

中华人民共和国国家标准

未硫化橡胶 用圆盘剪切粘度计进行测定 第1部分:门尼粘度的测定

GB/T 1232.1—2000
neq ISO 289-1:1994

代替 GB/T 1232—1992

Rubber, unvulcanized—Determinations using a shearing-disc
viscometer—Part 1: Determination of Mooney viscosity

1 范围

本标准规定了用圆盘剪切粘度计测定生胶或混炼胶门尼粘度的方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2941—1991 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间
(eqv ISO 471:1983, ISO 1826:1981)

GB/T 6038—1993 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程序(neq ISO/DIS 2393:1989)

GB/T 14838—1993 橡胶与橡胶制品 试验方法标准 精密度的确定(neq ISO/TR 9272:1986)

GB/T 15340—1994 天然、合成生胶取样及制样方法(idt ISO 1795:1992)

3 原理

本标准是在规定的试验条件下,使转子在充满橡胶的模腔中转动,测定橡胶对转子转动时所施加的转矩,并将规定的转矩作为门尼粘度的计量单位。

4 仪器

4.1 门尼粘度计由转子、模腔、加热控温装置和转矩测量系统组成。仪器的主要结构见图1,主要尺寸见表1。

表1 仪器主要部件的尺寸

mm

名 称	尺 寸	
	大	小
转子直径	38.10±0.03	30.48±0.03
转子厚度	5.54±0.03	
模腔直径	50.9±0.1	
模腔深度	10.59±0.03	

国家质量技术监督局 2000-07-31 批准

2001-03-01 实施

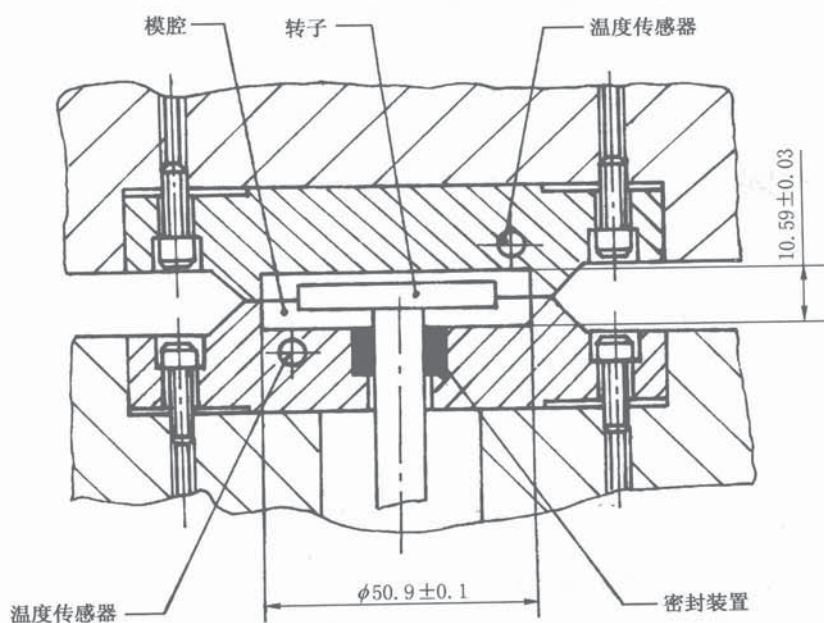


图1 圆盘剪切粘度计

4.2 转子

4.2.1 转子应由不易变形,无镀层,硬度不低于 60HRC 的淬火钢材制成。

4.2.2 转子表面有两组相互垂直的矩形截面沟槽,沟槽宽为 $0.80 \text{ mm} \pm 0.02 \text{ mm}$,深度为 $0.30 \text{ mm} \pm 0.05 \text{ mm}$,中心间距为 $1.60 \text{ mm} \pm 0.04 \text{ mm}$ 。转子侧面也有与轴线平行的沟槽,其深度、宽度及中心间距与表面上的相同。具体尺寸见图 2。

