

中华人民共和国国家标准

GB/T 1687.4—2021/ISO 4666-4:2018

硫化橡胶 在屈挠试验中温升和耐疲劳 性能的测定 第4部分:恒应力屈挠试验

Rubber, vulcanized—Determination of temperature rise and resistance to fatigue
in flexometer testing—Part 4: Constant-stress flexometer

(ISO 4666-4:2018, IDT)

2021-10-11 发布

2022-05-01 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。

本文件是 GB/T 1687《硫化橡胶 在屈挠试验中温升和耐疲劳性能的测定》的第 4 部分。GB/T 1687 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：基本原理；
- 第 3 部分：压缩屈挠试验(恒应变型)；
- 第 4 部分：恒应力屈挠试验。

本文件使用翻译法等同采用 ISO 4666-4:2018《硫化橡胶 在屈挠试验中温升和耐疲劳性能的测定 第 4 部分：恒应力屈挠试验》。

与本文件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 1687.1—2016 硫化橡胶 在屈挠试验中温升和耐疲劳性能的测定 第 1 部分：基本原理(ISO 4666-1:2010, IDT)；
- GB/T 2941—2006 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序(ISO 23529:2004, IDT)；
- GB/T 9870.1—2006 硫化橡胶或热塑性橡胶 动态性能的测定 第 1 部分：通则(ISO 4664-1:2005, IDT)。

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。

本文件起草单位：怡维怡橡胶研究院有限公司、万力轮胎股份有限公司、贵州轮胎股份有限公司、高特威尔科学仪器(青岛)有限公司、青岛竣翔科技有限公司、安徽佳通乘用车子午线轮胎有限公司、赛轮(东营)轮胎股份有限公司、三角轮胎股份有限公司、江苏明珠试验机械有限公司、上海弘埔仪器技术有限公司、山东阳谷华泰化工股份有限公司、上海法森检测技术有限公司、北京橡胶工业研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：陈晓杰、刘爱芹、韩潇、商伟俊、冯萍、王鹏、盛恩恬、左继强、王志晔、刘治江、吴咸鹤、高利廷、李小雯、马秀菊、许秋焕、包达飞、金柱银、马德龙、李云峰、龚剑鸣、张志远、谢君芳、孙斯文。

引 言

GB/T 1687 旨在建立测定硫化橡胶在屈挠试验中温升和耐疲劳性能的试验方法,拟由三个部分构成。

- 第 1 部分:基本原理。目的在于阐述了硫化橡胶屈挠试验的一般原理,界定了屈挠试验中涉及的术语和定义。
- 第 3 部分:压缩屈挠试验(恒应变型)。目的在于规定了硫化橡胶在恒应变振幅屈挠试验中的温升和耐疲劳性能的测定方法。
- 第 4 部分:恒应力屈挠试验。目的在于规定了硫化橡胶在恒应力振幅屈挠试验中的温升和耐疲劳性能的测定方法。

本文件给出了一种通过施加恒定振幅动态载荷进行压缩屈挠试验的方法,其特点和意义如下:

- a) 为了准确模拟橡胶产品在使用中的生热行为,选择合适的测温点是一个重要的考虑因素。与 GB/T 1687.3 测量试样表面温度不同,恒应力屈挠试验机采用针形温度检测器,直接测量试样内部中心的温度(此部位为生热点)。
- b) 在测试过程中,通过能够实时反馈应力或应变的伺服控制系统测定橡胶的动态性能(粘弹性参数)与时间的函数关系。
- c) 通过连续的信息反馈,使曾经被认为很难能够检测到因生热而出现破坏时的初始阶段或初始迹象成为可能。

与按照 GB/T 1687.3 所述方法进行测试的结果相比,恒应力压缩屈挠测试的温升与轮胎温度的升高具有很好的相关性。

硫化橡胶 在屈挠试验中温升和耐疲劳性能的测定 第4部分:恒应力屈挠试验

警示 1——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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,并保证符合国家的有关法规规定的条件。

警示 2——本文件规定的某些步骤可能涉及使用或产生某些废弃物,这可能对局部环境产生危害。相关文件中应规定适当的安全操作和废弃物使用后的处理条款。

1 范围

本文件描述了使用恒应力屈挠试验机测定硫化橡胶温升和耐疲劳性能的方法。

许多橡胶制品(如轮胎、运输带)在测试过程中需要施加恒定振幅的周期性动态载荷。为了使实验室测试结果与产品的实际使用工况具有良好的相关性,本文件给出了上述条件下相应的试验方法。

本文件不适用于硬度 85 IRHD 以上的硫化橡胶。

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。

ISO 4664-1 硫化橡胶或热塑性橡胶 动态性能的测定 第1部分:通则(Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of dynamic properties—Part 1:General guidance)

ISO 4666-1 硫化橡胶 在屈挠试验中温升和耐疲劳性能的测定 第1部分:基本原理(Rubber, vulcanized—Determination of temperature rise and resistance to fatigue in flexometer testing—Part 1:Basic principles)

ISO 18899:2013 橡胶 试验设备校准指南(Rubber—Guide to the calibration of test equipment)

ISO 23529 橡胶 物理试验方法试样制备和调节通用程序(Rubber—General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods)

3 术语和定义

ISO 4666-1 和 ISO 4664-1 中界定的术语和定义适用于本文件。

ISO 和 IEC 维护的用于标准化的术语数据库地址如下:

——ISO 在线浏览平台:<https://www.iso.org/obp>

——IEC 电子百科:<https://www.electropedia.org>

4 原理

在预加静态载荷的圆柱形试样上,施加一个恒定振幅的周期性动态载荷进行压缩,可测量试样的温升值。通过发生破坏时的循环次数或试验时间给出试样的疲劳寿命。试样高度变化(蠕变)和动态特性可作为时间的函数进行测量。试验结束后,测量试样的压缩永久变形。

5 仪器

仪器基本结构示意图见图 1,恒应力屈挠试验机示例图见图 2。

5.1 压板

上、下两个压板夹持试样。下压板与对试样施加动/静态压缩形变的振荡器连接,上压板通过连接轴将动/静态压缩力传递到载荷传感器。夹持试样的上、下压板应采用热导率不大于 $0.28 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 的绝热材料制作。上压板中心有一细孔以插入用于测量试样中心温度的针形温度计。上、下压板结构示意图见图 3。

5.2 振荡器

振荡器应至少能够对试样施加 2 kN 的动/静态压缩载荷,并能在振荡频率为 50 Hz 时对试样施加振幅为 0.75 kN 的动态载荷。

推荐使用液压伺服控制系统控制振荡器。

最大冲程宜在 $20 \text{ mm} \sim 25 \text{ mm}$ 范围内。

5.3 位移传感器

位移传感器应能够检测到下压板 0.01 mm 范围内的运动(压缩时试样的变形),且在最大振荡频率时,应具有适合的响应时间。

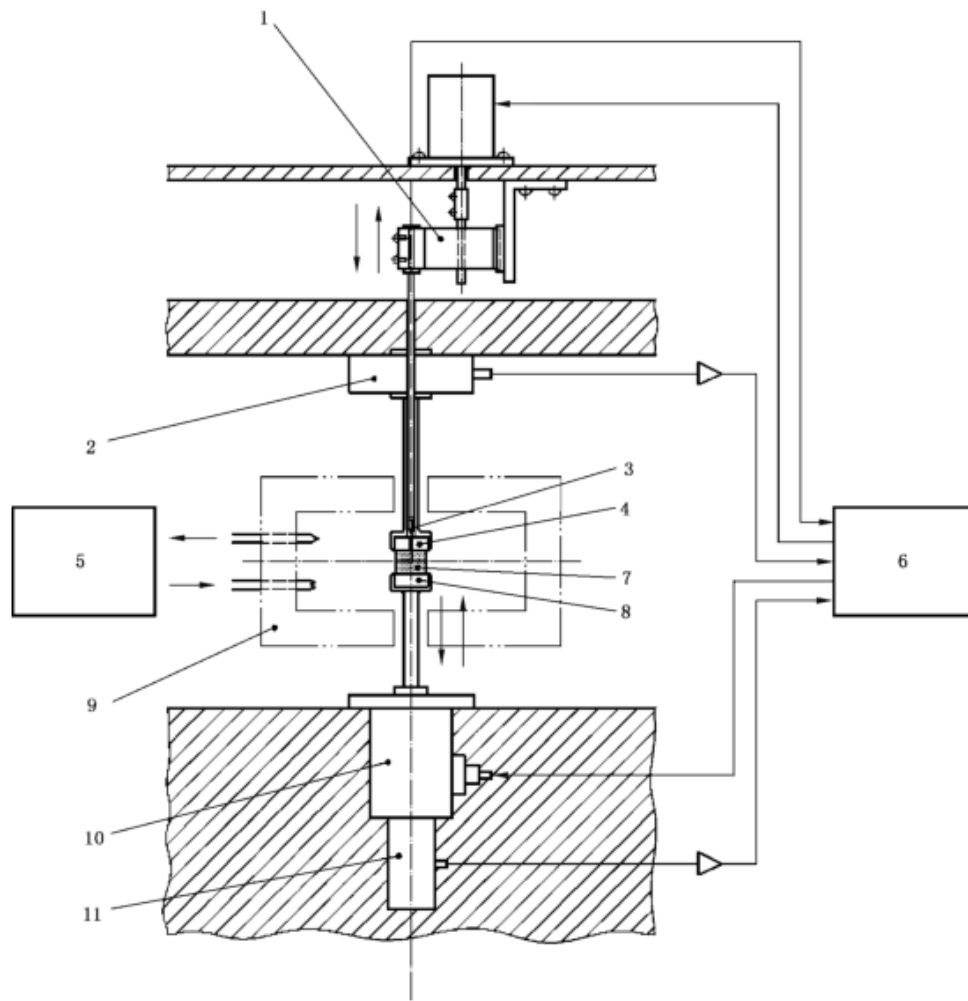
5.4 载荷传感器

载荷传感器的最大量程应为 2.0 kN ,增量为 5 N ,且在最大振荡频率时,应具有适合的响应时间和较高的固有频率。

5.5 恒温室和温度控制器

根据 ISO 23529 规定,恒温室温度设定范围为 $40 \text{ }^\circ\text{C} \sim 100 \text{ }^\circ\text{C}$,控温精度 $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。恒温室的温度测量点应位于距离上、下压板边缘 $6 \text{ mm} \sim 9 \text{ mm}$ 处,也可在两压板边缘的中间位置。插入恒温室的温度传感器导线至少长 100 mm 。

