



中华人民共和国国家标准

GB/T 1232.4—2017/ISO 289-4:2003

未硫化橡胶 用圆盘剪切黏度计进行测定 第4部分：门尼应力松弛率的测定

Rubber, unvulcanized—Determinations using a shearing-disc viscometer—
Part 4: Determination of the Mooney stress-relaxation rate

(ISO 289-4:2003, IDT)

2017-07-12 发布

2018-02-01 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 用圆盘剪切黏度计进行测定
第 4 部分：门尼应力松弛率的测定
GB/T 1232.4—2017/ISO 289-4:2003

*

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

2017 年 7 月第一版

*

书号：155066·1-57024

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 1232《未硫化橡胶 用圆盘剪切黏度计进行测定》拟分为以下四个部分：

- 第 1 部分：门尼黏度的测定；
- 第 2 部分：初期硫化特性的测定；
- 第 3 部分：无填料的充油乳液聚合型丁苯橡胶 Delta 门尼值的测定；
- 第 4 部分：门尼应力松弛率的测定。

本部分为 GB/T 1232 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 289-4:2003《未硫化橡胶 用圆盘剪切黏度计进行测定 第 4 部分：门尼应力松弛率的测定》。

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：赛轮金宇集团股份有限公司、怡维怡橡胶研究院有限公司、朝阳浪马轮胎有限责任公司、中国石化集团资产经营管理有限公司巴陵石化分公司、风神轮胎股份有限公司、三角轮胎股份有限公司、山东玲珑轮胎股份有限公司、贵州轮胎股份有限公司、广州丰力橡胶轮胎有限公司、杭州朝阳橡胶有限公司、北京橡胶工业研究设计院、北京瑞达宇辰仪器有限公司、江苏明珠试验机械有限公司、江苏新真威试验机械有限公司、泰州市罡杨橡塑有限公司、上海法森检测技术有限公司、北京化工大学、东莞市科技咨询服务中心。

本部分主要起草人：杨文真、程洪方、朱毅、刘爱芹、李春香、苗亚芬、段青兵、李尚英、任绍文、麻天成、倪淑杰、许秋焕、栾德文、朱家顺、冯萍、杨向荣、葛红薇、陈家辉、纪雪华、谢君芳、李静、陈立芳、陈磊、包达飞、沈克会、阚智谦、孙志清、龚剑鸣、俞福熙、房志坚。

引 言

GB/T 1232.1—2016 中定义的门尼黏度,是被广泛采纳的橡胶特征参数之一。然而仅靠门尼黏度的结果还不能有效表征橡胶的其他流变性能。比如,门尼黏度不能反映生胶和未硫化橡胶的弹性特征^[2]。黏性和弹性的变化是相对独立的,因此,有必要研究一种可以包含两种特征参数测试的试验过程。

门尼黏度测试在特定的剪切速率下进行,并且胶料表现出与剪切速率相关的黏性。测试随剪切速率变化的橡胶门尼黏度所需的复杂测试设备已经具备。一般来讲,这类设备的操作复杂,测试结果解读困难,不适合作为当前的标准质量控制工具。

正如文献^[3]所述,在未硫化橡胶流变学中,门尼应力松弛与弹性效应相关。门尼应力松弛相对容易测量,且只需在标准门尼黏度测试结束后额外增加几秒钟的时间就能测得。门尼应力松弛率参数与门尼黏度相互独立。

门尼应力松弛结合常规的门尼黏度,可以更好地描述未混炼及混炼的未硫化橡胶的黏-弹特性^[14]。门尼应力松弛测试已被推荐为质量控制工具^{[4][5]}。

本部分所描述的门尼应力松弛短时间间隔测量方法是经过改进的评估程序。使用短时间间隔评估相比长时间间隔评估具有更好的再现性。

用短时间间隔方法,可以在门尼应力松弛试验中获得橡胶流变性能的一个主要参数——门尼应力松弛速率(MSR),即转矩随时间的衰减率^{[16][17][18][19]}。

门尼应力松弛率也曾被称做“斜率”,而“斜率”有时呈正值也有时呈负值。本部分所述方法使用一个特定的评估区间,参数结果始终为正值,并采用特定名称^{[6][7][8][15]}。

数据表明,尽管使用短时间评估间隔,本方法仍然可以区分具有不同高分子量组分的聚合物(EPDM)。

未硫化橡胶 用圆盘剪切黏度计进行测定

第 4 部分:门尼应力松弛率的测定

1 范围

GB/T 1232 的本部分规定了使用圆盘剪切黏度计测量生胶或未硫化混炼胶的应力松弛率(MSR)的方法,本方法通过门尼黏度的测量获得材料除黏性响应之外的弹性响应特征。

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 1232.1—2016 未硫化橡胶 用圆盘剪切黏度计进行测定 第 1 部分:门尼黏度的测定 (ISO 289-1:2014, IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

门尼应力松弛率 Mooney stress-relaxation rate

MSR

门尼黏度测试结束时转子停转后,在规定的时间内,转矩和时间的对数线性回归曲线斜率的绝对值。

注:门尼应力松弛率测试是一种时间跨度很宽的应力松弛测试,本测试在规定的松弛时间间隔内对聚合物的结构敏感。

4 原理

本试验是在门尼黏度测试结束后立刻进行门尼转矩衰减的测试。门尼黏度测试结束后转子突然停止旋转,记录转矩随时间的衰减关系。按照理论假设的幂律定律有效性,在短时间间隔内评估转矩的变化率。

5 设备

使用 GB/T 1232.1—2016 规定和校准的设备。此外,该设备圆盘应能在 0.1 s 的时间内停止旋转,为静止转子重置转矩零点至静态零点,并在转子停转之后至少每 0.2 s 记录一次转矩值。

注 1: 转子静止和旋转时的转矩零点不同。建议每次测量前将旋转转子的转矩零点重置。这也会导致在预热时出现负的转矩信号,如图 1。

注 2: 推荐使用隔离膜。隔离膜聚合物的类型和厚度对结果是有影响的。本部分是基于使用 20 μm 、DSC 峰值温度为 161 $^{\circ}\text{C}$ (第二次加热曲线)的聚丙烯薄膜。