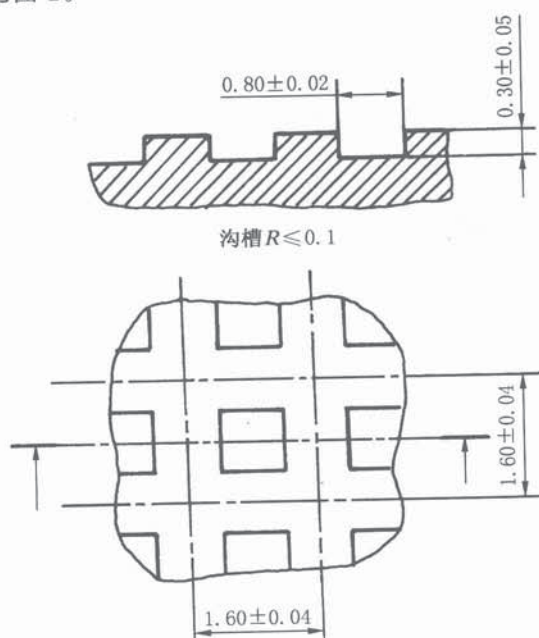


图2 带有矩形断面沟槽的转子

4.2.3 大转子应有 75 个垂直沟槽,小转子应有 60 个垂直沟槽。

4.2.4 转子与转子杆垂直固定,转子杆直径为 $10 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$,其长度应使模腔在闭合时转子上面的间隙与转子下面的间隙相差不超过 0.25 mm 。转子杆与下模孔间隙应足够小,以防止橡胶流出模腔。在该

处可使用 O 型圈或其他装置使其密封。

4.2.5 转子在工作期间,其偏心度或径向跳动不应超过 0.1 mm。

4.2.6 转子转动速度为 $0.209 \text{ rad/s} \pm 0.002 \text{ rad/s}$ ($2.00 \text{ r/min} \pm 0.02 \text{ r/min}$)。

4.2.7 试验中一般使用大转子,但试样的粘度较高时,允许使用小转子。两种转子所得的试验结果是不相等的,但是在比较橡胶性能时却能得出相同的结论。

4.3 模腔

4.3.1 构成模腔的上下模体是由不易变形,无镀层,硬度不低于 60 HRC 淬火钢材制成。

4.3.2 为了有良好的热传导,每个模体最好只用一块钢板制成。在其平整的表面上应具有辐射状的 V 形沟槽,以防止滑动。沟槽间隔为 20° ,上模体的沟槽应从直径为 47 mm 的外圆外延伸至直径为 7 mm 的内圆处,对下模应延伸至距中心孔 1.5 mm 处。沟槽均为 90° ,其角平分线垂直于表面,而且沟槽表面宽度为 $1.0 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$ (见图 3)。

