



中华人民共和国国家标准

GB/T 9870.2—2008/ISO 4664-2:2006

硫化橡胶或热塑性橡胶动态性能的测定 第2部分:低频扭摆法

Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of dynamic properties—
Part 2: Torsion pendulum methods at low frequencies

(ISO 4664-2:2006, IDT)

2008-06-04 发布

2008-12-01 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

前 言

GB/T 9870《硫化橡胶或热塑性橡胶动态性能的测定》包括两个部分：

- 第1部分：通则；
- 第2部分：低频扭摆法。

本部分为 GB/T 9870 的第2部分。本部分等同采用国际标准 ISO 4664-2:2006《硫化橡胶或热塑性橡胶动态性能的测定 第2部分：低频扭摆法》(英文版)。

本部分等同翻译 ISO 4664-2:2006。

为便于使用，本部分做了下列编辑性修改：

- a) “本国际标准”改为“本部分”；
- b) 删除了国际标准前言；
- c) 参考文献中增加了[10]。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会橡胶物理和化学试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本部分起草单位：北京万汇一方科技发展有限公司。

本部分起草人：陈毅敏、邓海燕、黄钧建、侯险峰。

硫化橡胶或热塑性橡胶动态性能的测定

第2部分:低频扭摆法

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安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本部分为 GB/T 9870《硫化橡胶或热塑性橡胶动态性能的测定》的第2部分,本部分规定了利用扭摆装置,在一个较宽的温度区间,在低频率(0.1 Hz~10 Hz)、应变不大于0.05%的条件下,测定硫化橡胶或热塑性橡胶在剪切状态下的动态性能——剪切模量和力学阻尼的方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序(GB/T 2941—2006,ISO 23529:2004, IDT)

GB/T 9870.1 硫化橡胶或热塑性橡胶动态性能的测定 第1部分:通则(GB/T 9870.1—2006, ISO 4664-1:2005, IDT)

3 术语与定义

GB/T 9870.1 中给出的术语与定义适用于本部分。

4 原理

本部分试验方法主要是通过测绘试样的模量值和阻尼值随温度变化的曲线,确定试样的黏弹性的转变温度。本试验方法不适用于测定模量的绝对值。

在扭摆装置中,以一个具有均匀断面的带状试样构成摆的弹性部件。该试样的两端被两个夹持器夹住。其中一个夹持器固定在刚性框架上,另一个夹持器则与适当的惯性质量(例如惯性轮)相连。

使用扭摆的三种方法为:

方法 A 由试样承受惯性部件的质量,摆的方式为自由摆动型;

方法 B 通过细金属丝悬挂承受惯性部件的质量,摆的方式为自由摆动型;

方法 C 悬挂方法与方法 B 相似,以给试验系统提供能量的方式,使摆动保持恒定振幅。

5 装置

5.1 试样夹持器

将试样的两端夹住,其中一个夹持器是被固定的,另一个夹持器与惯性部件连接。位于两个夹持器之间的试样长度应在 30 mm~100 mm 之间,优选 50 mm。应保证两个夹持器之间试样长度的测量精确到 0.5 mm。

应使用低导热材料制作夹具器的伸出温控室(见 5.4)的部分,以保持整个试样长度上温度的一致性。

应使试样可随温度的变化自由伸缩,以保持试样上的初始应力或张力不被改变。

5.2 惯性部件

惯性部件可以是一个具有转动惯量的圆盘或是一对对称的杆,以使扭摆和试样在标准试验室温度下的摆动频率在 0.1 Hz~10 Hz 之间。在采用方法 A 时,惯性部件的质量由于纵向重力的原因受到限制(见 5.3.1)。圆盘或杆的转动惯量以大约 $30 \text{ kg} \cdot \text{mm}^2$ 为宜。

