



中华人民共和国国家标准

GB/T 33061.1—2016

塑料 动态力学性能的测定 第 1 部分：通则

Plastics—Determination of dynamic mechanical properties—
Part 1: General principles

(ISO 6721-1:2011, MOD)

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 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 2

4 原理 7

5 仪器..... 10

6 试样..... 10

7 数量..... 11

8 状态调节..... 11

9 步骤..... 11

10 结果表示 12

11 精密度 12

12 试验报告 12

附录 A（资料性附录） 共振曲线 14

附录 B（资料性附录） 非线性行为 18

参考文献 19

前 言

GB/T 33061《塑料 动态力学性能的测定》分为以下 12 个部分：

- 第 1 部分：通则；
- 第 2 部分：扭摆法；
- 第 3 部分：弯曲振动 共振曲线法；
- 第 4 部分：拉伸振动 非共振法；
- 第 5 部分：弯曲振动 非共振法；
- 第 6 部分：剪切振动 非共振法；
- 第 7 部分：扭转振动 非共振法；
- 第 8 部分：纵向剪切振动 波传导法；
- 第 9 部分：拉伸振动 声速脉冲传播法；
- 第 10 部分：使用平行平板振荡流变仪测定复数剪切黏度；
- 第 11 部分：玻璃化转变温度；
- 第 12 部分：压缩振动 非共振法。

本部分为 GB/T 33061 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 6721-1:2011《塑料 动态力学性能的测定 第 1 部分：通则》。

本部分与 ISO 6721-1:2011 的技术性差异如下：

——关于规范性引用文件，本部分做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 删除了未引用的 ISO 6721-3；
- 增加引用等同采用国际标准的 GB/T 2035。

本部分还做了下列编辑性修改：

——将规范性引用文件中的 ISO 294(所有部分)和 ISO 1268(所有部分)展开。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会(SAC/TC 15)归口。

本部分起草单位：中蓝晨光成都检测技术有限公司、广州合成材料研究院有限公司、中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司树脂应用研究所。

本部分主要起草人：赵平、刘力荣、王浩江、陈宏愿、谢鹏。

塑料 动态力学性能的测定

第1部分:通则

1 范围

GB/T 33061 的各部分规定了各种在线性黏弹行为范围内测定刚性塑料动态力学性能的方法。本部分为介绍部分,包括了其后各分部分试验方法中通用的定义和各方面内容。

不同形变模式产生的结果不可直接比较。例如,拉伸振动中作用在样品整个厚度上的应力一致,而在弯曲测定方法中试样的表面性能是主要的影响因素。

只有在样品的结构均匀,并且应力-应变呈线性关系的应变范围内,弯曲试验与拉伸试验所得到的数据才具有可比性。

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 2035 塑料术语及其定义(GB/T 2035—2008,ISO 472:1999,IDT)

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境(ISO 291:1997,IDT)

GB/T 9352—2008 塑料 热塑性塑料材料试样的压塑(ISO 293:2004,IDT)

GB/T 17037.1—1997 热塑性材料注塑试样的制备 第1部分:一般原理及多用途试样和长条试样的制备(ISO 294-1:1996,IDT)

GB/T 17037.3—2003 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第3部分:小方试片(ISO 294-3:2002,IDT)

GB/T 17037.4—2003 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第4部分:模塑收缩率的测定(ISO 294-4:2001,IDT)

GB/T 27797.1—2011 纤维增强塑料 试验板制备方法 第1部分:通则(ISO 1268-1:2001,IDT)

GB/T 27797.2—2011 纤维增强塑料 试验板制备方法 第2部分:接触和喷射模塑(ISO 1268-2:2001,IDT)

GB/T 27797.3—2011 纤维增强塑料 试验板制备方法 第3部分:湿法模塑(ISO 1268-3:2000,IDT)

GB/T 27797.4—2013 纤维增强塑料 试验板制备方法 第4部分:预浸料模塑(ISO 1268-4:2005,IDT)

GB/T 27797.5—2011 纤维增强塑料 试验板制备方法 第5部分:缠绕成型(ISO 1268-5:2001,IDT)

GB/T 27797.6—2011 纤维增强塑料 试验板制备方法 第6部分:拉挤模塑(ISO 1268-6:2002,IDT)

GB/T 27797.7—2011 纤维增强塑料 试验板制备方法 第7部分:树脂传递模塑(ISO 1268-7:2001,IDT)

GB/T 27797.9—2011 纤维增强塑料 试验板制备方法 第9部分:GMT/STC模塑(ISO 1268-9:2003,IDT)

GB/T 27797.10—2011 纤维增强塑料 试验板制备方法 第 10 部分:BMC 和其他长纤维模塑料注射模塑 一般原理和通用试样模塑(ISO 1268-10:2005, IDT)

GB/T 27797.11—2011 纤维增强塑料 试验板制备方法 第 11 部分:BMC 和其他长纤维模塑料注射模塑 小方片(ISO 1268-11:2005, IDT)

ISO 294-2:1996 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第 2 部分:小拉棒(Plastics—Injection moulding of test specimens of thermoplastic materials—Part 2: Small tensile bars)

ISO 294-5:2011 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第 5 部分:研究用各向异性标准样品的制备(Plastics—Injection moulding of test specimens of thermoplastic materials—Part 5: Preparation of standard specimens for investigating anisotropy)

ISO 295 塑料 热固性塑料试样的压塑(Plastics—Compression moulding of test specimens of thermosetting materials)

ISO 1268-8:2004 纤维增强塑料 试验板制备方法 第 8 部分:SMC 和 BMC 的压塑(Fibre-reinforced plastics—Methods of producing test plates—Part 8: Compression moulding of SMC and BMC)

ISO 2818 塑料 机械加工试样的准备(Plastics—Preparation of test specimens by machining)

ISO 4593 塑料 膜和片材 通过机械扫描测定厚度(Plastics—Film and sheeting—Determination of thickness by mechanical scanning)

ISO 6721-2:2008 塑料 动态力学性能的测定 第 2 部分:扭摆法(Plastics—Determination of dynamic mechanical properties—Part 2: Torsion-pendulum method)

3 术语和定义

GB/T 2035 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

注: 这里定义的大部分术语在 GB/T 2035 也有定义, 与 GB/T 2035 中的定义如非严格相同, 也是基本等同的。

3.1

复数模量 complex modulus

M^*

对黏弹性材料施加正弦振荡时其动态应力与动态应变的比值。动态应力由公式 $\sigma(t) = \sigma_A \exp(i2\pi ft)$ 给出; 动态应变由公式 $\epsilon(t) = \epsilon_A \exp[i(2\pi ft - \delta)]$ 给出。式中 σ_A 和 ϵ_A 分别为交变应力、应变的振幅; f 为频率; δ 为应力与应变之间的相位角(见 3.5 及图 1); t 为时间。

注 1: 用帕斯卡(Pa)表示。

注 2: 根据形变的模式, 复数模量可以分为下列几种类型之一: E^* 、 G^* 、 K^* 或 L^* (见表 3)。

$$M^* = M' + iM'' \quad (\text{见 3.2 和 3.3}) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$$i = (-1)^{1/2} = \sqrt{-1}$$