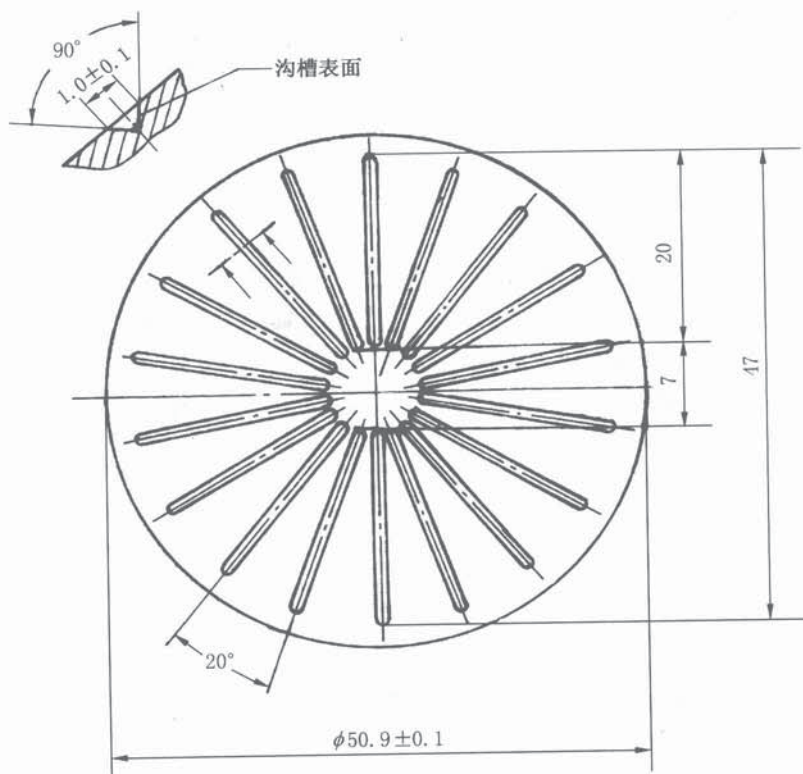


图 3 带有辐射状 V 形沟槽的模体

4.3.3 也可以使用与转子沟槽相同的模腔。两种模腔可能得出不同的试验结果^{1]}。

4.4 加热装置

4.4.1 加热控温系统应能使模腔温度恒定在试验温度 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 范围内。

4.4.2 试样放入模腔后,加热装置应能在 4 min 内使模腔温度恢复到试验温度的 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 范围内。

4.5 温度测量系统

4.5.1 试验温度定义为上下模体闭合时,空模腔内有转子情况下,达到恒定状态的温度。该温度是通过插入模腔的两个热电偶测量探极来测量的。如图 4 所示。

采用说明:

1] ISO 289-1:1994 无此规定。

4.5.2 为了控制对模腔的加热,上下模体均应放置温度传感器,以测量模体温度。传感器与模体要保持最佳接触。传感器的轴线到模体工作表面距离应保持 3 mm~5 mm,到转子的旋转轴距离应为 15 mm~20 mm(见图 1)。

4.5.3 热电偶测量探极和温度传感器的指示温度应精确到 $\pm 0.25^{\circ}\text{C}$ 。

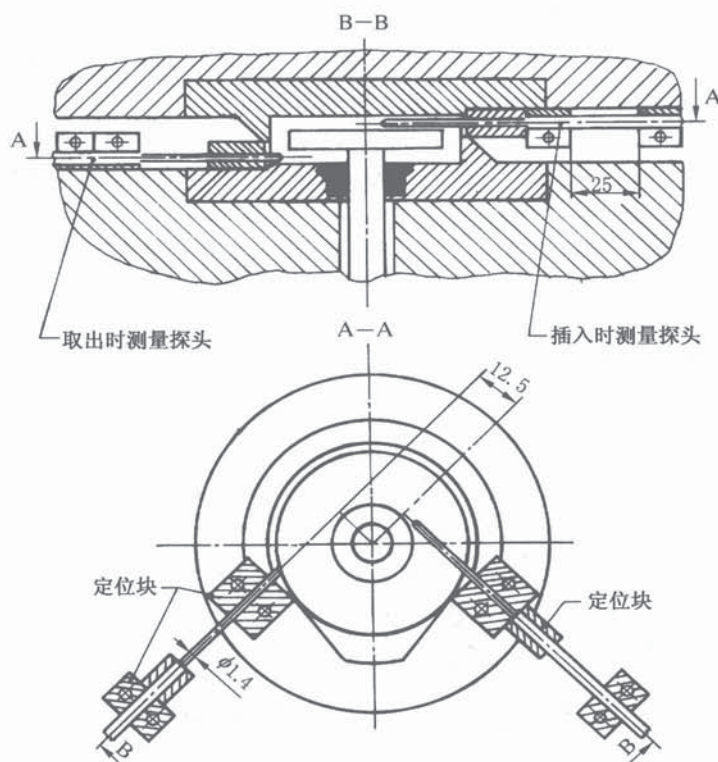


图 4 测量探头

4.6 模体闭合系统

4.6.1 可用液压、气动或机械方法来关闭并保持模腔闭合。在试验期间,模腔应保持 $11.5\text{ kN} \pm 0.5\text{ kN}$ 的压力。

4.6.2 当试样的粘度较高时,关闭模腔需要更大的压力,但至少在转子启动前 10 s,压力应降到 $11.5\text{ kN} \pm 0.5\text{ kN}$,并在整个试验过程中保持此压力。