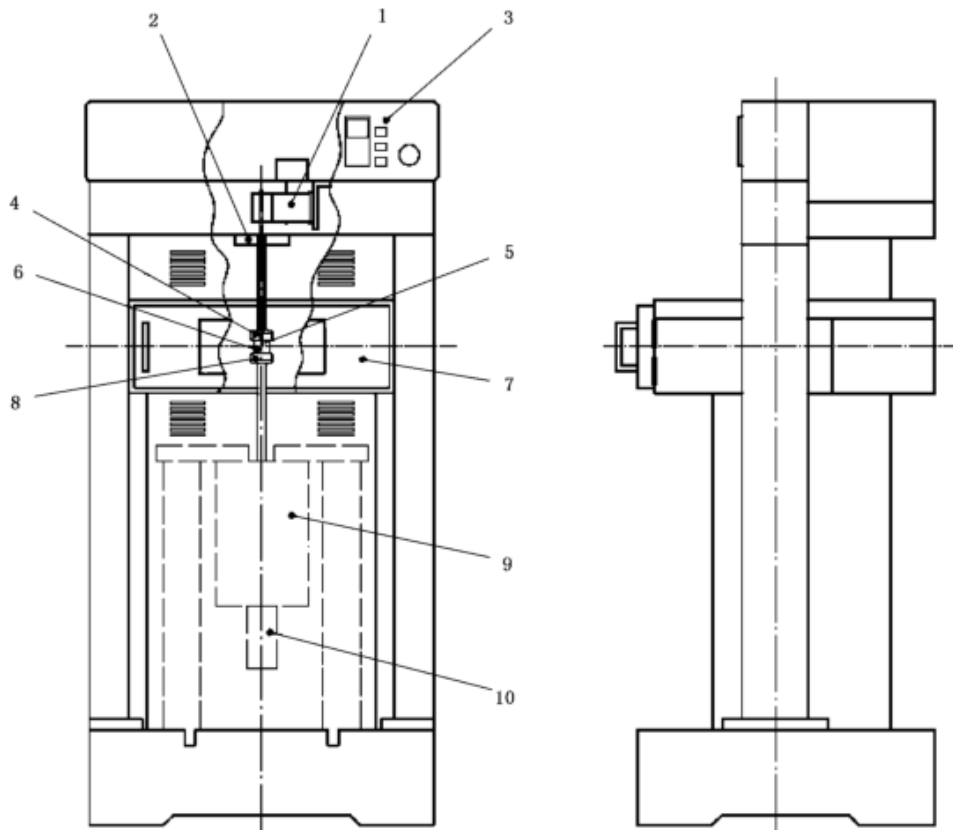
恒温室中应安装一个网格架,用于调节试样,其高度与下压板的高度相近。也可以使用其他恒温室进行试样温度的调节。



标引序号说明：

- 1 —— 位置控制器；
- 2 —— 载荷传感器；
- 3 —— 针形温度检测器；
- 4 —— 上压板；
- 5 —— 温度控制器；
- 6 —— 电脑控制器；
- 7 —— 试样；
- 8 —— 下压板；
- 9 —— 恒温室；
- 10 —— 振荡器；
- 11 —— 位移传感器。

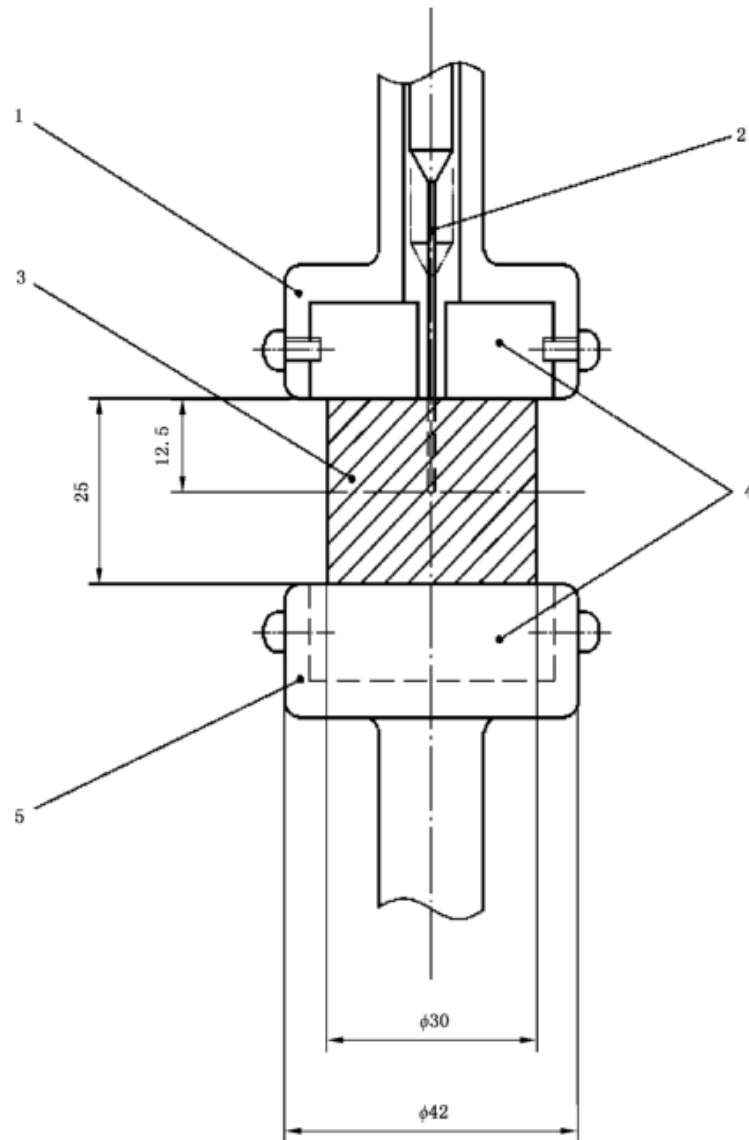
图 1 恒应力屈挠试验机原理与基本结构图



标引序号说明：

- 1 —— 位置控制器；
- 2 —— 载荷传感器；
- 3 —— 温度控制器；
- 4 —— 上压板；
- 5 —— 针形温度检测器；
- 6 —— 试样；
- 7 —— 恒温室；
- 8 —— 下压板；
- 9 —— 振荡器；
- 10 —— 位移传感器。