不同类型的复数模量之间的相互关系见表 1。

注 3: 对各向同性的黏弹材料, 弹性参数 G^* 、 E^* 、 K^* 、 L^* 和 μ^* 中只有两个量是不相关的(μ^* 是复数泊松比, 由 $\mu^* = \mu' + i\mu''$ 给出)。

注 4: 表中包含泊松比 μ 的最主要项目是“体积项”(1-2 μ), 对于 μ 为 0.5~0.3 时, (1-2 μ) 为 0~0.4, 表 1 中包含的“体积项”(1-2 μ) 的关系只有在已知该项具有足够的准确度时才能使用。

由表 1 可看出, 体积项(1-2 μ) 只能由已知的体积模量 K 或单轴向应变模量 L , 以及 E 或 G 的可信度来估计。这是因为当体积应变的成分相对大时, K 和 L 的测量包括形变。

注 5: 迄今为止, 没有测量动态机械体积模量 K 的方法, 并且仅有少数文献提到了与测量 $K(t)$ 的松弛试验相关的结果。

注 6: 单轴向应变模量 L 是根据一个具有高流体静力学应力成分的载荷而来。因此 L 值补偿了 K 值的损失, 并且基于模量组合(G, L)和(E, L)可以估出足够准确的“体积项”(1-2 μ) 的值。由于 G 是基于无流体静力

学成分的载荷,故更常使用模量组合(*G* , *L*)进行计算。

注 7: 对于复数模量,表 1 中给出的关系和其数值同样是适用的(见 3.4)。

注 8: GB/T 33061 的其他部分给出的计算模量的大部分关系一定范围内是接近的,不考虑如由夹样品造成的“末端效应”,并且其他部分也有所简化。所以使用表 1 中的关系经常要求做附加校准。(见参考文献中的[1]和[2])。

注 9: 对于线性黏弹行为,复数柔量 *C*^{*} 为复数模量 *M*^{*} 的倒数,即

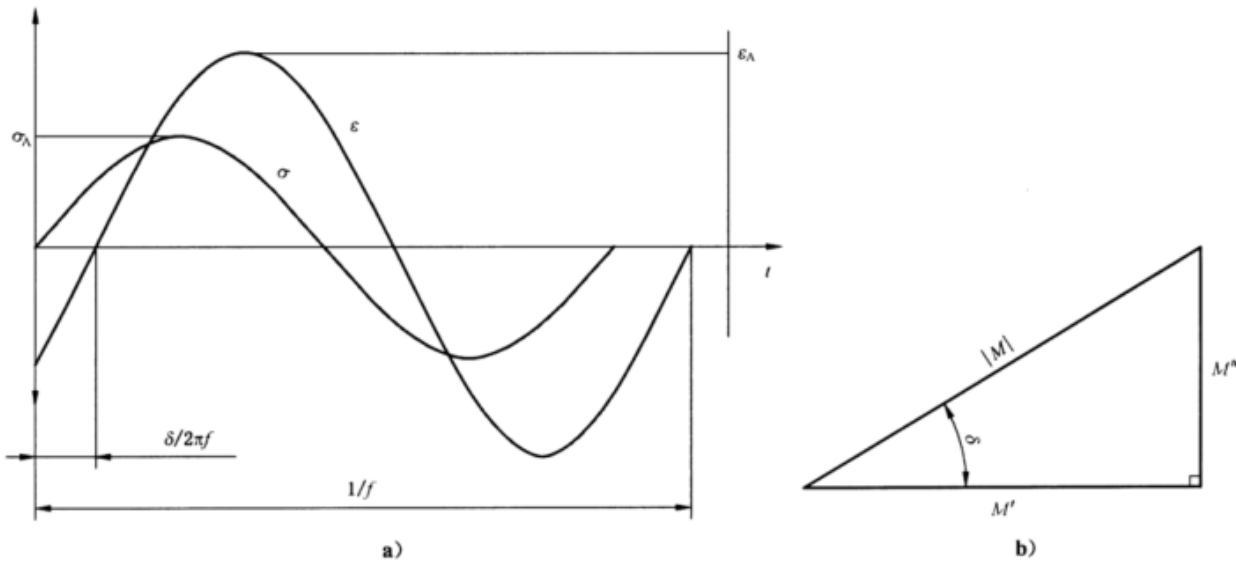
$$M^* = (C^*)^{-1}$$

..... (2)

因而有:

$$M' + iM'' = \frac{C' - iC''}{(C')^2 + (C'')^2}$$

..... (3)



对某种线性黏弹材料施加正弦振荡,其应力 σ 与应变 ϵ 之间的移动相位 $\delta/2\pi f$ (σ_A 和 ϵ_A 分别为各自的振幅, f 为频率)

储能模量 M' 、损耗模量 M'' 之间关系,相位角 δ 和复数模量 M^* 的模 $|M|$

图 1 相位角和复数模量

表 1 各向同性材料的模量间相互关系

	<i>G</i> 与 μ	<i>E</i> 与 μ	<i>K</i> 与 μ	<i>G</i> 与 <i>E</i>	<i>G</i> 与 <i>K</i>	<i>E</i> 与 <i>K</i>	<i>G</i> 与 <i>L</i> ^a
泊松比 μ $1 - 2\mu = ^b$				$3 - \frac{E}{G}$	$\frac{G/K}{1 + G/3K}$	$\frac{E}{3K}$	$\frac{E}{L/G - 1}$
剪切模量 <i>G</i> =		$\frac{E}{2(1 + \mu)}$	$\frac{3K(1 - 2\mu)}{2(1 + \mu)}$			$\frac{E}{3 - E/3K}$	
拉伸模量 <i>E</i> =	$2G(1 + \mu)$		$3K(1 - 2\mu)$		$\frac{3G}{1 + G/3K}$		$\frac{3G(1 - 4G/3L)}{1 - G/L}$
体积模量 <i>K</i> = ^c	$\frac{2G(1 + \mu)}{3(1 - 2\mu)}$	$\frac{E}{3(1 - 2\mu)}$		$\frac{G}{3(3G/E - 1)}$			$L - \frac{4G}{3}$
单轴应变或 纵向模量 <i>L</i> =	$\frac{2G(1 - \mu)}{1 - 2\mu}$	$\frac{E(1 - \mu)}{(1 + \mu)(1 - 2\mu)}$	$\frac{3K(1 - \mu)}{1 + \mu}$	$\frac{G(4G/E - 1)}{3G/E - 1}$	$K + \frac{4G}{3}$	$\frac{K(1 + E/3K)}{1 - E/9K}$	
^a 见 3.1 的注 6。 ^b 见 3.1 的注 4。 ^c 见 3.1 的注 5。							

3.2

储能模量 storage modulus

M'

