

中华人民共和国国家标准

GB/T 33061.10—2016

塑料 动态力学性能的测定 第 10 部分：使用平行平板振荡流变仪 测定复数剪切黏度

Plastics—Determination of dynamic mechanical properties—
Part 10: Complex shear viscosity using a parallel-plate oscillatory rheometer

(ISO 6721-10:1999, 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 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 2

5 仪器和校准 2

6 取样 4

7 试验步骤 4

8 结果表示 6

9 精密度 8

10 试验报告..... 8

附录 A (资料性附录) 精密度数据 9

附录 B (资料性附录) 测量不确定度的评定 10

参考文献 12

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 10 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 6721-10:1999《塑料 动态力学性能的测定 第 10 部分:使用平行平板振荡流变仪测定复数剪切黏度》。

在标准结构上,做了如下调整:

- 第 5 章标题“5 仪器”改为“5 仪器和校准”;
- “5.1 测试仪器”改为“5.1 仪器”和“5.1.1 测试仪器”;
- “5.2”改为“5.1.2”;
- “5.3”改为“5.1.3”;
- “5.4”改为“5.1.4”;
- “5.5”改为“5.2”;
- 将 ISO 6721-10:1999 的精密度改为本部分的附录 A,ISO 6721-10:1999 原附录 A 改为本部分的附录 B。

本部分与 ISO 6721-10:1999 相比,主要技术性差异及其原因如下:

- 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:
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 2035—2008 代替 ISO 472:1999;
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 6379.1—2004 代替 ISO 5725-1:1994;
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 33061.1—2016 代替 ISO 6721-1:1994。

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、广州合成材料研究院有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、中国科学院化学研究所、天津大学。

本部分主要起草人:郑慧琴、杨黎黎、王浩江、刘力荣、刘琛阳、李景庆、周学元。

塑料 动态力学性能的测定

第 10 部分:使用平行平板振荡流变仪

测定复数剪切黏度

1 范围

GB/T 33061 的本部分规定了用平行平板振荡流变仪测定聚合物熔体动态流变性能试验方法的通则。其典型的角频率范围为 $0.01 \text{ rad/s} \sim 100 \text{ rad/s}$,也可使用此范围外的角频率(见注 1)。用于测定以下动态流变性能参数:复数剪切黏度 η^* 、动态剪切黏度 η' 、复数剪切黏度中的异相部分 η'' 、复数剪切模量 G^* 、剪切损耗模量 G'' 和剪切储能模量 G' 。

本部分适用于测定的复数剪切黏度典型值不低于 $10 \text{ MPa} \cdot \text{s}$ (见注 2)。

注 1:角频率的测量范围受限于测量仪器的规格和样品响应。由于单次测量所用时间与角频率的倒数成比例,试验角频率低于 0.1 rad/s 时,试验时间会有较大的增加,因此低频试验时,试样更有可能发生降解或聚合,从而对试验结果造成影响;而高频时试样边缘可能发生扭曲或破裂,从而使试验结果无效。

注 2:复数剪切黏度值的可测量范围依赖于试样的尺寸以及测量仪器的规格。对于已知尺寸的试样,黏度范围的上限受到仪器扭矩大小、角位移分辨率及仪器附件柔量的限制,但柔量的影响可以进行校准。

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—2008 塑料术语及其定义(ISO 472:1999, IDT)

GB/T 6379.1—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义(ISO 5725-1:1994, IDT)

GB/T 33061.1—2016 塑料 动态力学性能的测定 第 1 部分:通则(ISO 6721-1:2011, MOD)

3 术语和定义

GB/T 2035—2008、GB/T 6379.1—2004 和 GB/T 33061.1 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

应变控制模式 **controlled-strain mode**

施加固定振幅正弦角位移的试验。

3.2

应力控制模式 **controlled-stress mode**

施加固定振幅正弦扭矩的试验。

3.3

复数剪切黏度 **complex shear viscosity**

η^*

对黏弹性材料施加正弦振荡时,其动态应力与动态应变速率之比,其中应力 $\sigma(t)$ 等于 $\sigma_0 \exp i \omega t$,剪

切应变 $\gamma(t)$ 等于 $\gamma_0 \exp i(\omega t - \delta)$, 这里 σ_0 和 γ_0 分别为应力周期的振幅和应变周期的振幅, ω 为角频率, δ 为应力与应变之间的相位角, t 为时间。