图2 恒应力屈挠试验机示例图



标引序号说明：

- 1 —— 上压板；
- 2 —— 针形温度检测器；
- 3 —— 试样；
- 4 —— 绝热材料；
- 5 —— 下压板。

图3 恒应力屈挠试验机上、下压板示例图

5.6 针形温度检测器

针形温度检测器的尖端直径为 1.0 mm，精度为 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

针形温度检测器结构示意图见图 4。

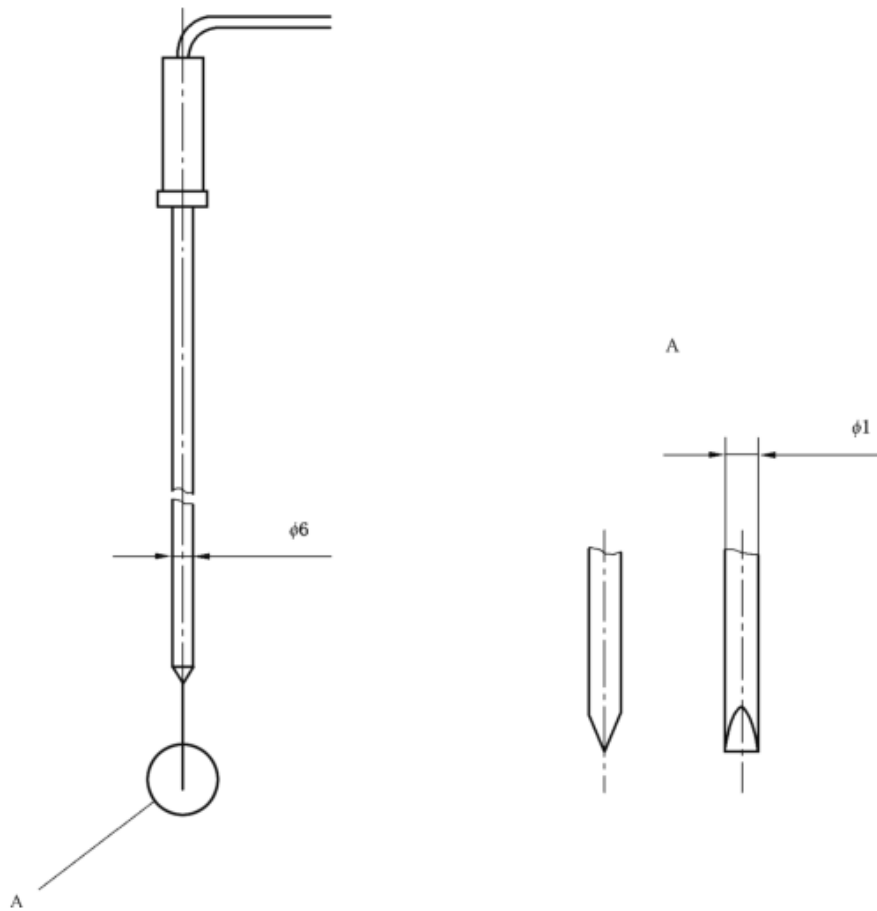


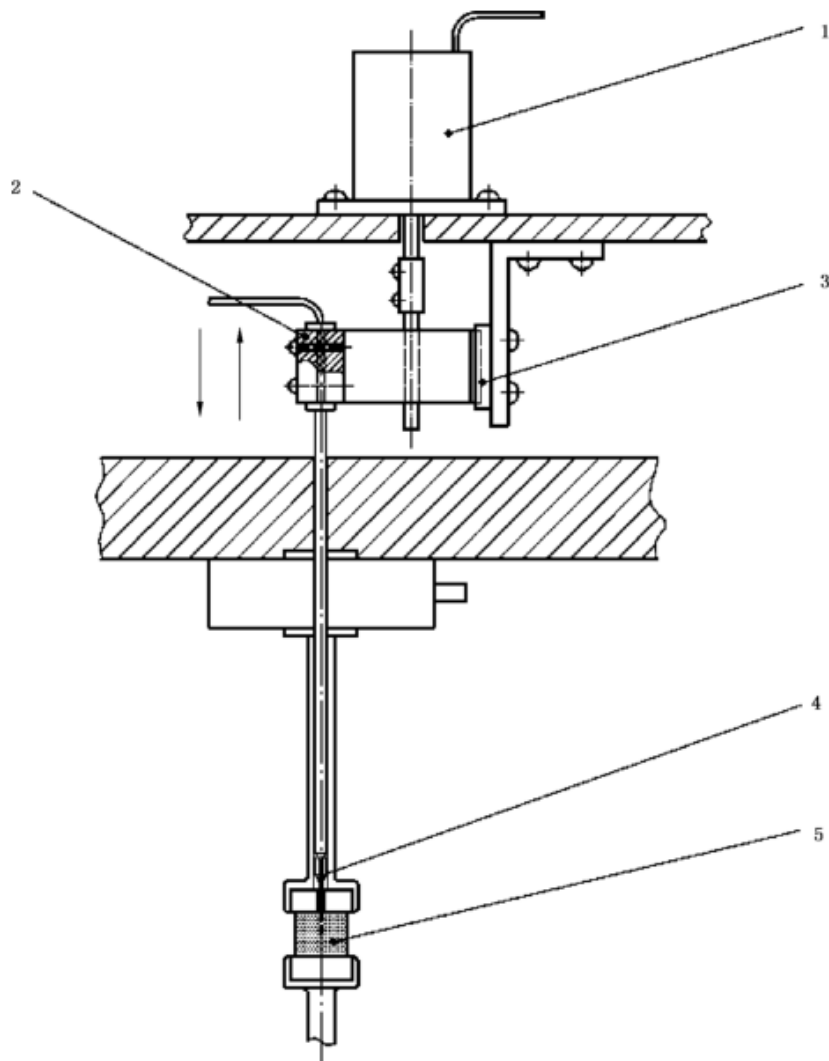
图 4 针形温度检测器示例图

5.7 温度检测器位置控制器

在试验过程中,位移传感器将试样高度信息实时反馈给电脑控制器,位置控制器根据电脑控制器中的反馈信息调整针形温度检测器位置。

注:试样高度是指在一个压缩振荡周期内,试样的最大高度和最小高度的平均值。通常,由于蠕变作用,试样高度会随试验时间的延长逐渐减小。

温度检测器位置控制器示例图见图 5。



标引序号说明：

- 1 —— 脉冲电机；
- 2 —— 夹具；
- 3 —— 导杆；
- 4 —— 针形温度检测器；
- 5 —— 试样。

图5 针形温度检测器位置控制器示例图

5.8 计算机控制单

计算机控制单元应具备以下功能：

- a) 控制振荡器的运动,使施加在试样上的静态载荷始终与试验条件中的设定值一致；
- b) 控制振荡器的运动,使施加在试样上的动态载荷振幅始终与试验条件中的设定值一致；
- c) 记录并显示由针形温度检测器检测到的试样中心温度；
- d) 记录、计算并显示由位移传感器检测到的试样蠕变；
- e) 根据测定动态性能确定疲劳寿命时,通过传感器实时反馈的检测数据(见 9.3.4),计算、记录并显示试样的储能法向模量 E' 、损耗法向模量 E'' 、损耗角正切($\tan\delta$)。这些数值宜每隔 1 s 计

算一次；

- f) 达到设定的试验时间或当记录值达到规定限值时，停止试验。

