



中华人民共和国国家标准

GB/T 33095.1—2016

未硫化橡胶 用动态无转子流变仪测定 流变性能 第1部分：频率扫描法

Rubber, unvulcanized—Measurement of rheological properties
using rotorless shear rheometer—Part 1: Frequency sweep

2016-10-13 发布

2017-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
未硫化橡胶 用动态无转子流变仪测定
流变性能 第 1 部分:频率扫描法
GB/T 33095.1—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2016 年 11 月第一版

*

书号: 155066 • 1-54886

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 33095《未硫化橡胶 用动态无转子流变仪测定流变性能》拟分为以下两部分：

——第1部分：频率扫描法；

——第2部分：应变扫描法。

本部分为 GB/T 33095 的第1部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会(SAC/TC 35)归口。

本部分起草单位：上海诺甲仪器仪表有限公司、风神轮胎股份有限公司、贵州轮胎股份有限公司、三角轮胎股份有限公司、广州市华南橡胶轮胎有限公司、沈阳市化工学校、双星集团有限责任公司、北京橡胶工业研究设计院、江苏明珠仪器科技有限公司、上海德杰仪器设备有限公司、蒙泰克仪器有限公司、高铁检测仪器有限公司。

本部分主要起草人：张嵘、任绍文、刘豫皖、冯萍、闫福江、许秋焕、陈宇涛、罗吉良、脱锐、胡秀军、郭菲、谢君芳、李静、包达飞、秦晓峰、龚剑鸣、俞福熙、陈瑞义、陈雍典。

未硫化橡胶 用动态无转子流变仪测定 流变性能 第1部分:频率扫描法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

注意:本部分涉及的一些操作可能使用、生成一些物质或产生废物而对当地的环境有污染影响,应制定使用后处置这些物质的适当的文件。

1 范围

GB/T 33095 的本部分规定了用动态无转子流变仪对橡胶流变性能测试的一种方法——频率扫描法。

本部分适用于生胶和混炼胶流变性能的测试。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及其制样方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

复数扭矩 **complex torque**

S^*

对试样施加正弦波剪切应变后,由反作用扭矩传感器测得的扭矩峰值幅度。

3.2

弹性扭矩 **elastic torque**

S'

对试样施加正弦波剪切应变后,与应变同相位的扭矩分量峰值幅度。

3.3

黏性扭矩 **viscous torque**

S''

与所施加正弦波应变呈 90° 角相位差的扭矩分量的峰值幅度。

3.4

复数剪切模量 **complex shear modulus**

G^*

剪切应力与剪切应变之比,其中每一项都可以用复数表示。

[GB/T 9881—2008,定义 2.88]

3.5

储能剪切模量 storage shear modulus

G'

同相位的剪切应力分量与剪切应变之比。

3.6

损耗剪切模量 loss shear modulus

G''

超前剪切应变相位 90° 的剪切应力分量与剪切应变之比。

[GB/T 9881—2008, 定义 2.237]

3.7

损耗角 loss angle

δ

在均匀正弦变形中应变滞后于相内应力与异相应力和失量程度的度量, 异相应力由材料的黏性引起。

注: 损耗角越大, 滞后损失越大。

[GB/T 9881—2008, 定义 2.236]

3.8

损耗因子 loss factor

$\tan \delta$

损耗剪切模量和储能剪切模量的比值或黏性扭矩和弹性扭矩的比值。

3.9

复数动态黏度 dynamic complex viscosity

η^*

复数剪切模量 G^* 与角频率 ω (单位按 rad/s 计算) 的比值。

3.10

真动态黏度 real dynamic viscosity

η'

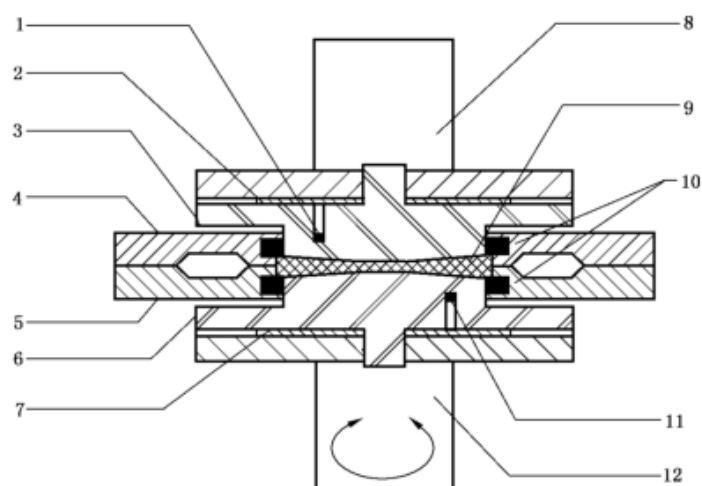
损耗剪切模量 G'' 和角频率 ω (单位按 rad/s 计算) 的比值。

4 原理

频率扫描法是指在恒定的应变幅度和温度下, 按设置步骤改变振荡频率进行测试。流变性能可通过弹性扭矩 S' 、黏性扭矩 S'' 、储能剪切模量 G' 、损耗剪切模量 G'' 、损耗因子 $\tan \delta$ 、复数动态黏度 η^* 和真动态黏度 η' 等数据或其组合来表征。

