



中华人民共和国国家标准

GB/T 7758—2002
代替 GB/T 7758—1987

硫化橡胶 低温性能的测定 温度回缩法 (TR 试验)

Rubber, vulcanized—Determination of low-temperature
characteristics—Temperature-retraction procedure (TR test)

(ISO 2921:1997, IDT)

2002-10-15 发布

2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 2921:1997《硫化橡胶 低温性能的测定 温度回缩法(TR 试验)》。

本标准代替 GB/T 7758—1987《硫化橡胶低温特性的测定 温度回缩法(TR 试验)》，因为国际上的发展原标准在技术上已过时。

为便于使用，本标准还做了下列编辑性修改：

——用“本标准”代替 ISO 的“本国际标准”；

——删除了 ISO 前言。

本标准与前一版本相比主要变化如下：

——本标准增加了警告词(本版的标题后)；

——本标准对液体介质作出更具体的规定，本标准规定可用气体冷却介质(1987年版的 3.5；本版的 4.2)；

——本标准对试样的裁取，不作压延方向的要求(1987年版的 4；本版的 5)；

——本标准增加了试验报告的内容(1987年版的 7；本版的 8)。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国橡标委通用物理试验方法标准化分技术委员会归口。

本标准起草单位：中橡集团沈阳橡胶研究设计院。

本标准主要起草人：刘鹏起。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 7758—1987。

硫化橡胶 低温性能的测定 温度回缩法(TR 试验)

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规规定的条件。

1 范围

本标准规定了测定拉伸的硫化橡胶温度回缩性能的方法。

注:本标准未涉及到热塑性橡胶,因为许多热塑性弹性体的屈服点介于伸长率为5%~20%之间,当进行TR试验时,这种情况可能影响试验结果。试验结果应小心地加以分析。

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 9865.1 硫化橡胶或热塑性橡胶样品和试样的制备 第一部分:物理试验(idt ISO 4661-1)

GB/T 9868 橡胶获得高于或低于常温试验温度通则(idt ISO 3383)

ISO 471 硫化橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

3 原理

将试样在室温下拉伸,然后冷却到在除去拉伸力时,不出现回缩的足够低的温度。除去拉伸力,并以均匀的速率升高温度。测出规定回缩率时的温度。

注:除了两种尺寸的标准试样外,对从制品上切取的其他类型试样,不一定产生相同的回缩温度值。因此,不同类型的试样不应进行对比试验。

4 仪器

4.1 冷却槽

该槽应带有绝热层,同时应装有搅拌器、测温装置和符合GB/T 9868要求的加热冷却介质的装置。

4.2 冷却介质

按GB/T 9868的要求,冷却介质对所试验的橡胶材料性能不应有所影响。

如果试验仪器能够保证试验结果与使用液体冷却介质相同时,也可以使用气体冷却介质。

注:可以使用下列流体:

- 当试验温度低至 -60°C 时,在环境温度下运动粘度为 $5\text{ mm}^2/\text{s}$ 的硅油,因为它对橡胶具有化学惰性、不燃性和无毒性;
- 当试验温度低至 -70°C 时,甲醇或乙醇;
- 当试验温度低至 -120°C 时,由液氮冷却的甲基环己烷(适用于适当的仪器)。