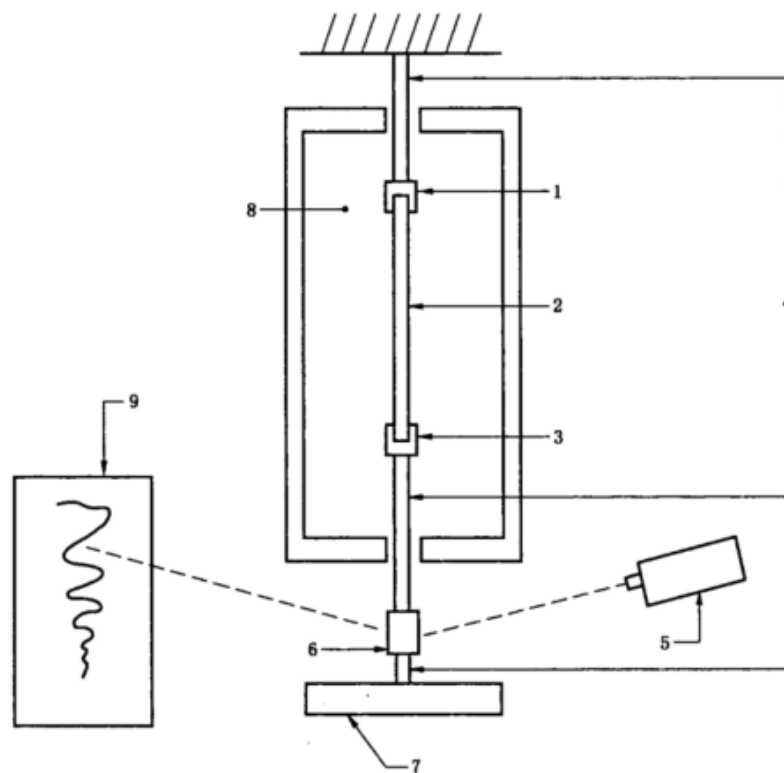
对惯性部件施力,或将其与某些辅助器械连接,使扭摆转动一定的角度,让系统开始摆动。应使用小的变形角度以使橡胶的剪切应变小于 0.05%。

应使在橡胶弹性区域内摆动频率的测量精确到为 $\pm 1\%$ 。(在转变区域内允许到 $\pm 5\%$)

5.3 扭摆

5.3.1 方法 A

如图 1 所示:惯性部件应自由地悬挂在试样之下,惯性部件的质量应使施加到试样上的纵向应力不大于 30 kPa。



- 1——上夹持器;
- 2——试样;
- 3——下夹持器;
- 4——刚性拉杆;
- 5——灯;
- 6——反射镜;
- 7——惯性部件;
- 8——温控室;
- 9——标尺或记录仪。

图 1 平衡惯性部件悬挂在试样下部的无补偿自由摆动装置

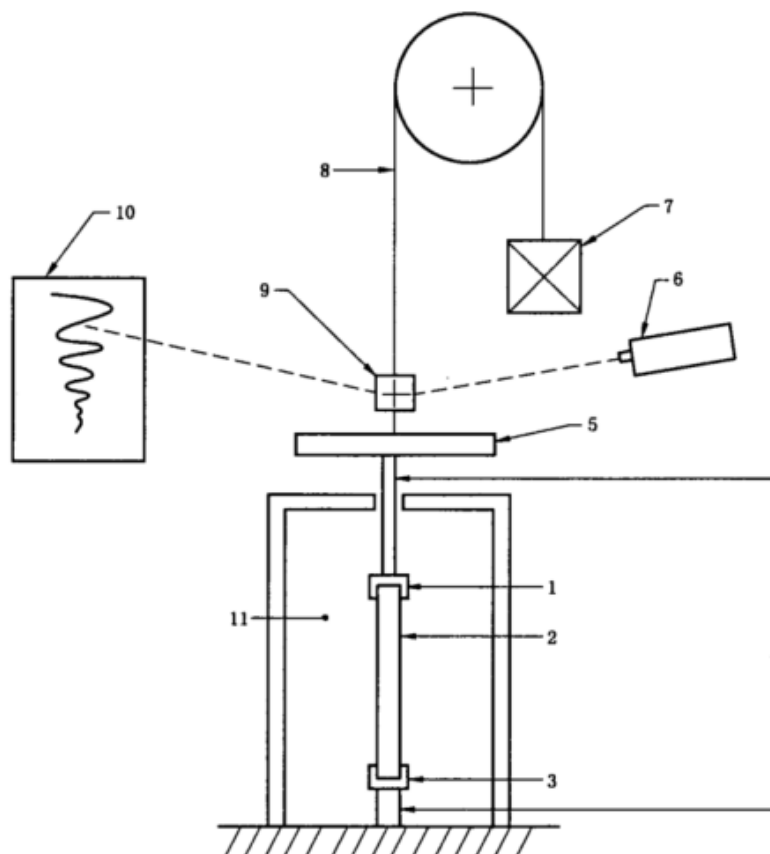
所采用的形变振幅测量方法应精确到 $\pm 1\%$ 。如果使用记录仪,应确认记录带运行速度的准确度和线性度均在 $\pm 1\%$ 之内。