5.9 测量工具

测量试样高度和直径的测量工具应符合 ISO 23529 要求。测量工具的圆形压足直径为 10 mm，可施加 $22 \text{ kPa} \pm 5 \text{ kPa}$ 的压力。

6 校准

试验仪器应按附录 B 进行校准。

7 试样

试样为圆柱形硫化橡胶，直径 $30.00 \text{ mm} \pm 0.30 \text{ mm}$ ，高度 $25.00 \text{ mm} \pm 0.25 \text{ mm}$ 。

试样制备的标准方法应为直接模压法。为了保证模压试样的均匀性，减少试样间的公差，确定硫化模具尺寸时建议考虑橡胶的收缩率。

注：模具直径为 $30.40 \text{ mm} \pm 0.05 \text{ mm}$ ，模腔高度为 $25.40 \text{ mm} \pm 0.05 \text{ mm}$ ，模具的上、下两面设置溢胶槽。

8 试验条件

恒应力屈挠试验通常选用表 1 或表 2 中规定的试验条件。

动态载荷振幅应小于静态载荷。

表 1 温升值的测试条件

条件	规定值	范围
恒温室温度	$(40 \pm 1)^\circ\text{C}$ 或 $(100 \pm 1)^\circ\text{C}$	—
静态载荷	600 N	250 N~900 N
动态载荷振幅	400 N	200 N~700 N
频率	10 Hz	5 Hz~30 Hz

表 2 疲劳破坏的测试条件

条件	规定值	范围
恒温室温度	$(40 \pm 1)^\circ\text{C}$ 或 $(100 \pm 1)^\circ\text{C}$	—
静态载荷	680 N	510 N~950 N
动态载荷振幅	600 N	500 N~700 N
频率	30 Hz	20 Hz~50 Hz

通常情况下，测定温升的试验时间为 25 min，如果需要，可选择更长的测试时间。

为测定试样的疲劳破坏，试验时间应为试样内部出现初始破坏时的时间。如果试验持续 25 min 后仍未发生疲劳破坏，应在更加苛刻的条件下重新试验；如果很快出现破坏，应降低试验条件后重新试验。

