

扭摆式动态力学性能测量仪*

范世林 馮之榴 田 禾

(中国科学院应用化学研究所)

在研究高聚物力学性能的领域中,动态力学试验还是一个比较新的方面,仅在二十多年前才有这方面研究工作的初次报导^[1-3]。然而,目前无论从实用的观点或理论的意义来说,动态力学试验已成为研究高聚物力学性能的最重要的方法之一,因为它不仅能提供解决一些实际问题(如轮胎的发热、吸振材料的选择等)的途径,而且可以研究高聚物的分子运动,从而阐明高聚物的结构及其与性能间的关系。同时,与其他方法相比,它又能用较短的时间在宽广的温度范围内进行试验,因而从所得的数据可对材料的总的行为作一估计。

用来测量高聚物动态力学性能的仪器的类型很多。除最近见有商品报导** 以外,这些仪器都是由研究工作者根据工作的目的和要求进行设计试制的。关于高聚物动态力学试验的方法及仪器已有不少总结性报导^[4-6],这些方法和仪器各有优点,也有其局限性。其中以自由振动的扭摆为最简单,是研究高聚物动态力学性能最为常用的一种方法^[7-12],具有以下的一些优点:

1. 适用于整个高聚物的模量范围—— 10^5 — 10^{11} 达因/厘米²,既适用于橡胶,也适用于塑料和纤维;
2. 也可用于很广的阻尼范围——对数减量从小于 0.01—5 以上;
3. 由于它的频率很低,一般在 0.01—10 周/秒之间,最高也只能达 10^2 周/秒,对高聚物的分子运动反映十分灵敏,而且用它所测得的一些转变温度,如玻璃化转变温度,最接近于一般用膨胀计法所测得者。

这种测量高聚物动态力学性能的扭摆在文献上已有不少报导,它们的主要部分的构造都基本相同,仅在振动的记录、温度的变化范围和控制以及实验操作等方面的细节上各有其特点^[9,13-17]。关于这方面的工作和仪器在国内尚未见报导,本文将介绍我们设计和试制的、有自动记录并能在 -185°C 至 $+250^{\circ}\text{C}$ 或以上的温度范围内进行实验的仪器。

仪 器 的 描 述

用扭摆测量高聚物的动态力学性能的原理很简单,仪器的构造亦不复杂。仪器的主要部分为由试样、试样夹具和一个惯性体(杆或圆片)所组成的扭摆。试样的一端被固定,上端或下端均可,另一端通过试样夹具与惯性体相连并可自由转动。当将此惯性体及试样扭转而又立即放松时,整个体系将以一定的周期振动,但其振幅随时间而衰减。试样的切变模量由振动的周期计算,其力学阻尼则与振幅的衰减速率有关。

