



中华人民共和国国家标准

GB/T 11546.1—2008/ISO 899-1:2003
代替 GB/T 11546—1989

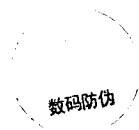
塑料 蠕变性能的测定 第 1 部分：拉伸蠕变

Plastic—Determination of creep behaviour—
Part 1: Tensile creep

(ISO 899-1:2003, IDT)

2008-08-04 发布

2009-04-01 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 11546《塑料 蠕变性能的测定》分为两个部分：

- 第 1 部分：拉伸蠕变；
- 第 2 部分：三点弯曲蠕变。

本部分为 GB/T 11546 的第 1 部分。

本部分等同采用 ISO 899-1:2003《塑料——蠕变性能的测定——第 1 部分：拉伸蠕变》(英文版)。

本部分代替 GB/T 11546—1989《塑料拉伸蠕变测定方法》。

本部分与 GB/T 11546—1989 相比主要变化如下：

- 增加了标称伸长、标称拉伸蠕变应变、标称拉伸蠕变模量的定义和计算公式及应用领域(1.3 和 3.4、3.6、3.8)；
- 计算总载荷时应包括预载荷(6.5.2)；
- 增加温度和湿度控制记录的具体要求(6.8)；
- 在结果表示中增加了三维表示的要求(7.2.4)；
- 增加了附录 A。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

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、天津大学。

本部分参加起草单位：国家合成树脂质量监督检验中心、国家化学建筑材料测试中心(材料测试部)、国家塑料制品质检中心(福州)、国家石化有机原料合成树脂质检中心、广州金发科技股份有限公司。

本部分主要起草人：王晓丽、陈宏愿、李景庆、宋文、高雪艳、许越崢、魏若奇、王建东、李建军。

本部分于 1989 年首次发布。

塑料 蠕变性能的测定

第 1 部分:拉伸蠕变

1 范围

1.1 GB/T 11546 的本部分规定了在预处理、温度和湿度等给定条件下测定塑料标准试样拉伸蠕变的方法。

1.2 本部分规定的方法适用于硬质和半硬质的非增强、填充和纤维增强的塑料材料(定义见 GB/T 2035—2008),适用于直接模塑的哑铃形试样或从薄片或模塑制品机加工所得的试样。

1.3 本部分规定的方法可为工程设计、研究和开发提供数据。工程设计用数据需要用引伸计对试样标线间距离进行测量,研究或质量控制用数据可以依据夹具间距离变化(标称伸长)进行计算。

1.4 拉伸蠕变随着试样制备、试样尺寸和试验环境的不同将发生很大改变。试样的热历史也可对试样的蠕变行为产生深远影响(见附录 A)。因此,如需精确比较结果,应仔细控制这些因素。

1.5 如拉伸蠕变性能用于工程设计,则应在较大范围的内应力、时间和环境条件下对塑料材料进行试验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 11546 的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 1034—2008 塑料 吸水性的测定(ISO 62:2008, IDT)

GB/T 1040.1—2006 塑料 拉伸性能的测定 第 1 部分:总则(ISO 527-1:1993, IDT)

GB/T 1040.2—2006 塑料 拉伸性能的测定 第 2 部分:模塑和挤塑塑料的试验条件(ISO 527-2:1993, IDT)

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

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

GB/T 19467.1—2004 塑料 可比单点数据的获得和表示 第 1 部分:模塑材料(ISO 10350-1:1998, IDT)

ISO 11403-1:2001 塑料——可比多点数据的获得和表示——第 1 部分:力学性能

3 术语和定义

GB/T 2035—2008 确立的以及下列术语和定义适用于本部分。

3.1

蠕变 creep

恒定应力下应变随时间的增加。

3.2

初始应力 initial stress

σ

标距间单位初始横截面积上的拉伸载荷,单位为兆帕(MPa)。按式(1)计算:

$$\sigma = \frac{F}{A} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

F ——载荷,单位为牛顿(N);

A ——试样标距间初始横截面积,单位为平方毫米(mm²)。

3.3

伸长 extension

$(\Delta L)_t$

时刻 t 时标线间距离的增量,单位为毫米(mm)。按式(2)计算:

$$(\Delta L)_t = L_t - L_0 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

L_t ——试验中任一给定时刻 t 时的标距,单位为毫米(mm);

