

中华人民共和国国家标准

GB/T 12832—2008/ISO 3387:1994
代替 GB/T 12832—1991

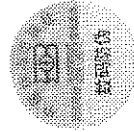
橡胶结晶效应的测定 硬度测量法

Rubber—Determination of crystallization effects
by hardness measurements

(ISO 3387:1994, IDT)

2008-04-01 发布

2008-09-01 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 3387:1994《橡胶 用测量硬度来测定其结晶效应》(英文版)。

本标准代替 GB/T 12832—1991《橡胶结晶效应的测定 硬度测量法》。

本标准等同翻译 ISO 3387:1994。在规范性引用文件中,GB/T 2941 等同采用 ISO 23529:2004,其同时代替 ISO 471、ISO 3383、ISO 4661-1,在技术内容上完全一致。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准前言。

本标准与 GB/T 12832—1991 相比主要变化如下:

——对规范性引用文件进行了调整。本版中规范性引用文件 GB/T 6031 同时取代 1991 年版中引用的标准 GB/T 6031、GB/T 9856、GB/T 11207,并已发布,用 GB/T 2941 同时取代 1991 年版中引用的标准 GB/T 2941、GB/T 9855、GB/T 9858(见第 2 章)。

——对选择试样厚度的尺寸作出了明确的规定。在本版中根据试样的硬度确定试样厚度的尺寸时,对橡胶试样的硬度范围作了明确的规定(见 5.1)。

——对硬度测量有了新的要求。在本版中,当采用方法 L 规定的仪器,且硬度超过 35 IRHD 时所得到的硬度值在 GB/T 6031 中给出了计算方法,而没有对初始硬度低于 85 IRHD 时的情况作出规定(见 6.1)。

——对试验温度下初始硬度的测量有了新的要求。本版中在试验温度下对初始硬度进行测量这一步骤不适用于初始硬度大于 85 IRHD 的材料(见 6.3)。

——增加了试验报告的内容(见第 9 章)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会橡胶物理和化学试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)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:赵博丹、于凯江。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 12832—1991。

橡胶结晶效应的测定 硬度测量法

1 范围

本标准规定了用硬度测量法来测定橡胶由于结晶而引起的随时间逐渐变硬的效应。它限定于在试验温度下初始硬度为 10 IRHD~85 IRHD 的材料。

本标准适用于生胶、未硫化(混炼)胶和硫化橡胶的测定,它主要适用于在低温下有明显结晶趋势的橡胶,如氯丁橡胶和天然橡胶。

本标准不适用于在试验温度下调节 15 min 之内达到相当高结晶度的快速结晶材料。

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

3 原理

以下测定的物理量都是将试样放置在规定的温度下进行的:

- a) 一定时间后硬度的增加值;
- b) 硬度增加到规定值所需要的时间。

厚度不同的试样所测得的硬度值不一定相同,对比试验应在相同厚度的试样上进行。

数据计算的方法不同,报告的结果可能不同,因此不同方法得到的数值不应进行比较。

4 仪器

4.1 低温箱

根据 GB/T 2941 的规定,该低温箱用气体作为传热介质,其温度控制能力应保持在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 范围内。整个操作和测量都在低温箱内进行,在进行操作时试样的温度也要保持在允许的变化范围内。这种操作可以用一个适当的装置来完成,允许操作者在外面操作低温箱内的仪器(例如:利用箱门上或箱壁上的手孔和手套进行操作)。

4.2 硬度计

硬度计应符合 GB/T 6031—1998 的规定。如果使用润滑油,则应选用在试验温度下不能使仪器之间引起摩擦作用的润滑油。

4.3 镊子或夹子

用来夹持试样。

4.4 手套

用来操作试验设备。

4.5 平板硫化机

用来制备生胶、未硫化(混炼)胶的试样。

5 试样

5.1 尺寸

试样的上、下表面应平直、光滑且互相平行。标准试样的厚度为 8 mm~10 mm,非标准试样可以厚些或薄些。但是当试样的硬度值在 35 IRHD~100 IRHD 之间时,试样的厚度不应小于 4 mm;当试样的硬度值在 10 IRHD~35 IRHD 之间时,试样的厚度不应小于 6 mm。无论标准试样或非标准试样,其横向尺寸应使测量点与试样边缘的距离符合表 1 的规定。

