



中华人民共和国国家标准

GB/T 11546.2—2022

塑料 蠕变性能的测定 第2部分：三点弯曲蠕变

Plastics—Determination of creep behaviour—
Part 2: Flexural creep by three-point loading

(ISO 899-2:2003, MOD)

2022-12-30 发布

2023-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为 GB/T 11546《塑料 蠕变性能的测定》的第 2 部分。GB/T 11546 已经发布了以下部分：

——第 1 部分：拉伸蠕变；

——第 2 部分：三点弯曲蠕变。

本文件修改采用 ISO 899-2:2003《塑料 蠕变性能的测定 第 2 部分：三点弯曲蠕变》。

本文件与 ISO 899-2:2003 的技术差异及其原因如下：

——用规范性引用的 GB/T 2035 代替了 ISO 472:1999(见第 3 章)，以适应我国的技术条件；

——更改了计时器、测微计、游标卡尺的精度要求(见 4.4~4.6)，以使标准仪器要求规范；

——用规范性引用的 GB/T 9341 代替了 ISO 178:2001(见第 5 章、6.2)，以适应我国的技术条件；

——用规范性引用的 GB/T 2918 代替了 ISO 291:2008(见 6.1)，以适应我国的技术条件；

——用规范性引用的 GB/T 1034 代替了 ISO 62:2008(见 6.1)，以适应我国的技术条件。

本文件做了下列编辑性改动：

——纳入了 ISO 899-2:2003/Amd.1:2015 的修正内容，所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直双线(∥)进行了标示；

——增加了图 1 的标引序号说明；

——删除了 4.1 中与后文重复的内容；

——增加了 6.2 公式的序号，后续的公式序号依次进行了修改。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国塑料标准化技术委员会(SAC/TC 15)归口。

本文件起草单位：北京燕山石化高技术有限责任公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、广州恒佳精工科技有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、厦门银都利工业有限公司、承德市精密试验机有限公司、青岛中新华美塑料有限公司、山东道恩高分子材料股份有限公司、华峰集团有限公司、东莞市隆得鞋材有限公司、广州质量监督检测研究院、聊城大学、北京市科学技术研究院分析测试研究所(北京市理化分析测试中心)、吉林省产品质量监督检验院、广东仕诚塑料机械有限公司、江门市德众泰工程塑胶科技有限公司、广东奇德新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：贺冲、者东梅、谢飞鹏、刘力荣、向梅、王新华、郭彬、王晓丽、赵磊、王晓华、朱文成、陈伟力、滕谋勇、郭霞、李尚禹、郭迎迎、张春华、金良文、饶德生。

引 言

GB/T 11546《塑料 蠕变性能的测定》是测定塑料材料蠕变性能的方法标准,为塑料产品性能测定提供了支撑。目前,GB/T 11546.1 已等同采用 ISO 899-1,为此修改采用 ISO 899-2,制定 GB/T 11546.2。GB/T 11546 由两个部分构成。

——第 1 部分:拉伸蠕变。目的在于确立适用于测定塑料试样拉伸蠕变性能的方法。

——第 2 部分:三点弯曲蠕变。目的在于确立适用于测定塑料试样三点弯曲蠕变性能的方法。

目前,我国聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯等树脂的试样制备和性能测定标准中都将拉伸蠕变性能作为表征和评价树脂材料的一个重要的测试项目。但国内还没有弯曲蠕变的标准试验方法,无法进行弯曲蠕变的测试,因此,按照 ISO 899-2 进行国际标准转化是必要的。以此为基础,企业得到科学合理的蠕变性能数据,在产品研究和塑料构件设计中具有相当重要的意义。

塑料 蠕变性能的测定

第2部分：三点弯曲蠕变

1 范围

本文件描述了在给定预处理、温度和湿度等条件下测定塑料标准试样弯曲蠕变的方法。

本文件仅适用于两端自由支撑、中心加荷的试验(三点弯曲试验)。本文件适用于非增强、填充和纤维增强的硬质和半硬质塑料材料,本文件适用于规定尺寸的模塑试样、多用途试样中部机加工的试样,或从成品或半成品如模塑件、挤出或浇铸板材经机加工的试样。