L_0 ——预加载后、加载前试样的初始标距,单位为毫米(mm)。

3.4

标称伸长 nominal extension

$(\Delta L^*)_t$

夹具间距离的增量,单位为毫米(mm)。按式(3)计算:

$$(\Delta L^*)_t = L_t^* - L_0^* \dots\dots\dots(3)$$

式中:

L_t^* ——试验中任一给定时刻 t 时的夹具间距离,单位为毫米(mm);

L_0^* ——预加载后、加载前试样的夹具间初始距离,单位为毫米(mm)。

3.5

拉伸蠕变应变 tensile-creep strain

ϵ_t

蠕变试验中任一给定时间由施加载荷产生的伸长与初始标距之比。无量纲或以百分数表示。按式(4)计算:

$$\epsilon_t = \frac{(\Delta L)_t}{L_0} \dots\dots\dots(4)$$

3.6

标称拉伸蠕变应变 nominal tensile-creep strain

ϵ_t^*

蠕变试验中任一给定时刻由于施加载荷产生的标称伸长与夹具间初始距离之比。无量纲或以百分数表示。按式(5)计算:

$$\epsilon_t^* = \frac{(\Delta L^*)_t}{L_0^*} \dots\dots\dots(5)$$

3.7

拉伸蠕变模量 tensile-creep modulus

E_t

初始应力与拉伸蠕变应变之比,计算方法见 7.1.1。

3.8

标称拉伸蠕变模量 nominal tensile-creep modulus

E_t^*

初始应力与标称拉伸蠕变应变之比,计算方法见 7.1.2。

3.9

等时应力-应变曲线 isochronous stress-strain curve

施加试验载荷后,在某规定时刻直角坐标中应力对蠕变应变的曲线。

3.10

破断时间 time to rupture

试样从加满载荷到破断所经历的时间。

3.11

蠕变强度极限 creep-strength limit

在给定温度和相对湿度下,在规定时刻 t 时刚好导致破断的初始应力($\sigma_{B,t}$)或产生规定形变的初始应力($\sigma_{\epsilon,t}$)。

3.12

蠕变恢复 recovery from creep

试样完全卸载后,任一给定时刻应变的减小,用卸载后试样应变减小与卸载时应变之比表示。

4 仪器

4.1 夹具

夹具应尽可能保证加载轴线与试样纵轴方向一致。确保试样只承受单一应力,可认为试样受载部分所受应力均匀分布在垂直于加载方向的横截面上。

建议使用加载前就能将试样对中固定的夹具。升高载荷时,试样和夹具不允许有任何位移,自锁夹具不适合本试验。

4.2 加载系统

加载系统应保证能平稳施加载荷,不产生瞬间过载,并且施加的载荷在所需载荷的 $\pm 1\%$ 以内。在蠕变破断试验中,应采取措施防止试样破断时产生的振动传递到相邻的加载系统。加载机构应能施加快速、平稳和重复性载荷。

4.3 伸长测量装置

伸长测量装置由能够测量载荷下试样标距伸长量或夹具间距离伸长量的非接触式或接触式装置构成,此装置不应通过力学效应(如不应有的变形、缺口)、其他物理效应(如加热试样)或化学效应对试样性能产生影响。

使用非接触式(光学)装置测量应变时,应使试样纵轴垂直于测量装置的光轴。为测定试样长度伸长,应使用引伸计记录夹具间距离变化。伸长测量装置的精确度应在 ± 0.01 mm 以内。

