

ICS 83.060
G 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 1681—2009/ISO 4662:1986
代替 GB/T 1681—1991

硫化橡胶回弹性的测定

Rubber—Determination of rebound resilience of vulcanizates

(ISO 4662:1986, IDT)

2009-04-24 发布

2009-12-01 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

本标准等同采用 ISO 4662:1986《硫化橡胶回弹性的测定》(英文版)。

本标准代替 GB/T 1681—1991《硫化橡胶回弹性的测定》。

本标准等同翻译 ISO 4662:1986。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- a) 用“本标准”代替“本国际标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的“,”;
- c) 删除了国际标准前言。

本标准与 GB/T 1681—1991 相比较主要变化如下:

- 增加了引言;
- 增加了安全警告用语;
- 增加了“术语和定义”章节(本版的第 3 章);
- 对试验仪器及校正做了更加详细的描述和规定(本版的第 4 章);
- 增加了资料性附录 A 和附录 B。

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶标委橡胶物理和化学试验方法标准化分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准主要起草单位:天津市橡胶工业研究所。

本标准参与起草单位:贵州轮胎股份有限公司。

本标准主要起草人:郝鸣、李子安、陈静。

本标准参与起草人:冯萍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 1681—1982, GB/T 1681—1991。

引 言

橡胶变形时,伴随着能量的输入。当橡胶恢复到原来的形状时,该能量的一部分被释放出来,剩余的部分则在橡胶内部由机械能转化为热能。

当变形是由于单次冲击形成的凹陷时,输出能量与输入能量的比值就定义为回弹性。

对于同一物质,回弹性的数值不是一个固定的量,它是随温度,应变分布(由冲头和试样的类型及尺寸决定),应变速率(由冲头的速率决定),应变能(由冲头的速率及质量决定)和应变过程的变化而变化。在聚合物存在填料的情况下,应变过程是特别重要的。聚合物中应力软化效应也应进行机械调节。

回弹性随条件变化是聚合物的一种特性,如果试验是在范围很大的条件下进行,则只能估计聚合物的回弹性。上述介绍的这些因素对回弹性的影响是各不相同的,在材料发生变化的温度区域附近进行试验是影响回弹性的主要因素。与时间和凹陷幅度有关的因素也存在着一定的影响,并且会产生较大的偏差。

为获得理想的回弹性数据,应将试样与刚性支座粘接在一起,以避免在冲击过程中由于滑动产生的摩擦损失。由于在许多情况下,采取粘结试样的方法是不实际的,这就需要牢固的夹持住试样以避免产生摩擦滑动。

在实际的设备操作中,为了接近这些理想条件,对样品的硬度(见 GB/T 6031)做出一些限制是十分必要的。测试硬度高的样品要保证仪器的刚度达到要求,测试硬度低的样品要保证夹紧试样。

如果选择了确定的机械条件和合适的仪器,就可可在任何温度下获得重现性满意的标准回弹性数据。

硫化橡胶回弹性的测定

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了在小范围的冲击应变和应变速率下,以冲击方式测定橡胶回弹性的方法。

本标准适用于在试验温度下硬度为 30 IRHD 到 85 IRHD 之间的硫化橡胶。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序(GB/T 2941—2006,ISO 23529:2004, IDT)

GB/T 6031 硫化橡胶或热塑性橡胶硬度的测定(10~100 IRHD)(GB/T 6031—1998, idt ISO 48:1994)

GB/T 9870.1 硫化橡胶或热塑性橡胶动态性能的测定 第1部分:通则(GB/T 9870.1—2006, ISO 4664-1:2005, IDT)

3 术语和定义

GB/T 9870.1 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

标准回弹性 standard rebound resilience

当用端点为球状的物体冲击一块夹紧而又可自由凸起的平整试样时,输出的能量与输入的能量之比。

冲击物体的质量、冲头和被冲击的试样的特性应在下列规定的范围内:

冲头直径(D):12.45 mm 至 15.05 mm

试样厚度(d): (12.5 ± 0.5) mm

冲击质量(m): $0.35_{-0.1}^{+0.0}$ kg

冲击速度(v): $1.4_{-0.6}^{+0.6}$ m/s

表观应变能密度($\frac{mv^2}{Dd^2}$): 351_{-27}^{+112} kJ/m³

注1:在本标准中规定的条件和设备包括球形冲头和平整试样的选择。表观应变能密度($\frac{mv^2}{Dd^2}$)即冲击能与等体积

之比,与冲击应变有关,取决于 D 、 d 、 m 和 v 的数值并且应保持在上述规定范围内。

注2:上述的基本特性(12.5 mm, 12.5 mm, 0.35 kg, 1.4 m/s, 351 kJ/m³)与卢柯摆相同,而公差可包含在修正的斯科伯摆(15.0 mm; 12.5 mm; 0.25 kg; 2 m/s; 427 kJ/m³)公差范围内。

此外,允许下列公差:

——考虑到公称直径为 12.5 mm 和 15 mm 的钢球和加工误差,使用了小公差(± 0.05 mm)。

——考虑到试样厚度变化(± 0.5 mm)的影响时,相应的增加了近似应变能密度($\frac{mv^2}{Dd^2}$)的公差($_{-27}^{+36}$ kJ/m³)。

4 仪器

4.1 概述

试验仪器由 1 个摆状、单自由度的机械摆动装置和 1 个试样夹具组成。

将两部分以适当的方式装配在一起以测量回弹性,为了调节或检查摆动装置,其中的每一部分都可拆卸下来。还应配置测量摆锤回弹高度的装置,或者是以一经过校正的刻度尺或以电信号来测量。

凡是符合上述规定的各种设计的实用仪器都可使用(参见附录 B)。

注:各种仪器都应设计成可在各种参数规定的范围内操作并经过准确校正,使之可得出基本相同的回弹性数值。

4.2 摆动装置

摆动装置是由一个摆杆和半球形摆锤组成,摆锤可在重力作用下沿弧形轨道运动,也可在弹簧或扭转钢丝的回复力作用下作线性运动。在冲击点,球形冲头速度是水平方向的,即冲头与试样的接触方向应与试样垂直。

4.2.1 刻度尺(见图 1)



a) 均匀刻度尺

b) 平方刻度尺(符合定律 $\sqrt{R}$)

c) 非线性平方刻度尺[符合定律 $\frac{3}{\pi} \arccos(1-0.5R)$]

图 1 刻度尺示例

对于由重力而产生的回弹力的摆,回弹性 R 由下式计算:

$$R = \frac{h}{H}$$

式中:

h ——回弹高度;

H ——降落高度。

用刻度尺测量水平回弹距离和回弹的角度都是很方便的,特别是对于刚性摆。

对于由扭转钢丝或弹簧的作用力而产生的回弹性的摆,其回弹性 R 由下式计算:

$$R = \frac{\alpha_R}{\alpha_1}$$

式中:

α_R ——回弹角;

α_1 ——冲击角。

对这种仪器来说,用刻度尺测量回弹的角度是很方便的。

可使用刻度均匀的或可直接读数的刻度尺测量回弹性,如使用均匀刻度尺测量回弹性,还应配以换算转化方程式、图表和表格。

4.2.2 摆动装置的调节

成套仪器在规定的硬度范围内应进行重复操作冲击橡胶试样,冲击运动应平稳不应有抖动或振动,引起抖动或振动的原因是由于刚体零件的刚性差或者是导向系统有缺陷。

为了进行最初调试或定期检查,试样夹具应从摆动装置中取出,并且按下列程序进行。

4.2.2.1 为了进行惯性参数的计算,应直接称摆锤的质量并测量其几何尺寸和它至导向轴的距离。从中可以确定与第3章规定相一致的当量冲击质量和对导向轴或吊架轴没有明显反作用力的冲击行程。

应确保冲头直径符合第3章的规定,并且在任何情况下,冲头的球面都应超过橡胶的凹陷深度,冲头最好是一个完整的半球体。

4.2.2.2 整个摆动装置应自由位于平衡位置即刻度尺的零位置,该点也应是冲击的发生点,球形冲头在该点的运动应是水平的。

4.2.2.3 为了校正摩擦损耗,应在摆动过程中调整摆动装置。计时摆动周期,随后记录单程摆动的次数。

由下例计算相应的对数衰减 Δ :

$$\begin{aligned}\Delta &= \frac{1}{n} \log_e \frac{l_x}{l_{x+n}} \\ &= \frac{1}{2n} \log_e \frac{R_x}{R_{x+n}}\end{aligned}$$