注1:由于纤维取向的不同,本文件可能不适用于某些纤维增强材料。

注2:弯曲蠕变随着试样制备、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较大影响(见附录A)。

本文件不适用于硬质泡沫塑料的弯曲蠕变性能测定。

本文件描述的方法可为工程设计、研究和开发提供数据。如用于工程设计,则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

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 1034 塑料 吸水性的测定(GB/T 1034—2008,ISO 62:2008,IDT)

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

GB/T 2918 塑料 试样状态调节和试验的标准环境(GB/T 2918—2018,ISO 291:2008,MOD)

GB/T 9341 塑料 弯曲性能的测定(GB/T 9341—2008,ISO 178:2001,IDT)

3 术语和定义

GB/T 2035 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

蠕变 creep

恒定应力下应变随时间的延长而增加的现象。

[来源:GB/T 2035—2008,定义 2.229,有修改]

3.2

弯曲应力 flexural stress

σ

试样跨度中心外表面的应力。

注:单位为兆帕(MPa)。

[来源:GB/T 2035—2008,定义 2.413,有修改]

3.3

挠度 deflection

s_t

在弯曲过程中,试样跨度中心的顶面或底面偏离原始位置的距离。

注:单位为毫米(mm)。

3.4

弯曲蠕变应变 flexural-creep strain

ϵ_t

蠕变试验中任一给定时间 t 时,由应力产生的试样表面应变。

注:单位无量纲或以百分数表示。

3.5

弯曲蠕变模量 flexural-creep modulus

E_t

弯曲应力与弯曲蠕变应变之比。

注:单位为兆帕(MPa)。

3.6

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

施加试验载荷后,在某规定时间直角坐标中应力对蠕变应变的曲线。

3.7

破坏时间 time to rupture

试样从加满载荷到破坏所经历的时间。

3.8

蠕变强度极限 creep-strength limit

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

3.9

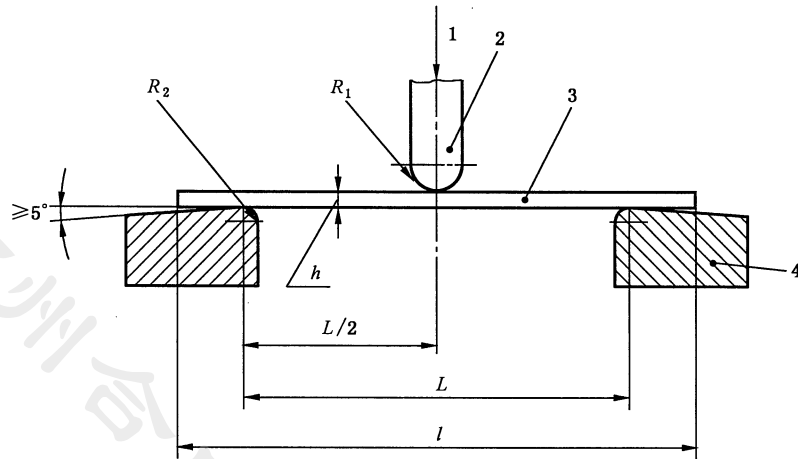
跨度 span

L

试样和支座接触点间的初始距离。

4 仪器

4.1 试验机架。试验机架由两个支座的刚架组成,试样放置在两个支座上。两个支座和中心压头的位置情况见图 1,试验机架应保持水平,且在跨度中心施加恒定载荷时,试样下方应有足够的空间允许试样弯曲。压头半径 R_1 尺寸和支座半径 R_2 尺寸应符合表 1 的要求。



标引序号说明：

- 1 —— 施加力；
- 2 —— 压头；
- 3 —— 试样；
- 4 —— 支座；
- R_2 —— 支座半径；

- R_1 —— 压头半径；
- h —— 试样厚度；
- L —— 支座间跨距的长度；
- l —— 试样长度。

图 1 支座和中心压头的位置示意图

表 1 压头半径 R_1 和支座半径 R_2 尺寸

单位为毫米

试样厚度	压头半径 R_1	支座半径 R_2
≤ 3	5 ± 0.1	2 ± 0.2
> 3	5 ± 0.1	5 ± 0.2

4.2 加载系统。加载系统能平稳施加载荷，不过载，并且偏差不大于±1%。在蠕变破坏试验中，应采取防止试样破坏时产生的振动传递到相邻的加载系统。加载应快速、平稳，并能重复。