本方法是在 7% 的低应变下进行的快速三点频率扫描法, 其测试结果与生胶的平均分子量、分子量分布、长链支化特性相关, 也与混炼胶的流动性、剪切变稀、挤出膨胀率等特性相关。

试验时, 橡胶试样被置于一个密闭加热模腔内。模腔由上下两部分组成, 其中一部分可通过驱动装置进行往复振荡。通过模腔的振荡, 对被测样品施加正弦波剪切应变, 通过测量被测样品所传递的正弦波扭矩来表征被测样品的黏弹特性 (见图 1)。



说明:

- 1 —— 上模温度传感器;
- 2 —— 上加热片;
- 3 —— 上模;
- 4 —— 上密封板;
- 5 —— 下密封板;
- 6 —— 下模;
- 7 —— 下加热片;
- 8 —— 扭矩测量系统;
- 9 —— 试样;
- 10 —— 密封圈;
- 11 —— 下模温度传感器;
- 12 —— 振荡驱动系统。

图 1 测量原理图

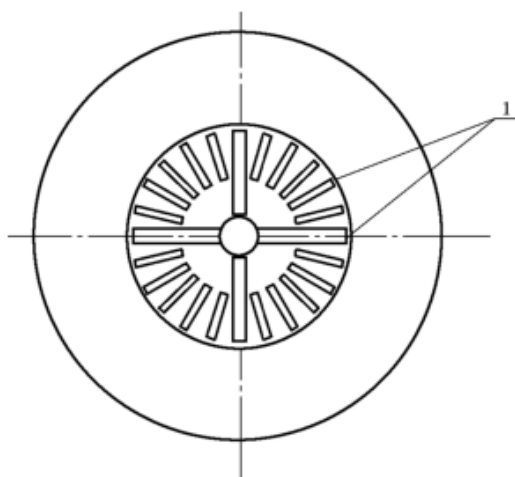
5 仪器

5.1 密闭模腔动态无转子流变仪

仪器由密闭模腔系统、模腔闭锁机构、模腔振荡系统、扭矩测量系统、扭矩记录装置和扭矩校准装置组成,通过对密闭模腔内的胶样施加设定频率和应变幅度的振荡,可测量弹性扭矩 S' 和黏性扭矩 S'' 。

5.2 密闭模腔

由圆锥型上下模构成,上下模由硬度不低于 HRC50 的工具钢制成,上下模表面应有防止试样打滑的沟槽。测试时,上下模具保持一固定的间距,从而形成密闭模腔(见图 2)。在密闭模腔边缘不应有缝隙,模腔中心部位间距为 $0.45\text{ mm} \pm 0.05\text{ mm}$ 。试验完成后,密闭模腔内形成一圆形试样(见图 3)。



说明:

1——沟槽。

图2 上下模具

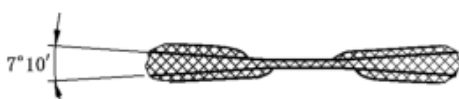


图3 试样

5.3 模腔闭锁机构

采用气动或者其他装置使模腔闭锁,并且保持在测试过程中闭合力不小于 11 kN。

5.4 模腔振荡系统

模腔振荡系统通过驱动装置使下模腔产生往复振荡。设备振荡幅度可变,对频率扫描测试推荐使用 $\pm 0.5^\circ$ 角(7.0%剪切应变)。振荡频率可在 0.03 Hz~30 Hz 范围内变化。

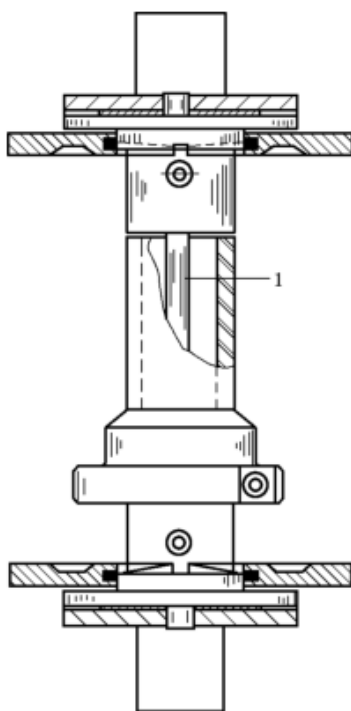
5.5 扭矩测量系统

5.5.1 用于测量、记录和校准剪切扭矩,包括扭矩测量装置、扭矩记录装置和扭矩校准装置。

5.5.2 扭矩测量装置应该和其中一个模腔刚性连接,模腔和测量装置之间的变形应足够小至可忽略,测量装置可以产生与扭矩成比例的信号。在量程范围内,由零点误差、灵敏度误差、线性度和重复性误差构成的总误差应该在 1%以内。