式中:

n ——观察到的全部摆动次数;

l_x 和 l_{x+n} ——均匀刻度尺上读到的摆幅;

R_x 和 R_{x+n} ——在二次方刻度尺上读到的摆幅。

对于小的非线性摆动而言,刻度尺修正与否对目前的使用是无关紧要的(见4.2.2.5)。

如果在测量过程中,仪器的操作涉及到不同的阻尼条件,如连接指针卡爪产生的阻尼,则应分别进行测量,取其平均值。

4.2.2.4 对下列不同的摆幅,应取五次摆动的平均值计算全周期(T)和对数衰减率(Δ)

满刻度值	T_1	Δ_1
1/2 刻度值	T_2	Δ_2
1/4 刻度值	T_4	Δ_4

4.2.2.5 T_1 、 T_2 和 T_4 中任何一个数值与其平均值之偏差都不应大于10%,而偏差在1%以下时可以忽略,偏差在1%~10%之间时,应考虑对刻度尺进行适当的非线性校正。应以相应刻度点上摆锤能量作为校正依据。

应根据几何图形及 T_1 、 T_2 和 T_4 的平均值,或单一回弹的质量和能量来检验冲击速度。冲击速度应符合第3章的规定。

4.2.2.6 Δ_1 、 Δ_2 和 Δ_4 中任何一个数值与其平均值的偏差均不应大于0.01,而且任何一个数值都不应大于0.03。当数值小于0.01时,可以忽略,当数值在0.01和0.03之间时,应提供回弹结果的修正值。此修正值应有 Δ 值,而最好的方法是通过移动摆的起点,获得单次冲击理想的数值。

在大多数情况下,可以不进行校正计算,如需进行较精确的分析时,可采用以上计算进行校正。

4.3 试样夹具

4.3.1 在机械调节和回弹性测量过程中,圆形试样应牢固的固定住。

试样应紧靠平整光滑的试样台,同时应垂直和正交于冲击速度的方向。

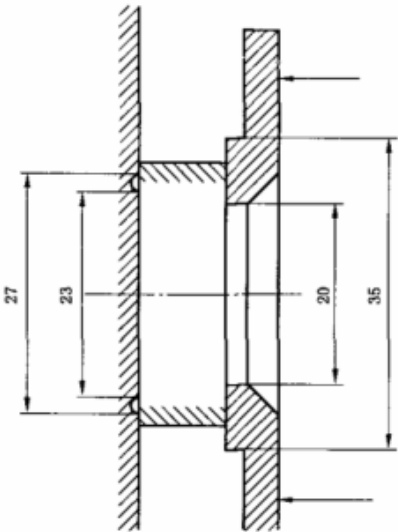
试样台是机座的一部分。如果机座是独立的,那它应具有的质量至少是冲击质量的 200 倍。否则应固定在一个非常稳固的系统上。例如:砌石结构。

任何一种合适的夹持装置都可使用,只要测出的回弹性数据与粘在刚性板上的试样所得到的值相差不超过 0.02(绝对回弹值)即可。可用高弹性(约 0.90)和高硬度(约 85 IRHD)的胶料来检验夹持装置是否合适。

合适的夹持装置包括真空夹具,机械夹具,真空-机械综合夹具。本标准推荐的一种机械夹具装置,是由一个金属环组成(见图 2),这个金属环内径 20 mm,外径 35 mm,并借助弹簧向试样正面施加 (200 ± 20) N 的力。在静止位置时,冲头应位于保持环的中心。本标准推荐的另一种夹持试样的方法是在试样的背面抽真空将试样吸住。这可由直径为 25 mm,宽为 2 mm 的环形沟槽产生吸力来完成。所用的泵应保持绝对压力不超过 10 kPa。在这种情况下,施加于保持环的力可减少到 (150 ± 15) N。

夹具侧面不应挤压试样,至少应在试样周围留有 2 mm 的空隙,以便在冲击时试样可自由地凸起。

单位为毫米



夹持力:

真空—— (150 ± 15) N;

非真空—— (200 ± 20) N。

图 2 夹持环和真空槽(可选)