注：测定疲劳破坏的方法和条件依据产品的类型和试验目的而定，因此，通常不指定测试条件。9.2 中介绍了测定

疲劳破坏的方法。

9 试验步骤

9.1 通用试验步骤

试验应按照以下步骤进行：

- a) 测量试样高度。
- b) 为了将试样放到正确位置,要先将振荡器调为手动模式,将下压板移动到最低位置,然后将试样放到下压板中心,向上移动下压板,直到试样表面与上压板接触(或近似接触)。此时,施加到试样上的力不超过 5 N,且上压板与试样上表面的间隙小于 0.5 mm。当试验在较高的温度下进行,先将试样放到恒温室的网格架上调节至少 30 min。
- c) 启动位置控制器,将针形温度检测器从试样上表面的中心,插入 12.5 mm 的深度。之后,设置位置控制器,使针形温度检测器自动控制在试样平均高度一半的深度。由于蠕变,试件高度会降低。
- d) 移动下压板并压缩试样,直到达到设定的静态载荷。此时,位置控制器开始移动针形温度检测器,使其位于被压缩后试样高度二分之一的位置。
- e) 施加静态载荷 5 s~10 s,当针形温度检测器显示温度稳定后,启动振荡器的自动模式,控制下压板对试样施加预先设置的振幅和频率的一个动态载荷,此时试验开始计时。
- f) 试验过程中保持试验条件相对稳定,确保施加到试样的静态载荷平均值和动态载荷振幅的平均值与试验前设置的数值一致。
- g) 通过计算机控制单元记录并显示试样的温度和蠕变。
- h) 为了根据动态特性确定疲劳寿命,载荷和位移传感器将规定时间间隔内的循环载荷和位移传输到计算机控制单元,计算机控制单元计算并显示储能法向模量 E' 、损耗法向模量 E'' 和损耗角正切 $\tan\delta$ 。设定的时间间隔优选为 1 s。

9.2 疲劳寿命的测定

9.2.1 直观方法

为了确定疲劳寿命,需持续试验,直到发生破坏。疲劳寿命可以用试样破坏或失效时的压缩循环次数 N 或时间来表征。可通过在实时显示系统上观察到的动态特性的显著变化、不规则的温度曲线(温度突然升高)或显著增加的蠕变来识别试样破坏。试验结束后,在试样高度中间位置水平剖开试样,目测确认并报告疲劳破坏的程度(如试样中心有细小气泡、裂纹或橡胶劣化)。

9.2.2 自动方法

9.2.2.1 通则

由于很难观察到从试样内部中心开始的破坏,间接测定方法往往更实用。在恒应力屈挠测试中,通过在试验过程中监测参数的变化,可以实现样品初始破坏时的自动判定。

9.2.2.2 破坏的判定参数

由于以下参数在试验过程中是连续实时测量的,因此可以通过以下任一参数的变化来判定样品的破坏:

- 试样内部温度, θ ;
- 蠕变, F ;

- 储能法向模量, E' ;
- 损耗法向模量, E'' ;
- 损耗角正切, $\tan\delta$ 。

通常情况下,当试样的温度、蠕变、储能法向模量发生显著变化时,疲劳破坏已经变得相当严重,但这些参数仍然适用于检测样品的整个破坏过程。损耗法向模量或损耗角正切的变化更适合判定初始破坏阶段。

9.2.2.3 破坏的判定标准

自动测定疲劳破坏时,需要确定剖开试样直观状况的判定标准,例如,截面上出现的气泡数量及其大小(直径)。依据破坏程度可分为几个破坏等级。应提前确定初始破坏的判定标准。

因为破坏的判定标准是由产品种类和试验目的决定的,所以不能统一规定。

9.2.2.4 初始破坏点的测定

如果要自动检测破坏,可以采用 9.2.2.2 中给出的任何一个参数(或两个或更多参数的组合),当数值的变化量、随时间的变化速率或其他形式变化(以下简称为参数的变化)达到设定值时,认为检测到破坏,试验自动停止。可通过以下步骤确定破坏的试验条件:

- a) 制备疲劳寿命相差较大的几种样品(最好不少于 5 种),每种样品准备至少 6 个试样。如果要利用损耗法向模量和损耗角正切的变化测定初始疲劳破坏,最好使用具有不同动态性能的样品。
- b) 应选择与产品使用条件相同或类似的静态载荷和动态载荷振幅。对于加速试验,试验温度和频率应高于使用条件。
- c) 进行第一次试验,试验时间应足够长,足以引起破坏,在该试验过程中,根据连续测量参数的变化,估计发生初始破坏的时间。重复试验,试验时间与第一次试验确定的发生初始破坏的时间一致。
- d) 第二次试验完成后,剖开试样,将破坏程度与预先制定的破坏等级进行比较。
- e) 如果自动测定的破坏程度不明显,或很严重时,延长或缩短试验时间,重复试验。
- f) 当通过重复步骤 c)~步骤 e) 获得了期望的破坏等级时,详细记录参数随时间的变化值。
- g) 对所有制备的样品重复步骤 c)~步骤 f)。
- h) 通过对试验结果的分析,得到一个经验公式,并确定自动检测破坏的试验条件。

每次新试样的测试都需按照步骤 c)~步骤 f) 进行。

如果按步骤 c) 进行了 25 min 试验,试样没有发生破坏或者过早发生破坏,修改试验条件(见第 8 章)重新试验。

在步骤 f) 中,为了确保试验结果的准确性,每个试验条件下至少测试 2 个试样。

9.3 试验结果

9.3.1 温升

试验过程中持续测量试样内部温度以确定温升值。

温升按公式(1)计算:

$$\Delta\theta = \theta_{25} - \theta_0 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\Delta\theta$ ——试样的温升值,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);

θ_{25} ——试验 25 min 后的试样温度,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);

θ_0 —— 试验开始时的试样温度,单位为摄氏度(°C)。

注: θ_{25} 和 θ_0 是试样中心部位的温度。

9.3.2 蠕变

分别测量加载动态载荷 6 s 时和经过规定试验时间后试样的高度,以计算蠕变。

蠕变按公式(2)计算:

$$F_t = \frac{h_6 - h_t}{h_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中

F_t —— 蠕变,以百分数表示,%;

h_6 —— 开始循环加载 6 s 时试样高度,单位为毫米(mm);

h_t —— 试验结束后试样高度,单位为毫米(mm);

h_0 —— 试样处于无载荷状态下的初始高度,单位为毫米(mm)。

公式(2)也可用公式(3)来表示:

$$F_t = \frac{h_0 - h_t}{h_0} \times 100 - \frac{h_0 - h_6}{h_0} \times 100 = F_{(t)} - F_{(6)} \quad \dots\dots\dots(3)$$