为复数模量 M^* 的实数部分[见图 1b)]。

注 1: 用帕斯卡(Pa)表示。

注 2: 储能模量与一个加载周期中最大储存能量成正比,代表了黏弹材料的刚性。

注 3: 与不同模式形变相关的不同类型的储能模量分别是: E' , 拉伸储能模量, E'_t 弯曲储能模量, G' , 剪切储能模量, G'_w 扭转储能模量, K' 体积储能模量, L' , 单轴向应变和 L'_w 纵波储能模量。

3.3

损耗模量 loss modulus

M''

为复数模量的虚数部分[见图 1b)]。

注 1: 用帕斯卡(Pa)表示。

注 2: 同储能模量(见 3.2)一样,损耗模量与一个加载周期中耗散(损失)的能量成正比。形变模式如表 3 所示,如 E''_t 为拉伸损耗模量。

3.4

复数模量的模 magnitude of the complex modulus

$|M|$

如式(4),储能模量和损耗模量的平方和为复数模量的平方值。

$$|M|^2 = (M')^2 + (M'')^2 = (\sigma_A/\epsilon_A)^2 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

σ_A, ϵ_A ——分别为交变应力和应变的振幅。

注 1: 复数模数用帕斯卡(Pa)表示。

注 2: 储能模量 M' 、损耗模量 M'' 、相位角 δ 和复数模数 $|M|$ 之间的相互关系见图 1b),同储能模量一样,其形变模式规定在表 3 中,如 $|E_t|$ 为拉伸复数模量的值。

3.5

相位角 phase angle

δ

在黏弹材料上施加正弦振动时,动态应力和动态应变之间的相位差(见图 1)。

注 1: 相位角用弧度(rad)表示。

注 2: 同储能模量(见 3.2)一样,其形变模式如表 3 中规定,如 δ_t 为拉伸相位角。

3.6

损耗因子 loss factor

$\tan\delta$

损耗模量与储能模量的比值,由式(5)给出。

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

这里 δ 为应力与应变间的相位差(见 3.5)。

注 1: 损耗因子 $\tan\delta$ 为无量纲的量。

注 2: 通常作为黏弹体系阻尼的度量,同储能模量(见 3.2)一样,其形变模式如表 3 中规定,如 $\tan\delta_t$ 为拉伸损耗因子。

3.7

应力-应变滞后回线 stress-strain hysteresis loop

黏弹性材料在正弦振动作用下,应力表示为应变的函数。

注: 通常若材料呈线性黏弹性,此曲线是椭圆的(见图 2)。

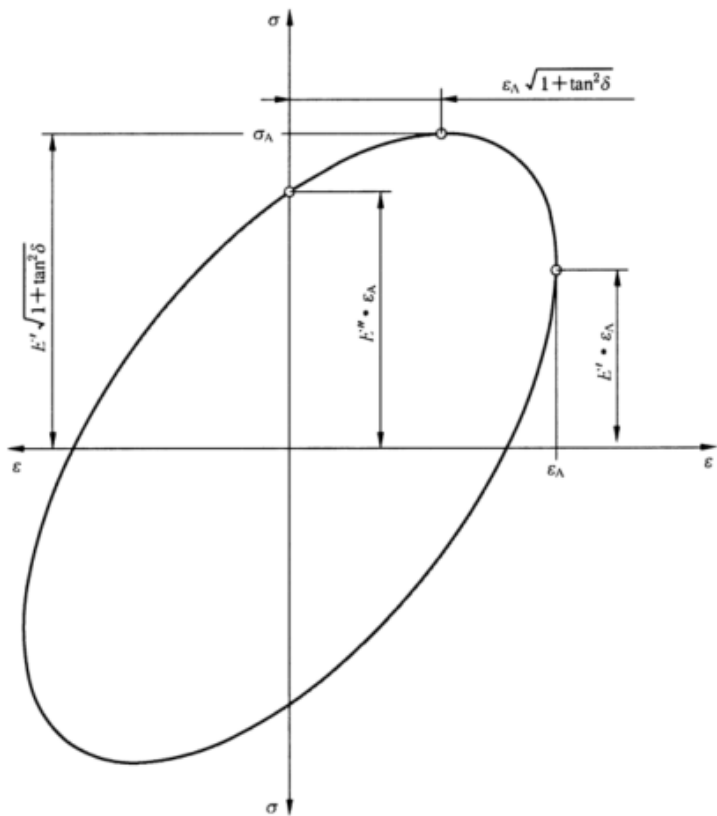


图 2 线性黏弹材料受正弦振动作用的动态应力-应变滞后回线

3.8

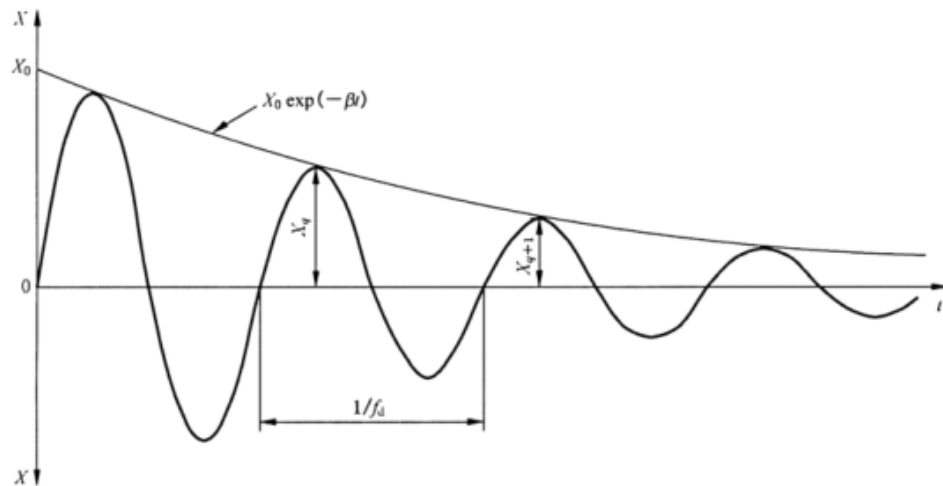
阻尼振动 damped vibration

黏弹体系经过自由衰减振动,形变或形变速率 $X(t)$ 随时间变化(见图 3),由式(6)给出。

$$X(t) = X_0 \exp(-\beta t) \times \sin 2\pi f_d t \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- X_0 ——循环振幅包迹在零时刻的值;
- f_d ——阻尼体系的频率;
- β ——衰减常数(见 3.9)。



说明:

X ——依赖于时间的形变或形变速率;

X_q ——第 q 周期的振幅,用 X_0 和 β 来表示周期振幅衰减的包迹,见式(6)。

图 3 黏弹体经自由衰减振动的阻尼振动曲线

3.9

衰减常数 decay constant

β

测定自由振动阻尼随时间衰减的系数,如形变或形变速率的振幅 X_q 随时间变化(见图 3 和式 6)。

注: β 用秒的倒数(s^{-1})表示。

3.10

对数衰减率 logarithmic decrement

Λ

在黏弹体系自由振动的衰减中,在同一方向上任意两个相邻振动振幅之比的自然对数。由式(7)给出。

$$\Lambda = \ln(X_q/X_{q+1}) \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