复数剪切黏度单位为帕斯卡秒。

3.4

动态剪切黏度 dynamic shear viscosity

η'

复数剪切黏度的实数部分, 单位为帕斯卡秒。

3.5

复数剪切黏度的异相位 out-of-phase component of the complex shear viscosity

η''

复数剪切黏度的虚数部分, 单位为帕斯卡秒。

4 原理

试样放在两个同心的圆形平行平板中间(见图 1), 其厚度与板直径相比很小。

固定角频率下, 对试样施加正弦扭矩或正弦角位移, 分别对应“应力控制”或“应变控制”的试验模式。当使用应力控制模式时, 试验结果为位移测量值以及扭矩和位移之间的相位差; 当使用应变控制模式时, 试验结果为扭矩测量值以及位移和扭矩之间的相位差。

复数剪切模量 G^* 、剪切储能模量 G' 、剪切损耗模量 G'' 、相位角 δ 以及对应的剪切黏度(见第 3 章)可由扭矩、位移的测量值以及试样尺寸来确定。为得到这些数据, 试样应呈现线性黏弹响应。

所使用的振荡模式指定为振荡模式 I (见 GB/T 33061.1—2016, 第 4 章)。

5 仪器和校准

5.1 仪器

5.1.1 测试仪器

测试仪器包含两块同心的刚性圆形平行平板, 试样放在两板之间(见图 1)。其中一块板以固定角频率振荡, 而另一块则保持不动。

要求仪器在固定角频率下对某个试样进行正弦扭矩或正弦角位移试验, 可测量扭矩和角位移的振幅以及两者之间的相位差。

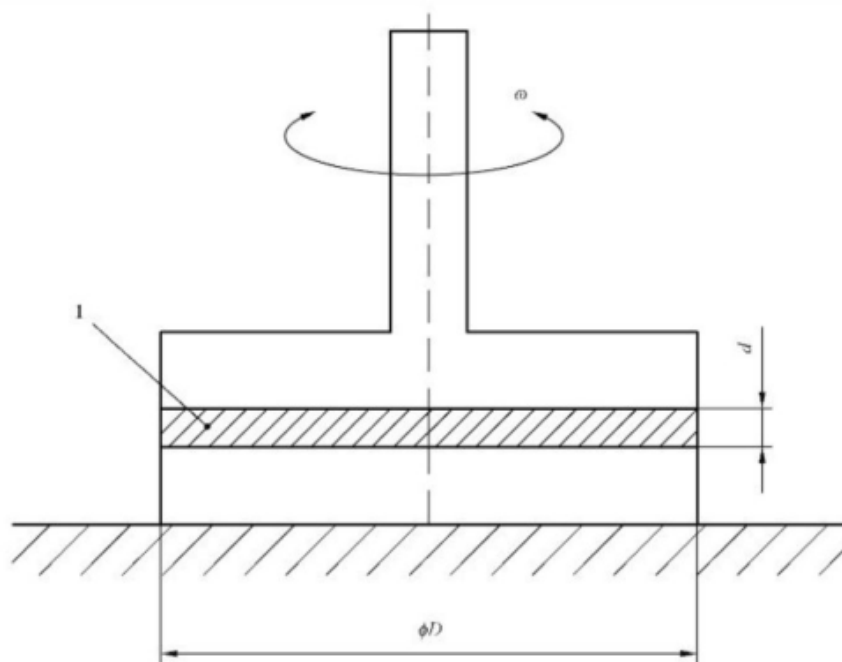
扭矩测量装置与其中一板相连, 可测量克服试样的黏弹阻力所需扭矩。

角位移测量装置与动板相配, 可测定角位移和角频率。

仪器扭矩的测量精度应在测定动态力学性能采用的最小扭矩振幅的 $\pm 2\%$ 之内。

仪器角位移的测量精度应在 $\pm 20 \times 10^{-6}$ rad 之内。

仪器角频率的测量精度应在绝对值的 $\pm 2\%$ 之内。



说明:

- 1 —— 试样;
 ω —— 角频率;
 d —— 样品厚度;
 D —— 板直径。

图 1 平行平板的几何形状

5.1.2 温控单元

可使用强制对流、射频加热或其他适当的方法进行加热。

环境箱能够在平行平板和试样组件的周围提供规定的试验氛围,如 N_2 。

检查箱体确保其未接触到平行平板和试样组件。

5.1.3 温度测量及控制

应使用连接或内嵌在固定板上的适当装置来测量试验温度。

设定温度 200 °C 以下时,试验温度应精确至设定温度的 ± 0.5 °C;设定温度为 200 °C~300 °C 时,应精确至 ± 1.0 °C;设定温度 300 °C 以上,应精确至 ± 1.5 °C。

温度测量装置的分辨率应为 0.1 °C,且应使用精确至 ± 0.1 °C 的仪器来校准该装置。

5.1.4 平行平板和试样组件

平行平板和试样组件由两块同心的圆形平行平板组成,试样放在两板之间。平行平板接触试样的表面应抛光,其最大粗糙度 $Ra = 0.25 \mu m$,且不应有明显的缺陷。

试验结果可能依赖于用于形成平行平板表面的材料类型,这可以通过测试所用不同表面材料的平行平板来确定。

平行平板的典型直径范围为 20 mm~50 mm,其测量精度应在 ± 0.01 mm 之内。

试样的厚度 d 由平行平板间距而定,测量精度 ± 0.01 mm。为了在性能测定中减少误差,推荐试样厚度在 0.5 mm~3 mm 范围内,并且平行平板直径与试样厚度之比在 10~50。对于低黏度聚物流

体,使用上述推荐范围以外的尺寸。由于板不平行引起的板间距总变化量应少于 $\pm 0.01\text{ mm}$,试验期间板间距的变化应少于 $\pm 0.01\text{ mm}$ 。

5.2 校准

应根据仪器厂家的指导,通过测定仪器的扭矩、角位移、角频率响应进行校准,或使用已知复数黏度的标准液体定期校准流变仪的使用状态。用于校准流变仪的标准液体的复数黏度最好与所测试样的黏度在相同范围内。

校准更适于在试验温度下进行。

6 取样

取样步骤包括试样制备和装载的特定方法,应根据相关材料标准或其他协议的规定进行。

由于试验样品很少,一般为 $3\text{ g}\sim 5\text{ g}$,取样应有代表性。

如果样品或试样易吸湿或含有可挥发成分,应在防止黏度变化或使黏度变化最小的条件下贮存。试样制备前需对样品进行干燥。

试样应采用注塑、模压或从片材上切取的方式制备成圆片状。也可以把小片、液体或熔融的聚合物样品放在平行平板之间。只有不易氧化或不易挥发的试样才能直接以熔融态加载。

试样不应含有明显杂质或气泡,试验前后不应有明显的变色。

7 试验步骤

7.1 试验温度

通常,由于黏度对温度有依赖性,因此以对比为目的的测试应在相同的温度下进行,详见相关材料标准或其他协议的规定。

7.2 间隙归零

在要求的试验温度下使仪器达到热平衡,建议平衡 $15\text{ min}\sim 30\text{ min}$,使两平行平板接触,设定间隙指示器到零。

7.3 样品加载

按第6章规定将试样以固态或熔融态加载到仪器中,两板间隙应完全填满试样,试验开始前,应去除板周边多余的材料。试样在修整后还需轻挤一下,以达到良好的接触,但注意不应使试样因这样的挤压而流到板边缘外面。

之后,使试样和平行平板在试验温度下达到热平衡,这段时间为预热时间。对于特定的仪器、板和试样组件几何尺寸、聚合物类型、样品厚度、加样步骤和试验温度,预热时间应通过重复测量确定,两次重复试验的预热时间相差 10% 以上时(见注),如果复数剪切模量 G^* 、剪切储能模量 G' 、剪切损耗模量 G'' 的测量值没有变化,则为足以达到热平衡的预热时间。