图 1 所示为仪器的外观,详细构造示于图 2 中。兹将其各主要组成部分分述于下。

* 1965年5月14日收到。

** 见 Rubber Age 92, 624 (1963)。

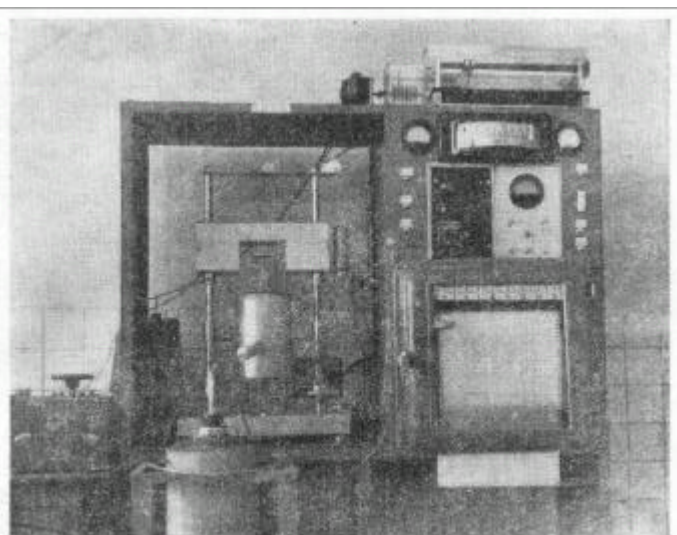


图1 扭摆式动态力学性能测量仪

扭摆

仪器的主要构成部分为扭摆。如图2所示,试样7夹在上、下夹具5和6之间,下夹具被固定在炉膛下部的滑块4上,不能转动。上夹具与惯性体8相连,用细钨丝悬挂于支架2的顶板15中部的滑轮12上,二者的重量由平衡锤13所平衡,位置也可上下调节。惯性体由一小杆及其两端的小圆片所组成,小圆片的数目可增减,其大小也可任意选择,以便改变惯性体的转动惯量,使之适合于对不同对象的测量。当惯性体被转动时,整个体系就开始作自由振动。

扭转机构

由于用手将惯性体转动在操作上不很方便,同时用力大小也难以控制,所以采用了以电磁铁将惯性体转动的方法。如图2所示,在惯性体8的两端各有一电磁铁10,前者斜置于后者之间而不是成一直线;惯性体两端的小圆片以铁制成,因而当电磁铁10通以电流而又立即将电流切断时,惯性体即被转动,试样亦即随之而被扭转,整个体系——试样、上夹具和惯性体即开始振动,给与惯性体的转动力的大小可用调压变压器控制电磁铁10的输入电压来调节。

自动记录的方法

扭摆的自由振动衰减曲线是自动记录下来的,方法极为简单,即通过一个线圈在一个恒定磁场中的转动,将扭摆的振动变成电讯号,然后记录在电位记录仪上。如图2所示,在上夹具6及惯性体8的上端套有一个小线圈9。小线圈的左右两旁各有一电磁铁11,后者在实验时通以12伏的直流电使之产生一个恒定磁场。当试样等在作扭转振动时,就将小线圈带动而使之在磁场中来回转动,因而就产生频率与扭摆的振动频率相同的电动势,电动势的大小与振幅成正比。

线圈中所产生的电动势直接记录在EWC-02型电子电位记录仪上。我们所用的记录仪的笔走满刻度时间最快为1秒,在一般情况下,输入讯号不超过 ± 0.2 毫伏,同时由于记录纸移动速度(1.38毫米/秒)所限,本仪器所能记录的频率最高可到2周/秒左右。记