X_q, X_{q+1} ——同一方向上形变或形变速率的两个相邻振幅。

注 1: 对数衰减率为无量纲的量。

注 2: 它是黏弹体阻尼的度量。

注 3: 术语中的衰减常数 β 、频率 f_d 、对数衰减率 Λ 的关系如式(8)所示。

$$\Lambda = \beta/f_d \quad \dots\dots\dots(8)$$

注 4: 损耗因子与 Λ 的关系用式(9)近似表示。

$$\tan\delta \approx \Lambda/\pi \quad \dots\dots\dots(9)$$

注 5: 阻尼自由衰减振动特别适用于分析试验条件下材料阻尼的类型(如黏弹行为是线性的还是非线性的),以及设备的动件和定件之间的摩擦(参见附录 B)。

3.11

共振曲线 resonance curve

对某种惰性黏弹体系施加受迫振动,在恒定加载(张力)振幅和近乎共振频率下,其形变振幅 D_A 或形变速率振幅 R_A 与频率的曲线,以及所包含的共振(见图 4 和附录 A)。

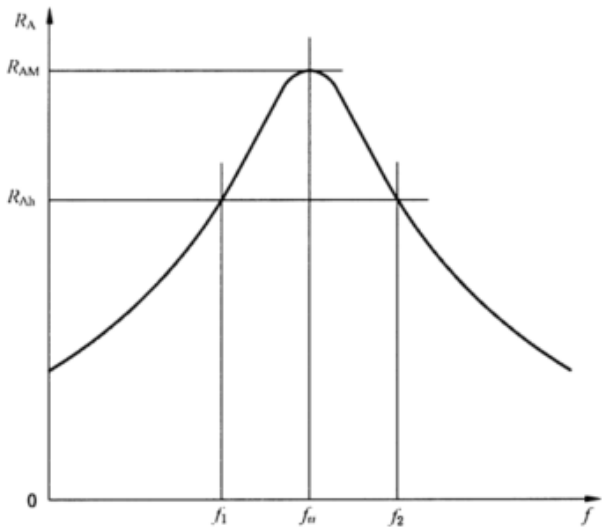


图 4 进行受迫振动的黏弹体的振动曲线

(恒定张力振幅时形变速率振幅 R_A 与频率 f 的关系,对数频率刻度)

3.12

共振频率 resonance frequencies

f_i

在共振曲线上,振幅峰值时的频率。

注 1: 角标 i 指振动的次序。

注 2: 共振频率用赫兹(Hz)表示。

注 3: 对于黏弹材料,由测量位移振幅得到的共振频率与由测量位移速率得到的共振频率略有不同,材料的差别越大损耗越多(大)(参见附录 A)。可用简单的关系式,将储能模量和损耗模量准确地与从位移速率曲线上获得的共振频率相关联。当试样损耗很高时,基于转换测量所使用的共振频率会导致较大误差。在这些情况下共振试验是不适用的。

3.13

共振峰宽度(用半宽频率表示) width of a resonance peak

Δf_i

在第 i 个共振峰中频率 f_1 和 f_2 之差,这里 f_1 和 f_2 的高度 R_{Ah} 与共振曲线上第 i 个共振峰高 R_{AMi} 的关系见式(10)。

$$R_{Ah} = 2^{-1/2} R_{AM} = 0.707 R_{AM} \dots\dots\dots (10)$$

(见图 4)

注 1: Δf_i 用赫兹(Hz)表示。

注 2: 共振峰宽度与损耗因子 $\tan\delta$ 的关系由式(11)给出。

$$\tan\delta = \Delta f_i / f_i \dots\dots\dots (11)$$

若在 Δf_i 的频率范围内,损耗因子变化不十分明显,当共振曲线基于形变速率振幅时,式(11)保持精确(参见附录 A)。

4 原理

对已知形状尺寸大小的试样进行机械扫描,可采用两种特征扫描:振动模式和形变模式。

根据振动模式是否为非共振、自然共振或近似共振,有 4 种振动模式 I ~ IV。具体描述见表 2。模量的特定类型根据形变的模式而定(见表 3)。

表 4 指出了通常测定各种类型的模量的方法。表 5 给出了 GB/T 33061 的各部分所包括的所有方法的一个概述。

表 2 扫描模式

扫描模式	I	II	III	IV ^a
	受迫振动			阻尼,自由衰减振幅
	恒定频率	共振频率	共振曲线	
频率	非共振	共振(自由)	扫描,近共振	近似共振
张力(负荷)振幅	恒定一个或 两个参数,测定其他	恒定 ^b	恒定	激发脉冲
应变振幅		被测	被测	
惯量	无	样品和/或附加质量,依赖于频率范围		
注:表中粗体字型的术语给出的是指定类型,而正常字体为附加信息。				
^a 扭摆类型由增加相关字母来标明,A 或 B(见 ISO 6721-2:2008,图 1 和图 2)。				
^b 负荷必须与应变速率同相。				

表 3 模量的类型(形变模式)

模量名称	模量类型
E_t	拉伸
E_l	弯曲
G_s	剪切
G_{ro}	扭转
K	体积压缩
L_c	单轴向压缩(薄片的)
L_w	纵向体积波

表 4 常用试验

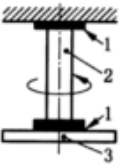
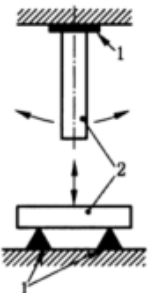
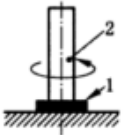
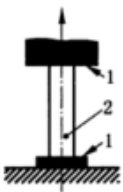
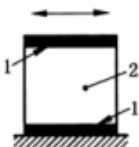
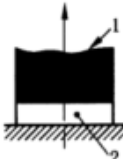
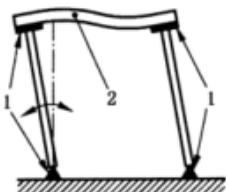
测试方式	模量类型和扫描类型		GB/T 33061 的相应部分	惯量	典型频率 Hz
	G_{ro}	IV	第 2 部分	惯量	0.1~10

表 4 (续)

测试方式	模量类型和扫描类型		GB/T 33061 的相应部分	惯量	典型频率 Hz
	E_t	Ⅲ	第 3 部分	试样	10~1 000
	E_t	I	第 5 部分	无	$10^{-3} \sim 100$
	G_{10}	I	第 7 部分		
	E_t	I	第 4 部分		
	G_s	I	第 6 部分		
	L_c	I	—		
	E_t	I	—	试样和臂	$10^{-3} \sim 10$
	E_t	Ⅱ	—		3~60

图中关键符号:1——夹子、轴或支撑物;2——试样;3——惯量部分。

表 5 GB/T 33061 的不同部分所包含的方法

扫描模式 (见表 2)	模量类型						
	E_t	E_f	G_s	G_{90}	K	L_c	L_w
I	第 4 部分	第 5 部分	第 6 部分	第 7 部分			第 8 部分
II							
III		第 3 部分					
IV				第 2 部分			