4.3 试样架

该架装有一个加载装置、能加持一个或多个试样的夹具和一个活动的上夹具的锁定装置(见图1)。

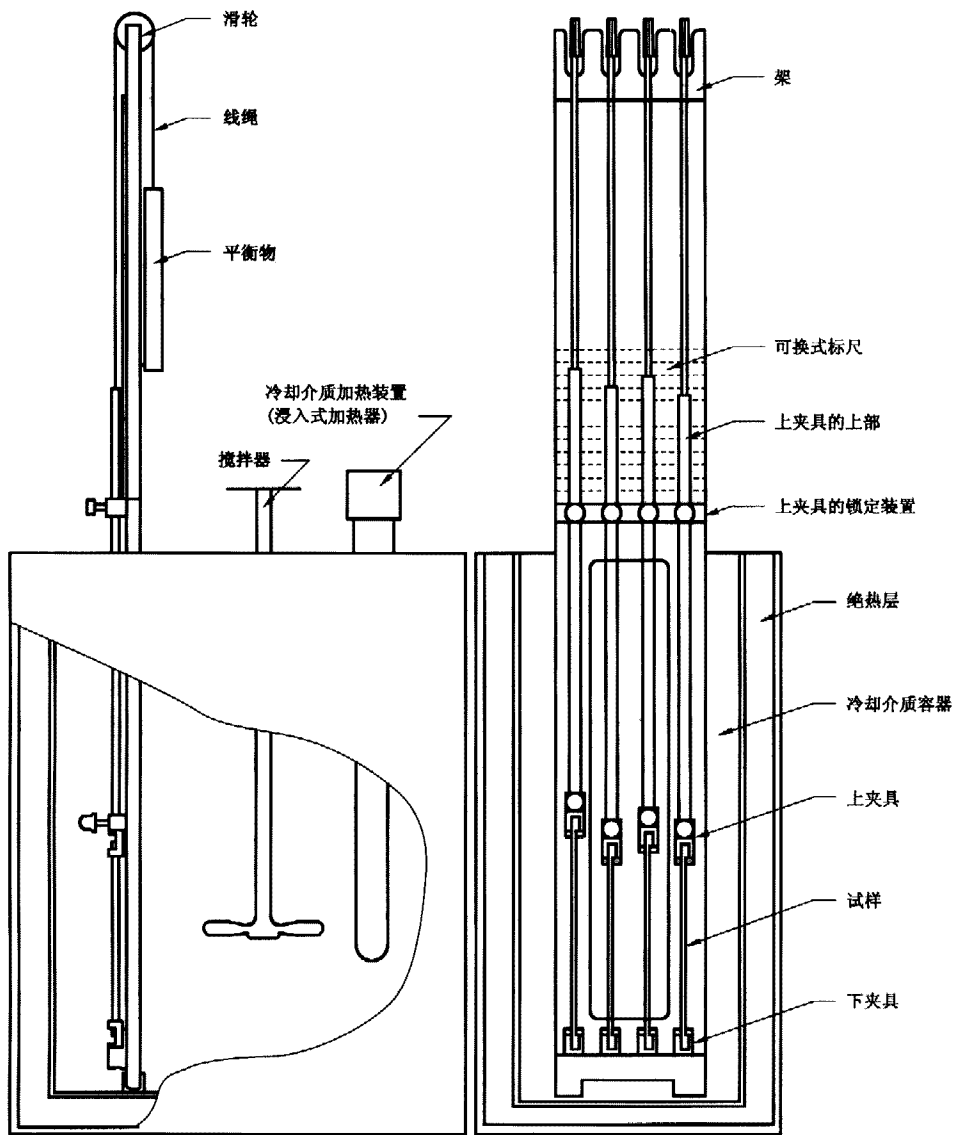


图 1 回缩仪

试样架应设计成使试样保持轻微的张力(10 kPa~20 kPa),并可使其被拉伸的最大伸长率为350%;同时,其设计应能使上夹具锁定在选定伸长率的位置上并能随时松开。应提供能在试验期间的任何时间内读取试样长度的装置。试样长度应准确到1 mm。

此外,也可使用一系列可更换的直接按试样伸长率刻度的标尺,其精度为±1%。

试样架的可移动部分尽量减少摩擦力。

5 试样

5.1 试样的制备

试样一般按 GB/T 9865.1 制备。

5.2 试样的类型

5.2.1 标准试样

标准试样为端头宽大而便于夹紧的条形,其尺寸应符合图 2 的要求。

试样初始长度应为 100 mm 或 50 mm。100 mm 长度的试样适用于低伸长率材料的试验。而 50 mm 长度的试样适用于高伸长率材料的试验。试样应用锋利的裁刀从厚度为 $2.0\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ 的平整试片上裁取,试片可用模制方法或从成品上切割、打磨的方法制备。

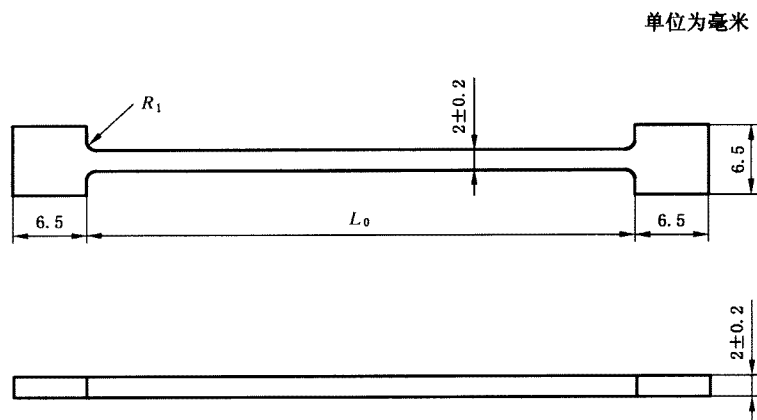


图 2 标准试样

注:低伸长率所用试样的初始长度 L_0 最好为 $100\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$,高伸长率则应为 $50\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ (见 5.2.1)。