4.3.2 如果测量是在一系列不同于室温的条件下进行,摆锤仪器应放置在符合 GB/T 2941 要求的合适的恒温箱或冷却室中操作。这种情况下,仪器应在测试温度范围内进行校正(见 4.2.2)。另外,可采取合适的措施,用循环液体(见图 3)的方法加热或冷却试样夹具。为保证试样周围完全被控温介质包围,最好在夹具的前面加上冷却的或加热的气帘。在用电热偶或其他方法测量时,电热偶或其他的测量仪表应尽可能靠近试样,以便准确测量夹具温度。

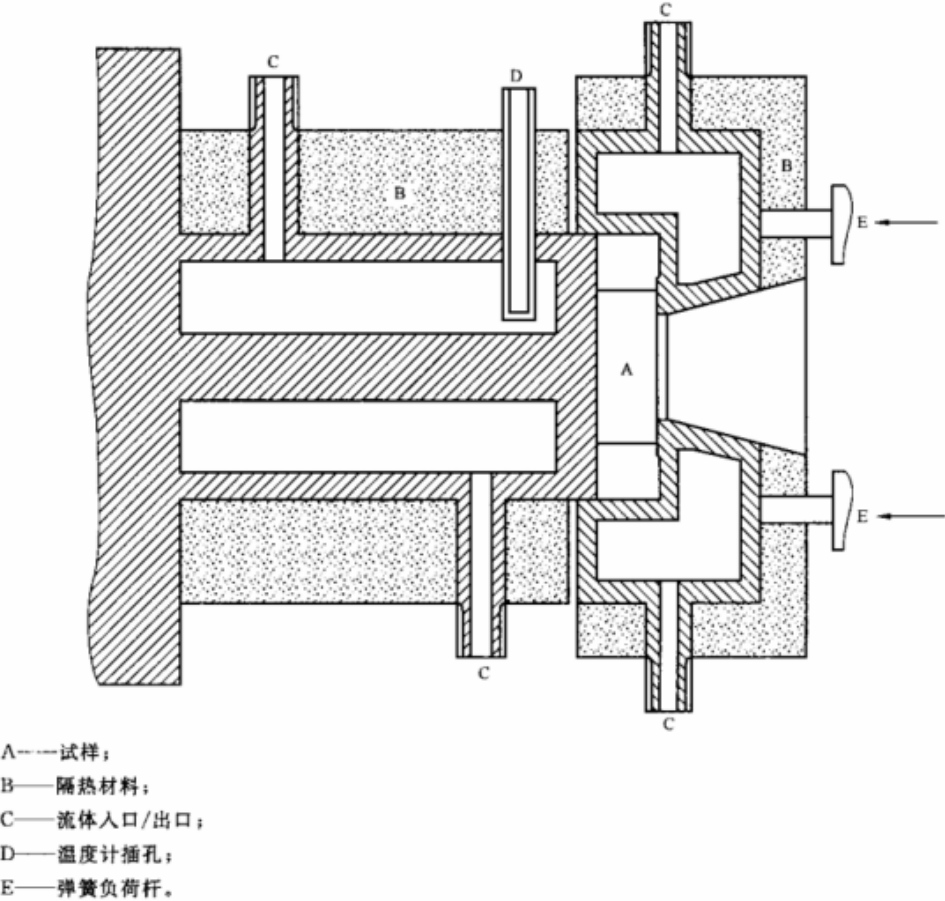


图 3 控温试样夹具示例

5 试样

5.1 制备

试样应按照 GB/T 2941 方法进行制备,用模压或冲切都可以。试样中应无纤维或增强骨架材料。
试样表面应平整、光滑且上下表面平行,若有需要还可打磨。如果受冲击表面发黏时,可在其上撒一些隔离物质,如滑石粉,就可以避免其影响。

5.2 尺寸

标准试样厚度应是 $12.5\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$,直径为 $29\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$ 的圆盘。对非标试样的测定方法可参见附录 A。

5.3 尺寸测量

试样厚度的测量应精确至 0.05 mm ,直径测量应精确至 0.2 mm 。

5.4 试样数量

每一种材料应连续测量两个试样。

5.5 调节

- 5.5.1 在硫化和试验之间的时间间隔应符合 GB/T 2941 的规定。
- 5.5.2 硫化和试验的间隔期间应尽可能完全避免光照射。
- 5.5.3 如果试样是经过打磨的,在打磨和试验之间的时间间隔不应超过 72 h 。