注:这一检验可合并到测定样品热稳定性的时间扫描试验中去(见7.6)。

当仪器和试样达到试验温度时,测定样品厚度 d ,厚度等于两板间距(见5.1.4),这一厚度值将用于所有计算中。

7.4 试样的状态调节

试验前,在试验温度下通过规定时间内保持零剪切状态和/或通过预剪切对试样进行状态调节。

7.5 试验模式(应力控制或应变控制)

用应变控制模式或应力控制模式进行测试。

在应变控制模式中,施加一定角频率的正弦位移,测量正弦扭矩以及扭矩和位移间的相位差。

在应力控制模式中,施加一定角频率的正弦扭矩,测量正弦位移以及扭矩和位移间的相位差。

根据本部分,试样动态流变性能测量仅限于试样在线性黏弹范围内的流变行为。为此本部分将线性黏弹行为定义为黏度和模量独立于所施加的应力或应变的行为,这一前提条件对分析试验数据十分必要。因此,在应力控制或应变控制模式下,控制振荡振幅使试样的变形保持在线性黏弹范围内是必要的。

测定线性黏弹范围的方法见 7.7。

7.6 样品材料热稳定性的测定

对一种特定材料,试验前应在试验温度下先进行时间扫描以确定材料的热稳定性。时间扫描试验与后续试验使用相同的板和试样组件、角频率、扭矩或角位移。必要时进行不止一个角频率下的时间扫描(见注 1)。热稳定时间定义为从扫描开始到 G^* 、 G' 和 G'' 中任一测量值变化达到初始值 5% 时所用的时间(见注 2),它以在给定温度和角频率下的时间值表示,例如在 250 °C 和 1 rad/s 下的热稳定时间为 500 s。随后用新试样在同样温度下对同一样品进行测试,试验应在较热稳定时间更短的时间内完成。

注 1: 试样降解对流动性能的影响通常在低频率时更容易被检测到。

注 2: 当测定初始模量值时,舍弃不真实的初始结果是必要的。

由于快速降解或交联,某些材料可能在热稳定时间内得不到上述结果。这种情况下,试验报告中应说明测试过程中模量变化的百分比,百分比在试验时同步测定。

7.7 线性黏弹行为的测定

7.7.1 在应变控制模式下

进行应变控制模式试验时,先通过应变扫描确定振荡所允许的最大振幅。应变扫描使用与后续试验相同的试样几何尺寸、角频率和温度条件。必要时进行不止一个角频率下的测试,以检查线性黏弹范围对角频率的依赖关系。通过在一定范围内不断增加振荡振幅来测试样品,更适于从低于 1% 的应变开始扫描。

测量复数剪切模量 G^* 、剪切储能模量 G' 和剪切损耗模量 G'' 与振荡振幅的函数关系以确定在线性黏弹范围内测量的最大允许振荡振幅。

实际测试时使用的最大应变值应小于当任一参数值 G^* 、 G' 或 G'' 与相应线性黏弹范围内数值相比出现 5% 差异时的最低应变值。如果无法确定线性黏弹范围,应在试验报告中说明。

注: 对某些材料,线性黏弹范围仅限于极小的应变,相关的仪器测量误差使这一范围内的测量不再可靠。

7.7.2 在应力控制模式下

进行应力控制模式试验时,通过应力扫描确定线性黏弹行为范围。应力扫描采用与后续试验相同的试样几何尺寸、角频率和温度条件。必要时进行不止一个角频率下的测试,以检查线性黏弹范围对角频率的依赖关系。通过在一定范围内不断增加扭矩来测试样品,更适于从低于 1% 的扭矩开始扫描。

测量复数剪切模量 G^* 、剪切储能模量 G' 和剪切损耗模量 G'' 与扭矩的函数关系以确定在线性黏弹范围内测量的最大允许扭矩。

实际试验时使用的最大扭矩值应小于当任一参数值 G^* 、 G' 或 G'' 与相应线性黏弹范围内数值相比出现 5% 差异时的最低扭矩值。如果无法确定线性黏弹范围,应在试验报告中注明(见 7.7.1 的注)。