5.2.2 从产品上的裁取的试样

除标准试样外,可使用从橡胶成品(例如,截面直径在 1.5 mm 和 4 mm 之间的 O 型圈)上裁取的其他类型试样。

5.3 试样的数量

每次试验应至少使用三个试样。

5.4 试样的调节

除非因技术原因另有规定,应按下列步骤对试样进行调节:

5.4.1 硫化与试验的时间间隔

硫化与试验的时间间隔应符合 ISO 471 的规定。

5.4.2 时间间隔内的避光要求

样品和试样在硫化与试验的时间间隔内应尽可能完全避光。

5.4.3 其他要求

试样应在 ISO 471 规定的其中一个标准温度下进行调节,然后立即进行试验。

对于易结晶的样品,若试验前在低温下贮存,则可能发生结晶现象,这对所测量的温度回缩值会有较大的影响。如果需要非结晶状态下材料的温度回缩值,则需在试验前将试样放在 70°C 烘箱中加热 30 min,以消除结晶,然后在标准试验室温度下调节至少 30 min,但不应超过 60 min。

6 试验步骤

冷却槽中应装入足够冷却介质(4.2),以使试验期间至少有 25 mm 深的液体覆盖着试样。按 GB/T 9868 的要求,边搅拌边使冷却介质冷却至 -70°C 。

在液体冷却的同时,将试样架(4.3)中,在标准试验室温度下,将初始长度拉伸到的选定的伸长值并将其锁定在此位置上。应确保试样在标准试验室温度下保持拉伸状态的时间最短。

伸长率可按下列原则选择:

- a) 如果不因技术原因另行决定和为了减少结晶的影响,应选用 50%;
- b) 为研究结晶和低温的综合影响,应选用下列伸长率之一;
 - 250%;
 - 若达不到 250%,应选用拉伸伸长率的一半;
 - 若拉伸伸长率大于 600%,应选用 350%。

当冷却剂达到 -70°C 和 -73°C 之间一平衡温度时,将带有试样的试样架放入冷却槽中,使其在温度为 -70°C 至 -73°C 之间的冷却槽中保持 10^{+2} min。松开上夹具的锁定装置,让试样自由回缩。同时,以 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率使液体升温,其公差是在任一个 10 min 时间间隔内,温升为 $10^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

如果拉伸的试样在 -70°C 下回缩到初始长度,则需采用其他冷却介质,使其冷却至更低的温度。

在冷却介质为最低温度时,读取第一个读数,然后每隔 2 min 读取一次实际温度和回缩长度或回缩率,直到回缩率达到 75% 为止。

注 1:为研究结晶效应或长期冷冻的影响,根据试验目的和所研究的材料,可使试样在应变下在选定的一个或几个低温下,冷冻更长的时间。

注 2:不同的伸长率,其试验结果未必相同。

7 结果的表示

回缩率 r 可以从刻度尺上读取或用式(1)计算:

$$r = \frac{L_s - L_r}{L_s - L_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- r ——回缩率, %;
- L_s ——锁定状态下的拉伸长度,单位为毫米(mm);
- L_r ——相关温度下的回缩长度,单位为毫米(mm);
- L_0 ——初始长度,单位为毫米(mm)。

绘出 r 对实际温度的关系曲线图。

从图中读出相应于 10%、30%、50% 和 70% 回缩率的温度。这些温度分别被称为 TR10、TR30、TR50 和 TR70。

分别计算三个试样的 TR10、TR30、TR50、TR70 测定值的平均值。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 样品全称及其过去试验情况的详细说明;
- b) 试样的制备方法,例如模制或裁取;
- c) 试样的硫化条件(如果知道);
- d) 试样在试验前的调节时间和温度;

- e) 所用试验方法的完整编号,例如本国家标准的编号;
 - f) 试样的形状和尺寸;
 - g) 试样数量;
 - h) 冷冻时的伸长率;
 - i) 使用的冷却介质;
 - j) 低温调节的时间和温度;
 - k) 采用的任何非标准化程序;
 - l) TR10、TR30、TR50 和 TR70 的平均值及单个值;
 - m) 试验日期。
-