4.6.3 无论用哪种方法闭合模腔,校准仪器时都应用厚度不大于 0.04 mm 的软纸放置在上下模闭合表面上,当模体闭合时软纸应压有均匀的、连续的印痕。若印痕不均匀,表明仪器调整不当或闭合表面有磨损,上下模体变形等。其中任何一种现象存在,都可能引起试验误差。

4.7 转矩的测量装置和校准

4.7.1 转子转动所需的转矩记录或指示在线性刻度盘上,以门尼值为表示单位。当转子空载运转时读数为零,对转子施加 $8.30\text{ N} \cdot \text{m} \pm 0.02\text{ N} \cdot \text{m}$ 的转矩时读数为 100 ± 0.5 。因此, $0.083\text{ N} \cdot \text{m}$ 的转矩相当于一个门尼值单位,当关闭模腔转子空载运转时,与零点的偏差应小于 ± 0.5 个门尼值单位。

4.7.2 如果粘度计装配有转子回弹装置,则应打开模腔进行零位校准,以防转子挤压上模腔。

4.7.3 粘度计的校准要在试验温度下进行。适合于大多数粘度计的校准方法如下:

将直径为 0.45 mm 容易弯曲的金属丝的一端固定在校准转子上,另一端连接校准砝码,使刻度盘上的读数校准至 100。在校准期间,转子以 0.209 rad/s 的速度运转,并且模腔内应达到规定的试验温度。

注

- 1 为了检查线性度,可分别对 25、50 和 75 门尼值单位刻度盘读数进行校准。
- 2 可用一个已标定门尼值的丁基胶样品来检查仪器是否工作正常,测量可在 100℃ 或 125℃ 温度下进行 8 min。

5 试样制备

5.1 试样的制备方法和试验前的试样调节都会影响门尼值,因此应严格按照测定方法中规定的程序进行。

5.2 生胶试样应按照 GB/T 15340 中的有关规定制备。混炼胶试样应按照 GB/T 6038 和有关橡胶材料标准规定的方法制备。

5.2.1 试样应由两个直径约为 50 mm,厚度约 6 mm 的圆形胶片组成,在其中一个胶片的中心打一个直径约 8 mm 的圆孔,以便转子插入。

5.2.2 应尽可能排除胶片中的气泡,以免在转子和模腔表面形成气穴。

5.2.3 试样应按 GB/T 2941 的规定在试验室温度下调节至少 30 min,并在 24 h 内进行试验。

6 试验温度和试验时间

除非在有关材料标准中另有规定,试验应在 $100^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 温度下进行 4 min。

7 试验步骤

7.1 把模腔和转子预热到试验温度,并使其达到稳定状态。

7.2 打开模腔,将转子插入胶片的中心孔内,并把转子放入模腔中,再把另一个胶片准确地放在转子上面,迅速关闭模腔预热试样。

注:测定低粘度或发粘试样时,可以在试样与模腔间衬以 0.03 mm 厚的聚酯薄膜,以便清除试验后的试样。这种薄膜的使用可能会影响试验结果。

7.3 试样预热 1 min 时,转子转动,其转动时间如第 6 章所述。如不是连续记录门尼值,则应在规定的读数时间前 30 s 内观察刻度盘上的门尼值,并将这段时间的最低值作为该试样的门尼值,精确到 0.5 门尼值单位。

7.4 对于仲裁试验,从规定的时间之前 1 min 至规定的时间之后 1 min,按 5 s 的时间间隔读取数值。通过周期波动的最低点或没有波动的所有点绘出一条光滑曲线。取曲线与规定时间相交点作为门尼值。如果使用记录装置,则按照描绘曲线所规定的同样方法,从曲线上读取门尼值。

