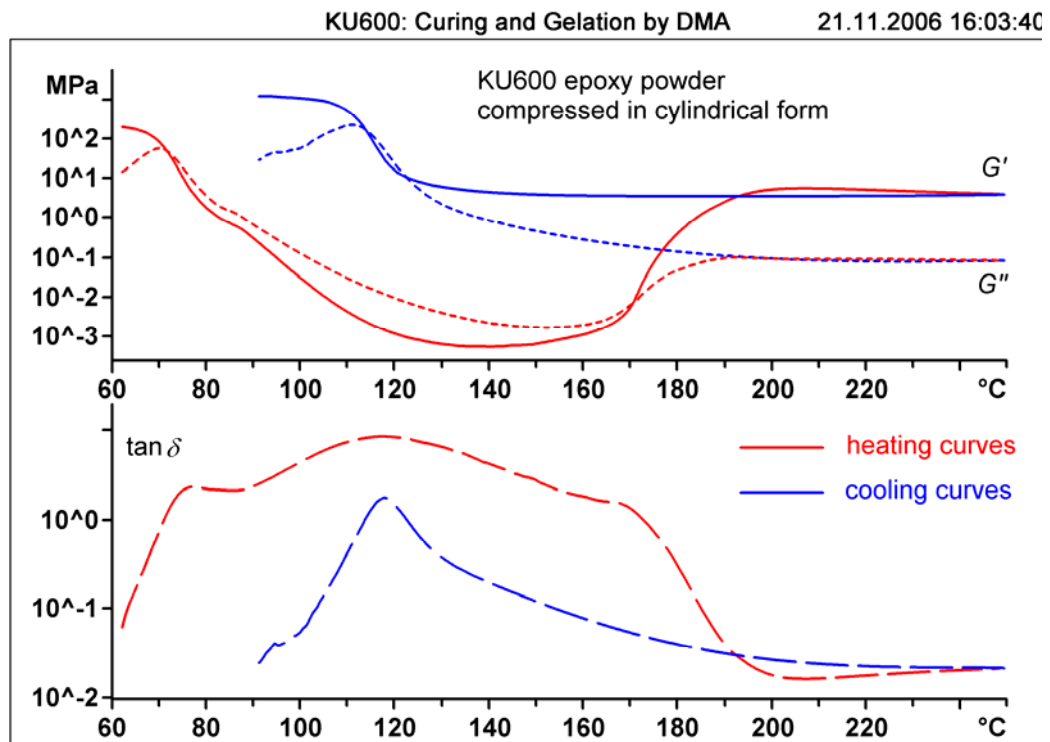


用 DMA 测试的固化

目的	本应用通过监测其力学行为来研究未固化环氧树脂体系的固化过程。
样品	未固化的 KU600 环氧树脂粉末。
样品条件	测试仪器： DMA，剪切样品支架
	样品制备： 两个小圆柱体，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，在 90°C 预处理一小时。
DMA 测试：	测试在 1Hz 下进行，以加热速率 2K/min 从 40 至 250°C，然后冷却至 90°C。
气氛：	最大力振幅 5N；最大位移振幅 20 μ m；偏移控制为零。 静态空气



解释 图显示未固化 KU600 环氧树脂加热时和随后完全固化 KU600 冷却时贮存模量(G')、损耗模量(G'')和 $\tan \delta$ 的测试曲线。

在约 70°C 观察到玻璃化转变过程,分别在贮存模量上显示为一个大约 2.5 个数量级的台阶变化和在损耗模量与 $\tan \delta$ 上显示为一个峰。在约 90°C,材料开始流动,伴随着贮存模量的加速下降和 $\tan \delta$ 的增加。

树脂的固化过程开始于 120°C 左右,这时 $\tan \delta$ 开始下降。开始时固化过程进行得非常慢,在 160°C 以上加速,这时贮存模量快速增加。在约 200°C,材料的贮存模量最后达到了约 5.3MPa 的值,在进一步加热时保

持几乎不变。这表明固化过程在约 200°C 下大约已完全。

固化反应的凝胶点可确定为贮存和损耗模量的交点，这时 $\tan\delta$ 等于 1。在上图中约 170°C 处可观察到本测试体系的凝胶点。

在从 250°C 至 90°C 的冷却期间，固化材料在约 110°C 显示从橡胶态至玻璃态的转变。贮存模量再次增加了约 2.5 个数量级到 1120MPa。玻璃化转变温度由于固化提高了 40K。

结论 DMA 能容易地检测热固性材料的固化反应和固化对其力学性能和物理转变的影响。DMA 可非常灵敏地定义固化过程的起始点，这从热流测试来测定是相当困难的。此外，DMA 也能用来测定固化反应的凝胶点，它是贮存和损耗模量的交点。