4.3 挠度测量装置。挠度测量装置由测量加载条件下试样位移量的非接触式或接触式装置构成，此装置应不产生对试样有影响的附加的力学效应(如变形、产生缺口)、其他物理效应(如加热试样)或化学效应。挠度测量装置示值误差应不大于实际值的±0.01%。

4.4 计时器。最大允许误差为±0.5 s/d。

4.5 测微计。测量试样厚度和宽度，最大允许误差为±4 μm。

4.6 游标卡尺。最大允许误差为±0.25 mm。

5 试样

试样的形状与尺寸应符合 GB/T 9341 的要求。

6 试验步骤

6.1 状态调节和试验环境

试样按照材料标准的规定进行状态调节。若材料标准中未规定，按照 GB/T 2918 中最适宜的一组

状态调节条件,或由相关方商定。

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。状态调节时间宜大于 t_{90} , t_{90} 按照 GB/T 1034 进行计算。

除非另有商定,否则试样在与状态调节相同的环境下进行试验。选择其他温度进行试验时,试验温度偏差不大于 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.2 试样尺寸和跨度测量

按 GB/T 9341 规定测量状态调节后的试样尺寸。

一般情况下,跨度 L 按公式(1)进行计算:

$$L = (16 \pm 1)h \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

L ——跨度,单位为毫米(mm);

h ——试样厚度,单位为毫米(mm)。

对于单向纤维增强的硬质试样,跨度可大于 $17h$ 或为固定距离 100 mm,以避免剪切分层或受压分层。

调节并测量跨度,偏差不大于 $\pm 0.5\%$ 。

6.3 试样安装

将状态调节后并测量尺寸的试样对称地放置在支座上,试样长轴线与支座轴线应平行,且夹角满足图 1 的要求,并按要求设置挠度测量装置。

6.4 应力值选择

选择与材料预期应用相当的应力值,并按 7.1.2 中公式(3)计算施加的载荷。

应力值的选择保证试验过程中挠度始终不超过 0.1 倍的跨度。

6.5 加载步骤

6.5.1 预加载

当有必要在试验前预加载时,确保预加载不对试验结果产生影响,待温度和相对湿度达到试验条件后,方可进行预加载。

预加载后,立即将挠度测量装置归零,预加载应在试验过程中保持不变。

6.5.2 加载

逐步加载,加载过程在 1 s~5 s 内完成。某种材料的一系列试验使用相同的加载速度。

计算总载荷(包括预加载)作为试验载荷。

6.6 挠度测量

记录试样加载满载荷点作为 $t=0$ 点,若挠度测量不是连续记录的,则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。

如时间间隔过大,可缩短时间间隔。

6.7 时间测量

测量每个蠕变试验的总时间,准确至小于 $\pm 0.1\%$ 或小于 $\pm 2\text{ s}$ (以最低公差为准)。

6.8 温度和湿度控制

若温度和相对湿度不是连续记录的,试验开始时记录温度和相对湿度,随后,最初一天至少记录三次。当在规定时间内试验环境条件是稳定的,可不再频繁检查温度和相对湿度,但至少每天测一次。

6.9 蠕变恢复率测量

当试验超过预定时间而试样未发生破坏,则迅速平稳卸去载荷。使用与蠕变测量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 弯曲蠕变模量

弯曲蠕变模量 E_t 按公式(2)计算:

$$E_t = \frac{L^3 F}{4bh^3 s_t} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- E_t —— 弯曲蠕变模量,单位为兆帕(MPa);
- L —— 跨度,单位为毫米(mm);
- F —— 载荷,单位为牛顿(N);
- b —— 试样宽度,单位为毫米(mm);
- h —— 试样厚度,单位为毫米(mm);
- s_t —— 时间 t 时,跨度中心处的挠度,单位为毫米(mm)。

7.1.2 弯曲应力

弯曲应力 σ 按公式(3)计算:

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- σ —— 弯曲应力,单位为兆帕(MPa);
- F —— 载荷,单位为牛顿(N);
- L —— 跨度,单位为毫米(mm);
- b —— 试样宽度,单位为毫米(mm);
- h —— 试样厚度,单位为毫米(mm)。

