



中华人民共和国国家标准

GB/T 9869—2014/ISO 3417:2008
代替 GB/T 9869—1997

橡胶胶料 硫化特性的测定 圆盘振荡硫化仪法

Rubber—Measurement of vulcanization characteristics
with the oscillating disc curemeter

(ISO 3417:2008, IDT)

2014-12-22 发布

2015-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶胶料 硫化特性的测定
圆盘振荡硫化仪法

GB/T 9869—2014/ISO 3417:2008

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 18 千字
2015 年 1 月第一版 2015 年 1 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-50760 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 9869—1997《橡胶胶料硫化特性的测定(圆盘振荡硫化仪法)》，与 GB/T 9869—1997 相比主要技术变化如下：

- 增加了警告语；
- 增加了规范性引用文件(本版第 2 章)；
- 增加了术语和定义(本版第 3 章)；
- 将“硫化速度”改为“硫化速率”(本版 4.3、11.5)；
- 在温度测量中，按照国际标准的要求，规定了试样放入模腔的时间和温度恢复值，即如果将 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的试样放入模腔中，在 3 min 内模腔的温度应该恢复到测试温度的 $\pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内(本版 5.7.2)；
- 增加了试样调节内容，即试样测试前应在 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下至少调节 3 h(本版第 9 章)；
- 根据 ISO 3417:2008 标准原文，删除了前版中附录 A 精密度。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 3417:2008《橡胶胶料 硫化特性的测定 圆盘振荡硫化仪法》(英文版)。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 25268—2010 橡胶 硫化仪使用指南(ISO 6502:1999, IDT)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会通用试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准主要起草单位：风神轮胎股份有限公司、青岛橡六输送带有限公司、广州市华南橡胶轮胎有限公司、山东八一轮胎制造有限公司、徐州徐轮橡胶有限公司、江苏明珠试验机械有限公司、北京橡胶工业研究设计院。

本标准主要起草人：任绍文、麻天成、张峰、姚峰、诸志刚、商伟俊、刘强、赵建林、刘练、吴金梅、朱明、谢君芳、李静。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 9869—1988、GB/T 9869—1997。

橡胶胶料 硫化特性的测定

圆盘振荡硫化仪法

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安全和健康措施,并保证符合国家有关法律法规的规定。

注意:本标准规定的某些程序可能涉及使用或产生废弃物,该类物质会对当地环境产生危害。应制定相关的文件规定适当的安全操作和使用后废弃物的处理。

1 范围

本标准规定了用圆盘振荡硫化仪测定橡胶胶料硫化特性的方法。

本标准适用于用圆盘振荡硫化仪测定胶料硫化特性。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

ISO 6502 橡胶 硫化仪使用指南(Rubber—Guide to the use of curemeters)

3 术语和定义

ISO 6502 给出的术语和定义适用于本文件。

4 原理

4.1 将胶料试样放入具有规定初始压力并保持硫化温度的密闭试验模腔内。埋入试样中的双圆锥圆盘以一个小的摆动振幅振荡。圆盘振荡使试样产生剪切应变,圆盘振荡的转矩取决于胶料的刚度(剪切模量)。所记录的转矩是时间的函数。

在一般情况下,转矩与胶料的刚度成正比,但在高转矩的情况下,圆盘轴与传动装置会产生弹性形变,因此不可能在所有的使用条件下转矩与刚度都成正比。此外,在小振幅变形条件下,应变中会有相当大的弹性成分,对常规检验来说,可不必进行校正。

4.2 随着硫化开始,胶料的刚度逐渐增大。当记录的转矩上升到稳定值或最大值时,便得到一条硫化曲线(见图 1)。如果转矩继续上升,则认为硫化在给定的时间内未完成。从硫化曲线得到的时间值取决于试验温度和胶料特性。

