гомогенный материал всегда одинаков во всех направлениях.
Hooke's law $F = kx$	Закон Гука	Описывает упругое поведение пружины.
Humidity generator	Генератор влажности	Специальная печь, позволяющая выполнять эксперименты ДМА в условиях контролируемой влажности.
Hysteresis	Гистерезис (запаздывание)	Энергия, накопленная во время каждой циклической деформации и вызывающая разницу при каждой нагрузке.
Impact modifiers	Влияние модификаторов	Оценивается по модулю накопления при изотермическом сканировании.
Isotropy	Изотропия	Постоянство свойств материала в образце в любых направлениях.
Leathery 	Кожеподобность	Материал гибкий, но упругий.
Linear coefficient of thermal expansion (LCTE)	Коэффициент линейного термического расширения (КЛТР)	Наклон на прямолинейной части зависимости высоты образца (либо положение зонда ТМА) от её начала до температуры стеклования во время сканирования по температуре.
Linear Variable Differential Transformer (LVDT)	Дифференциальный трансформатор линейных перемещений	«Электронная линейка», измеряющая отклик образца на примененную к нему деформирующую силу.
Log scale	Логарифмическая шкала	Используется для наблюдения за закономерностями, которые возникают в очень больших диапазонах. Модуль упругости обычно изображается в логарифмической шкале.

Mechanical properties	Механические свойства	Физические характеристики образца. Это то, что происходит с полимером при физических воздействиях.
Melt viscosity	Вязкость расплава	Изучение комплексной вязкости при сканировании по частоте во время температуры плавления.
Modifiers	Модификаторы	Анализируются по поведению модуля накопления при изотермическом сканировании.
Molecular weight	Молекулярный вес	Молекулярная масса или длина цепи материала, применяемая в анализе полимеров для описания их различных свойств, например, температуры стеклования Tg. Пожалуй, это самое важное свойство полимеров, после типа мономерного звена. Как правило, в литературе и в результатах исследований молекулярный вес выражается как среднее число (M_n) и средний вес (M_w). Описывает вертикальное перемещение точки пересечения кривых частотного сканирования.
Molecular weight distribution	Молекулярно-массовое распределение	Отношение типов молекулярных весов M_n и M_w (подробнее см. «Молекулярный Вес»). Описывается горизонтальным перемещением точки пересечения кривых частотного сканирования.
Modulus	Модуль упругости	Отношение напряжения к деформации.
		$E = \frac{\sigma}{\epsilon}$
Newton's law	Закон Ньютона	Описывает поведение текучих материалов.
		
Omega ω	Омега	Частота, выраженная в рад/с
Orientation	Ориентация	Некристаллическая организация структуры полимера, при которой основные цепи близко упакованы и расположены в одном направлении. Характерна для жидких кристаллов на основе полимеров и нанокompозитных наполнителях.
Period	Период	Время, необходимое на завершение события.
Permanent set	Постоянная усадка	Безвозвратное течение, которое наблюдается после того, как материал деформировался.
Phase	Фаза	Часть "сечения" полимера. Например, многие типы полиуретанов могут находиться в резинообразной или кристаллической фазе.
Phase lag (δ)	Фазовая задержка	Задержка между приложенной нагрузкой и откликом материала. Также может называться и углом фазы. Разница в значении тангенсов фаз в $\tan \delta$.
		
Plasticity	Пластичность	Проявляется полимерами, которые подвергаются напряжениям за точкой текучести. Вид деформации.

Plots of $\log f$ vs. $1/T \cdot 10^3$ ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	Зависимость $\log f$ от $1/T \cdot 10^3$ ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	Используются для демонстрации сдвига частоты фазовых переходов во время охлаждения образца
Poisson's ratio	Отношение Пуассона	Отношение изменения ширины или глубины образца при изменении его длины. Обычно, для полимеров оно равно 0.5
Polymer transitions	Фазовые переходы в полимерах	Изменения во внешнем виде или в поведении образцов при их нагревании.
Prediction of long term behavior	Предсказание длительного поведения	Обычно проводится с помощью циклов упругого восстановления от критической нагрузки и температуры, экспериментов на восстановление после ползучести на ДМА и температурно-временной суперпозиции.
Proportional limit	Пропорциональный предел	Наибольшее напряжение, которое материал может выдержать без необратимой деформации.
Rate	Скорость	Быстрота протекания процесса, например, насколько быстро выполняется нагревание (град./мин.)
Recovery	Восстановление	Исследование деформации образца в условиях увеличения нагрузки при постоянной температуре. Дает зависимость релаксации от времени как функцию давления (нагрузки) или температуры.
		