7.5 为了检查试验时间内的温度情况,可将两个热电偶测量探头插入试样中。转子运转 3.5 min 时立即将两个探头插入,4 min 时读出两个温度的平均数,其平均数与试验温度的偏差应在 $0 \sim -1.0^{\circ}\text{C}$ 之间。

7.6 各粘度计之间,在试样中的温度梯度和热传导速度各不相同,特别是使用不同的加热方法时更是如此。所以使用不同粘度计时,试验期间试样达到相同温度之后才有可比性。通常在关闭模腔之后大约 10 min,才能达到这一条件。

8 试验结果表示

8.1 一般试验结果应按如下形式表示:

50ML(1+4)100℃

式中:50M——粘度,以门尼值为单位;

L——大转子;

1——预热时间,1 min;

4——转动时间,4 min;

100℃——试验温度。

8.2 测定值精确到 0.5 个门尼值,试验结果取整数位^{1]}。

8.3 用不少于两个试验结果的算术平均值表示样品的门尼值。两个试验结果的差值不得大于 2 个门尼值,否则应重复试验^{2]}。

9 精密度^{3]}

关于重复性和再现性的精密度计算按照 GB/T 14838 进行。该标准表述了精密度的概念和术语。附录 A(提示的附录)给出了重复性和再现性的应用指南。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

a) 试验样品的详细说明和标志,包括:

- 1) 来源;
- 2) 如为混炼胶,则报告混炼胶的详细情况。

b) 试样制备的详细情况。

c) 所用仪器的详细情况,包括:

- 1) 所用仪器型号及仪器的制造厂名;
- 2) 转子规格(大转子或小转子)。

d) 试验条件的详细说明,包括:

- 1) 试验温度;
- 2) 预热时间(如果不是 1 min);
- 3) 运转时间;
- 4) 模腔闭合力(如果不是 11.5 kN)。

e) 门尼值。

f) 试验日期。

采用说明:

1] ISO 289-1:1994 无此规定。

2] ISO 289-1:1994 无此规定。

3] ISO 289-1:1994 在本章节中有精密度计划内容和结果,本标准删去此内容。

附录 A

(提示的附录)

精密度结果使用指南

A1 使用精密度结果的一般程序如下,用符号 $|X_1 - X_2|$ 表示任何两次测量值的正差。

A2 查相应的精密度表(无论所考虑的是什么试验参数),在测得产权数的平均值与正在研究的试验数据平均值最近处画一横线,该线将给出判断过程中所用的相应的 r 、 (r) 、 R 或 (R) 。

A3 用下列一般重复性陈述和相应的 r 和 (r) 值可用来判定精密度。

A3.1 绝对差:在正常操作的试验程序下,用标牌相同材料的样品得到的两个试验平均值的差 $|X_1 - X_2|$,平均每20次中不得多于一次超过表列重复性 r 。

A3.2 两个试验平均值间的百分数差:在正常和正确的试验程序下,在标牌相同材料的样品得到两个试验值间的百分数偏差:

$$\lceil |X_1 - X_2| / (X_1 + X_2) / 2 \rceil \times 100$$

平均20次中不得多于一次超过表列重复性 (r) 。

A4 可用下列一般再现性陈述和相应的 R 和 (R) 值来判定精密度。

A4.1 绝对差:在两个实验室用正常和正确的试验程序,在标牌相同的材料的样品得到两个独立测量的试验平均值间绝对差 $|X_1 - X_2|$,平均20次中不得多于一次超过表列再现性 R 。

A4.2 两个试验平均值的百分数差:在两个实验室用正常和正确的试验程序,在标牌相同材料的样品上得到两个独立测量的试验平均值的百分数偏差:

$$\lceil |X_1 - X_2| / (X_1 + X_2) / 2 \rceil \times 100$$

平均20次中不得多于一次超过表列再现性 (R) 。