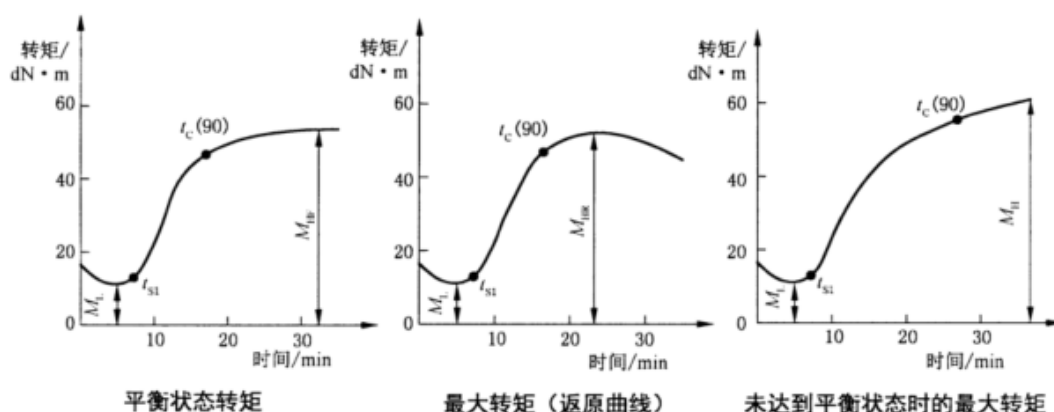


图 1 硫化曲线类型

4.3 从硫化曲线的转矩和时间的关系中可以得到以下参数(见图 1):

$$M = f(t)$$

式中:

M_L ——最小转矩;

M_{HF} ——平衡状态的转矩;

M_{HR} ——最大转矩(返原曲线);

M_H ——经规定时间后,在没有获得平衡值或最高值的曲线上所达到的最大转矩;

t_{Sx} ——初始硫化时间(焦烧时间);

$t_c(y)$ ——达到最大转矩的 $y\%$ 的硫化时间;

$t_c'(y)$ ——从最小转矩到达到完全硫化的 $y\%$ 的硫化时间;

$100/[t_c(y) - t_{Sx}]$ ——硫化速率(用公式计算的曲线的平均斜率)。

最小转矩 M_L 取决于未硫化胶料在低剪切速率下的刚度和黏度。

最高转矩(M_{HF} 、 M_{HR} 或 M_H)用于在试验温度下测试硫化后胶料的刚度。

初始硫化时间 t_{Sx} 用于测试加工安全性。

$t_c(y)$ 和 $t_c'(y)$ 及相应的转矩在硫化进展过程中得到。最合适的时间通常由 $t_c'(90)$ 得到。

5 仪器

5.1 硫化仪

硫化仪是由温度受控制的模腔和腔内的双圆锥圆盘组成,圆盘轴被紧固在传动轴上,并以一个小的摆动振幅振荡(见图 2)。

作用到圆盘的转矩表示胶料对圆盘的阻力,通过记录仪便得到一条转矩对时间的曲线。

5.2 模腔

5.2.1 模腔应由硬度不低于 50HRC 的不变形工具钢制成。

模腔的几何图形如图 3 和图 4 所示。为减少圆盘和橡胶之间的打滑,应按模腔的设计使用或在整个试验过程中施加稳定压力。按照图 3 和图 4 中给定的尺寸,在上下模上都钻孔,以便能插入温度敏感元件。模腔表面应每隔 20° 刻有矩形沟槽,以使滑动减至最小。图 3 中给出了下模尺寸。上模应刻有相同的沟槽,图 4 中给出了上模的尺寸。