5.5.3 扭矩记录装置用于记录来自扭矩测量装置的信号。全程内,对扭矩的响应时间应小于 1 s。记录装置精度应为量程的 $\pm 0.5\%$ 。扭矩记录装置可以是模拟绘图仪、打印机、绘图机或计算机。

5.5.4 扭矩校准装置用来校准扭矩测量系统。扭矩校准装置内包含一根钢制圆柱的扭力棒,使用时,在驱动系统和测量系统间夹紧扭矩校准装置,通过固定角度的形变来校准测量系统(见图 4)。每一个扭矩校准装置出厂时应给出特定角度下的参考值。



说明:

1——扭矩棒。

图4 典型的扭矩校准装置

5.6 温度控制系统

5.6.1 用于测量和控制模腔的温度,包括温度传感器和加热控制系统。

5.6.2 温度传感器用于测量模腔的温度,其精度应高于 $\pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.3 加热控制系统用于加热并控制模腔温度。可控温度范围为 $40\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 220\text{ }^{\circ}\text{C}$,控制精度为 $\pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或更高。测试样片上的温度分布应尽量均匀。模腔闭合后,模腔恢复至设定温度的时间应少于 1.0 min 。温度恢复后,剩余测试过程模腔温度波动控制在设定温度 $\pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内。

6 试样制备

6.1 样品应按照 GB/T 15340 的规定取自生胶或混炼胶。取样后,按照 GB/T 2941 的规定调节样品温度至标准实验室温度。样品需一致,室温保存并减少接触空气。生胶应直接取样,不可过辊塑炼。如原状态不过辊无法测试,则按 GB/T 15340 的方法准备试样。混炼胶应直接从生产胶片上获取。

6.2 样品的温度 and 其所经过的温度历程可能影响测试结果。用于生产控制的测试,可取样后不经调节直接测试,但应尽量保证所经历的温度历程相同。

6.3 试样为圆形,其直径应小于模腔直径。

6.4 试样的体积应控制在合适的范围内,模腔闭合后,应在模腔周边形成一个由少量余胶构成的均匀胶环。

注:试样的体积通常为模腔容积的 $116\%\sim 160\%$ 。例如,模腔容积为 3.44 cm^3 ,则需要体积为 $4.0\text{ cm}^3\sim 5.5\text{ cm}^3$ 的试样,按胶料比重 1.15 计算,其质量为 $4.6\text{ g}\sim 6.3\text{ g}$ 。对于低黏度或高黏度的胶料,减小试样体积波动有助于提高测试结果的重复性。过小的试样体积会导致模腔内压力减小,从而导致扭矩读数偏低。过大的试样体积会使模腔过度降温,影响试验结果。

7 测试程序

7.1 选择合适的频率、应变、温度和时间用于调节步骤。对于生胶和混炼胶的试验过程,在进行流变性能测试前,均需先完成试样调节的测试步骤。调节步骤设定条件为频率 0.5 Hz,应变 $\pm 2.8\%$,温度 100 $^{\circ}\text{C}$ (或者 125 $^{\circ}\text{C}$),调节时间按照表 1 设定。

表 1 带有密闭模腔的动态无转子流变仪的标准测试条件(调节步骤)

橡胶类别	温度 $\pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$	应变 $\pm \%$	频率 Hz	时间 min
IRM241	100 或 125	2.8	0.5	5.0
NR	100	2.8	0.5	8.0
BR,CR,IR,NBR	100	2.8	0.5	5.0
SBR	100	2.8	0.5	4.0
BIIR,CIIR,IIR	100 或 125	2.8	0.5	5.0
EPDM,EPM	125	2.8	0.5	5.0
合成胶母炼胶	100	2.8	0.5	4.0
混炼胶,回用胶	100	2.8	0.5	2.0

7.2 选择合适的频率、应变、温度和时间用于频率扫描。试样调节完成后,在 7% 的低应变下进行的快速三点频率扫描,扫描的频率点为:0.1 Hz、2.0 Hz 和 20.0 Hz。用于加工性能测试的标准参考温度为 100 $^{\circ}\text{C}$ (或者 125 $^{\circ}\text{C}$)。如果需要也可以采用其他测试温度。测试的应变和频率点组合按照表 2 设定。

表 2 带有密闭模腔的动态无转子流变仪的标准测试条件(频率扫描)