7.1.3 弯曲蠕变应变

弯曲蠕变应变 ϵ_t 按公式(4)计算:

$$\epsilon_t = \frac{6s_t h}{L^2} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

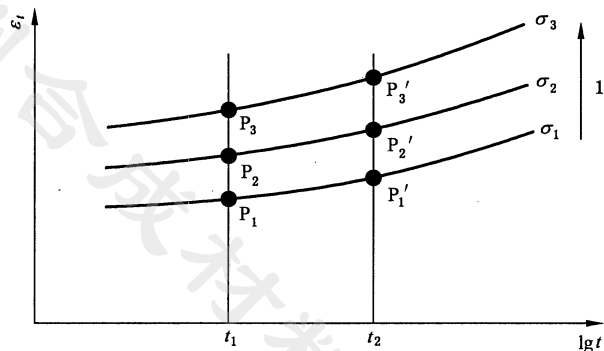
- ϵ_t —— 弯曲蠕变应变;
- s_t —— 时间 t 时,跨度中心处的挠度,单位为毫米(mm);

h ——试样厚度,单位为毫米(mm);
 L ——跨度,单位为毫米(mm)。

7.2 图解法

7.2.1 蠕变曲线

如试验在不同温度进行,每一温度对应一组弯曲蠕变应变-时间对数的蠕变曲线,每条曲线与某一初始应力相对应(见图 2)。



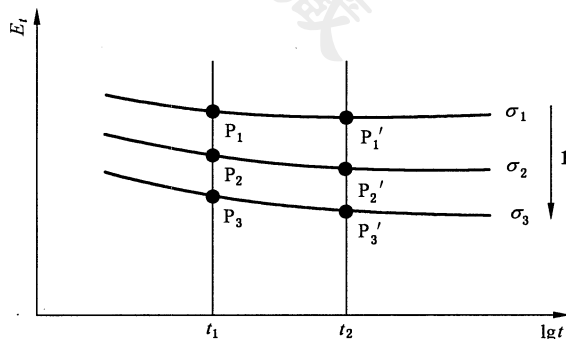
标引序号说明:
 1——应力增加。

图 2 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

针对每一初始应力,可绘制弯曲蠕变模量-时间对数的曲线(见图 3)。
 如试验在不同温度进行,针对每一温度绘制一组曲线。



标引序号说明:
 1——应力增加。

图 3 蠕变模量-时间曲线

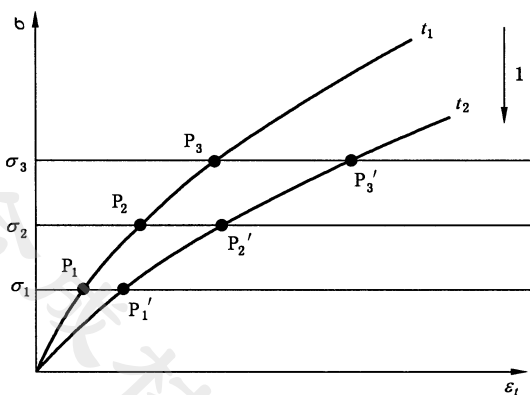
7.2.3 等时应力-应变曲线

等时应力-应变曲线是图 2 中某一特定时间对应的蠕变应力-应变曲线。时间通常选择 1 h、10 h、100 h、1 000 h 和 10 000 h。由于特定时间下应变-应变值只绘制一个点,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。

注：采用三个以上的点绘制曲线更合理。

从图 2 所示的一组蠕变曲线上得到某一特定时间(如 10 h)的等时应力-应变曲线。从每一蠕变曲线上读出对应 10 h 的应变值,然后在坐标中标出对应的应力值,得到几组应力-应变值,绘制 10 h 的应力-应变曲线。其他时间重复上述步骤,得到一组等时应力-应变曲线(见图 4)。

如试验在不同温度进行的,针对每一温度绘制一组曲线。



标引序号说明:

1——时间增加。

图 4 等时应力-应变曲线

7.2.4 三维空间曲面表示

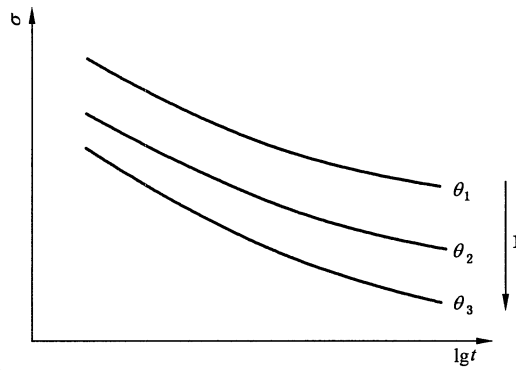
由原始蠕变试验数据导出的不同类型曲线(见图 2~图 4)之间存在着 $\epsilon = f(t, \sigma)$ 关系,可用三维空间中的曲面表示。

由原始蠕变试验数据导出的所有曲线构成该曲面的要素。由于测量中存在固有的试验误差,实际测量的点通常会偏离这些曲线。

因此, $\epsilon = f(t, \sigma)$ 曲面可由构成它的若干曲线产生,但通常需要进行复杂的平滑处理,使用计算机技术更加迅速和可靠。

7.2.5 蠕变破坏曲线

蠕变破坏曲线可预测任何应力下发生破坏的时间。可绘制应力-时间对数(见图 5)或应力对数-时间对数曲线。



标引序号说明：

1——温度增加。

注：应力 σ 采用对数形式也是合理的。

图 5 蠕变破坏曲线

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增加有关精密度的内容。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 注明引用本文件；
- b) 受试材料的详细说明,包括材料组成、制备方法、生产厂家、商品名、牌号、生产日期、成型工艺和退火条件；
- c) 试样尺寸、跨度和厚度比 L/h ,若不是 16 倍,需要提供跨度(见 6.2)；
- d) 试样制备方法；
- e) 试样方向(根据制品尺寸或材料取向确定)；
- f) 状态调节和试验环境条件；
- g) 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。

附录 A

(资料性)

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、分子有序化堆积等,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 并恒温一定时间 t_e ,各试样的物理老化程度即用 t_e 表示。由图 A.1 可见,PVC 试样在低温存放时间 t_e 越长,其蠕变曲线向长蠕变时间方向的偏移越大。