表 1

试样的总厚度	测量点与试样边缘的最小距离
4	7.0
6	8.0
8	9.0
10	10.0
15	11.5
25	18.0

单位为毫米

5.2 硫化橡胶试样的制备

按照 GB/T 2941 的规定制备硫化橡胶试样。为了获得所需要的厚度,可将两块胶片叠加起来(但不应多于两片),并使其表面应平直且互相平行。

5.3 生胶和未硫化橡胶试样的制备

在制备生胶和未硫化(混炼)胶试样时,超量量的胶料放入经过预热的模腔内,在平板硫化机(见 4.5)上加热、加压一定的时间。

将仍在压力下的模型冷却到标准温度(见 GB/T 2941),再经过 15 min 后,卸压并取出试样。试样应无缺陷、无气泡。

要制备合适的试样,对模型的温度和加压时间有一定的要求,这些都与胶种有关。许多生胶适用于温度 150℃、加压 1 min 的条件下制备,而某些混炼胶适用于在 120℃、加压 3 min 的条件下制备试样。然而,有一些胶料则需要更长的时间和更高的温度来确保试样表面的光滑、平整。在任何情况下,都不要使用能引起早期硫化或降解的条件。

5.4 调节

5.4.1 硫化与试验之间的时间间隔

硫化与试验之间的时间间隔应符合 GB/T 2941 的规定。

5.4.2 解晶作用和调节

硫化橡胶试样、用生胶和未硫化(混炼)胶制备的试样,模压定型后保持 8 h 以上方可试验,再将试样放在 70℃ 恒温箱中加热 45 min,迅速解晶之后进行试验。然后将试样在标准实验室温度(见 GB/T 2941)下至少调节 30 min,但不应超过 60 min。

6 试验步骤

6.1 硬度测量

按照 GB/T 6031—1998 的规定进行硬度测量。每次测量都分布于试样表面上的 3 个或 5 个不同点上,取其中位数作为试验结果。每次测量点之间的距离至少要相距 4 mm。

整个试验过程应当采用同样的硬度计,根据在试验温度下的初始硬度来选用适当的硬度计。初始硬度在 10 IRHD~30 IRHD 时,应选用 GB/T 6031—1998 方法 L 规定的仪器;初始硬度在 30 IRHD~80 IRHD 时,应选用 GB/T 6031—1998 方法 N 规定的仪器;硬度超过 80 IRHD 时,应选用 GB/T 6031—1998 方法 H 规定的仪器。如果采用方法 L 规定的仪器进行试验,当硬度超过 35 IRHD,

时,这种特殊情况下所得到的硬度值是根据 GB/T 6031—1998 中的表 5 得到的,计算公式在其附录 A 中给出。

6.2 原始硬度的测量

首先要用标准实验室温度下调节过的试样和仪器来测定硬度。本步骤只提供附加信息,不能用来计算结晶效应。对于高塑性未硫化橡胶的样品,本步骤可以省略。

6.3 试验温度下初始硬度的测量

在规定的试验温度的低温箱中,硬度计和镊子或夹子至少要调节 60 min。

将试样放置在规定温度的低温箱中,15 min±1 min 后,用镊子或夹子夹取试样,戴手套进行操作,测量初始硬度值。这一步测量不适用于初始硬度大于 85 IRHD 的样品。

注:这个试验过程中使用的硬度计是在标准条件下调平的,并且在低温箱中进行操作。另外,还可以把硬度计的支架、底座放在低温箱外面,支架由一根低导热性的杆与低温箱内的压头连接。该类装置的结构应防止产生额外的摩擦作用。

6.4 结晶后硬度的测量

根据 6.1,在试验温度下放置规定时间后进行硬度测量。

注:全部测量完成后,用大约 40°C 的循环清水洗手设备。

7 试验温度和试验周期

7.1 温度

可选择下列温度下进行试验:

23°C±2°C(标准温度)、27°C±2°C(标准温度)、19°C±1°C、1°C±1°C、-10°C±1°C、-25°C±1°C、-40°C±1°C、-70°C±1°C

如果没有特殊规定,并已知最大结晶温度时的温度,应在接近该温度下进行试验。

注:现将人们所需知材料在通常情况下,达到最大结晶温度时的温度列表如下:

橡胶类高聚物	最大结晶温度时的温度/°C
聚丁橡胶	10
聚异戊二烯橡胶	-10
天然橡胶(顺式聚异戊二烯)	-25
丁基橡胶	-2
1,4-聚丁二烯	-55

7.2 周期

通常在试验温度下放置 24 h 和 168 h 后测量硬度。为了作出硬度与时间的关系曲线图,可在 24 h~168 h 之间测若干次硬度(建议在放置 48 h 和 96 h 时测量)。如果到 168 h 硬度仍在增加,则需要放置更长的时间。

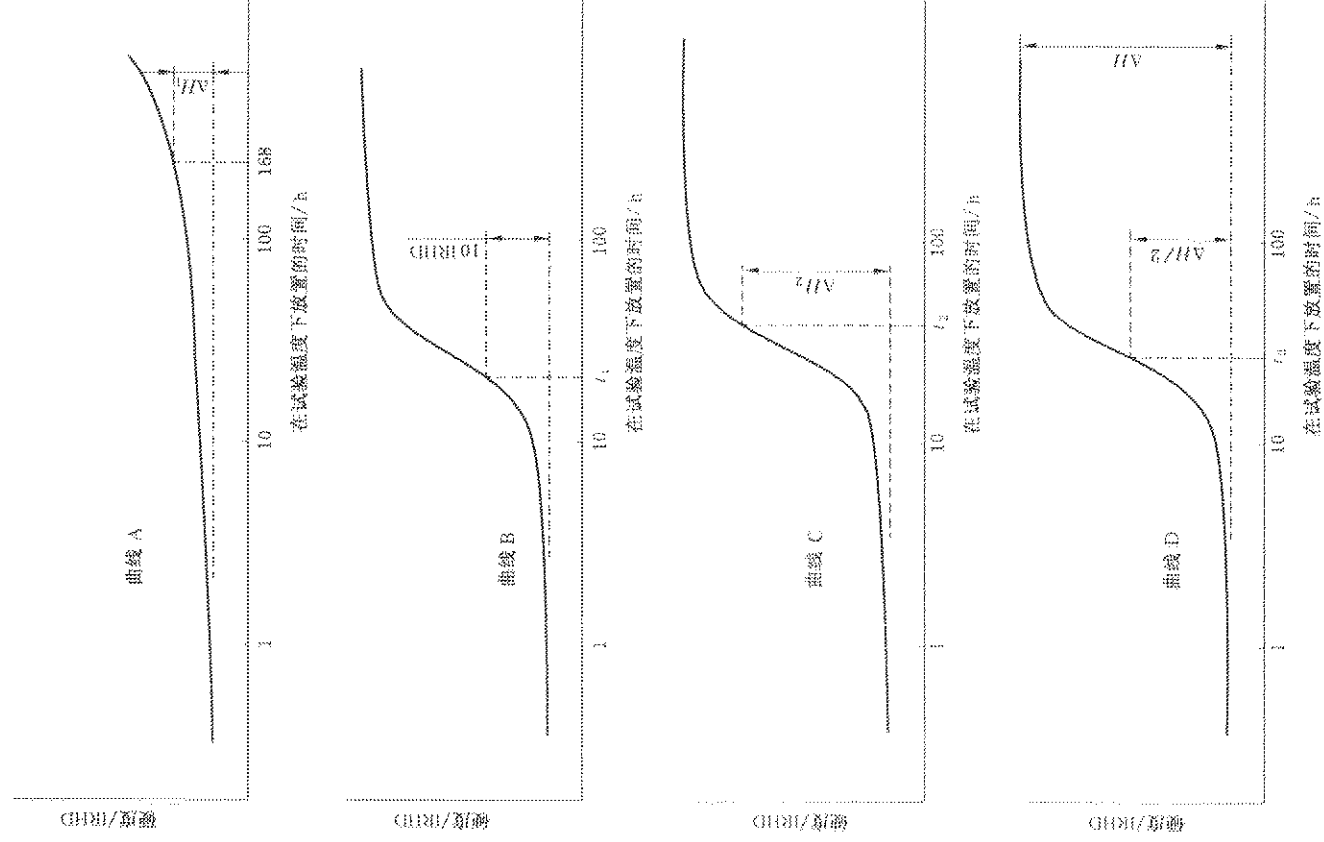
如果在 24 h 测得的硬度比初始硬度增加 10 IRHD 以上时,则试验应在较短的周期再重复测量(建议使用 1 h, 2 h, 4 h 和 8 h)。