注:如果采用由灯和反射镜组成的系统测定振幅,为了达到必需的精确度,反射镜和标尺之间的距离不得小于 2 m。

5.3.2 方法 B

如图 2 所示：用一根细金属丝从上部将惯性部件吊起，试样装在惯性部件的下部。应对细金属丝的长度和直径加以选择，以保证由细金属丝悬挂所引起的复原扭矩不大于试样与细金属丝悬挂的复原扭矩之和的 25%。

测量系统的精确度应与方法 A 中规定的一样。



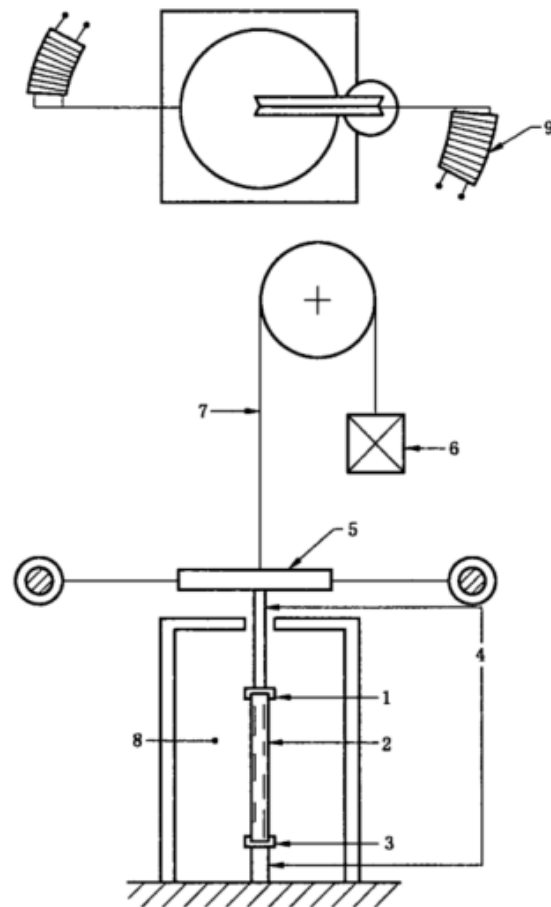
- 1——上夹持器；
- 2——试样；
- 3——下夹持器；
- 4——刚性连接杆；
- 5——惯性部件；
- 6——灯；
- 7——平衡锤；
- 8——扭转金属丝；
- 9——反射镜；
- 10——标尺或记录仪；
- 11——温控室。

图 2 平衡惯性部件悬挂在试样上部的无补偿自由摆动装置

5.3.3 方法 C

这种受迫振动方式的扭摆与方法 B 中所描述的相同，只是在扭摆系统中增加了用来施加无摩擦机械力矩的装置。图 3 显示了一种适用的系统，它利用电磁力来产生机械力矩。外加力矩应与试样中由于阻尼产生的机械力矩大小相等，但方向相反。通过此方式维持试样以一个恒定的振幅摆动。

应配置合适的振幅监控系统以及精确度达到 $\pm 2\%$ 的补偿力矩检测手段。



- 1——上夹持器；
- 2——试样；
- 3——下夹持器；
- 4——连接杆；
- 5——惯性部件；
- 6——平衡锤；
- 7——扭转金属丝；
- 8——温控室；
- 9——电磁补偿装置。

图 3 强迫共振摆动装置

5.4 温控室

用气体作为导温介质的温控室应符合 GB/T 2941 的规定。在测定时不应有任何气流作用于试样上。

应维持试样周围的温度在设定值的一个范围之内，例如从 -100°C 到 $+200^{\circ}\text{C}$ ，应在设定值的 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 以内。合适的温度传感元件为热电偶或电阻元件。