5.5.4 制备好的试样在直接试验之前应在 GB/T 2941 中规定的标准试验室温度下进行调节。

6 试验温度

优先采用标准试验室温度(见 5.5.4),试验也可在下列一种或多种的温度下进行: $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$, $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$, $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$, $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$, $0\text{ }^{\circ}\text{C}$, $40\text{ }^{\circ}\text{C}$, $55\text{ }^{\circ}\text{C}$, $70\text{ }^{\circ}\text{C}$, $85\text{ }^{\circ}\text{C}$, $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。温度偏差应不超过 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

在回弹性随温度变化很迅速时,也可用其他间隔更小的温度。

7 试验步骤

7.1 温度的调节

如果试验温度与标准实验室温度(见 5.5.4)不同,首先应该将整套的试验设备或者能够被加热或冷却的专用夹具(见 4.3.2)调节到试验温度。

在夹具上装好试样,调节足够时间使试样达到要求公差范围内的温度。另外,也可以从夹具上取下试样分别放在符合 GB/T 2941 要求的恒温箱或冷却室中加热或冷却。然后快速的将试样插在加热后的或冷却后的夹具上。

在这种情况下,试验之前,在夹具上的调节时间减少到 3 min。

在低温试验时,还应装有防止试样结霜的装置。

7.2 试样的机械调节

在进行规定的温度调节和合适的夹具装置安装完毕后,即可对试样进行不少于三次不多于七次的连续冲击,作为机械调节。

7.3 回弹性的测量

在进行机械调节后,立即以相同的速度对试样进行三次冲击,并记下三次的回弹读数。

将三次回弹数值换算成以百分数形式表达的回弹值;它们的中值就是试样的回弹值。

如果两个试样,则计算它们的算术平均值。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

a) 样品说明:

- 1) 样品的详细说明及来源;
- 2) 胶料说明及硫化条件(若已知);
- 3) 试样的制备,例如是模压或冲切;
- 4) 有关试样预处理的过程;

b) 试验方法和试验说明:

- 1) 引用的国家标准(有效即可);
- 2) 采用仪器的类型、冲头直径、冲头的质量和冲击速度;
- 3) 夹持试样的方法;
- 4) 试验温度;
- 5) 在试验前,试样调节的时间和温度;
- 6) 采用的任何非标准化的程序;

c) 试验结果:

- 1) 试验的试样个数;
- 2) 对所用试样按 7.3 计算的,以百分数表示的回弹性;

d) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)
非标准试样

A.1 非标准直径试样

对厚度符合标准,但直径大于标准,最大值不超过 53 mm 的试样,也可进行试验。如果增加夹持力(见表 A.1),那么就可得到与标准条件和仪器测得的标准回弹性相近的结果。

A.2 非标准厚度试样

对于厚度低于 (12.5 ± 0.5) mm 的试样,采用下述两种不同的方法也可测量接近于标准回弹性的结果。这两种方法都是基于表观应变能 $\frac{mv^2}{Dd^2} = 351 \text{ kJ/m}^3$ 为同一常数值原理。

A.2.1 方法 A:调整冲击速度

冲击速度 v 随试片的厚度成正比例的改变。通过改变冲击锤的起始点和初始偏差可以很容易的降低冲击速度。同时,冲头直径和冲击质量仍是标准值(见第 3 章)。

当夹持环内径不变,夹紧薄试样时,应靠使用吸力(4.3.1)来改善夹持效果。

这种方法由于试样应变分布的变化和夹持效果不佳,其试验结果可能与标准回弹性有些差别。但由于只需要一台仪器,而且,稍加调整,便可适用于不同厚度的试样,因此,它具有比较经济实惠的优点。

A.2.2 方法 B:机械模拟

冲击直径 D 、冲击质量 m 和冲击速度 v 均随试样厚度成正比变化(见表 A.1)。夹持环和夹持力宜作相应的改变以适应厚度的变化(见表 A.1 及图 A.1)。