Recovery time	Время восстановления	Время, после которого все изменения в образце останавливаются.
Relaxation time	Время релаксации	Время, необходимое для уравнивания молекул после применения нагрузки к материалу.
Resonance	Резонанс	Усиление натуральных гармоник, присутствующих в образце. Неколичественный механический анализ.
Resonant	Резонансный	Материал, способный к резонансу; частота, при которой происходит резонанс.
Resonant frequency	Резонансная частота	Усиление осцилляции натуральной гармоники.
Rheology	Реология	Наука о текучести и деформации материала.
Roller Kinetics	Кинетика Роллера	Метод вычисления энергии активации процесса отверждения по кривым изотермического или температурного сканирования.
Rubbery	Резинообразный	Пружинящий, эластичный.
		
Rubbery plateau	Плато резинообразности	Образец становится пружинящим и эластичным. Основная полимерная цепь проявляет постепенное проскальзывание.
Semi-crystalline polymers	Полукристаллические полимеры	Полимеры, в которых часть цепей упакована в кристаллы, а вторая часть расположена произвольно.

Shear		Сдвиг	Скольжение одной части материала по другой части. Для выполнения экспериментов по изучению трения необходим держатель для пары образцов.
Side chain		Боковая цепь	Ответвление главной цепи полимера.
Sinusoidal		Синусоидальное	Циклическое событие, подчиняющееся закону синуса.
Solid-solid phase transition		Фазовый переход твердое-твердое	Невысокий по интенсивности фазовый переход в твердых телах. Например, полиморфизм в фармацевтических субстанциях или эвтектические переходы в жидких кристаллах.
Spring constant		Постоянная пружины	Описывает силу, действующую на материал, под действием которой он деформируется.
Static modulus		Статический модуль упругости	Угол наклона линейной части кривой зависимости деформации от напряжения в области ползучести.
Static Scan (Creep Ramp)		Статическое сканирование	Наблюдается деформация образца в условиях увеличения нагрузки при постоянной температуре. Дает модуль Юнга.
			
Steric effects		Стерические эффекты	Эффекты, вызванные пространственным расположением атомов в молекуле.
Storage modulus (E')		Модуль накопления (E')	Показатель эластичности. Фазовая компонента сигнала ДМА.
Strain $\epsilon = \frac{\Delta L}{L}$		Деформация	Отношение между изменением длины и исходной длиной расширяющегося образца.
Strain % $\epsilon\% = \frac{\epsilon}{100}$		Относительная деформация	Деформация, выраженная в процентах для более удобного представления.
Stress		Напряжение	Нагрузка, приложенная к образцу, распределённая по поверхности
Structure		Структура	Пространственное расположение атомов в молекуле.
Structure-property relationships		Взаимоотношение между структурой и свойствами	Описывает, как отдельные части полимера влияют на особенности его поведения.
Tangent delta		Тангенс дельта	Тангенс фазового угла. Отношение потерь к эластичности. Показатель вязкоупругости образца. Иногда называется амортизацией

Temperature Scan 	Сканирование по температуре	Наблюдение за деформацией образца при увеличении его температуры и выдерживании частоты и напряжения постоянными. Используется для исследования температурных зависимостей материала, также как и Tg.
Tensile 	Растяжимые	Пленки или волокна, деформированные после измерений на растяжение. Это самый лучший метод для исследования пленок и волокон. В такой геометрии чаще всего запускают эксперименты ТМА.
Terminal zone	Терминальная зона	Точка на графике частотного сканирования, после которой начинается значительное падение модуля накопления.
Terpolymer	Терполимер	Сополимер, состоящий из трех повторяющихся блоков.
Thermal expansion	Термическое расширение	Изменение размеров образца, обусловленное его контролируемым нагревом по заданной программе.
Thermal history	Тепловая память	Результаты предыдущих термических изменений образца.
Thermoplastics	Термопластики	Материалы, подвергающиеся обратимым изменениям при нагреве. Например, лед - вода - лед.
Thermosetts	Термореактивные материалы	Материалы, подвергающиеся необратимым изменениям при нагреве. Например, сырое яйцо - сваренное яйцо.
Thermosetting (crosslinked)	Термически реактивные (сшитые) полимеры	Полимеры, в которых основные цепи связаны между собой химической связью. Этот процесс исследуют с помощью ДМА для разработки циклов отверждения.
Time or isothermal scan	Временное или изотермическое сканирование	Изучение деформации образца при выдерживании температуры, частоты и нагрузки постоянными. Используется для изучения процессов отверждения, старения и быстрого определения модуля упругости. Часто используется совместно с приставками для фотокалориметрии, генератором влажности и погружной ванной.
TMA 	ТМА	Термомеханический анализатор. К образцу прикладывается слабая статическая нагрузка, отклик от образца регистрируется в зависимости от изменения температуры. Наиболее часто измеряется зависимость высоты образца от температуры. С помощью этого метода можно получить коэффициент термического расширения и идентифицировать термические переходы, например температуру стеклования.
Time-dependent behavior	Временное поведение	Поведение образца в течение времени. Используется для определения упруго-вязкостных свойств полимерного образца.
Tougheners	Упрочнители	Добавки, делающие полимеры менее хрупкими. На ДМА это анализируют по изменению ступеньки E' при низкой температуре.