橡胶类别	温度 $\pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$	应变 $\pm \%$	第一频率点 Hz	第二频率点 Hz	第三频率点 Hz
IRM241	100 或 125	7.0	0.1	2.0	20.0
NR	100	7.0	0.1	2.0	20.0
BR,CR,IR,NBR	100	7.0	0.1	2.0	20.0
SBR	100	7.0	0.1	2.0	20.0
BIIR,CIIR,IIR	100 或 125	7.0	0.1	2.0	20.0
EPDM,EPM	125	7.0	0.1	2.0	20.0
合成胶母炼胶	100	7.0	0.1	2.0	20.0
混炼胶,回用胶	100	7.0	0.1	2.0	20.0

7.3 在计算机上按上述条件编制测试程序并保存。

7.4 载入测试程序准备开始测试。

7.5 输入测试样品标识。

7.6 等待上下模腔温度达到设定测试温度。打开测试模腔检查上下模腔是否清洁,如果需要则清理模腔。在下模腔中心部位放入测试样品,并在 20 s 内闭合模腔开始测试。

8 结果表示

8.1 复数扭矩 S^* , 按式(1)进行计算:

$$S^* = (S'^2 + S''^2)^{1/2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

S^* ——复数扭矩,单位为分牛顿米(dN·m);

S' ——弹性扭矩,与所施加正弦波应变同相位的扭矩分量,单位为分牛顿米(dN·m);

S'' ——黏性扭矩,与所施加正弦波应变呈 90°角相位差的扭矩分量的峰值幅度,单位为分牛顿米(dN·m)。

8.2 储能剪切模量 G' , 按式(2)进行计算:

$$G' = (S'/A)/d \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

G' ——储能剪切模量,单位为千帕斯卡(kPa);

S' ——弹性扭矩,与所施加正弦波应变同相位的扭矩分量的峰值幅度,单位为分牛顿米(dN·m);

A ——模腔投影面积,单位为平方米(m²);

d ——剪切应变峰值幅度,无量纲单位。

8.3 损耗剪切模量 G'' , 按式(3)进行计算:

$$G'' = (S''/A)/d \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

G'' ——损耗剪切模量,单位为千帕斯卡(kPa);

S'' ——黏性扭矩,与所施加正弦波应变呈 90°角相位差的扭矩分量的峰值幅度,单位为分牛顿米(dN·m);

A ——模腔投影面积,单位为平方米(m²);

d ——剪切应变峰值幅度,无量纲单位。

8.4 复数剪切模量 G^* , 按式(4)进行计算:

$$G^* = (G'^2 + G''^2)^{1/2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

G^* ——复数剪切模量,单位为千帕斯卡(kPa);

G' ——储能剪切模量,单位为千帕斯卡(kPa);

G'' ——损耗剪切模量,单位为千帕斯卡(kPa)。

8.5 损耗因子 $\tan\delta$, 按式(5)进行计算:

$$\tan\delta = G''/G' = S''/S' \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$\tan\delta$ ——损耗因子,无量纲单位;

G' ——储能剪切模量,单位为千帕斯卡(kPa);

G'' ——损耗剪切模量,单位为千帕斯卡(kPa);

S' ——弹性扭矩,与所施加正弦波应变同相位的扭矩分量的峰值幅度,单位为分牛顿米(dN·m);

S'' ——黏性扭矩,与所施加正弦波应变呈 90°角相位差的扭矩分量的峰值幅度,单位为分牛顿米(dN·m)。

8.6 复数动态黏度 η^* , 按式(6)进行计算:

$$\eta^* = G^*/\omega \quad \dots\dots\dots (6)$$

GB/T 33095.1—2016

式中:

η^* ——复数动态黏度,单位为帕斯卡每秒(Pa/s);

G^* ——复数剪切模量,单位为千帕斯卡(kPa);

ω ——角频率,单位为弧度每秒(rad/s)。

8.7 真动态黏度 η' ,按式(7)进行计算:

$$\eta' = G''/\omega \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

η' ——真动态黏度,单位为帕斯卡每秒(Pa/s);

G'' ——损耗剪切模量,单位为千帕斯卡(kPa);

ω ——角频率,单位为弧度每秒(rad/s)。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

a) 样品说明:

- 1) 样品及其来源的完整描述;
- 2) 试验胶料。

b) 试验方法:

- 1) 本部分名称及编号;
- 2) 仪器型号。

c) 试验说明:

- 1) 试样调节步骤的温度、应变、频率和时间;
- 2) 频率扫描测试的温度、应变、频率组合。

d) 试验结果:

- 1) 在每个频率扫描点下测试的数据结果;
- 2) 每个数据点在各频率点的数据构成的曲线图。

e) 试验日期。



GB/T 33095.1—2016

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-54886