单位为毫米

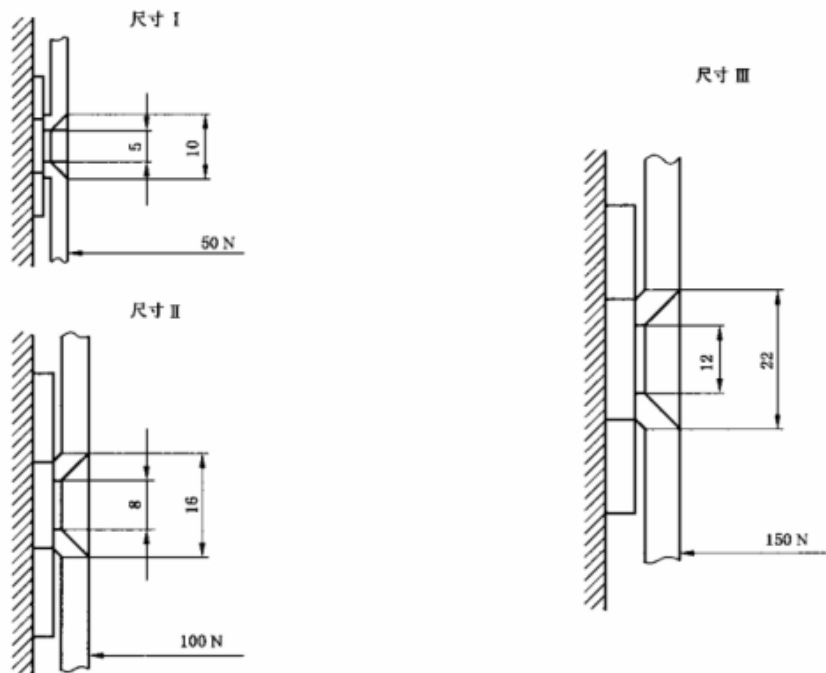


图 A.1 非标准尺寸试样的夹持环

单位为毫米

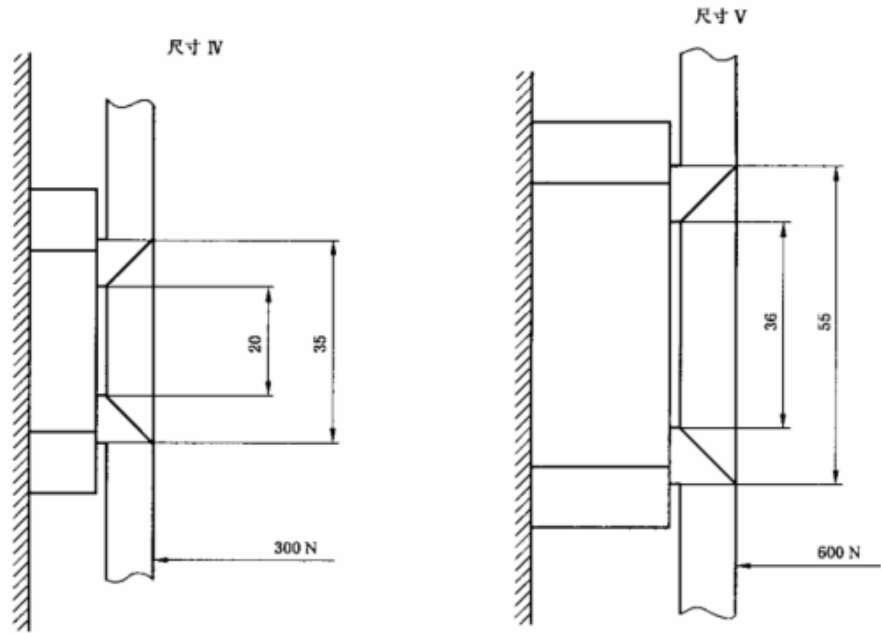


图 A.1 (续)

除非只做一种非标准厚度的试验,本方法需要各种型号、规格的仪器配合。因此,此方法是比较昂贵的,它的主要优点是可得出非常接近标准回弹性的结果。

A.2.3 试片的重叠

由同一胶料不超过三片重叠在一起,这种方法可增加试样的厚度,试样的表面应是光滑的,面与面间的吸力可以有助于试片之间的紧密接触。试样的重叠增加了测量的不确定性,因此仅用作对比测试。