5.5 试样尺寸测量装置

用于测量试样的宽度和厚度的装置应符合 GB/T 2941 的规定。

6 试样

6.1 尺寸

每一个试样应是具有均匀断面的条状材料，并符合下列尺寸要求：

厚度 1.0 mm±0.2 mm;

宽度 5 mm 至 11 mm, 优选 10 mm;

长度 40 mm 至 120 mm, 应根据夹持装置进行选择以得到所需的自由长度(参见 5.1)。

各试样的允许公差应符合 8.1 的要求。对于比较试验, 应使用相同标称尺寸的试样。

6.2 制备

试样应按 GB/T 2941 的规定制备。

6.3 数量

进行试验的试样数量应不少于 3 个。

6.4 调节

试样从硫化到进行试验间的停放时间间隔应符合 GB/T 2941 的规定。

在上述停放过程中, 样品或试样应尽可能避光。

试样在试验之前, 应参照 GB/T 2941 的规定在标准实验室温度下调节至少 3 h。

7 试验的应变、频率和温度

7.1 应变

试验时橡胶的剪切应变应不超过 0.05%。

注: 设试样的长度为 L 、宽度为 b 、厚度为 h , 而且 $b/h > 3$, 则最大剪切应变 γ 大致与扭转角 α (以弧度表示) 相关, 即

$$\gamma = \alpha h / L$$

当首选试样尺寸 $h = 1$ mm、 $L = 50$ mm 时, 与指定的最大剪切应变 5×10^{-4} 相对应的扭转角 α 为 1.5° 。

7.2 频率

在被测试样材料的橡胶弹性区域内, 摆动的频率应在 0.1 Hz 至 10 Hz 之间。

7.3 温度

试验的温度或温度范围应依据被测试样的材料和试验目的进行选择。

随着温度从最低值升向最高值, 每次测量的最大温度间隔应在 $10^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 以内。

在转变区域内应采用更短的温度间隔, 因为在此温度区域内, 剪切模量和力学阻尼会随着温度的改变而迅速地变化。

对于结晶材料, 调节时间、试验时间及加热速率都可能影响其结晶度, 进而影响到测得的模量值。由于上述原因, 这些时间都应配合试验的目的进行选择, 并应在试验报告中陈述。

8 试验程序

8.1 试样尺寸的测量

试验前测量试样的尺寸。尺寸测量应在标准实验室温度下进行。

宽度(b)测 5 个点, 精确到 0.1 mm。

厚度(h)测 5 个点, 精确到 0.01 mm。

记录平均值。任一试样的宽度的最大、最小值的差或试样厚度的最大、最小值的差都应不超过其平均值的 6%, 否则该试样为不合格。由于要用厚度数据的三次幂计算剪切模量(见 9.2), 所以试样的尺寸测量应特别细心。

如果试样是用裁刀从橡胶片上裁取而得, 则可以取两条平行的切割刀刃之间的距离作为试样的宽度。在此情况下应定期测量裁切出的试样尺寸, 对其精确度进行控制。

8.2 试样的机械调节

填充补强填料, 尤其是填充炭黑的橡胶的剪切模量与所填充填料的结构状态密切相关。在测定剪切模量之前, 通过下述的机械调节方法破坏填料的结构, 可以在一定程度上提高试验结果的重现性。但是, 如果实际使用情况并不会对填料结构产生破坏(即: 没有明显变形), 则应省略机械调节, 并小心不使

试样变形,因为变形将导致试样局部产生程度不确定的填料结构破坏,并且最好每个试验温度都使用单独的试样。

如果需要对试样进行机械调节,则应在测定剪切模量之前将试样从标准实验室温度下取出后立刻进行:

- a) 将试样分别朝两个不同的方向扭转 90° ,然后使其基本恢复原状;
- b) 重复上述步骤各做 5 次双方向的扭转。

8.3 试样的安装

将试样安装于合适的夹持器上,使试样的自由长度在 30 mm~100 mm 范围内,优选 50 mm。

使两个夹持器落在同一条垂线上,并使它们的中心线落在构成扭摆旋转轴的中心线上。被夹持器夹住的试样的中心线也应与扭摆的旋转轴重合。

8.4 试样的自由长度的测量

试样安装完毕后测量试样在两个夹持器之间的自由长度 L ,精确到 0.5 mm,并迅速开始进行试验(见 5.1)。

8.5 试样的温度调节

将试样冷却至最低试验温度。

在温度达到平衡之后,用如下两种方法中的任何一种加热试样:

首选的方法是以不超过 $1^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率加热试样,并在温度未达到平衡的条件下进行扭摆摆动测量。

另一种可选的方法是将试样放到设定的试验温度下,并在试样与温控区域之间的温度达到平衡之后进行扭摆摆动测量。

注:此处自动记录可在不到 20 s 内完成整个测量过程,所以可采用不超过 $1^\circ\text{C}/\text{min}$ 的恒定速率加热试样。然而在此过程中,试样温度可能与温控区域的温度差异较大,因此应制备一个相同材料、尺寸相仿并植入微型热电偶的试样模拟物,置于试验温控区域中,用来测量试样温度。

8.6 试验

对可运动的夹持器施加一个小的扭曲开始振动,在有阻尼补偿工具的情况(方法 C)下,打开阻尼补偿系统。

测量振动频率和振幅衰减(方法 A 和方法 B),或者振动频率和提供的机械补偿力矩(方法 C)。进一步的细节请参阅参考文献。

9 结果表示

9.1 符号

G' :弹性剪切模量(储能剪切模量),单位为帕斯卡(Pa);

I :惯性部件和摆动夹持器的惯性力矩,单位为千克平方米($\text{kg} \cdot \text{m}^2$);

f :有试样时的摆动频率,单位为赫兹(Hz);

f_0 :无试样时的摆动频率,单位为赫兹(Hz);

L :试样的自由长度,单位为米(m);

B :试样宽度,单位为米(m);

h :试样厚度,单位为米(m);

Λ :对数衰减率;

A :摆动振幅;方法 A 和 B 以刻度表示,方法 C 以弧度表示;

M :补偿机械力矩,单位为牛米($\text{N} \cdot \text{m}$)。

C :修正因子 $= (1 - 0.63 h/b)$,当 $b/h > 3$ 时

$$F_D = 1 + \frac{\Lambda^2}{4\pi^2}$$

因子 F_D 体现阻尼对剪切模量的影响。当 $\Lambda \geq 1$ 时,应考虑 F_D ;当 $\Lambda < 1$ 时, $F_D = 1$ 。

9.2 弹性剪切模量(储能剪切模量)的计算

9.2.1 方法 A

$$G' = \frac{4\pi^2 L}{bh^3 C} \times F_D I f^2$$

9.2.2 方法 B

$$G' = \frac{4\pi^2 L}{bh^3 C} \times F_D I (f^2 - f_0^2)$$

9.2.3 方法 C

$$G' = \frac{4\pi^2 L}{bh^3 C} \times F_D I (f^2 - f_0^2)$$

9.3 力学阻尼的计算

9.3.1 概述

材料的力学阻尼应以试样的对数衰减率 Λ_R 来表达。

注：当数值较小时， Λ_R 与力学损耗因子 $\tan\delta$ 有关，亦即

$$\tan\delta = \frac{\Lambda_R}{\pi}$$

9.3.2 方法 A

对数衰减率由下式精确给出：

$$\Lambda_R = \log_e \left(\frac{A_1}{A_2} \right)$$

式中：

A_1 和 A_2 ——相邻的两次同方向摆动的振幅。

注：对于低阻尼的材料，推荐采用测量多个循环的 A 值，再由下式计算

$$\Lambda_R = \frac{1}{n} \times \log_e \left(\frac{A_0}{A_n} \right)$$

式中：

A_0 ——初始摆动的振幅；

A_n ——与初始摆动同方向的第 n 次摆动的振幅。

9.3.3 方法 B

整个系统的对数衰减率由下式给出：

$$\Lambda = \log_e \left(\frac{A_1}{A_2} \right)$$

见 9.3.2 的注释。

如果阻尼仅是由橡胶造成的，则由下式给出：

$$\Lambda_R = \Lambda - \Lambda_0 \frac{f_0}{f}$$

式中：

Λ_0 ——尚未安装试样的扭摆的阻尼，是由金属丝悬挂系统的损失而产生。对于设计得好的扭摆，此修正(值)常可以被省略。

9.3.4 方法 C

对数衰减率由下式给出：

$$\Lambda_R = \frac{M}{4\pi I f^2 A}$$

注：上式假定悬挂系统的修正可以省略。

10 试验报告

试验报告应包含以下内容:

a) 样品的详细资料:

- 1) 样品及其来源的详细描述;
- 2) 胶料配方和硫化条件的详细资料(如果已知);
- 3) 试样制备方法的详细资料,例如:是模制还是裁切的;
- 4) 试样的宽度、厚度及在两个夹持器之间的自由长度。

b) 试验方法和试验的详细描述:

- 1) 执行 GB/T 9870 的第 2 部分;
- 2) 所使用扭摆的类型,例如:方法 A、方法 B 或方法 C,及其重要数据,例如:惯性质量;如果是通过下夹持器对试样加载,应写明下夹持器的质量;
- 3) 所施加的剪切应变;
- 4) 试验频率;
- 5) 是否进行了机械调节;
- 6) 在试验之前,试样进行调节的时间和温度;
- 7) 加热速率或对应于各个试验温度达到温度平衡的时间;
- 8) 采用任何非 GB/T 9870 标准本部分程序的详细资料。

c) 试验结果:

- 1) 进行试验的试样数量。
- 2) 带单位的弹性剪切模量(储能剪切模量) G' 和对数衰减率 Δ_R 的单个试验数据及其平均值;如果是在宽的温度区间中测得的一系列试验数据,则宜将剪切模量的对数值对温度作成平滑曲线图,以利于观测转变点。

d) 试验日期。

参 考 文 献

关于方法 A

- [1] SCHMIEDER, K. and WOLF, K. Über die Temperatur-und Frequenzabhängigkeit des mechanischen Verhaltens einiger hochpolymerer Stoffe [The dependence on temperature and frequency of the mechanical behaviour of some high-polymeric materials], *Kolloid Z.*, 127 (1952):65-78.

关于方法 B

- [2] KUHN, W. and KUNZLE, O. Experimentelle Bestimmung der dynamischen Viskosität und Elastizität sowie des Relaxationszeitspektrums von Kautschuk [Experimental determination of the dynamic viscosity and elasticity as well as of the relaxation spectrum of rubber], *Helv. Chim. Acta*, 30 (1947):839-858.
- [3] NIELSEN, L. E. A recording torsion pendulum for the measurement of dynamic mechanical properties of plastics and rubbers, *Rev. Sci. Instr.*, 22 (1951):690-693.
- [4] ILLERS, K. H. and BREUER, H. Ein Torsionspendel zur genauen und schnellen Bestimmung der dynamisch-mechanischen Eigenschaften viscoelastischer Stoffe (Messungen an Polycarbonaten) [A torsion pendulum for the exact and rapid determination of the dynamic mechanical properties of viscoelastic materials (measurements on polycarbonates)], *Kolloid. Z.*, 176 (1961):110-119.

关于方法 C

- [5] PEREZ, J., DELORME, J., PEGUIN, P. and GOBIN, P. The continuous recording of damping at constant amplitude, *J. Sci. Instr.*, 44 (1967):169-172 Sources for calculations.
- [6] GOETZKE, R. Zur Theorie der Torsion rechteckig-prismatischer Stäbe [Theory of torsional behaviour of rectangular-prismatic rods], *Z. Verein deutsch. Ing.*, 53 (1909):935-940.
- [7] KOHLRAUSCH, F. *Praktische Physik* [Practical Physics], Teubner (1944):68, 72, 82.
- [8] VOGEL, K. and BECKER, G. W. Zur Berechnung des Schubmoduls aus Torsionsmessungen an stabförmige Proben mit rechteckigem Querschnitt [Calculation of shear modulus from torsion measurements on rod-shaped test specimens with rectangular cross-section], *PTB-Mitteil.*, 4 (1965):332-336.
- [9] STRUIK, L. C. E. Free damped vibrations of linear viscoelastic materials, *Rheol. Acta*, 6 (1967):119-129.
- [10] 北京大学化学系高分子化学教研室. 高分子物理实验. 北京:北京大学出版社,1983:77-92.

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硫化橡胶或热塑性橡胶动态性能的测定
第 2 部分:低频扭摆法
GB/T 9870.2—2008/ISO 4664-2:2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2008 年 8 月第一版 2008 年 8 月第一次印刷

*

书号:155066·1-32823 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 9870.2-2008