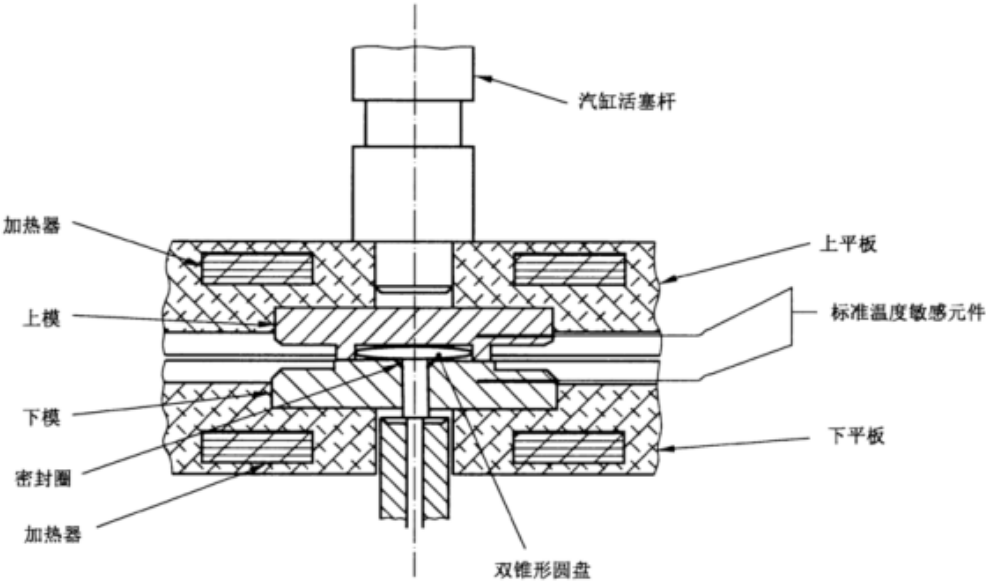


图 2 硫化仪组件

单位为毫米

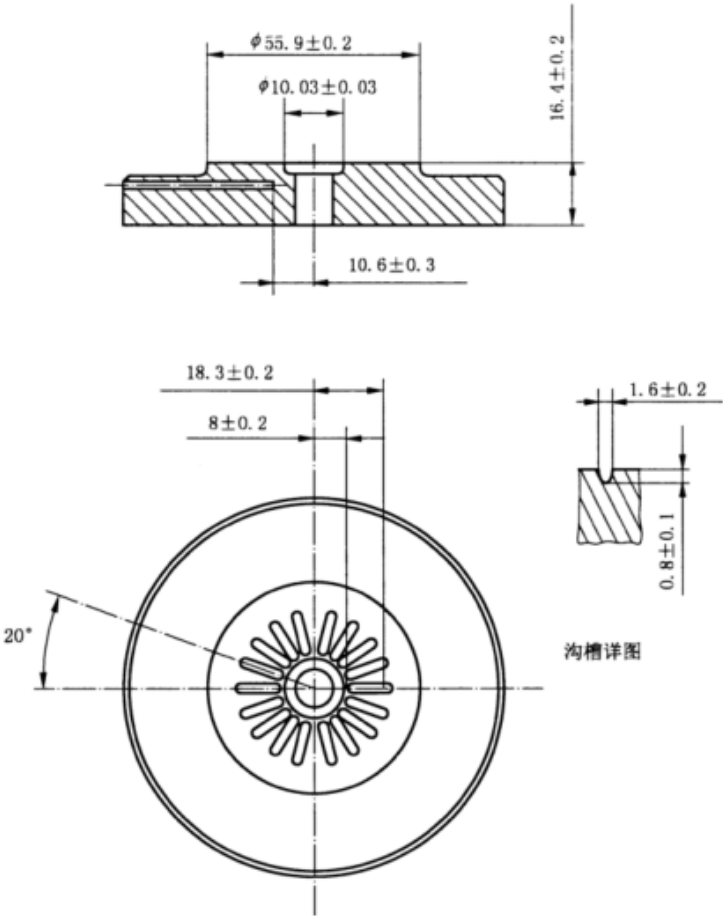


图 3 下模

单位为毫米

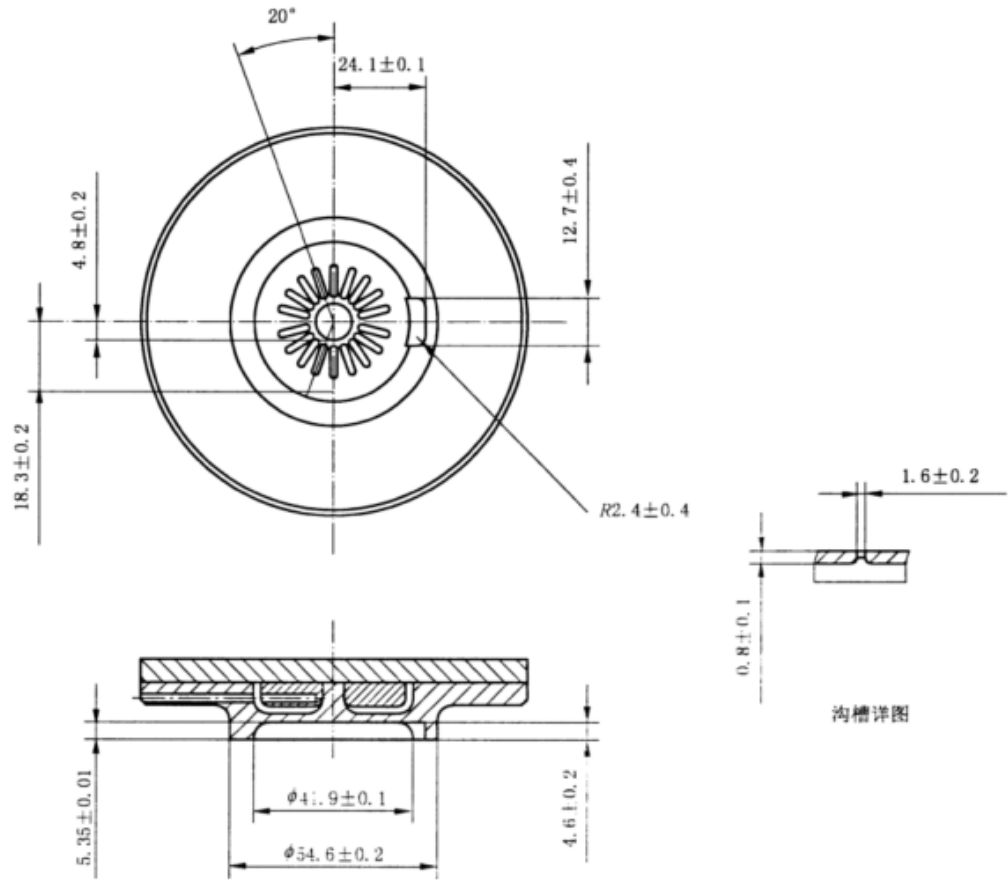


图4 上模

5.2.2 下模中心开一圆孔,以便插入圆盘轴杆。为防止胶料在试验过程泄漏,孔中应装配一个稳定的低摩擦力的密封圈。

5.3 模腔闭合

使用具有 11.0 kN ± 0.5 kN 压力的气缸闭合模腔,在整个试验过程中模腔应保持闭合状态。

5.4 圆盘

双锥形圆盘用硬度不低于 50HRC 的不变形工具钢制成。圆盘的形状如图 5 所示,表 1 列出了圆盘的主要尺寸。