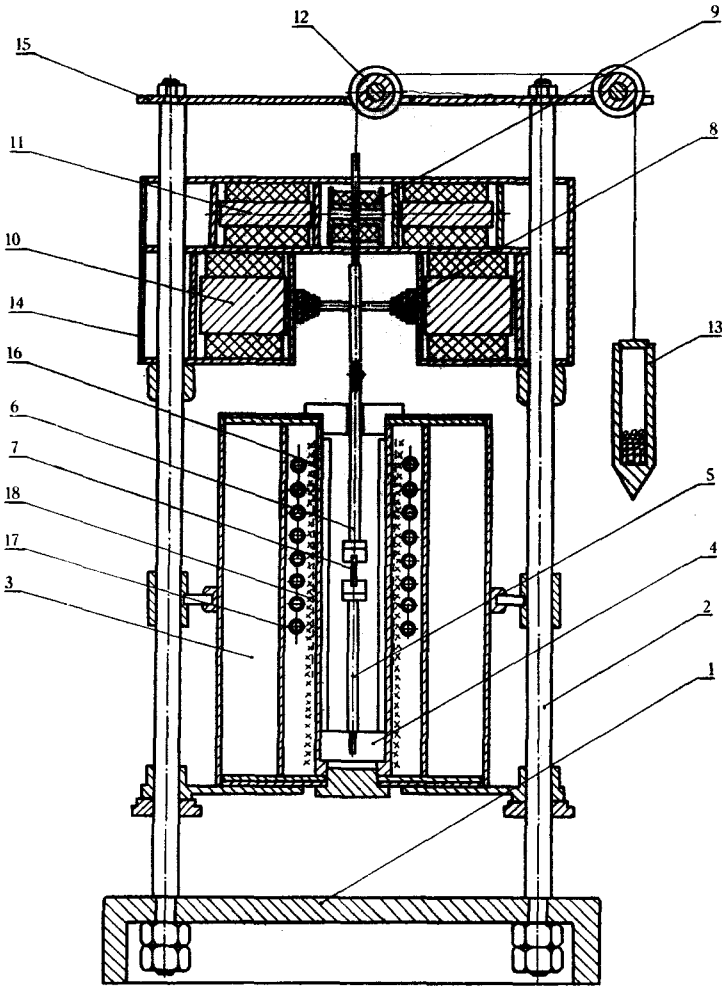


图 2 扭摆式动态力学性能测量仪的详细构造图

1.底座 2.支架 3.炉子 4.滑块 5.下夹具 6.上夹具 7.试样 8.惯性体 9.线圈 10.电磁铁
11.电磁铁 12.滑轮 13.平衡锤 14.铝盒 15.顶板 16.电热丝 17.冷凝管 18.电阻丝

记录仪经过改装,零点改在中点,满刻度量程提高至 ± 0.7 毫伏。

图 3 为本仪器记录所得的实验曲线。振动周期可由记录纸的速度计算,亦可用秒表读得,曲线上前后相邻两个振幅之比相当于扭摆振动的相邻两个振幅之比。

温度的控制

试样放在一个既可加热又可冷却的炉子中。炉子用电加温液氮降温,因而本仪器可在 -185°C 左右至 $+250^{\circ}\text{C}$ 或以上的温度范围内工作。温度的控制系采用桥式平衡电阻法,已另有报导^[18]。温度的升、降可用滑线电阻等速升、降温装置^[19],或半自动调节电桥控制电阻的方法。在恒温下炉子内某一定位置的温度的波动小于 0.5°C ,在我们所用试样长度(20 毫米)的范围内,试样中心和上、下夹具间的温差在 150°C 时为 $\pm 1^{\circ}\text{C}$,在 -160°C 时亦为 $\pm 1^{\circ}\text{C}$,炉子的温度愈接近室温,则试样上下的温差亦愈小。

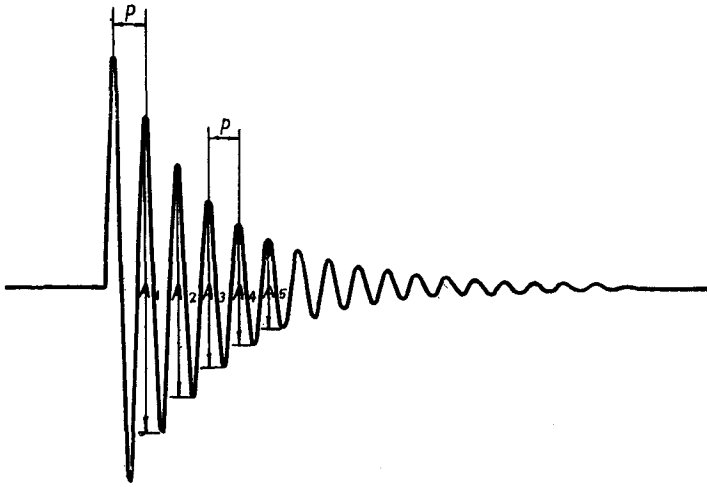


图3 本仪器所记录的实验曲线

其他

1. 与下夹具相连的滑块 4 能在炉膛内上下滑动,但不能转动,以使在实验时将下夹具固定,而在实验前后可将下夹具升出炉膛上口装换试样。同时,为便于操作,上下夹具都能分别自惯性体连接杆或自滑块上脱下。2. 平衡锤 13 是空心的,其中装以铅珠,则可在改变惯性体时调节其重量。3. 电磁铁 10 及 11 都装在铝盒 14 中,后者套在支架 2 上,并能在支架上上下移动;炉子 3 亦能在支架上上下移动,以便于调节其位置。