Toughness	Прочность	Способность материала поглощать механическую энергию без разрушения и деформации.
Ultimate strength	Предел прочности	Наибольшая нагрузка, которую может выдержать материал непосредственно перед его разрушением.
UV or Optical Furnace	УФ или оптическая печь	Специальная печь для анализатора DMA 8000, в которой установлены окна для наблюдения, а также для установки УФ-источника при изучении фотоотверждения.
Viscoelasticity	Вязкоупругость	Способность материала одновременно проявлять как вязкие, так и эластичные свойства
Viscosity	Вязкость	Способность материала течь и деформироваться.
Viscous	Вязкий	Плавный, тягучий
Vitrification	Витрификация	Температура, при которой отверждаемые системы становятся настолько вязкими, что начинают препятствовать дальнейшему отверждению. Как правило, на кривых ДМА проявляется в начале плато модуля накопления во время изотермического сканирования.
Yield point	Точка текучести	Напряжение, вызывающее в материале постоянную деформацию.
Yield strength	Предел текучести	Напряжение, вызывающее постоянные физические изменения
Young's modulus	Модуль Юнга	Доля деформаций при увеличении нагрузки на образец.

Что означают изменения в данных?

Метод	Данные	Значение
Термомеханический анализ	Изменения угла наклона кривой	Температура перехода
	Угол наклона кривой при изменении температуры	Термическое расширение (КТР)
	Изменение объема (Дилатометрия)	Усадка при отверждении, объемное расширение
Напряжение и деформация (статические)	Угол наклона	Модуль Юнга
	Точка текучести	Прочность перед искажением
	Предел текучести	Ёмкость нагрузки
	Пропорциональный предел	Конец линейной области (макс. прочность в точке разрыва)
	Предел прочности	Прочность при разрыве
	Удлинение при разрыве	Податливость
	Площадь под кривой	Прочность

Напряжение и деформация (динамические)	Динамический пропорциональный предел	Конец линейной части кривой, макс. F_D
	Модуль накопления и модуль потерь	Жесткость как функция нагрузки
	Комплексная вязкость	Текущность под динамической нагрузкой
	$\text{tg } \delta$	Амортизация
Ползучесть-восстановление	Предел прочности	Прочность при разрыве
	Равновесная податливость, равновесный модуль, равновесная вязкость	Длительное поведение
	Вязкость	Пространственная вязкость
	Податливость при ползучести	Эффект нагрузки
	Разрушение при ползучести	Усилие
Напряжение-релаксация	Спектры релаксации	Молекулярное моделирование
	Податливость и модуль упругости	Длительное поведение, молекулярный вес, сшивки и спутанности
	Спектры запаздывания	Молекулярное моделирование
Динамическое температурное либо временное сканирование	Сила как функция температуры	Сила сжатия / расширения
	Модуль накопления и модуль потерь	Изменение в жесткости. Распределение модуля упругости
	Комплексная вязкость	Изменение в текущести
	$\text{tg } \delta$	Амортизация и рассеяние энергии
	Температурные переходы, как падение пиков	$T_{пл}, T_g, T_\alpha, T_\beta, T_\gamma, T_\delta$
	Модуль упругости на плато резинообразности	Молекулярный вес между сшивками и спутанностями
	Пересечение E' и E'' при отверждении	Точка желатинизации
	Форма кривой вязкости при отверждении	Минимальная вязкость, энергия активации, точка витрификации

Динамическое частотное сканирование	Комплексная вязкость, модуль потерь, Модуль накопления	Текучесть, как функция частоты Эластичность или жесткость, как функция частоты
	E'/E'' или пересечение n^*	Относительный молекулярный вес и распределение
	Области плато	Оценка молекулярного веса
	Обобщающая кривая	Молекулярно-массовое распределение, длительное поведение, поведение в широком диапазоне, молекулярное моделирование

Рекомендуемая литература

Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction, 2nd Edition, Kevin Menard, CRC Press, 2008. Настольная книга по динамическому механическому анализу в лаборатории.