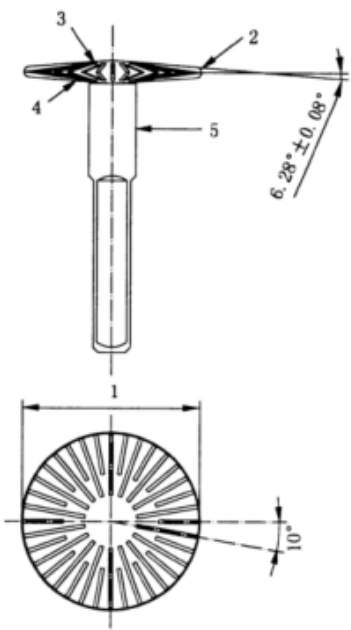


图 5 双圆锥圆盘

表 1 圆盘尺寸

单位为毫米

代号	名称	尺寸	公差
1	直径	35.55	± 0.01
2	半径	0.80	± 0.03
3*	沟槽宽度	0.80	± 0.05
	沟槽深度	0.8	± 0.1
	沟槽长度	最小 7.5	
		最小 12.5	
4	沟槽宽度	0.80	± 0.05
	沟槽深度	0.8	± 0.1
	沟槽长度	最小 7.5	
		最小 9.5	
5	直径	9.51	± 0.01
	圆盘轴杆圆形		
	部分长度	20.0	± 0.5
	圆盘轴杆方形		
	部分长度	35.0	± 0.5