实验数据的计算和转动惯量的标定

实验数据的计算

用扭摆所测得的高聚物的动态力学性能为切变模量 G 及力学阻尼 (以对数减量 Δ 表示)。切变模量用下式^[6]计算:

$$G = \frac{631.6LI}{CD^3\mu P^2} \text{ (达因/厘米}^2\text{)} \quad (1)$$

式中 G = 切变模量,达因/厘米²;

L = 试样的工作长度,厘米;

C = 试样的宽度,厘米;

D = 试样的厚度,厘米;

I = 振动体系的转动惯量,克厘米²;

P = 振动周期,秒;

μ = 形状因子,依赖于试样的宽度与厚度之比,其值见文献[20]。

当试样的横截面为圆形时,则

$$G = \frac{161.7LI}{r^4 P^2} \text{ (达因/厘米}^2\text{)} \quad (2)$$

式中 r 为试样的半径,单位为厘米。

当试样的阻尼很高 ($\Delta > 1$) 时,用上式计算所得的模量值将略有误差;虽然可用另一

方程式计算,但因计算比较复杂,而其正确性也并不提高很多,所以甚至在阻尼高时通常也用方程式(1)或(2)来计算^[6]。

力学阻尼,以对数减量 Δ 表之,为相邻两个振幅之比的自然对数,即

$$\Delta = \ln \frac{A_1}{A_2} = \ln \frac{A_2}{A_3} = \ln \frac{A_3}{A_4} = \dots \quad (3)$$

式中 A_1 为第一振幅的高度, A_2 为第二振幅的高度, A_3 为第三振幅的高度,以此类推,如图 3 所示。

转动惯量的标定

以方程式(1)或(2)计算试样的切变模量时,都需用振动体系的转动惯量 I 。如果振动体系的几何形状很简单,则其 I 值可用计算方法求得。但是,由于仪器的振动体系是由几个部分组成,其几何形状比较复杂,同时在计算时仍需采用一些近似方法,所以我们采用了两种实验方法来求得振动体系的 I 值。

第一种方法是一般常用的,即采用模量已知的标准材料作为试样,测得其振动周期 P ,再用方程(1)或(2)计算振动体系的 I 值。

第二种方法则不需采用标准试样,可用任何一种阻尼不很高的材料作试样,测其振动周期 P ,然后在原来惯性体之上加上一个转动惯量已知的惯性体(我们采用了一个圆片),再测原来试样的振动周期,设为 P_1 。若未知的及已知的转动惯量分别为 I 及 I_0 ,由于试样的长、宽和厚度都未改变,而转动惯量又是可加和的,则通过方程(1)可得

$$I = \frac{P^2 I_0}{P_1^2 - P^2} \quad (4)$$

上述两种方法中,以第一种操作比较简单,但是我们认为以第二种方法所得数据较更为正确,因为在这种方法中不需试样模量值,同时也消除了由于测量试样的长、宽、厚度的误差而引起的误差。

在第一种方法中我们采用了标准弹簧钢片,测得的振动体系的 I 值为 1156 克厘米²;在第二种方法中则采用了同样的钢片和磷青铜片,测得的 I 值平均为 1136 克厘米²;二者的误差在 2% 以内。

仪器性能的鉴定和测试结果

为了说明仪器是否适用,我们对它的性能作了几方面的鉴定。

振动周期

在室温用标准弹簧钢片、聚己内酰胺薄膜和天然橡胶生胶片进行多次实验,每次用秒表读取每 5 个或 10 个周期的时间,计算其平均周期,所得结果列于表 1。所用秒表能准确读到 0.02 秒,估计可到 0.01 秒。从表中的数据可见,随试样的不同,五次间的最大误差在 0.5—1.5% 之间。

对数减量

在记录系统中我们所用的电磁铁(见图 2 中 11)是方形的,在理论上这对记录所得曲线上顺次相邻振幅的高度的比值将造成一个方向的误差。但是,我们认为只要将线圈的原始位置与磁力线保持直交,同时将扭转角度限制在较小的范围内,由此所引起的误