对于蠕变破断试验,建议使用按测高仪原理制成的非接触式光学系统测量伸长。最好能自动指示试样破断时间。应采用刻有标记的(金属)夹子或者惰性耐热漆在试样上标出标距。

只有受试材料允许使用电阻应变计所用的粘接剂时,以及蠕变持续时间较短时,电阻应变计才能适用。

4.4 计时器

精确至 0.1%。

4.5 测微计

测量试样厚度和宽度,精确至 0.01 mm 或更小。

5 试样

使用相关材料标准或 GB/T 1040.2—2006 中规定的测定拉伸性能的试样。

6 步骤

6.1 状态调节和试验环境

按照材料标准的规定对试样进行状态调节。若材料标准中未规定,且相关方未协商一致,应使用 GB/T 2918—1998 中最适宜的一组状态调节条件。

蠕变性能不仅受试样的热历史影响,而且受状态调节时的温度和湿度影响。如果试样未达到湿度平衡,蠕变将会受到影响。当试样过于干燥,由于吸水会产生正应变;而当试样过于潮湿,由于脱水会产生负应变。推荐状态调节时间大于 t_{90} (见 GB/T 1034—2008)。

除非相关方协商一致,如在高温或低温下试验,则应在与状态调节相同的环境下进行试验。应保证试验时间内温度偏差在 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内。

6.2 测量试样尺寸

按 GB/T 1040.1—2006 中 9.2 规定测量状态调节后的试样尺寸。

6.3 安装试样

将状态调节后并已测量尺寸的试样安装在夹具上,并按要求安装伸长测量装置。

6.4 选择应力值

选择与材料预期应用相当的应力值,并按 3.2 中规定的公式计算施加在试样上的载荷。

若规定初始应变值,应力值可以用材料的杨氏模量计算(见 GB/T 1040.1—2006)。

6.5 加载步骤

6.5.1 预加载

如为消除试验中传动装置的齿间偏移,可在增加试验负荷前向试样施加预载荷,但应保证预加载不对试验结果产生影响。夹好试样后,待温度和相对湿度平衡时方可预加载,再测量标距。保证预加载过程中预载荷不变。

6.5.2 加载

向试样平稳加载,加载过程应在 $1\text{ s}\sim 5\text{ s}$ 内完成。某种材料的一系列试验应使用相同的加载速度。计算总载荷(包括预载荷)作为试验载荷。

6.6 测量伸长

记录试样加满载荷点作为 $t=0$ 点,若伸长测量不是自动和(或)连续记录的,则要求按下列时间间隔测量应变:

1 min, 3 min, 6 min, 12 min, 30 min;

1 h, 2 h, 5 h, 10 h, 20 h, 50 h, 100 h, 200 h, 500 h, 1 000 h 等。

如认为时间点太宽,应提高读数频率。

6.7 测量时间

测量每个蠕变试验的总时间,准确至 $\pm 0.1\%$ 或 $\pm 2\text{ s}$ 以内(应小于此公差)。

6.8 控制温度和湿度

若温度和相对湿度不是自动记录的,开始试验时应记录,最初一天至少测三次。当在规定时间内试验条件是稳定的,可以不再频繁检查温度和相对湿度(至少每天一次)。

6.9 测量蠕变恢复率(可选)

试验超过预定时间而试样不破断,应迅速平稳卸去载荷。使用与蠕变测量中相同的时间间隔测量恢复率。

7 结果表示

7.1 计算法

7.1.1 拉伸蠕变模量, E_t

拉伸蠕变模量单位为兆帕(MPa)。按式(6)计算:

$$E_t = \frac{\sigma}{\varepsilon_t} = \frac{FL_0}{A(\Delta L)_t} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- F ——载荷,单位为牛顿(N);
- L_0 ——初始标距,单位为毫米(mm);
- A ——试样初始横截面积,单位为平方毫米(mm²);
- $(\Delta L)_t$ ——时间 t 时的伸长,单位为毫米(mm)。

7.1.2 标称拉伸蠕变模量, E_t^*

标称拉伸蠕变模量单位为兆帕(MPa)。按式(7)计算:

$$E_t^* = \frac{\sigma}{\varepsilon_t^*} = \frac{FL_0^*}{A(\Delta L^*)_t} \dots\dots\dots(7)$$

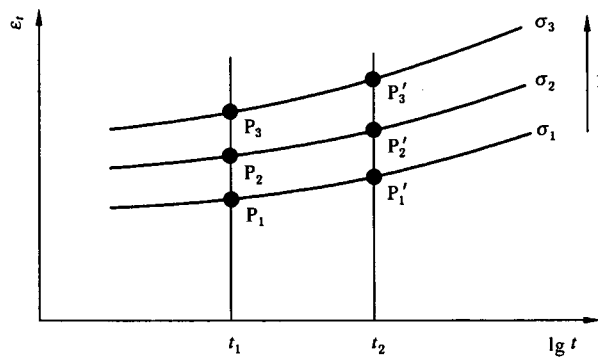
式中:

- F ——载荷,单位为牛顿(N);
- L_0^* ——夹具间初始距离,单位为毫米(mm);
- A ——试样初始横截面积,单位为平方毫米(mm²);
- $(\Delta L^*)_t$ ——时间 t 时标称伸长,单位为毫米(mm)。

7.2 图解法

7.2.1 蠕变曲线

如果试验是在不同温度下进行的,那么原始数据将按每一温度表示为一系列拉伸蠕变应变对时间对数的蠕变曲线,每条曲线代表所用的某一初始应力(见图 1)。



1——应力增加。

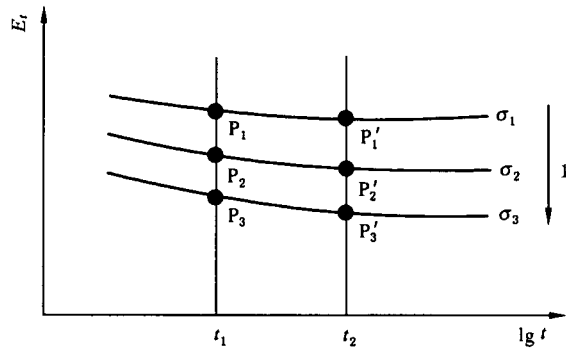
图 1 蠕变曲线

数据也可用其他方式如 7.2.2 和 7.2.3 描述,可为所需的特定用途提供信息。

7.2.2 蠕变模量-时间曲线

对每一个所用的初始应力,可画出按 7.1 计算出的拉伸蠕变模量对时间对数的曲线(见图 2)。

如果试验是在不同温度下进行的,对每一温度绘出一组曲线。



1——应力增加。

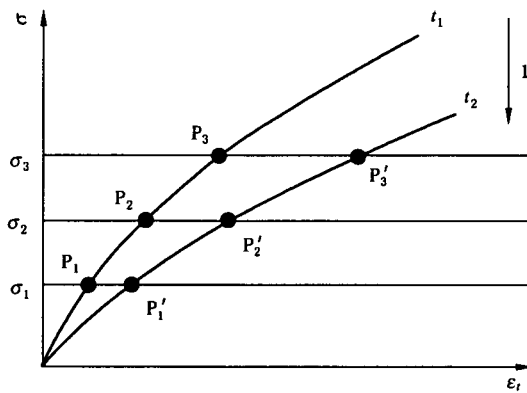
图 2 蠕变模量-时间曲线

7.2.3 等时应力-应变曲线

等时应力-应变曲线是施加试验载荷后,在某规定时刻直角坐标中应力对蠕变应变的曲线。通常绘制载荷下 1 h, 10 h, 100 h, 1 000 h 和 10 000 h 几条曲线。由于每一蠕变试验在每一曲线上只绘出一个点,因此有必要在至少三个不同的应力下进行试验,以得到等时曲线。

要从图 1 所示的一系列蠕变曲线上得到负荷下某一特定时间(如 10 h)的等时应力-应变曲线,可从每一蠕变曲线上读出 10 h 时的应变,然后在直角坐标中标出对应于应力值(y 轴)的应变值(x 轴)。对其他时间重复这些步骤以得到一系列等时曲线(见图 3)。

如果试验是在不同温度下进行的,对每一温度绘出一组曲线。



1——时间增加。

图 3 等时应力-应变曲线

7.2.4 三维表示

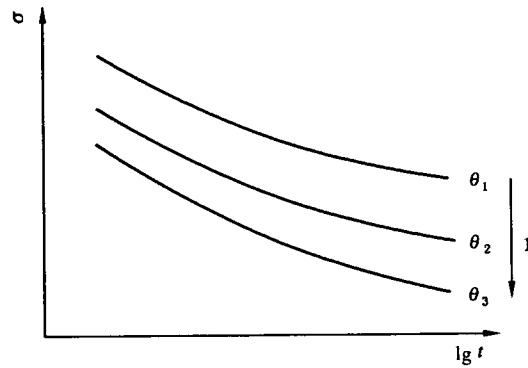
由原始蠕变试验数据导出的不同类型曲线(见图 1~图 3)之间存在着 $\epsilon = f(t, \sigma)$ 关系。这种关系可用三维空间中的平面表示(见参考文献[1])。