5 仪器

5.1 类型

所用设备在 GB/T 33061 的相应部分有详细规定(见第 4 章)。

5.2 机械、电子和记录系统

见 GB/T 33061 的相应部分。

5.3 温控箱

试样、夹具和支撑物被封闭在一个温控箱内,箱内有空气或适当的惰性气体。

试验用箱应满足试验材料在测试条件下有一个足够的温度变化范围(如 $-100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$),箱体宜安装具有程序控温能力的装置。

箱内温度应均匀,沿试样长度方向控制在 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 内。如果使用恒温程序(见 9.5),试验期间温度需恒定在 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 内;当使用恒率升温(或降温)时(见 9.4),升温速率不应大于 $120\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$,且在单次测量(如开始脉冲后的一系列自由振动或共振曲线)时,温度随时间的变化不应大于 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 气源

供给空气或适当的净化惰性气体。

5.5 温度测量装置

测量试样周围空气温度的装置应精确到 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。推荐使用有低惯性传感器的温度计。

5.6 测量样品尺寸的仪器

针对于 GB/T 33061 的各部分,用于计算模量的试验试样尺寸只能在室温下测量,由于模量依赖于温度测量,因此,不考虑热膨胀的影响。

用于测量试样长、宽、高的仪器(见 ISO 4593)测量精度应达到 $\pm 0.5\%$ 。

6 试样

6.1 总则

使用该方法测得的参数对样品的非均匀性和物性状态十分敏感(如结晶度、取向或内应力),在选择

试样尺寸和允差、对于特殊材料试样制备方法和状态调节方式的时候应考虑这些因素。

在测量温度范围内,试样(均匀的试样、压条或棒)的收缩或扭曲可以忽略不计。

6.2 形状和大小

见 GB/T 33061 的相关部分。

6.3 制备

本方法可采用原料或制品作为试样,但应根据相关材料规范制备试样。可以从压塑片材(见 GB/T 9352、GB/T 27797.1—2011、GB/T 27797.2—2011、GB/T 27797.3—2011、GB/T 27797.4—2013、GB/T 27797.5—2011、GB/T 27797.6—2011、GB/T 27797.7—2011、GB/T 27797.9—2011、GB/T 27797.10—2011、GB/T 27797.11—2011、ISO 1268-8:2004 或 ISO 295)或制品上机加工(见 ISO 2818)得到,也可以直接注塑成型(见 GB/T 17037.1—1997、GB/T 17037.3—2003、GB/T 17037.4—2003、ISO 294-2:1996、ISO 294-5:2011)。

7 数量

单点测量,即单个温度和频率的测量,至少应使用三个试样。若用于质量控制,温度和频率在较宽范围内是变化的,一个试样就足够,其他情况下,至少需要两个试样。

8 状态调节

试样应根据材料相关规定进行状态调节。如果缺乏这方面信息,从 GB/T 2918 中选择最接近的状态条件,除非由有关方面协商。

9 步骤

9.1 试验环境

试验温度(或温度随时间变化)、气源(空气或惰性气体)以及相对湿度应根据规定的试验类型和试验目的而进行选择。

9.2 试样横截面的测量

试验前测量每个试样的厚度、宽度,精确到 $\pm 0.5\%$,沿试样长度方向测五个点。

应废弃有明显缺陷的试样,如缩痕、厚度和/或宽度大于平均值的 3% ,对于厚度不均匀的试样,如制品,仅能测得损耗因子。

测量其他形状试样尺寸的步骤应由有关方面协商。

9.3 安装试样

见 GB/T 33061 的相关部分。

9.4 温度(变温试验)

测定材料黏弹性能时,如果温度为独立变量,试样的温度应从最低温度到最高温度。可以固定振动频率(扫描模式 I)或随温度增加,频率自然降低(扫描模式 II 和 IV)或步阶扫描(扫描模式 III)(见表 2)。

温度范围内进行的试验应确保温度步阶增加或温度变化速率很慢以便使整个样品完全达到温度平

衡。达平衡所需时间将根据特定材料的质量和所用仪器来定。推荐采用连续升温速率为 $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 或步阶升温速率为 $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (每一步阶间隔时间为 $3\text{ min}\sim 5\text{ min}$)。对于扫描模式Ⅲ,要求每步间隔 10 min 。

通常聚合物的动态模量受测量时样品的老化状态影响。老化状态依赖于样品的热历史和温度低于 θ_g 时其随时间的变化。温度 θ_g 为 α 松弛范围的中心点。 α 松弛是最高温度的力学弛豫,并且对于非晶聚合物是玻璃态到橡胶态转换。物态的变化影响了分子运动,进而影响了聚合物对时间依赖性负荷或应变的响应。

在试验的时间范围内,测量随着温度增加,至接近 θ_g 时物态开始发生转变。然后降温得到一个不同的物态。进一步测量其动态特性,不再得到原始值。所以高精度的测量要求记录试样的热历史和升温试验中的升温速率。

9.5 变换频率

当测量黏弹性质时,如果振动频率为独立变量,试验温度应固定在要求的温度,变换样品的振动频率。

9.6 变换动态-应变幅度

若试验方法允许应变幅度是在一定范围内,对于研究用储能模量随着动态应变幅度 ϵ_A 变化来表示线性黏弹行为的应变极限是个很好的方法。为了保证测量精度,测试的起始点应为最低应变点,并由最低应变点升高应变值。这类测试应在低频率下进行,推荐频率为 1 Hz 左右。

注:在动态载荷作用下,由于黏弹材料的机械能耗散作用,会使得黏弹体系的温度有明显增加。若温度增加显著,材料性能在载荷作用下会随时间而发生变化。温升会随着材料的损耗模量、动态应变幅度和频率的增加而上升。在初始的几个循环内进行数据分析,将使得温度升高对结果的影响最小化。随着温度的持续升高,随后的测试将会发生变化,对于结果的解释和数据显示需谨慎。

10 结果表示

按表3中选定的相关形变模式类型和表2中的扫描模式,准备一张结果表。

E''_i (Ⅲ)——使用共振曲线测定的弯曲损耗模量。

如果要求和可能,储能模量和损耗模量的平均值和标准偏差要分别报告在两张图中。

若允许测试在一定应变幅度范围内变化,则报告储能模量-应变幅度曲线。

在不同频率下,储能模量和损耗模量-温度曲线,或在不同温度下,储能模量和损耗模量-频率曲线,模量和频率座标轴使用对数刻度。

更多的细节见 GB/T 33061 的相关部分。

11 精密度

见 GB/T 33061 的相关部分。

12 试验报告

试验报告包括以下信息:

- GB/T 33061 的相关部分的参考;
- 填写完整关于试验材料的所有必需的细节,包括型号、来源、制造商信息、形态、预处理历史等

所有已知的信息；

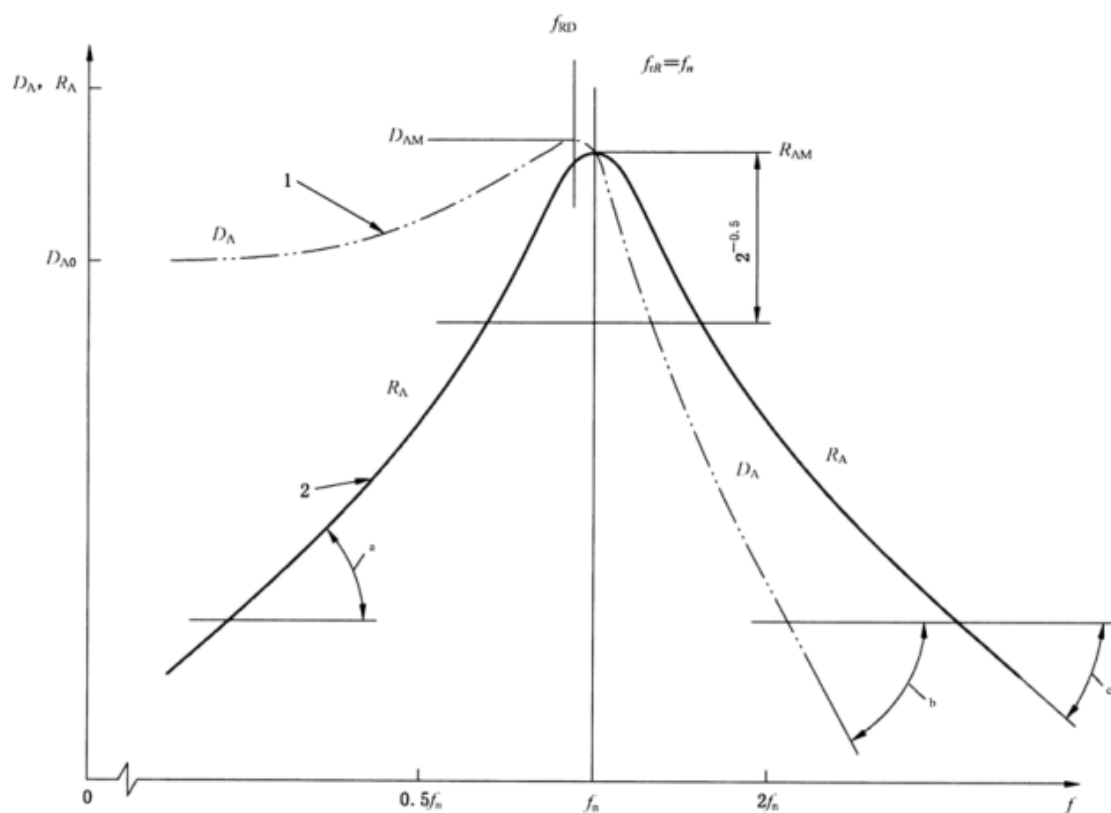
- c) 对于片状试样来说,片的厚度和能体现其特征的试样主轴的取向；
- d) 试验数据；
- e) 试样的形状和尺寸；
- f) 试样的制备；
- g) 试样状态调节；
- h) 试验试样的数量；
- i) 试验环境的细节(非空气环境下)；
- j) 试验所用仪器的相关信息；
- k) 试验的温度程序,包括初始温度和最终温度以及温度线性变化速率,或者温阶的大小和持续时间；
- l) 按照第 10 章的规定列出数据；
- m) 按照第 10 章的规定做模量-温度曲线或模量-频率曲线的图；
- n) 若可能,如第 10 章规定,在单一频率下储能模量-动态应变幅度的图。

附录 A
(资料性附录)
共振曲线

A.1 如果一个惰性黏弹体系受到一个变频而恒定振幅的振动力作用,它显示出单一或多阶共振行为。该行为可用系统的形变的振幅 D_A 和形变速率的振幅 R_A 来描述。

A.2 在振动试验中,常常用形变振幅 D_A -频率 f 曲线来表示系统的共振行为, A.2.1~A.2.4 中给出了这种共振振幅 $D_A(f)$ 的特征。

A.2.1 当沿两轴皆使用相同的对数比例时,对于单一振动, D_A 在低频率下趋于一个(极限)定值 D_{A0} ($f=0$),而在高频率下趋于一个极限斜率 -2 (-40 dB/decade)(见图 A.1)。



说明:

1 ——形变振幅 D_A -频率 f 曲线;

2 ——形变速率振幅 R_A -频率 f 曲线。

对于一级振动的双对数座标图,假设损耗因子 $\tan\delta$ 为 0.6, D_{AM} 和 R_{AM} 为共振振幅, f_{RD} 和 f_{rR} 为相应的峰频率, f_n 是固有频率 ($\tan\delta=0$ 时的无阻尼峰频率)。

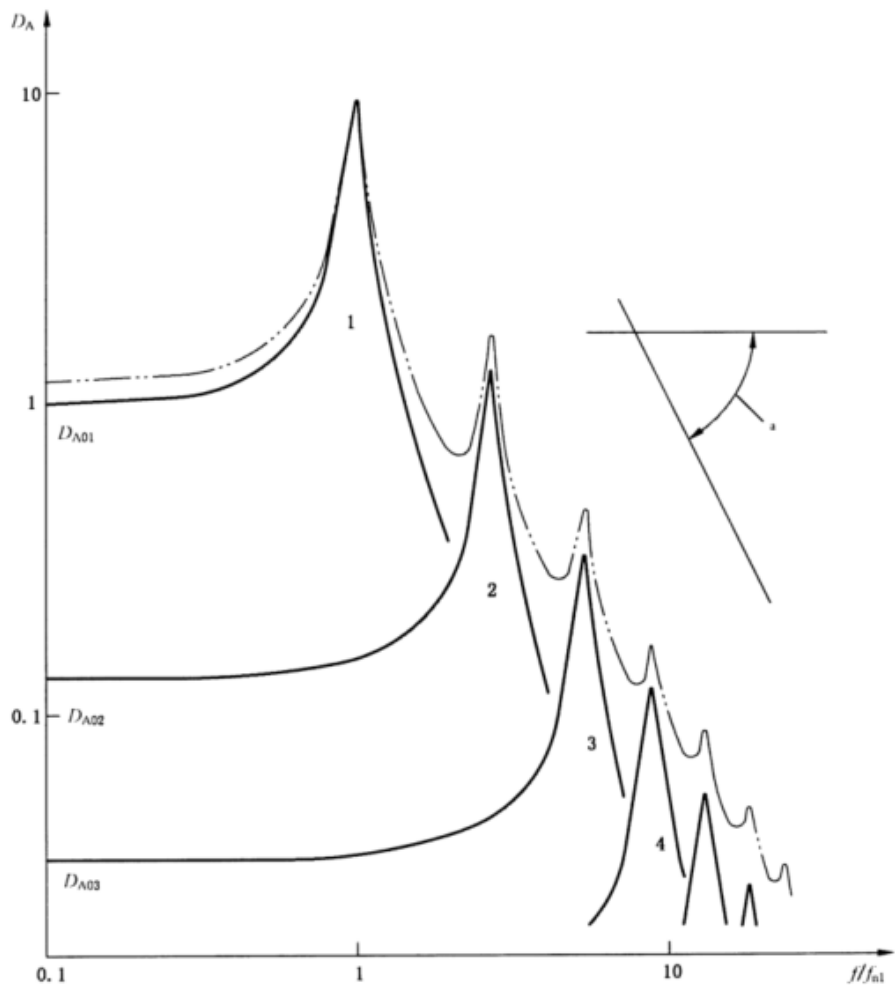
* 斜率+1。

^b 斜率=2。^c 斜率 = 1。

图 A.1 共振曲线

A.2.2 峰振幅 D_{AM} 下的共振频率 f_{RD} 不同于固有频率 f_n (无阻尼相同体系下), 然而 f_n 是决定复数模量的储能模量 M' 的最终参量, 只能根据 $D_A(f)$ 曲线近似计算 M' 。