* 上、下表面沟槽应错位 5°。

5.5 圆盘振荡

圆盘振荡频率为 1.7 Hz $\pm$ 0.1 Hz,在特殊用途中,允许使用 0.05 Hz~2 Hz 的其他频率。空模腔

时,圆盘围绕中心位置的最大角位移量应为 $1.00^{\circ} \pm 0.02^{\circ}$ (总幅度为 2°)。空模腔时,圆盘振幅必须保持在 $1.00^{\circ} \pm 0.02^{\circ}$ 不变。当转矩的增加导致振荡角度减小,转矩与振荡角度应具有线性的关系,其斜率应小于 $0.05^{\circ}/(\text{N} \cdot \text{m}) \pm 0.002^{\circ}/(\text{N} \cdot \text{m})$ 。

应配备既能检验振荡初始振幅,又能检验随着施加转矩而引起振幅下降的适宜的检验装置。

在特殊用途中,也可采用其他振幅。采用不同的频率或振幅得到的结果不同。

注:为了防止试样与模腔或圆盘之间打滑,需定期清洗圆盘和模腔(见 10.2.3)。如用于生产质量控制,采用 3° 的初始振幅,这样可以提高试验的灵敏度。

5.6 转矩测量系统

5.6.1 测量

使用能与振荡圆盘所需转矩成正比的转矩传感器测定圆盘的转矩。

5.6.2 记录

用记录仪记录转矩测量装置的信号。记录仪对转矩满量程偏转的响应速度不得超过 1 s。记录精度应为转矩满量程的 $\pm 0.5\%$ 。记录仪应有 $0 \text{ N} \cdot \text{m} \sim 2.5 \text{ N} \cdot \text{m}$, $0 \text{ N} \cdot \text{m} \sim 5.0 \text{ N} \cdot \text{m}$, $0 \text{ N} \cdot \text{m} \sim 10.0 \text{ N} \cdot \text{m}$ 三个转矩量程。

尽管程序设定是用笔式记录仪在纸上记录,但也可使用自动数据采集和处理的装置。

5.7 测量温度

5.7.1 模腔温度测量系统的测温范围为 $100^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$,精确至 0.1°C 。应定期使用校准热电偶或其他适宜的温度传感器插入模腔内检查模腔温度。

5.7.2 模腔应装在电热铝平板之间,用温度控制器控制每块平板的温度,使之在稳态下的温度波动不超过 $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 。如果将 $23^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的试样放入模腔中,在 3 min 内模腔的温度应该恢复到测试温度的 $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 以内。

6 转矩传感器和记录仪的校准

6.1 方法一是在转矩测量电路中加入一个经计量标定的电阻,以模拟所施加的特定转矩值。

6.2 方法二是采用砝码或校准过的扭力弹簧来校准转矩测量系统。

6.3 为了检查硫化仪之间的差异或单台硫化仪在使用中出现的变化,可使用参比胶料进行试验。参比胶料的剪切模量应与正常试验用生产胶料的剪切模量相当或者稍大,并且应在几周内均匀稳定。正常情况下,用校准过的硫化仪做若干次试验,从每一个曲线中确定 M_H 、 M_L 或 t_c' 。对于每一个参数,可以用各系列值在选择的置信水平上(95%或 99%)定义一个置信区间。

如果硫化仪在使用时的微小变化或硫化仪之间的微小差异未得到补偿,而测定的原料参数(例如 M_H 、 M_L 或 t_c') 在置信区间内,在这种情况下,得到的差异不显著。

如果产生了大的偏差,例如,仅由一个参数引起偏差(不在它的置信区间内),应查找产生偏差的原因,并对硫化仪进行必要的维修和保养。

7 试样

试样为直径约 30 mm,厚度约 12.5 mm 的圆片,每次试验用料的体积应相等。试样从没有气泡的薄胶片裁取。总体积约为 8 cm^3 。

注:如果有少量的胶料从模腔的边缘挤出,则能得到最佳尺寸的试样。试样尺寸过大,会使模腔在试验早期阶段过度冷却,导致试验无效。

8 试验温度

试验温度由胶料的特性或者应用决定,但是通常在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$,其温度的波动为 $\pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

9 试样调节

试样测试前应在 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下至少调节 3 h。

10 试验步骤

10.1 试验准备

在圆盘(5.4)位于合适的位置及模腔闭合的条件下,加热上下模腔(见 5.2)到试验温度。随着圆盘到合适的位置及模腔的闭合,调整记录仪上的记录笔到零转矩和零时间的位置上。如果需要,校准记录仪(见 6.1)并且选择合适的转矩量程。