7.7.3 线性黏弹范围的确定

可以进行进一步的验证以确定试验是在线性黏弹范围内完成的。假定试样具有线性黏弹行为,施加正弦位移或扭矩后分别得到扭矩或位移的输出也将是正弦的。非正弦的输出表明其行为是非线性的。这种情况下,试验数据分析中使用的假设无效,因此测得的模量和黏度值是不正确的。如果进行了这样的验证,应在试验报告中注明。

7.8 频率扫描

进行频率扫描时,有必要检查试样的降解情况,尤其是低频试验中可能发生的降解,以及试样在高频下可能发生的扭曲或破裂。

试样因降解、交联或熔体破裂等造成的变化会影响测试结果,这些变化的影响可以通过在一次测试结束时,对同一试样使用与初始测试相同的条件进行重复测试,然后比较前后测试结果来进行确认。

如果在平行平板边缘试样发生扭曲变形,通常认为是熔体破裂,这样的测量是无效的。然而在试样扭曲变形前所获得的结果仍然有效。

7.9 温度扫描

从低温到高温进行温度扫描时,有必要确保试样与平行平板之间良好的物理接触,尽量在测试前将两板间试样完全熔融,需要时冷却到初始试验温度。

进行温度扫描时,对热膨胀引起的组件尺寸变化应考虑予以校准,一些系统带有利用夹具的线膨胀系数做自动修正的软件。

有关试样的降解和边缘扭曲变形见 7.8。

8 结果表示

8.1 所用符号

- D : 平行平板直径,单位为米(m);
- d : 平行平板间距离,单位为米(m);
- T : 扭矩,单位为牛顿米(N·m);
- θ : 角位移,单位为弧度(rad);
- ω : (振荡的)角频率,单位为弧度每秒(rad/s) ($\omega = 2\pi f$, 这里 f 为以赫兹表示的频率);
- σ : 剪切应力,单位为帕斯卡(Pa);
- γ : 剪切应变,无量纲;
- G' : 剪切储能模量,单位为帕斯卡(Pa);
- G'' : 剪切损耗模量,单位为帕斯卡(Pa);
- G^* : 复数剪切模量,单位为帕斯卡(Pa);
- η' : 动态剪切黏度,单位为帕斯卡秒(Pa·s);
- η'' : 剪切黏度中的虚数部分,单位为帕斯卡秒(Pa·s);
- η^* : 复数剪切黏度,单位为帕斯卡秒(Pa·s);
- δ : 相位角或损耗角,单位为弧度(rad);
- t : 时间,单位为秒(s)。

8.2 复数剪切模量和复数剪切黏度的计算

对于线性黏弹性流体,受到谐应力 $\sigma(t)$ 作用时

$$\sigma(t) = \sigma_0 \exp i\omega t \quad \dots\dots\dots (1)$$

产生谐应变 $\gamma(t)$

$$\gamma(t) = \gamma_0 \exp i(\omega t - \delta) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

σ_0 ——应力的振幅;

γ_0 ——应变的振幅;

ω ——角频率;

δ ——应力与应变之间的相位角或损耗角。

定义以下参数:

——剪切储能模量

$$G' = \sigma_0 \cos(\delta) / \gamma_0 \quad \dots\dots\dots (3)$$

——剪切损耗模量

$$G'' = \sigma_0 \sin(\delta) / \gamma_0 \quad \dots\dots\dots (4)$$

——复数剪切模量

$$G^* = G' + iG'' \quad \dots\dots\dots (5)$$

——动态剪切黏度

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

——复数剪切黏度中的虚数部分

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

——复数剪切黏度

$$\eta^* = \eta' - i\eta'' \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中 i 定义为 $i = (-1)^{1/2}$ 。

此外,又可表示为

$$G^* = i\omega\eta^* \quad \dots\dots\dots (9)$$

对于平行平板组件的强制振荡,并假定试样线性黏弹响应,控制流动的运动公式由式(10)给出。

$$T_0 = (\pi D^4 / 32d) [G'(\omega) + iG''(\omega)] \theta_0 \exp(-i\delta) \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

T_0 ——扭矩的振幅;