A.2.3 第*i*级振动的振幅为 D_{AMi} ，它在一系列振动中的变化是迅速减小的趋势，近似与 $(f_{Ri})^{-2}$ 成比例。



实线：单级振动(单线序号) $i=1,2,3\cdots$ 。
虚线：单级振动的总和(多级共振曲线)。
 f_n 是第一级振动的固有频率。
* 斜率-2。

图 A.2 共振曲线图

两端自由试样的弯曲振动中,振动级次为*i*=1,2,3…… $\tan\delta=0.1$ 的形变振幅 D_A 。

A.2.4 $D_A(f)$ 共振曲线的频率宽度 Δf (见 3.13) 仅能根据损耗因子 $\tan\delta$ 近似估算。

表 A.1 包含形变共振的 $D_A(f)$ 和形变速率共振的 $R_A(f)$ 的公式(单级振动)

	形变振幅 $D_A(f)$	形变速率振幅 $R_A(f)$
共振曲线等式, 其中 $x = f/f_n$	$\left(\frac{D_{AM}}{D_A}\right)^2 = \frac{(1-x^2)^2/\tan^2\delta + x^2}{1 - \frac{1}{4}\tan^2\delta}$	$\left(\frac{R_{AM}}{R_A}\right)^2 = 1 + (x + x^{-1})^2/\tan^2\delta$
固有频率, 其中 $M' \propto f_n^2$	$f_n = f_{RD} \left(1 - \frac{1}{2}\tan^2\delta\right)^{-1/2}$	$f_n = f_{,R}$

表 A.1 (续)

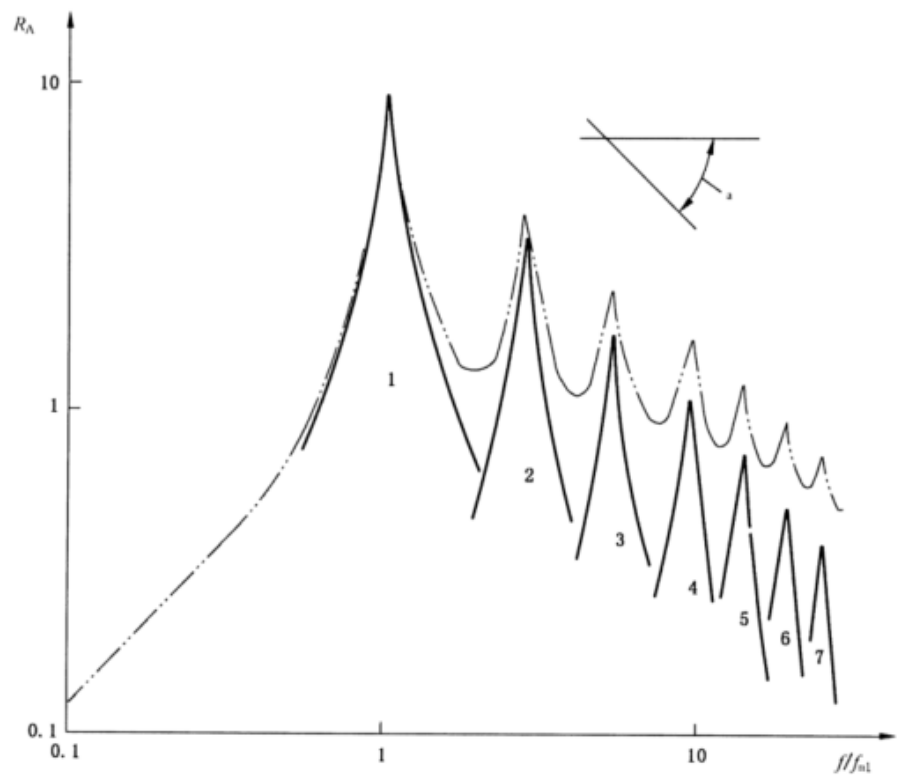
	形变振幅 $D_A(f)$	形变速率振幅 $R_A(f)$
峰宽 Δf 和 Δf^2 , 其中 α 是相关减量 (衰减) ^a	$\frac{\Delta f^2}{2 (f_{RD})^2} = \tan \delta \times (\alpha^2 - 1)^{1/2} \times \left(1 + \frac{1}{4} \tan^2 \delta\right)^{1/2} \times \left(1 - \frac{1}{2} \tan^2 \delta\right)^{1/2}$	$\Delta f / f_n = \tan \delta (\alpha^2 - 1)^{1/2}$
^a α 的推荐值是 $\sqrt{2}$ (≈ 3 dB), 例如 $(\alpha - 1)^{1/2} = 1$, 这种情况下 Δf 通常指半宽。		

A.3 共振曲线也常以形变速率振幅 $R_A(f)$ 图来表示, 与上述 $D_A(f)$ 图相比, 这种图表现出许多优点, 在 A.3.1~A.3.4 中给出。

A.3.1 对于一个单级振动, 当图中沿两轴使用相同的对数比例时, $R_A(f)$ 共振曲线形状对称, 并且在低和高频率下斜率分别接近 +1 和 -1 (± 20 dB/decade)。

A.3.2 峰振幅处 R_{AM} (下) 的共振频率 f_{rR} 与固有频率 f_n 相一致, 给出了相关于复数模量的储能部分 M' 的一个确切的等式(见定义 3.12 的注 3)。

A.3.3 在一系列振动级次中, 共振振幅 R_{AMi} 仅与 $(f_{ni})^{-1}$ 成比例下降, 这给出了更宽的振动级次范围(见图 A.3)。对于高阻尼材料, 在高振动级次下给出了更好的分辨率(见图 A.4)。