10.2 装载试样

10.2.1 打开模腔,将试样放在圆盘顶部,在 5 s 内使模腔完全闭合。当试验的胶料黏性较强时,可在圆盘下面和试样上面垫合适的薄膜材料,以防胶料粘在模腔上。

10.2.2 从模腔闭合的瞬间起计时,圆盘可在零时间处开始启动(见 5.5),或者在模腔闭合后启动,但是不能超过 1 min。当记录的转矩上升到一个平衡值或者最大值时,硫化曲线就完成了。如果转矩继续上升,则认为硫化在给定的时间内未完成。

10.2.3 试验过程中,部分胶料的沉积物可能粘附在圆盘和模腔上,这样会影响最终的转矩值。建议每天用参比胶料进行试验,以检查这种情况。如果圆盘和模腔粘着胶料较多,可以用一种柔软磨料轻轻磨去,但这项操作必须特别小心,以保持沟槽的锐角及其尺寸。为了避免磨损可用超声波清洗,也可用热的溶剂或无腐蚀性的清洗剂把沉积物除去。如果用溶剂或清洗剂时,清洗后的最初两组试验结果应作废。

11 试验结果表示

11.1 概要

从硫变曲线上可以得到 11.2~11.5 的值。

11.2 转矩值

M_L :最小转矩,用 $\text{N}\cdot\text{m}$ 表示;

M_{HF} :平衡状态转矩,用 $\text{N}\cdot\text{m}$ 表示;

M_{HR} :最大转矩(返原曲线),用 $\text{N}\cdot\text{m}$ 表示;

M_H :经规定时间后,在没有获得平衡值或最高值的曲线上所达到的最大转矩,用 $\text{N}\cdot\text{m}$ 表示。

11.3 时间值

t_{Sx} :超过 M_L 之后,转矩增加 x 单位的时间(见 11.4 和 11.5),用 min 表示;

$t_c(y)$:达到最大转矩的 $y\%$ 的硫化时间(见 11.5),用 min 表示;

GB/T 9869—2014/ISO 3417:2008

$t_c'(y)$:从最小转矩 M_L 增加到 $M_L+0.01y(M_H-M_L)$ 的硫化时间(见 11.4),用 min 表示。

11.4 不同百分比的硫化时间

除非另有规定,推荐使用下列参数:

t_{S1} :超过 M_L 之后,转矩增加 $0.1 \text{ N} \cdot \text{m}$ 的时间,用 min 表示;

$t_c'(50)$:转矩达到 $[M_L+0.5(M_H-M_L)]$ 的时间,用 min 表示;

$t_c'(90)$:转矩达到 $[M_L+0.9(M_H-M_L)]$ 的时间,用 min 表示。

如果用 3° 的振幅来代替 1° 标准振幅,那么应用 t_{S2} 取代 t_{S1} ;即超过 M_L 之后,转矩增加 $0.2 \text{ N} \cdot \text{m}$ 的时间,用 min 表示。

11.5 硫化速率指数

$100/[t_c(y)-t_{Sx}]$:它与硫化速率曲线在陡峭区域内的平均斜率成正比。

12 试验报告

试验报告应包括下列内容:

a) 样品说明:

- 1) 样品及其来源的完整描述;
- 2) 试验胶料。

b) 试验方法:

- 1) 本标准及编号;
- 2) 硫化仪型号。

c) 试验说明:

- 1) 规定的振荡幅度,报告上应为总位移的一半。例如,当总位移为 2° 时,报告上写 1° ;
- 2) 振荡频率(如果不是 1.7 Hz 时),用 Hz 表示(见 5.5);
- 3) 所选择的转矩量程,用 $\text{N} \cdot \text{m}$ 表示;
- 4) 记录仪的进纸速度,用 mm/min 表示;
- 5) 预热时间,用 min 表示(见 5.7.2);
- 6) 硫化温度,用 $^\circ\text{C}$ 表示。

d) 试验结果:

- 1) 获得硫化曲线的类型(见图 1);
- 2) 从硫化曲线上得到的试验结果。

e) 试验日期。



GB/T 9869-2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-50760

定价: 16.00 元