由原始蠕变试验数据导出的所有曲线构成该平面的要素。由于测量中存在固有的试验误差,实际测量的点通常不落在曲线上而恰好偏离这些曲线。

因此, $\epsilon = f(t, \sigma)$ 平面可由构成它的若干曲线产生,但通常需要进行曲线回归处理,使用计算机技术更加迅速和可靠。

7.2.5 蠕变破断曲线

蠕变破断曲线可预测任何应力下发生破断的时间。这可以绘制成应力对时间对数(见图 4)或应力对数对时间对数曲线。



1——温度增加；
 t ——破断时间。

图 4 蠕变断裂曲线

7.3 精密度

因未获得实验室间数据,本试验方法的精密度尚不可知。待得到实验室间数据后,将在下次修订中增加有关精密度的内容。

8 试验报告

试验报告应包括如下项目:

- a) 注明采用本标准;
- b) 受试材料的详细说明,包括材料组成、制备、生产厂家、商品名、牌号、生产日期、模塑类型和退火的信息;
- c) 试样尺寸;
- d) 试样制备方法;
- e) 试样主轴方向(由制品尺寸或材料取向推断出);
- f) 状态调节和试验环境条件;
- g) 计算的拉伸蠕变模量 E_t 或标称拉伸蠕变模量 E_t^* ;
- h) 按 7.2 描述的一条或多条曲线或表格表示每一试验温度下的蠕变试验数据;
- i) 如进行恢复率测定,报告试样卸荷后应变-时间关系(见 6.9)。

附录 A

(资料性附录)

物理老化对聚合物蠕变的影响

A.1 概述

低温时聚合物分子运动较慢,其松弛时间往往长于该温度下聚合物的存放时间,而在高温条件下,聚合物分子运动较快,松弛时间会明显缩短。因此,聚合物从高温降至低温的过程中会发生物理老化,即在一个较长时间范围内,聚合物结构会相应于温度的降低而发生演变,如分子形态重构、分子有序化堆砌等,直到聚合物结构达到低温存放条件下的平衡态。在上述物理老化过程中,聚合物分子运动能力随温度降低而逐步减弱,即使当温度恒定于低温存放条件时,聚合物分子运动能力还会进一步减弱。所以,在一定应力下聚合物的蠕变形变会依赖于其物理老化过程,且物理老化越充分,蠕变越慢。

物理老化对聚合物蠕变的影响可如图 A.1 所示。图 A.1 给出了不同老化程度聚氯乙烯(PVC)试样的蠕变曲线,其中全部 PVC 试样均在施加载荷前由 85 °C (接近玻璃化转变温度 T_g) 迅速降温至 23 °C 并保温一定时间 t_c ,各试样的物理老化程度即用 t_c 描述。由图 A.1 可见,PVC 试样在低温保存时间 t_c 越长,其蠕变曲线沿时间轴向长蠕变时间方向的偏移越大。