A.3 非标准试样的温度调节

非标准试样的温度调节可按照标准试样进行(见 7.1),但应考虑到变化了的尺寸。

大体上,允许达到均匀温度的时间(min)不应超过厚度(mm)的 1.5 倍,在任何情况下不应超过 3 min。

A.4 试验报告

除了所要求的数据外(见第 8 章),还应加上试样的尺寸。以及对应于非标准尺寸所用的方法和仪器都应写在报告中。

表 A.1 当夹持非标准尺寸的试样时、基于机械模拟原理推荐的基本参数

基本特性	尺寸 I	尺寸 II	尺寸 III	尺寸 IV	尺寸 V
试样的厚度 d /mm	2 ± 0.1	4 ± 0.2	6.3 ± 0.3	12.5 ± 0.5	25 ± 1
冲头直径 D /mm	2 ± 0.05	4 ± 0.1	6.3 ± 0.1	12.5 ± 0.1	25 ± 0.2
冲击质量 m /kg	0.056 ± 0.001	0.112 ± 0.002	0.176 ± 0.005	0.35 ± 0.01	0.70 ± 0.01
冲击速度 v /(m/s)	0.222 ± 0.005	0.45 ± 0.005	0.71 ± 0.01	1.40 ± 0.01	2.80 ± 0.02

表 A.1 (续)

基本特性	尺寸 I	尺寸 II	尺寸 III	尺寸 IV	尺寸 V
推荐的机械夹具					
试样直径/mm					
最小	9	15	20	29	50
最大	25	45	53	53	70
夹持环直径/mm(见图 4)					
内径	5	8	12	20	36
外径	10	16	22	35	55
施加于试样的力/N	50	100	150	300	600
注：用于规格 IV 的 300(N)适用于最大直径为 53 mm 的试样，而在 4.3.1 中所述的 200(N)夹持力则适用于最大直径为 35 mm 的试样。夹持力可以在很宽的范围内变化，但获得的回弹性数值是不变的。夹持力的变化范围取决于硫化试样的尺寸、性能、夹持表面的光洁度和原始状态，其最大值应限制在不使软硫化橡胶过分变形而最小值应限制在不至于造成试样移动或滑动。表中所列的数值对所涉及到的大多数尺寸和性质的试样来说是可靠的。					

附录 B
(资料性附录)
仪器设备

这里给出的参照使用的各种合适尺寸和结构的仪器,将适用于本标准。

B.1 卢柯摆

其运动实际上是一个悬置的末端为一球面的圆柱体棒,该系统在重力作用下产生摆动。

摆锤的质量是 0.35 kg,钢球表面直径为 12.5 mm,悬丝长度为 2 m,摆锤应从初始状态升高到 0.1 m 左右处。

下文详细描述了仪器的细节:

卢柯摆,P 冲击回弹计,橡胶化学与技术第 7 卷(1934),p.591。

B.2 斯科伯摆

斯科伯摆是由一个摆锤组成的钢体摆,这个锤与直径为 15 mm 的球状冲头表面相连接,用大约 200 mm 长的棒将摆与支点相连接。

它的尺寸和质量是这样的:当摆锤偏离原位置成 90°角时,松开恢复到原位置时,冲击试片的速度是 2 m/s,能量为 0.5 J。

斯科伯摆锤的介绍最早刊登在:

SCHOB,A.,Mitteilungen aus dem staatlichen Materialprüfungsamt,Berlin 1919,p.227.

由于该法使用了 6 mm 厚的试样,因此在本标准规定的范围以外。若使用 12.5 mm 厚的试样则在本标准规定的范围之内。

B.3 泽比尼摆

这种摆锤的组成是与球形冲头末端相连接的棒。摆是靠上紧发条的作用力转动,发条合理的连接在杆的中部,并且将两端固定。

这类仪器设计是由很多基本元件在很宽的范围内构成,在下文中描述:

泽比尼摆,V.,扭转回弹摆锤,橡胶化学与技术第 43 卷(1970),pp.1005-1014。

该文中描述的 C/L/12.5 类型符合本标准,而 A/L/4 和 A/L/2 也可以作为非标准厚度试样来应用(见 A.2.2)。