θ_0 ——角位移的振幅。

式(10)假设平行平板动板的惯量和柔量很小。当测量聚合物熔体时,尤其是在低角频率下且试样的刚度低于仪器的刚度时(见注),通常进行这样的假设所造成的误差很小。

注:如 Marin^[1]、Walters^[2]、Whorlow^[3]等人提出了对惯量和柔量项进行不同校准的方法。

这样,对于一给定角频率 ω ,剪切储能模量 G' 和剪切损耗模量 G'' 可由式(11)和式(12)给出。

$$G' = 32dT_0 \cos(\delta) / \theta_0 \pi D^4 \quad \dots\dots\dots (11)$$

$$G'' = 32dT_0 \sin(\delta) / \theta_0 \pi D^4 \quad \dots\dots\dots (12)$$

相位差 δ 可试验确定。

由以上给出的剪切模量和黏度的关系,可导出式(13)和式(14)。

$$\eta' = 32dT_0 \sin(\delta) / \omega \theta_0 \pi D^4 \quad \dots\dots\dots (13)$$

$$\eta'' = 32dT_0 \cos(\delta) / \omega \theta_0 \pi D^4 \quad \dots\dots\dots (14)$$

对于一角位移 θ ,试样在平行平板边缘处的应变为:

$$\gamma = \theta D / 2d \quad \dots\dots\dots (15)$$

通常,商用仪器采用软件由原始数据确定复数剪切模量及其实数和虚数部分,不同仪器获取扭矩和角位移振幅以及扭矩和角位移正弦函数间相位差的方法可能不同。同样,如果它们对平行平板动板的

惯量和柔量影响进行了校准,所采用的方法也可能不同。关于这些内容的具体细节已超出本部分的范围。如果测试时采用的方法与上述方法不同,应在试验报告中说明仪器确定模量和黏度数值的基本原理。

9 精密度

由于未获得实验室间的数据,本试验方法的精密度尚不知。当获得实验室间数据时,在以后的修订中将加上精密度的说明。ISO 6721-10:1999 的精密度数据参见附录 A。

测量不确定度的评定方法可参见附录 B。

10 试验报告

试验报告应包括以下信息:

- a) 标注 GB/T 33061 的本部分;
- b) 试验标准号;
- c) 试验日期;
- d) 操作者的所有必要信息;
- e) 试验材料的所有必要信息;
- f) 试样制备以及加载于平行平板的信息;
- g) 所用流变仪的描述,包括平行平板直径、板间隙以及板表面的材质;
- h) 试验温度,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);
- i) 预热时间,单位为秒(s);
- j) 平衡时间和预剪切条件的描述;
- k) 热稳定时间,单位为秒(s);
- l) 试验周期,单位为秒(s);
- m) 对于应力控制模式试验,在板边缘处的应力值,以帕斯卡表示;或对于应变控制模式试验,在板边缘处的应变值,为无量纲的数;
- n) 如果需要,下列表示为应变振幅、角频率、温度或时间的函数的各参数:
 - 剪切储能模量 G' ,单位为帕斯卡(Pa);
 - 剪切损耗模量 G'' ,单位为帕斯卡(Pa);
 - 复数剪切模量 G^* ,单位为帕斯卡(Pa);
 - 动态剪切黏度 η' ,单位为帕斯卡秒(Pa·s);
 - 复数剪切黏度中的虚数部分 η'' ,单位为帕斯卡秒(Pa·s);
 - 复数剪切黏度 η^* ,单位为帕斯卡秒(Pa·s);
 - 相位差或损耗角 δ ,单位为弧度(rad);
 - 损耗因子 $\tan\delta$;
 - 对数据进行任何修正的描述;
 - 任何可见的试样熔体破裂或降解;
 - 任何允许的不同于 GB/T 33061 本部分的试验条件。

附 录 A
(资料性附录)
精密度数据

下面的精密度数据是 1995 年在十个实验室间进行的三个角频率下的试验中得到的(见表 A.1)。
 s_r 和 s_R 分别为重复性和再现性的标准偏差, r 和 R 分别为重复性和再现性的极限(见 ISO 5725-1),
 m 为给定角频率下的平均模量值。