在公式(3)中, $F_{(6)}$ 表示初始蠕变,由于仅从 F_t 结果不能获得初始蠕变的信息,应使用 F_t 和 $F_{(6)}$ 或 $F_{(t)}$ 和 $F_{(6)}$ 共同来表征蠕变性能。

应按照前面描述的方法测量试样初始高度 h_0 ,如果已确认试样的初始高度在 25 mm ± 0.2 mm 范围内,试样的初始高度均可以按 25 mm 计。

可将测试时间(以 min 为单位)添加到 $F_{(t)}$ 的括号中。

9.3.3 压缩永久变形

试验结束后,将试样从设备上取下,在标准实验室温度下调节 1 h 后,测量高度 h_c 。

压缩永久变形按公式(4)计算:

$$S = \frac{h_0 - h_c}{h_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中

S —— 压缩永久变形,以百分数表示,%;

h_0 —— 试样处于无加载状态的初始高度,单位为毫米(mm);

h_c —— 试样处于无加载状态调节 1 h 后的最终高度,单位为毫米(mm)。

9.3.4 动态性能

储能法向模量 E' 、损耗法向模量 E'' 和损耗角正切 $\tan\delta$ 是通过 ISO 4664-1 中规定的公式,由计算机控制单元根据测量的压缩载荷和试样的变形计算得出,具体公式如下:

$$|E^*| = \frac{F_0/A}{x_0/h_0} \quad \dots\dots\dots(5)$$

$$E' = |E^*| \cos\delta \quad \dots\dots\dots(6)$$

$$E'' = |E^*| \sin\delta \quad \dots\dots\dots(7)$$

$$\tan\delta = \frac{E''}{E'} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$|E^*|$ —— 绝对法向模量,单位为兆帕(MPa);

F_0 —— 来自力值传感器的载荷振幅,单位为牛顿(N);

- A —— 试样的截面积,单位为平方毫米(mm^2);
- x_0 —— 来自位移传感器的最大位移振幅,单位为毫米(mm);
- h_0 —— 试样处于无载荷条件下的初始高度,单位为毫米(mm);
- E' —— 储能法向模量,单位为兆帕(MPa);
- E'' —— 损耗法向模量,单位为兆帕(MPa);
- $\tan\delta$ —— 损耗角正切;
- δ —— 损耗角,即载荷和位移之间的相位角之差,单位为弧度(rad)。

10 精密度

见附录 A。

11 试验报告

试验报告应包括以下信息:

- a) 样品说明:
 - 1) 样品及其来源的详细说明,
 - 2) 试样制备方法,例如:模压或裁切;
- b) 测试方法:
 - 1) 使用的测试方法,如本文件的编号(GB/T 1687.4),
 - 2) 测试步骤,
 - 3) 试样的初始高度和直径(如果与标准尺寸有偏差),
 - 4) 试样的硬度;
- c) 测试条件说明:
 - 1) 静态载荷(或应力),单位为 N(或 MPa),
 - 2) 动态载荷(或应力)的振幅,单位为 N(或 MPa),
 - 3) 频率,单位为 Hz,
 - 4) 恒温室温度,单位为 $^{\circ}\text{C}$,
 - 5) 与本文件规定测试方法的任何不同之处;
- d) 测试结果:
 - 1) 温升的测定:测试时间,单个试样测定值和平均值,
 - 2) 蠕变的测定:测试时间,单个试样测定值和平均值,
 - 3) 压缩永久变形的测定:测试时间,单个试样测定值和平均值,
 - 4) 耐疲劳性能的测定:试样数量,疲劳破坏的判定标准,达到所选破坏点的时间或循环次数以及温度,以单个试验值和平均值表示,
 - 5) 如果需要报告动态性能参数,以单个试样测定值和平均值表示:
 - 储能法向模量, E' ,
 - 损耗法向模量, E'' ,
 - 损耗角正切, $\tan\delta$,
 - 6) 试验结束后,剖开试样目测观察到的详细情况;
- e) 试验日期。

附 录 A
(资料性)
精 密 度

A.1 概述

1 型实验室间比对试验(ITP)及其重复性和再现性的计算是根据 ISO/TR 9272 进行的。

注：根据 ISO 4666-3 同时组织了恒应变屈挠试验的 ITP 试验。

A.2 精密度说明

A.2.1 实验室间比对试验(ITP)于 2001 年组织实施。制备三种硫化胶试样分送到各参与实验室,分别是天然橡胶胶料(NR)、丁苯橡胶胶料(SBR)和氯丁橡胶胶料(CR),试样配方如表 A.1 所示。试验按照以下条件进行,其中试验频率和试验时间与第 8 章中相同,恒温室温度、静态载荷和动态载荷振幅与第 8 章不同,但在其规定的范围内。

——恒温室温度:55 ℃(试样在试验前至少调节 30 min);

——静态载荷:707 N;

——动态载荷振幅:700 N;

——频率:30 Hz;