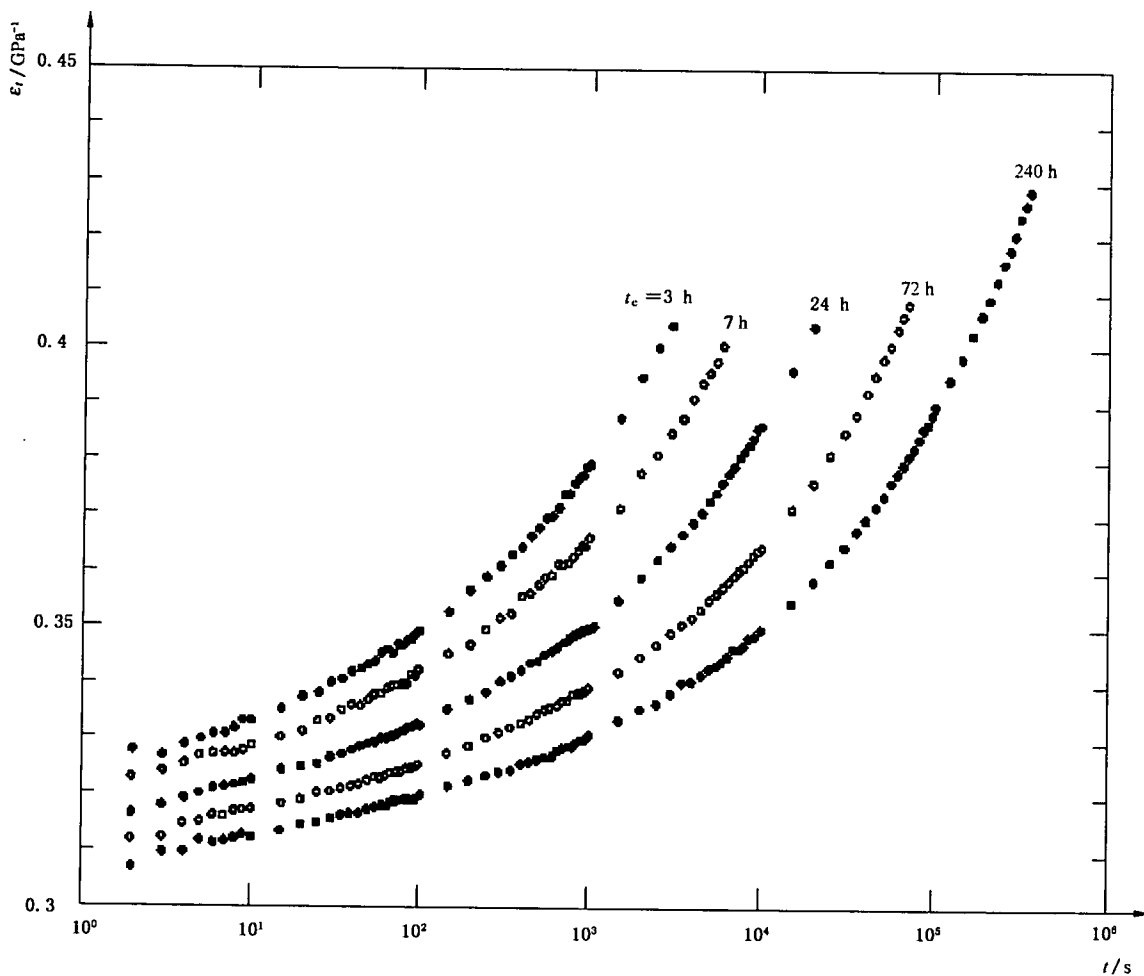


图 A.1 由 85 °C 迅速降温至 23 °C 并恒温 t_c 的 PVC 物理老化试样的蠕变曲线

A.2 高温蠕变

若将聚合物在低温条件下存放一定时间,然后再升高温度测定其蠕变行为,则物理老化对蠕变行为的影响会更加复杂。因为聚合物在低温存放过程中发生的物理老化,在升温至测试温度的过程中会发生一定程度的逆转,而逆转的程度取决于升温幅度的大小和升温过程中所发生的物理老化行为。当该升温过程中聚合物试样的表观(有效)物理老化程度降低时,高温条件会再度激活聚合物的物理老化过程。与聚合物在低温存放时发生的物理老化过程一样,该再度激活的物理老化过程所持续时间的长短,取决于所采用的测试条件。基于温度升高可引起上述聚合物物理老化状态的变化,在高于存放温度的测试温度下,聚合物的蠕变行为依赖于试样在施加载荷前于测试温度下停留时间的长短。

上述聚合物的热历史所产生对聚合物蠕变行为的影响见图 A.2 和图 A.3 所示。图 A.2 中,各试样被加热至试验温度 44 °C 前,在 23 °C 下存放时间 t_{e1} 均为 200 h,升温至 44 °C 后保温不同时间 t_{e2} ,施加载荷并测定其蠕变曲线,结果发现,即便试样在环境温度下经过相对较长的存放时间 t_{e1} ,其蠕变行为仍强烈依赖于测试温度下的保温时间 t_{e2} 。