表 A.1 未填充 PE-HD 和未填充 PP 材料的精密度

PE 190 ℃, G'					
角频率	平均模量值 m	重复性		再现性	
$\text{rad} \cdot \text{s}^{-1}$	Pa	$s_r / \%$	$r / \%$	$s_R / \%$	$R / \%$
1	6 130	3.0	8.4	9.4	26.4
10	25 500	2.0	5.5	8.9	24.8
100	91 300	1.6	4.4	7.9	22.2
PE 190 ℃, G''					
角频率	平均模量值 m	重复性		再现性	
$\text{rad} \cdot \text{s}^{-1}$	Pa	$s_r / \%$	$r / \%$	$s_R / \%$	$R / \%$
1	8 320	1.6	4.5	8.5	23.9
10	28 900	1.3	3.7	8.4	23.4
100	79 600	1.2	4.3	7.5	21.0
PP 210 ℃, G'					
角频率	平均模量值 m	重复性		再现性	
$\text{rad} \cdot \text{s}^{-1}$	Pa	$s_r / \%$	$r / \%$	$s_R / \%$	$R / \%$
1	1 590	3.4	9.4	11.3	31.7
10	12 000	2.5	6.9	10.5	29.3
100	47 800	2.5	7.1	9.3	26.1
PP 210 ℃, G''					
角频率	平均模量值 m	重复性		再现性	
$\text{rad} \cdot \text{s}^{-1}$	Pa	$s_r / \%$	$r / \%$	$s_R / \%$	$R / \%$
1	3 880	2.4	6.6	10.3	28.8
10	15 400	2.4	6.8	9.5	26.7
100	36 000	2.7	7.7	9.1	25.6

循环试验中采用了两种材料:未填充的高密度聚乙烯(PE-HD)和未填充的聚丙烯(PP)。PE-HD 试样采用模塑制备,PP 试样采用注塑制备。所有样品由循环测试的组织者提供给各参与者,所用仪器包括应变控制和应力控制两类流变仪。

附录 B
(资料性附录)
测量不确定度的评定

储能模量和损耗模量由式(B.1)和式(B.2)给出:

$$G' = \frac{32dT_0 \cos \delta}{\theta_0 \pi D^4} \dots\dots\dots (B.1)$$

$$G'' = \frac{32dT_0 \sin \delta}{\theta_0 \pi D^4} \dots\dots\dots (B.2)$$

相应的不确定度分数分别由式(B.3)和式(B.4)给出:

$$\underline{G'} = [\underline{d}^2 + \underline{T_0}^2 + (\underline{\cos \delta})^2 + \underline{\theta_0}^2 + 4 \underline{D}^2]^{0.5} \dots\dots\dots (B.3)$$

$$\underline{G''} = [\underline{d}^2 + \underline{T_0}^2 + (\underline{\sin \delta})^2 + \underline{\theta_0}^2 + 4 \underline{D}^2]^{0.5} \dots\dots\dots (B.4)$$

式中下划线表示每一测量项的不确定度分数。不确定度分数定义为不确定度在测量值中占的比率,例如因校准和/或分辨率对测量值引起的不确定度。例如,测量 20×10^{-4} rad 的角位移,假定精确度为 $\pm 20 \times 10^{-6}$ rad,则其测量不确定度分数为 0.01。

要包含由测量时的角频率、温度依赖性和降解效应以及非线性黏弹性引起的对不确定度的贡献,则重新给出上述 G' 和 G'' 的测量不确定度计算公式,见式(B.5)和式(B.6):

$$\underline{G'} = [\underline{d}^2 + \underline{T_0}^2 + (\underline{\cos \delta})^2 + \underline{\theta_0}^2 + 4 \underline{D}^2 + \underline{F}^2 + \underline{\phi}^2 + \underline{DE}^2 + \underline{SL}^2]^{0.5} \dots\dots\dots (B.5)$$

$$\underline{G''} = [\underline{d}^2 + \underline{T_0}^2 + (\underline{\sin \delta})^2 + \underline{\theta_0}^2 + 4 \underline{D}^2 + \underline{F}^2 + \underline{\phi}^2 + \underline{DE}^2 + \underline{SL}^2]^{0.5} \dots\dots\dots (B.6)$$