8 结果表示

8.1 当初始硬度与放置 168 h 时的硬度差值小于 10 IRHD 时,用该差值表示试验结果(见图 1 中的曲线 A)。当初始硬度与放置 168 h 时的硬度差值超过 10 IRHD 时,应将不同时间下的硬度读数对时间或对时间的对数坐标作图,逐点连接,绘出平滑的曲线。可以从曲线上得到硬度增加值为 10 IRHD 的相应时间(见图 1 中的曲线 B)。

若放置 24 h 时的硬度增加值超过 10 IRHD,则应在较短的时间间隔里测量硬度并绘图。还可以用达到规定时间的硬度增加值,或硬度增加到规定值所需的时间表示(见图 1 中的曲线 C)。

8.2 为了科学起见,用初始硬度与最终硬度之差的二分之一所对应的时间表示(见图 1 中的曲线 D)。它表明了硬度发展到最终程度的时间趋势。



曲线 A: 放置 $168 \pm \frac{1}{2}$ h 时, 硬度增加值小于 10 IRHD, ΔH_1 为 168 h 时硬度的实际增加值。
 曲线 B: c_1 为硬度增加 10 IRHD 的时间。
 曲线 C: c_2 为硬度增加到规定值 ΔH_2 所需要的时间, 或者 ΔH_1 为在规定时间 t_2 时硬度的增加值。
 曲线 D: c_3 为硬度增加值达到初始硬度与最终硬度之差的二分之一所需的时间。

图 1 在试验温度下硬度与时间的关系曲线

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 详述样品

- 1) 完整的样品名称及其来源;
 - 2) 详述混炼胶的制备、适合的硫化时间及温度;
 - 3) 制备试样的方法;
 - 4) 试样厚度(并注明一片或两片叠加)。
- b) 试验方法和试验细节
- 1) 检验仪器的标准代号;
 - 2) 进行硬度测量所依据的方法;
 - 3) 与仪器相关的数据;
 - 4) 使用的实验室标准温度;
 - 5) 试验温度;
 - 6) 试验温度下的试验周期;
 - 7) 试验是否有解调作用和调节。
- c) 试验结果
- 1) 标准实验室温度下的原始硬度;
 - 2) 试验温度下的初始硬度;
 - 3) 在试验温度下放置 168...h 时硬度的增加值;
或在试验温度下从初始硬度增加 10 IRHD 所需的时间(h);
或在规定时间后硬度的增加值,或硬度增加到规定值所需的时间(h);
或硬度增加值达到初始硬度与最终硬度之差的二分之一所需的时间(h);
 - 4) 计算结果所用的方法。
- d) 试验日期。
-

中华人民共和国
国家标准

橡胶结晶效应的测定 硬度测量法

GB/T 12832—2008/ISO 3387:1994

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:88523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

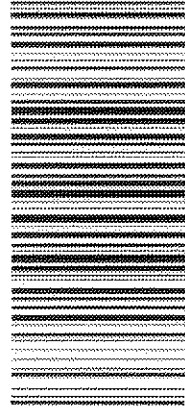
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31556 定价 14.00 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)68533533



GB/T 12832-2008