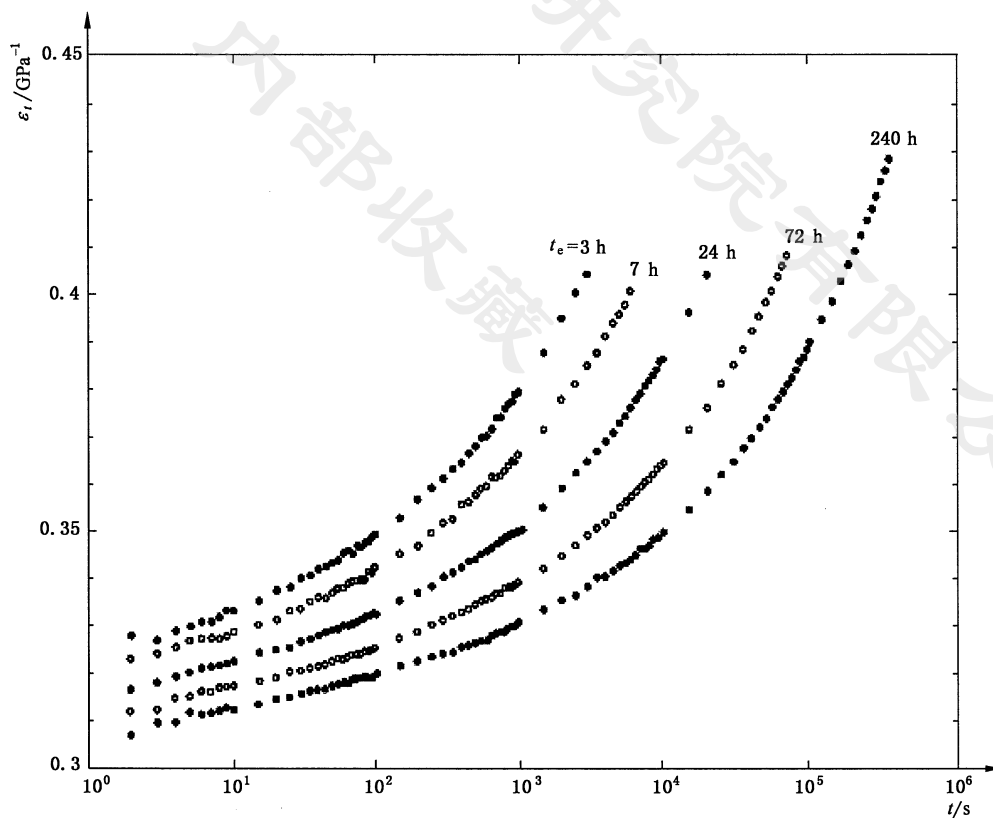


图 A.1 由 85 °C 迅速降温至 23 °C 并恒温 t_e 的 PVC 物理老化试样的蠕变曲线

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。众所周知,温度的升高会导致分子链运动加快,从而导致更高的蠕变变形速率。除此之外,加热时由于聚合物物理老化程度的降低,分子结构发生变化,导致分子运动能力进一步增加。因此,较高温度下的蠕变变形比预计快。如 A.1 中所述,随着时间的增加,物理老化程度又继续增加,而相对应的分子链运动逐渐降低,使得蠕变向长蠕变时间偏移。因此,蠕变与试样加载前高温存放时间有关。物理老化变化的时间取决于温度升高前聚合物的老化程度、温度升高幅度和玻璃化转变温度。

图 A.2 和图 A.3 显示出聚合物高温下存放不同时间的瞬时蠕变性能变化。图 A.2 中,PVC 试样加热到试验温度 44 °C 之前,在 23 °C 下存放 200 h。随后升温到 44 °C 下存放不同时间 t_{e2} 后,加载,测量蠕变曲线。蠕变向长蠕变时间偏移,说明尽管从 23 °C 升温会降低物理老化程度,但是在 44 °C 下物理老化被重新激活。在图 A.3 中,试样加热到 44 °C 之前,在 23 °C 下存放 1 年以上,除此之外,蠕变测定条件与之前条件相同。此处观察到,曲线首先向较短蠕变时间转变,说明试样的物理老化逐渐降低,这是因为在加热前,23 °C 的物理老化过程中发生了更大程度的结构变化,而这些变化在加载之前相对较短的时间 t_e 内未完全被消除。

分析高温下的蠕变数据,还需要考虑一个问题。如果在蠕变试验中,物理老化被重新激活使得老化发生了显著变化,那么高温下蠕变曲线的形状将改变。任何基于时温等效原理构建蠕变曲线的方法都需要考虑与物理老化相关的分子运动的瞬时变化,以便预测其长期行为。

在冷却或加热后,图中的蠕变行为与聚合物冷却到其玻璃化转变温度以下形成的非晶相非平衡结构有关。但即使半结晶聚合物的玻璃化转变温度低于环境温度,在其蠕变行为中也观察到类似的现象。通常认为,这些现象是由与弛豫过程(α 过程)有关的非晶相的物理老化引起的,这里的弛豫过程涉及了晶相和非晶相的分子的耦合运动。