^a 斜率 -1。

图 A.3 以形变速率振幅 R_A 为函数转化图 A.2 中的共振曲线

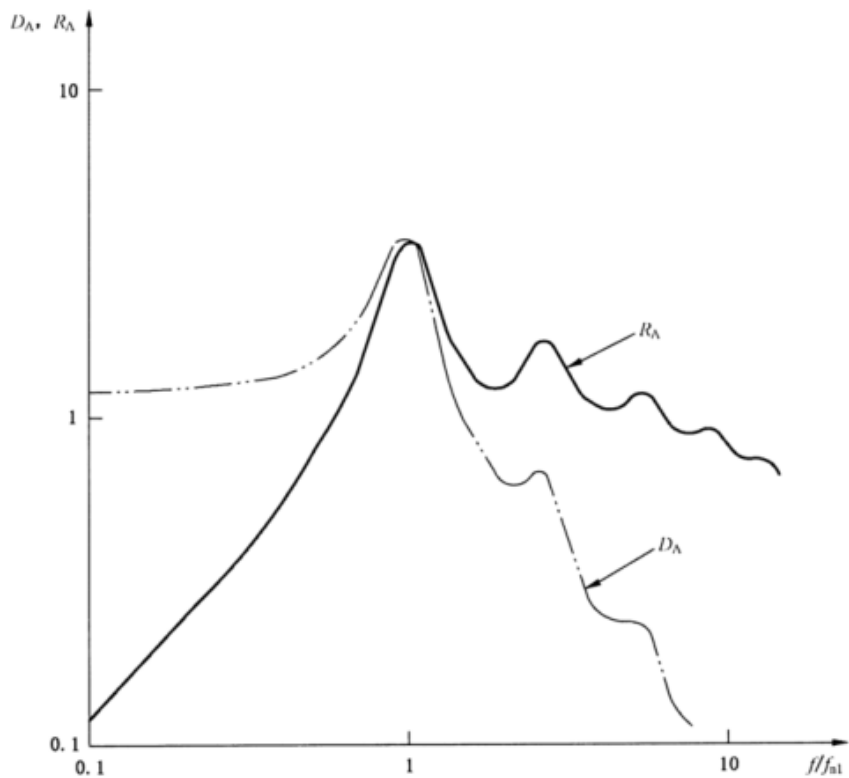


图 A.4 $\tan\delta = 0.6$ 时图 A.2 和图 A.3 的多级共振

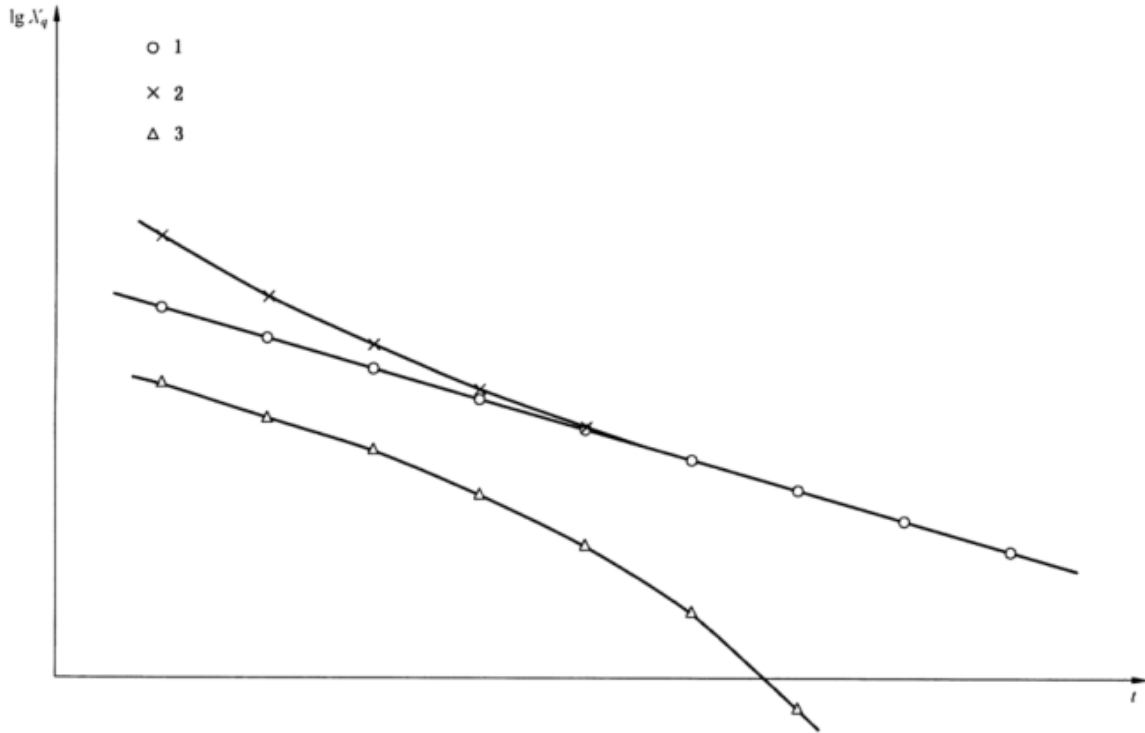
A.3.4 频率宽度 Δf 和损耗因子 $\tan\delta$ 之间简单明确的关系(见表 A.1 和 3.13)。

A.4 对大多数设备来说,可通过振动感应器来记录形变速率振幅(带有载频系统的设备,可测量形变振幅)。

A.5 从表 A.1 的等式中可以看出,在损耗因子小于 0.1 时,形变-共振曲线和形变速率-共振曲线间的区别可以忽略。

附录 B
(资料性附录)
非线性行为

图 B.1 为自由衰减振幅 X_q -时间 t 的半对数图。这张图呈现了较好的线性阻尼性能。超出线性黏弹范围之外的起始振幅,表现出高指数衰减(图 B.1 中交叉)。若试样本身的阻尼很低,以及周围环境引起的阻尼效果更显著,也可观察到类似的行为。三角形表示的曲线,给出了相反的趋势,它趋向是一个相对于时间线性振幅图而非指数函数图。这种图表现了试验设备动件和定件之间存在摩擦力。两种类型都背离线性黏弹行为,只能由自由衰减振动测量法检测。受迫振动下只有极微弱的不均匀形变发生。



说明:
1——具有指数衰减的线性黏弹行为;
2——非线性黏弹行为(高指数衰减);
3——设备动件和固定件间存在摩擦力。

图 B.1 自由衰减振幅 X_q -时间 t 曲线

参 考 文 献

- [1] NEDERVEEN, C.J., and VAN DER WAL, C.W. *Rheol. Acta* 6 (4), p.316 (1967).
 - [2] READ, B.E., and DEAN, G.D. "The Determination of Dynamic Properties of Polymers and Composites", Adam Hilger, Bristol, 1978.
 - [3] GRADIN, P., HOWGATE, P.G., and SELDEN, R. in *Comprehensive Polymer Science*, Vol. 2, C.Booth and C.Price Eds.
 - [4] MCCRUM, N.G., READ, B.E., and WILLIAMS, G. "Anelastic and Dielectric Effects in Polymer Solids", Wiley and Sons, London, 1967.
 - [5] NIELSEN, L.E. "Mechanical Properties of Polymers and Composites", Marcel Dekker, New York, 1974.
 - [6] WARD, I.M. "Mechanical Properties of Solid Polymers", Wiley and Sons, New York, 1983.
-