表 1 几次所测平均周期的比较

次 数	平 均 周 期 (秒)		
	弹 簧 钢 片	聚己内酰胺薄膜	天 然 橡 胶 薄 片
1	2.09	3.44	5.94
2	2.07	3.45	5.97
3	2.09	3.47	5.96
4	2.10	3.47	5.96
5	2.07	3.43	5.95

差是可忽略不计的。我们从前面计算平均周期的曲线上，也计算了相邻振幅高度之比及其对数减量 Δ ，所得结果列于表 2。这些结果指出，从不同振幅计算所得的 Δ 值之间有一定的误差，但其值并不随振幅的衰减而一个方向地增加或减少，其大小之变化是无规的。这说明由于采用这种形式的电磁铁的换能方法所引起的误差是在实验误差范围之内，因而如能使振动的角度保持在较小的范围内，这种方法还是适用的。同时，它具有易于制得的优点。

表 2 相继对数减量 Δ 值的比较

振 幅 次 序 n	弹 簧 钢 片			聚己内酰胺薄膜			天 然 橡 胶 薄 片		
	A_n	$\frac{A_n}{A_{n+1}}$	$\ln \frac{A_n}{A_{n+1}}$	A_n	$\frac{A_n}{A_{n+1}}$	$\ln \frac{A_n}{A_{n+1}}$	A_n	$\frac{A_n}{A_{n+1}}$	$\ln \frac{A_n}{A_{n+1}}$
1	59.10	1.064	.0620	43.25	1.239	.2143	72.30	1.084	.0806
2	55.55	1.068	.0638	34.90	1.238	.2135	66.70	1.085	.0816
3	52.00	1.062	.0602	28.20	1.240	.2151	61.45	1.088	.0843
4	48.95	1.063	.0611	22.75	1.239	.2143	56.50	1.083	.0797
5	46.00			18.35			52.15		

试样长度与周期间的关系

方程式(1)和(2)指出，如其它参数都保持不变，则试样长度 L 应与周期 P 的平方成线性关系。所以我们用同一试样，但改变其长度来进行试验。图 4 所示为用弹簧钢片和聚

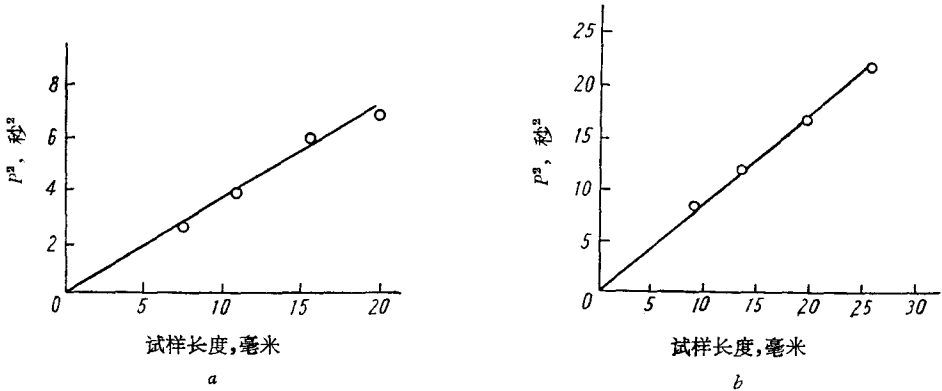


图 4 试样长度与 P^2 的关系
a——弹簧钢片 b——聚己内酰胺薄膜

己内酰胺薄膜两种材料所测得的结果，两者的试样长度与周期的平方均呈良好的线性关系。

测定结果

我们用这仪器对一些高聚物进行了测定，都得到了比较满意的结果。图 5 和图 6 是两个例子，分别为顺-1,4 聚丁二烯(本所实验室聚合)和高压聚乙烯(英国商品)的动态力学性能温度谱。从图 5 的阻尼曲线可以明显地看到，在室温至 -105°C 的温度范围内，顺-1,4 聚丁二烯有两个阻尼峰。在降温的过程中由结晶(-21°C)及玻璃化转变(-98°C)所

