

## DMA(Dynamic Mechanical Analysis) 사용방법

### \* 실험 시작시

- 액체 질소 충전(액체 질소를 이용한 온도 컨트롤이 필요한 실험인 경우) : GCA 탱크의 전원을 확인하고 액체 질소 탱크와의 연결부가 단단히 고정되어 있는지 렌치로 돌려 확인한다. 컴퓨터 모니터의 DMA 소프트웨어 상 [Control>GCA Fill]을 클릭하고 액체질소 탱크의 밸브를 열어 필요한 양의 액체질소를 GCA 탱크에 충전한다. 충전이 완료되면 보호 장갑을 끼고 액체질소 탱크의 밸브를 잠근다.
- [Control>Furnace>open]을 클릭하여 Furnace를 열고 육각렌치를 사용하여 치구를 실험 목적에 맞게 조정한다.

### \* 샘플 측정시

- Procedure탭 설정 : Method란의 실험 Factor들을 실험 목적에 맞게 조정한다. [Editor]를 눌러 Method Segment Description을 실험 목적에 맞게 세부 설정한다.
- Summary탭 설정 : Mode와 Clamp를 실험 목적에 맞게 선택한 후 측정하고자 하는 샘플의 길이, 너비, 두께를 측정하여 Dimensions란에 기입한다. Sample Name을 적은 후 Data File란에 저장경로를 설정한다.
- DMA 측정용으로 제작한 샘플을 치구의 중앙에 위치하게 둔 후 토크렌치의 토크 값을 설정하여 두 번 소리가 나도록 돌려 치구에 고정한다. 같은 조건으로 측정해야하는 샘플은 모두 일정한 토크를 가하여 치구에 고정한다.
- [Furnace Close]를 눌러 Furnace를 닫고, 실험 시작버튼을 눌러 실험을 시작한다. 좌측 하단에 남은 측정 시간이 표시된다.

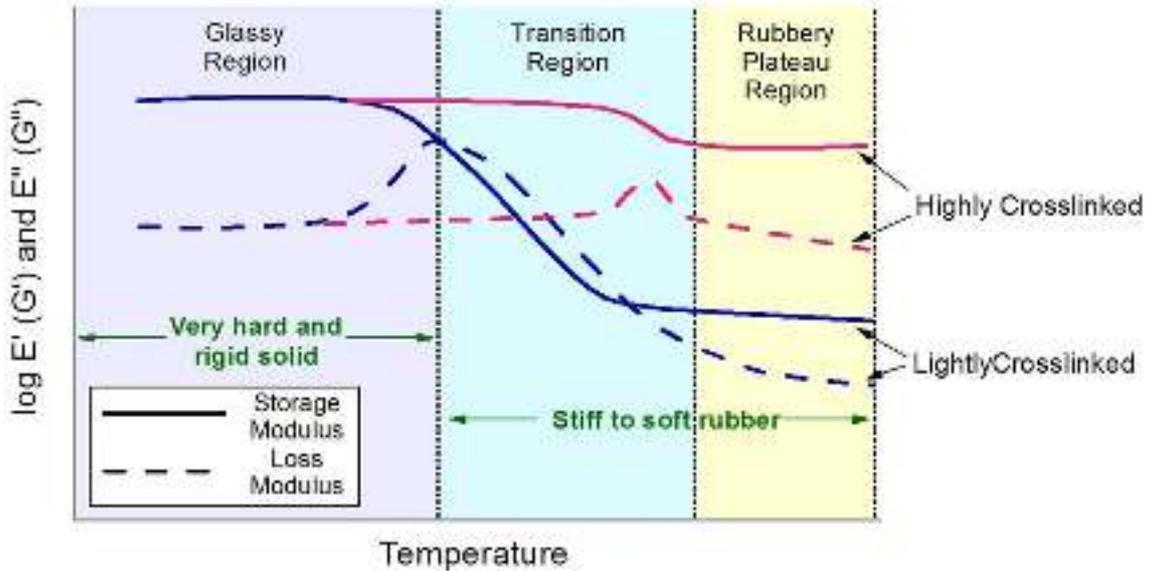
### \* 실험 종료시

- Cooling이 완료된 후 Furnace가 자동으로 열리면, 치구에 걸린 샘플을 정리한다.

# DMA 분석시 파악 가능한 물성

\*Storage Modulus, Loss Modulus.

DMA 기기는 시료에 진동하는 외력(frequency 또는 force)을 사인파의 stress로 가하여 온도와 시간, frequency의 함수로서 재료의 기계적 모듈러스(mechanical modulus)를 측정한다. 즉, 재료의 측정된 동적 기계적 특성을 이용해, 점탄성 거동, 유리전이, 연화, 감쇠거동, 상분리, 경화거동 등의 재료물성을 측정 분석하는데 매우 유용하게 이용된다.



## 유리상 영역 (Glassy state)

점탄성 거동을 가지는 물질은 저온에서 유리상(glassy state)이며 모듈러스는 약 2GPa로 상대적으로 높다. 이 상에서는 종종 secondary relaxation이 측정된다. 여기에서 모듈러스의 실제성분(real part)은 비교적 넓은 온도범위에서 조금씩 감소하며 가상의 성분(imaginary part)은 broad한 peak으로 나타난다. Secondary relaxation은 side chain의 운동에 기인한다고 알려져 있다.

## 유리전이영역 (Glass Transition state)

고분자의 주쇄(main chain)의 회전운동(rotational movements)에 의한 glass transition영역에서는 저장탄성률(storage modulus)이 크게 변한다. 손실탄성률(Loss modulus)은 확연한 peak으로 나타난다. 재료는 이 영역에서 유리상에서 탄성상(rubbery-elastic state)으로 바뀐다.

## 고무상 영역 (Rubbery flow state)

완화영역(relaxation)에서 저장탄성률(storage modulus)은 감소하고 손실탄성률(loss modulus)은 최대가 된다. Peak의 최대온도는 frequency에 따라 이동하게 되며, 측정 frequency를 높일수록 완화영역은 저온에서 고온쪽으로 이동한다. 이는 완화거동이 분자재배열(molecular rearrangement)의 동적특성에 의해 결정되기 때문이라 할 수 있다. 최대 완화영역이 지난 후의 모듈러스는 거의 일정하다. 이는 소위 고무상영역(rubbery plateau)이라 하며 고분자 중합(polymerization)이나 가교도(degree of cross linking)에 따라 다르다.