图 A.3 中,除了聚合物试样在 23 °C 下的存放时间 t_{e1} 为一年以上之外,所采用蠕变曲线的其他测定条件与图 A.2 中相同。随 PVC 试样在测试温度 44 °C 下保温时间 t_{e2} 的增加,蠕变曲线沿时间轴向较短蠕变时间偏移,表明试样的老化程度随 t_{e2} 增加逐步降低,这是因为,在加热升温前的低温存放过程中,试样发生物理老化时产生了更大程度上的结构改变。

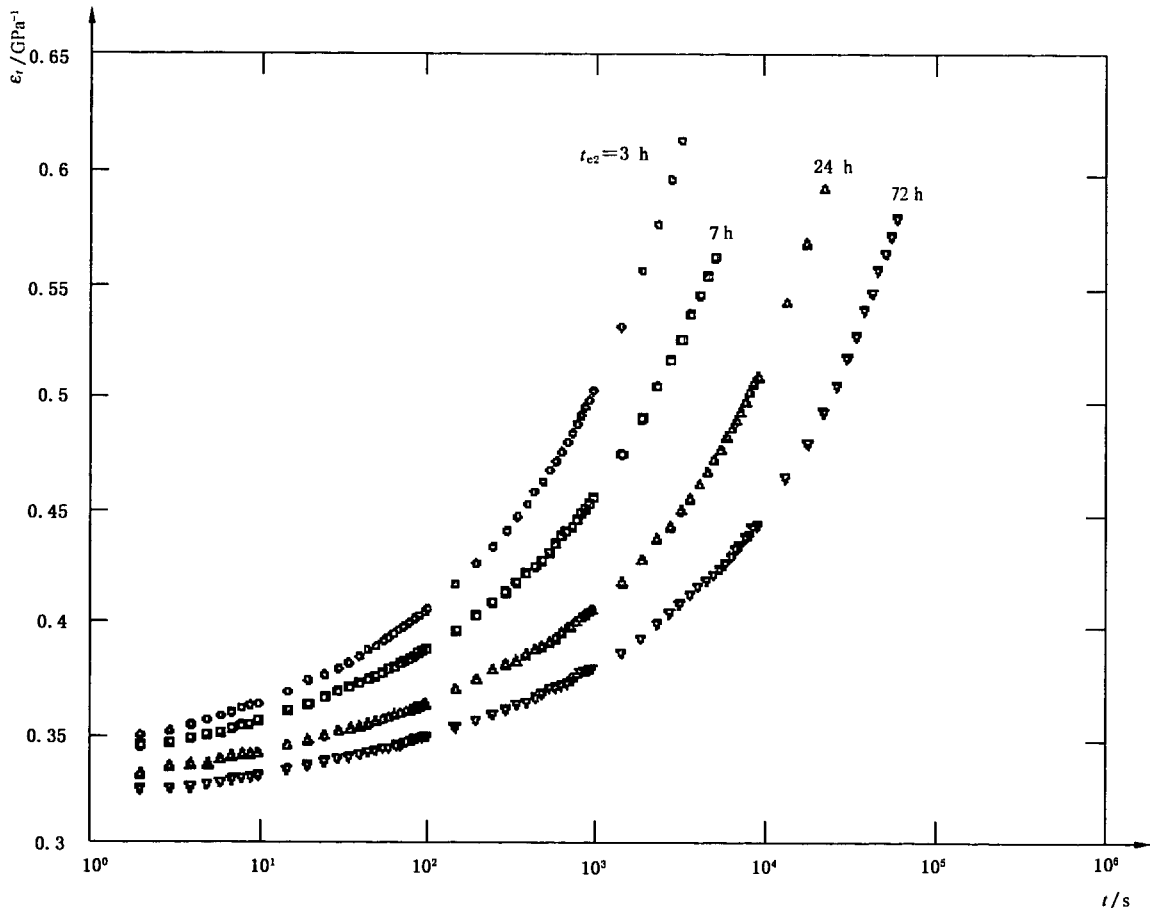


图 A.2 由 23 °C 加热至 44 °C 并保温不同时间 t_{e2} 的 PVC 试样蠕变曲线
(试样加热前已在 23 °C 下存放 200 h)