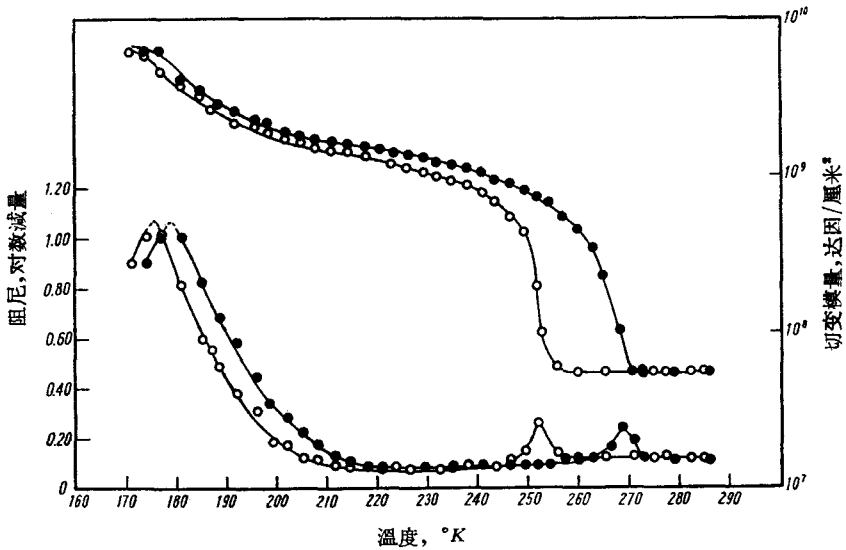


图 5 顺-1,4 聚丁二烯的动态力学行为

○——降温 ●——升温

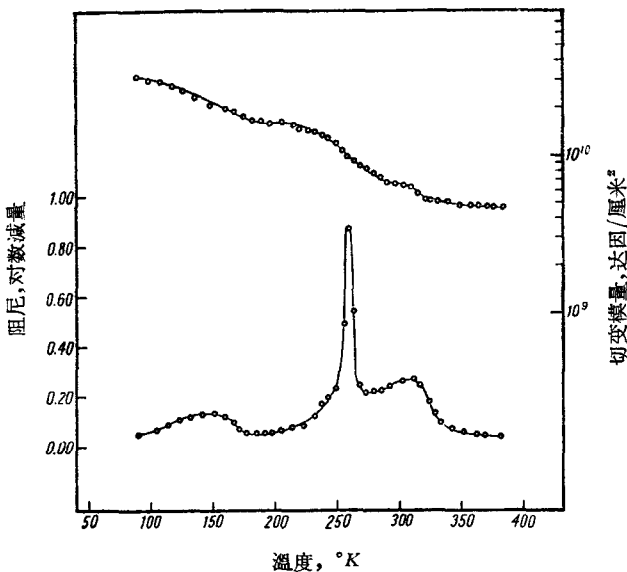


图 6 高压聚乙烯的动态力学行为

引起;在升温过程中则为玻璃化转变(-94°C)及结晶熔融(-4°C)。切变模量随温度的变化也显示同样的现象;从这曲线可以看到在上述温度范围内它的切变模量的变化程度——从室温的 5.4×10^7 达因/厘米² 增加到玻璃态的 6.2×10^9 达因/厘米²。对于这些曲线的详细分析不在本文范围之内,故不再多加讨论。此外,我们所测得的聚乙烯的阻尼和切变模量随温度变化的曲线(见图 6)也和文献上所报导的相符。

从以上三方面对仪器性能的鉴定和对一些高聚物测定的结果,我们认为仪器的性能是良好的。当然,在能获得材料的情况下,用来换能的磁铁(图 2 中 11)将以采用弧形的永久磁铁更为理想。