式中:

$\underline{F}$ ——角频率误差引起的不确定度分数;

$\underline{\phi}$ ——温度对黏度的影响引起的不确定度分数;

$\underline{DE}$ ——降解效应引起的不确定度分数;

$\underline{SL}$ ——非线性黏弹行为引起的不确定度分数。

每个参数的不确定度分数由下面规定的每个参数值及其偏差来确定:

- | | |
|---------------------|---|
| a) 平行平板直径, D | 25 mm |
| b) 样品厚度, d | 1.5 mm |
| c) 平行平板边缘的应变 | 5% |
| d) 转矩 | 绝对值的 $\pm 2\%$ |
| e) 角位移 | $\pm 20 \times 10^{-6}$ rad |
| f) 板直径 | ± 0.01 mm |
| g) 板间隙 | ± 0.01 mm |
| h) 板不排列在同一直线上(板不对中) | ± 0.01 mm |
| i) 角频率 | 绝对值的 $\pm 2\%$ |
| j) 温度, θ | $\theta \leq 200$ °C, ± 0.5 °C |
| | 200 °C $< \theta \leq 300$ °C, ± 1.0 °C |
| | $\theta > 300$ °C, ± 1.5 °C |

在 G' 和 G'' 的测量不确定度评定中,通常有以下假设:

——对于损耗角 δ ,在 $17^\circ \sim 73^\circ$ 范围内, $\cos \delta$ 和 $\sin \delta$ 项有最大 3% 的不确定度^[4];

——测量中 2% 的角频率误差影响会对 G' 和 G'' 的测量值有 2% 的影响,即 $\log(G')$ 和 $\log(G'')$ 与 $\log(\text{角频率})$ 是斜率为 1 的线性关系;

——样品材料的降解和非线性黏弹行为引起的误差(与确定线性黏弹性测量的极限应变有关)对

G' 和 G'' 的测量值分别有 0% 或 5% 的影响, 代表了两种极端状况。

规定了以上假设后, 进行 G' 和 G'' 的不确定度测量时黏度对温度的依赖性和温度误差的各个量在表 B.1 中给出。对循环中使用的 PE-HD 和 PP 样品, 从温度扫描的数据估计出模量的温度依赖性大约为 1%/℃。

表 B.1 储能模量 G' 和损耗模量 G'' 的测量不确定度

黏度的温度依赖性 %/℃	温度误差 ℃	G' 和 G'' 的测量不确定度 %	
		假设降解和非线性黏弹 行为的影响均为 0%	假设降解和非线性黏弹 行为的影响均为 5%
0	—	4.2	8.2
1	±0.5	4.2	8.2
1	±1.0	4.3	8.3
3	±1.0	5.2	8.8

以上不确定度未考虑由试样惯性、平行平板不平行和轴向不对中等与仪器相关的因素、边缘效应、仪器惯量和仪器柔量等引起的误差, 这些因素都会增大测量不确定度的程度。

参 考 文 献

- [1] MARIN, G.; Rheological Measurement, edited by COLLYER, A. A., and CLEGG, D. W., Elsevier Applied Science, London, 1988.
 - [2] WALTERS, K.; Rheometry, Chapman and Hall Ltd, London, 1975.
 - [3] WHORLOW, R. W.; Rheological Techniques, Second Edition, Ellis Horwood series in physics and its applications, 1992.
 - [4] RIDES, M., and ALLEN, C. R. G.; Round robin for parallel plate oscillatory rheometry using polyethylene and polypropylene melts, NPL Report CMMT(A)11, January 1996 (National Physical Laboratory, Teddington, Middlesex, TW11 0 LW, United Kingdom).
 - [5] DEALY, J. M., and WISBRUN, K.; Melt rheology and its role in plastics processing, Chapman and Hall, 1995.
 - [6] MACOSKO, C.; Rheology—Principles, Measurements and Applications, VCH Publishers, NY, 1994.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑料 动态力学性能的测定
第 10 部分：使用平行平板振荡流变仪
测定复数剪切黏度

GB/T 33061.10—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 · 1-54274

版权专有 侵权必究



GB/T 33061.10-2016