Thermal Characterization of Polymeric Materials – 2nd Ed., Edith Turi, Editor, Academic Press, 1997. Самый полный сборник материалов по термическому анализу. Прекрасное практическое и теоретическое руководство по термическому анализу.

Anelastic and Dielectric Effects in Polymer Solids, N. G. McCrum, B. E. Read and G. Williams, Dover, New York, 1967. Обзор основных классов полимеров и их поведение при исследовании методом ДМА. Весьма полезная и актуальная даже сейчас книга для интерпретации данных ДМА.

Handbook of Plastics Testing Technology, Vishu Shah, Wiley, New York, 1984. Обзор стандартных методов испытания полимеров.

Introduction to Polymer Viscoelasticity, Montgomery Shaw and, William J. MacKnight, Wiley, New York, 2005. Данное пособие рекомендуется для общего ознакомления с принципами и теорией ДМА. В нем наиболее просто разобраны все аспекты теории ДМА.

Mechanical Properties of Polymers and Composites 2nd Ed., Lawrence E. Nielsen and Robert Landel, Marcel Dekker, New York, 1994. В данной книге содержится информация о самых основных механических свойствах полимерных материалов.

Handbook of Polymer Analysis, Hubert Lobo and Jose Bonilla, Editors, Dekker, 2003. Обзор современных методов анализа пластмасс и полимеров.

Performance of Plastics, Witold Brostow, Editor, Hanser, 2001. Подробное описание испытаний пластмасс, содержащее главы о термическом анализе и реологии.

Rheology Principles, Christopher Mascosko, VCH, New York, 1994. Отличный вводный курс в реологию. Много математики.

Viscoelastic Properties of Polymers, John D. Ferry, Wiley, New York, 1980. *Продвинутый курс реологии и ДМА для опытных пользователей. Содержит много информации об экспериментах ДМА и диэлектрических измерениях.*

Principles and Applications of Thermal Analysis, Paul Gabbott, Editor, Blackwell Publishing, Oxford, UK, 2008. *Обзор применения термического анализа. В составе есть глава, посвященная ДМА.*

Нормативные документы, посвященные ДМА

Нормативные документы ГОСТ, действующие в Российской Федерации

ГОСТ Р 57739-2017 Композиты полимерные. Определение температуры стеклования методом динамического механического анализа.

ГОСТ Р 57995-2017 Композиты полимерные. Определение характеристик при отверждении терморезактивных смол динамическим механическим анализом при помощи реометра.

ГОСТ Р 56753-2015 Пластмассы определение механических свойств при динамическом нагружении. Часть 11. Температура стеклования.

ГОСТ 4648-71 Пластмассы. Метод испытания на статический изгиб.

ГОСТ 9550-81 Пластмассы. Методы определения модуля упругости при растяжении, сжатии и изгибе.

ГОСТ 18197-82 Пластмассы. Метод определения ползучести при растяжении.

ГОСТ 18299-72 Материалы лакокрасочные. Метод определения предела прочности при растяжении, относительного удлинения при разрыве и модуля упругости.

ГОСТ 20812-83 Пластмассы. Метод определения механических динамических свойств с помощью крутильных колебаний.

Важнейшие международные и зарубежные нормативные документы

ASTM D7028 – 07 Стандартный метод испытания температуры стеклования (DMA T_g) полимерных матричных композитов методом динамического механического анализа (DMA).

ASTM D6382 – 99 (R2017) Стандартный метод для динамического механического анализа и термогравиметрии кровельного и гидроизоляционного мембранного материала.

ASTM E1640 -18 Стандартный метод испытаний для определения температуры стеклования методом динамического механического анализа.

ISO 18437-5-2011 Вибрация и удар - Характеристика динамических механических свойств вязкоупругих материалов - Часть 5: отношение Пуассона на основе сравнения между измерениями и анализом конечного элемента.

Scheltec AG

Авторизованный дистрибьютор PerkinElmer
в странах СНГ, Грузии и Монголии

SchelTec
Total Laboratory

тел.: +7 (495) 935-8888
info@scheltec.ru
www.scheltec.ru