摘 要

本文报导了一种自动记录的扭摆式动态力学性能测量仪,并详细叙述了仪器的几个主要组成部分的设计和构造以及数据的计算方法。仪器性能良好,能在 -185°C 左右至 250°C 或以上工作;频率最高能达 2 周/秒。文中尚有顺-1,4 聚丁二烯及高压聚乙烯的实测示例。

致谢: 在设计仪器的早期,王朝凤同志参加了部分工作;仪器由本所修配厂加工;仪器所用记录器的灵敏度和零点的改动,由余赋生同志协助完成;鑑定仪器性能所用的弹簧钢片及磷青铜片均承光学精密机械研究所王守中先生提供;承程鏊时先生阅读原稿,并提供宝贵意见;在此一并谨致深切谢意。

参 考 文 献

- [1] Г. П. Михайлов, В. Н. Кирилина, Ж. техн. физ. **8**, 1723 (1938).
- [2] М. Корнфельд, В. Позняк, Ж. техн. физ. **9**, 275 (1939).
- [3] А. П. Александров, Ю. С. Лазуркин, Ж. техн. физ. **9**, 1249 (1939); Ю. С. Лазуркин, Ж. техн. физ. **9**, 1261 (1939); Г. Гуревин, П. Кобеко, Ж. техн. физ. **9**, 1267 (1939).
- [4] O. R. Abolafia, U. S. Govt. Rept. **27**, 111 (1957); PB 121767, U. S. Picatinny Arsenal, Samuel Feltman Ammunition Laboratories, Dover, N. J., 1954.
- [5] А. И. Лукомская, М. М. Резниковский, "Труды Научно-Исследовательского Института Шинной Промышленности, Сборник 4: Методы Испытания Каучуков, Резин и Саж", Научно-Исследовательского Института Шинной Промышленности, Москва, 1957, стр. 36—61.
- [6] L. E. Nielsen, "Mechanical Properties of Polymers", Reinhold Publishing Corp., New York, 1962, pp. 140—149.
- [7] L. E. Nielsen, R. Buchdahl, G. C. Claver, Ind. Eng. Chem. **43**, 341 (1951).
- [8] L. T. Muus, N. G. McCrum, F. C. McGrew, SPE Journal **15**, 368 (1959).
- [9] H. Jacobs, E. Jenckel, Makromol. Chem. **43**, 132 (1961); **47**, 72 (1961).
- [10] L. J. Hughes, G. L. Brown, J. Appl. Polymer Sci. **5**, 580 (1961).
- [11] W. G. Wall, N. G. McCrum, J. Polymer Sci. **50**, 489 (1961).
- [12] M. Buccaredda, Makromol. Chem. **61**, 14 (1963).
- [13] L. E. Nielsen, Rev. Sci. Instr. **22**, 690 (1951).
- [14] J. Koppelman, Kolloid Z. **144**, 12 (1955).
- [15] N. G. McCrum, J. Polymer Sci. **34**, 355 (1959).
- [16] K. H. Illers, H. Breuer, Kolloid Z. **176**, 110 (1961).
- [17] A. F. Lewis, J. K. Gillham, J. Appl. Polymer Sci. **7**, 685 (1963).
- [18] 江家奇、余赋生,中国科学院应用化学研究所集刊,第 9 集,80 页,[(1963)]; А. В. Сидорович, Е. В. Кувшинский, Зав. Лаб. **25**, 1124 (1959).
- [19] 余赋生、江家奇,中国科学院应用化学研究所研究报告。
- [20] 同文献 [6], p. 5.

A TORSION PENDULUM FOR MEASURING DYNAMIC MECHANICAL PROPERTIES OF POLYMERIC MATERIALS

FANG SHIH-LING, VOONG TSE-LIEU* AND TIEN HUO

(Institute of Applied Chemistry, Academia Sinica)

A torsion pendulum with self-recording system designed for measuring dynamic mechanical properties of polymeric materials is described in detail. The apparatus can work well in the temperature range of -185° to 250°C or over; the upper limit of its frequency range is 2 cps.

Results obtained with cis-1,4 polybutadiene and low density polyethylene are given as illustrative examples.

* Formerly E. T. L. Voong.