——试验时间:25 min。

A.2.2 每种橡胶每次测试两个试样,每两天测试一次,在一周内测试完成。测试结果包括:温升(℃)、蠕变(%)和压缩永久变形(%)。

A.2.3 本次实验室间比对试验共有 8 家实验室参加。

表 A.1 胶料配方

品名	天然橡胶	丁苯橡胶	氯丁橡胶
NR(RSS#1)	100	—	—
SBR1502	—	100	—
CR(硫黄改性)	—	—	100
HAF 炭黑(N330)	35	50	25
氧化锌	5	3	5
氧化镁	—	—	4
硬脂酸	2	1	0.5
防老剂 6PPD ^a	2	2	2
防老剂 TMQ ^b	2	2	—
石蜡	1	1	—
促进剂 TBBS ^c	0.7	1	—
硫黄	2.25	1.75	—
合计	149.95	161.75	136.5

^a N-(1,3-二甲基丁基)-N'-苯基-对苯二胺。

^b 2,2,4-三甲基-1,2-二氢喹啉聚合物。

^c N-叔丁基-2-苯并噻唑。

A.3 精密度结果

参照 ISO/TR 9272:2005, 根据 ITP 数据图表, 进行分析计算, 采用一水平中的 1 型, 删除异常值, 计算精密度。表 A.2 给出精密度结果。

表 A.2 恒应力屈挠试验机试验结果

性能	测试胶料	平均值	实验室内		实验室间	
			r	(r)	R	(R)
温升/℃	NR	91.88	4.93	5.36	7.72	8.40
	SBR	74.31	4.76	6.40	10.83	14.58
	CR	36.13	3.29	9.12	4.32	11.96
蠕变/%	NR	24.80	0.40	1.62	3.05	12.30
	SBR	20.81	1.03	4.95	4.12	19.80
	CR	15.69	0.38	2.45	2.00	12.70
压缩永久变形/%	NR	2.44	0.22	9.18	1.77	72.80
	SBR	1.27	0.34	26.40	0.60	47.20
	CR	0.50	0.21	41.55	0.26	50.80
r ——重复性, 用测量单位表示; (r) ——相对重复性, %; R ——再现性, 用测量单位表示; (R) ——相对再现性, %。						

A.4 精密度应用

精密度应用指南参照 ISO 19983。

附录 B
(规范性)
校准规范

B.1 核查

在进行任何校准之前,应通过核查确认需校准项目的状况,并记录在校准报告或证书上。报告中应记录校准是在试验设备“验收”状态下进行的,还是在纠正异常或故障维修后进行的。

应确认试验设备能够达到正常的预期目的,包括规定的所有参数和不需要正式校准的参数。如果这些参数有可能发生变化,则应在校准程序中写明需要进行期间核查。

B.2 校准时间表

试验设备的验证、校准是本文件的强制性部分。除非另有规定,校准的频率和使用的程序由各个实验室根据 ISO 18899:2013 的规定自行决定。

表 B.1 列出了本试验方法中涉及的所有参数,包括规定的要求。(这些)参数和要求涉及主要的试验设备、设备的部件或试验所需的附件。

对于每项参数,校准程序由 ISO 18899:2013 或其他出版物或专门针对该试验方法的详细程序给出(如有比 ISO 18899:2013 更详细的校准程序,应优先采用)。

每项参数的校准频率都由一个字母代码表示,校准时间表中使用的字母代码如下:

N:仅需初始校准;

S:ISO 18899:2013 中规定的标准时间间隔。

表 B.1 校准时间表

参数	要求	ISO 18899:2013 中的章条	校准频率
压板材料	热导率不大于 0.28 W/(m·K)的隔热材料		N
振荡器 ——压缩载荷 ——振荡力	至少 2 kN 50 Hz 最大振幅为 0.75 kN	21.2	S
位移传感器 ——精度	0.01 mm	15.4	S
载荷传感器 ——最大值 ——增量	最大值为 2.0 kN 5 N	21.2	S
恒温室的温度控制器	在设定温度的±1℃范围内	18	S
恒温室的温度传感器	距离上、下压板 6 mm 到 9 mm 的位置或者在两压板的中间。 温度传感器的线应插入到恒温室内至少 100 mm。	15.2	N
针形温度检测器 ——尖端直径 ——精度	1.0 mm 0.5℃	15.2 18	S
注: 本表中没有重复列出本文件中规定的测试条件。			

除了在表 B.1 中列出项目外,以下所列项目也需按照 ISO 18899:2013 进行校准:

- 计时器;
- 监测调节和测试温度的温度计;
- 测量试样尺寸的测量工具。

参 考 文 献

[1] ISO 48-2 Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of hardness (hardness between 10 IRHD and 100 IRHD)

[2] ISO 4666-3 Rubber, vulcanized—Determination of temperature rise and resistance to fatigue in flexometer testing—Part 3; Compression flexometer (constant-strain type)

[3] ISO/TR 9272:2005 Rubber and rubber products—Determination of precision for test method standards

[4] ISO 19983 Rubber—Determination of precision of test methods

[5] Mouri H. A New Flexometer to Predict Heat Generation of Truck Tyres, Tyre Materials Development, Bridgestone Corporation, Japan, presented at the 148th meeting of the Rubber Division, American Chemical Society, USA, in 1994

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硫化橡胶 在屈挠试验中温升和耐疲劳
性能的测定 第4部分:恒应力屈挠试验
GB/T 1687.4—2021/ISO 4666-4:2018

*

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.org.cn

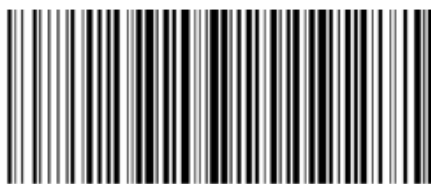
服务热线:400-168-0010

2021年10月第一版

*

书号:155066·1-68568

版权专有 侵权必究



GB/T 1687.4-2021