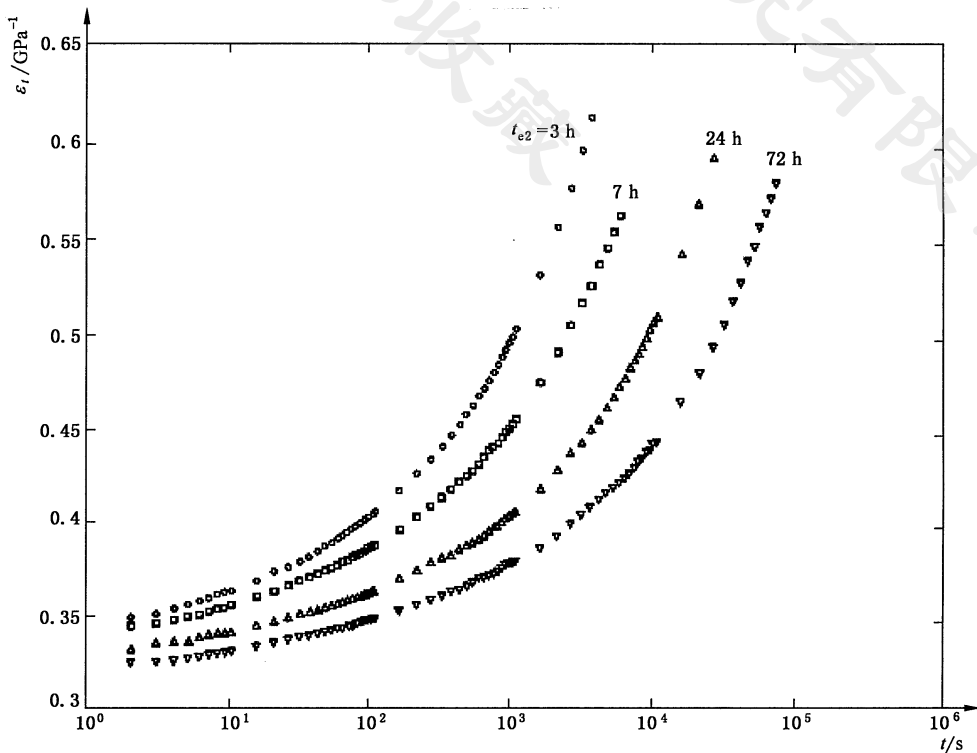


图 A.2 由 23 °C 加热至 44 °C 并存放不同时间 t_{e2} 的 PVC 试样蠕变曲线
(试样加热前已在 23 °C 下存放 200 h)

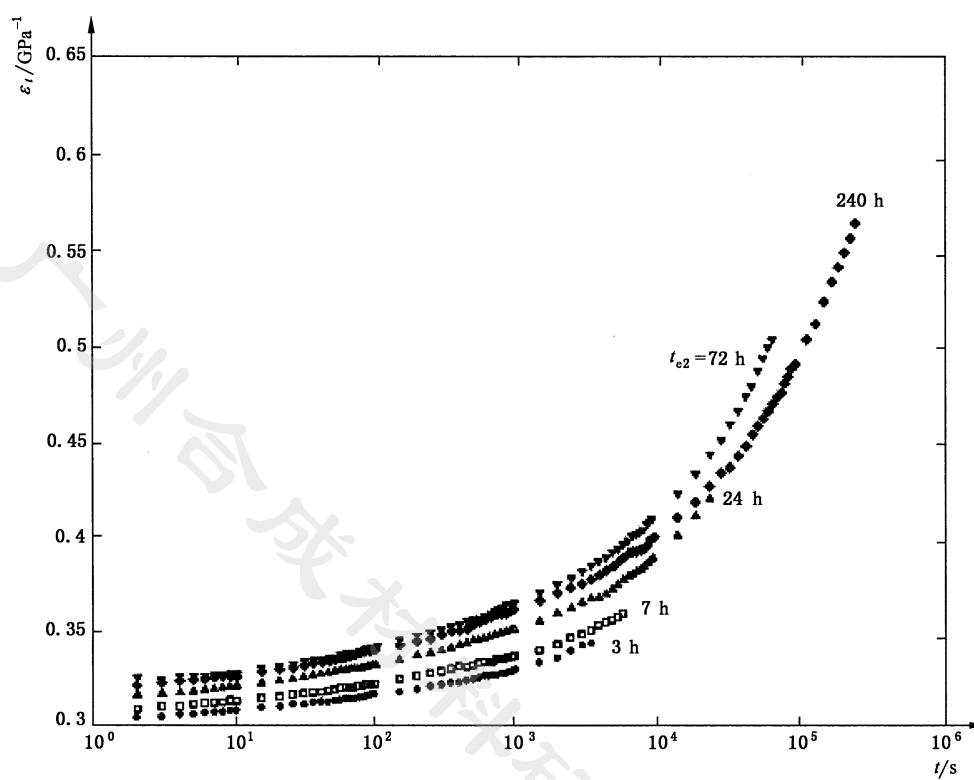


图 A.3 由 23 °C 加热至 44 °C 并存放不同时间 t_{e2} 的 PVC 试样蠕变曲线
(试样加热前已在 23 °C 下存放 1 年)

参 考 文 献

- [1] TURNER,S.Creep in thermoplastics—Preliminary concepts and definitions.British Plastics,June (1964),322-324
-