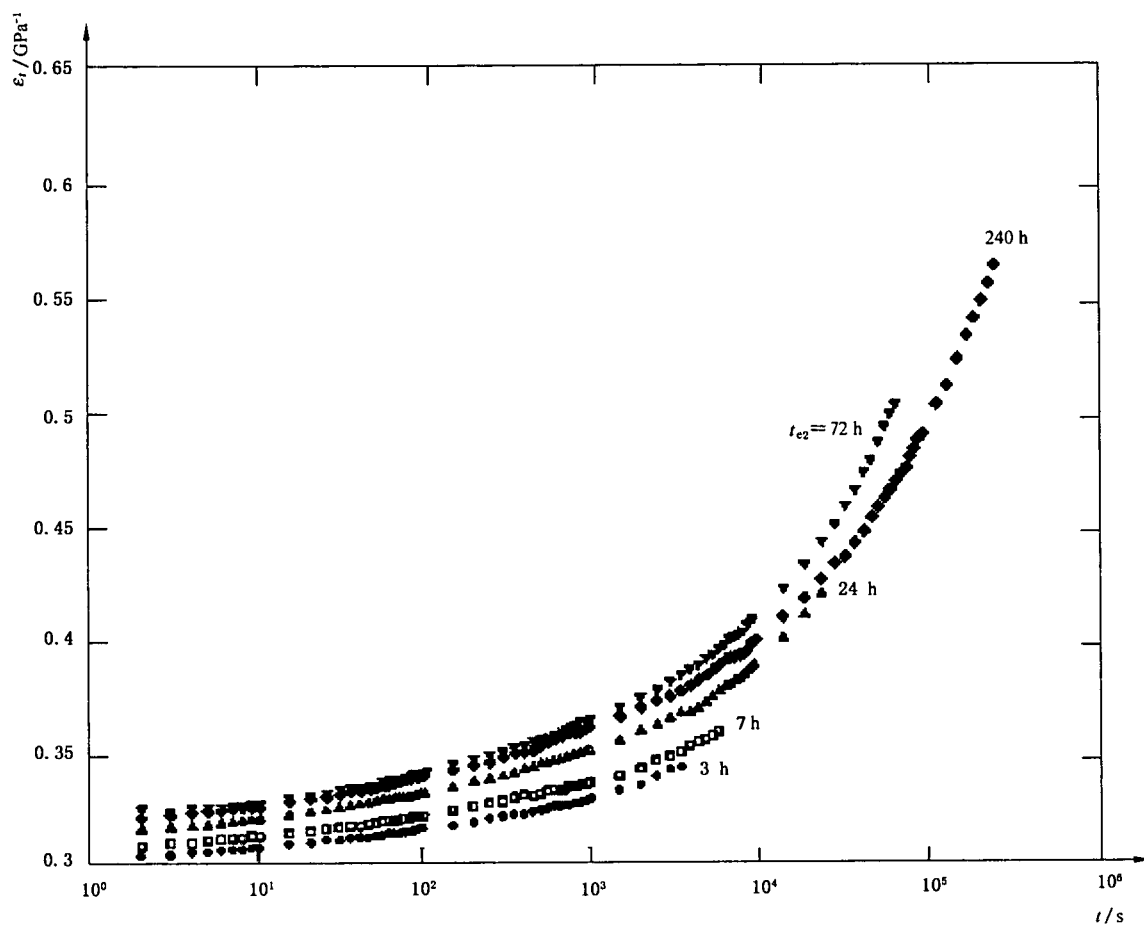


图 A.3 由 23 °C 加热至 44 °C 并保温不同时间 t_{e2} 的 PVC 试样蠕变曲线
(试样加热前已在 23 °C 下存放 1 a)

参 考 文 献

- [1] TURNER, S. , Creep in thermoplastics—Preliminary concepts and definitions, British Plastics, June(1964), 322-324.
- [2] LEHMANN, J. , Zeitstandverhalten von PMMA in der Freibewitterung und im Normklima, V15 in 27. Jahrestagung der GUS, 18th March 1998, ISBN 3-9806167-0-3.
-