



中华人民共和国国家标准

GB/T 7758—2020/ISO 2921:2019
代替 GB/T 7758—2002

硫化橡胶 低温性能的测定 温度回缩程序(TR 试验)

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

(ISO 2921:2019, IDT)

2020-12-14 发布

2021-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硫化橡胶 低温性能的测定
温度回缩程序 (TR 试验)

GB/T 7758—2020/ISO 2921:2019

*

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

2020年12月第一版

*

书号: 155066 · 1-66764

版权专有 侵权必究

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 7758—2002《硫化橡胶 低温性能的测定 温度回缩法 (TR 试验)》，与 GB/T 7758—2002 相比，主要技术变化如下：

- 更新并增加了规范性引用文件(见第 2 章, 2002 版第 2 章)；
- 增加了对测温装置的要求(见 5.3)；
- 增加了对温度控制装置的要求(见 5.4)；
- 增加了搅拌传热介质工具的要求(见 5.6)；
- 增加了计时装置的要求(见 5.7)；
- 修改了对长度测量装置和回缩率标尺的要求, 提高了准确度(见 5.8, 2002 版 4.3)；
- 增加了如何在试样上设置轻微张力的说明(见 5.8)；
- 增加了对设备校准的规定(见第 6 章)；
- 带有试样的试样架在冷却槽中的保持时间由 10^{+2}_0 min 更改为 $10 \text{ min} \pm 2 \text{ min}$ (见第 8 章, 2002 版第 6 章)；
- TR_{10} 、 TR_{30} 、 TR_{50} 、 TR_{70} 测定值的结果计算方式由三个试样取平均值更改为三个试样取中值(见第 9 章, 2002 版第 7 章)；
- 增加了精密度章节(见第 10 章)；
- 增加了附录 A 和附录 B。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 2921:2019《硫化橡胶 低温性能的测定 温度回缩程序 (TR 试验)》。

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 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)

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 (SAC/TC 35) 归口。

本标准起草单位：江阴海达橡塑股份有限公司、双星集团有限责任公司、广州合成材料研究院有限公司、沈阳橡胶研究设计院有限公司、上海振君化工科技有限公司、常州毅立方圆复合材料科技有限公司、高铁检测仪器(东莞)有限公司、江苏新真威试验机械有限公司、江苏明珠试验机械有限公司、辽宁省铁岭橡胶工业研究设计院、弘埔技术(香港)有限公司、赛轮集团股份有限公司、北京橡胶工业研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：赵静、郭菲、王桂林、易军、王爽、王军、刘佳蕾、卞正军、杨晨耘、张美玲、闫毅、陈韵中、胡智中、沈克会、包达飞、史艳玲、王玉超、金柱银、杨文真、谢君芳、孙斯文。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7758—1987、GB/T 7758—2002。

硫化橡胶 低温性能的测定

温度回缩程序(TR 试验)

警示: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,并保证符合国家的有关法规规定的条件。

注意:本标准规定的某些步骤可能涉及使用或产生某些废弃物,这可能会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

本标准规定了测定拉伸的硫化橡胶低温下回缩性能的方法。

由于许多热塑性弹性体的屈服点伸长率介于5%~20%之间,所以本标准未涉及热塑性橡胶。

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 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

本文件中未列出术语和定义。

ISO 和 IEC 设立术语数据库,以供标准化之用,网址如下:

——IEC 电工百科(IEC Electropedia): <https://www.electropedia.org/>;

——ISO 在线浏览平台(ISO Online browsing platform): <https://www.iso.org/obp>。

4 原理

将试样在标准实验室温度下拉伸,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。测出达到规定回缩率时的温度。

5 仪器

5.1 回缩装置

由 5.2~5.8 规定的部分组成(见图 1)。

5.2 传热介质

按 ISO 23529 的要求选择液体或气体传热介质,在试验温度下应保持流体状态,且对被测材料无明显影响。

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

可以使用下列流体:

a) 当试验温度低至 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,硅油,因为它对橡胶具有化学惰性、不燃性和无毒性;

注:在环境温度下运动黏度约为 $5\text{ mm}^2/\text{s}$ 。

b) 当试验温度低至 $-73\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,乙醇;

c) 当试验温度低至 $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,甲基环己烷,用液氮冷却(适用于配套仪器)。

5.3 测温装置

配备温度测量装置,要求在整个温度测试范围内,温度测量的最大允许误差为 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

温度传感器应安装在试样附近。

5.4 温度控制

能够将传热介质的温度保持在 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内。

5.5 传热介质容器

带有加热传热介质功能的冷却槽或气体试验箱。

5.6 搅拌传热介质的工具

用于液体的搅拌器或用于气体的风扇或鼓风机,以确保传热介质保持完全循环。保持搅拌器垂直搅动液体对于确保液体温度均匀很重要。

5.7 计时装置

秒表或其他以秒来计量的计时装置。

5.8 试样架

该架装有一个加载装置、能夹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。

试样架应设计成使试样保持轻微的张力(在空气中 $10\text{ kPa}\sim 20\text{ kPa}$),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。长度测量装置的最大允许误差为 0.25 mm ,甚至要求更高。

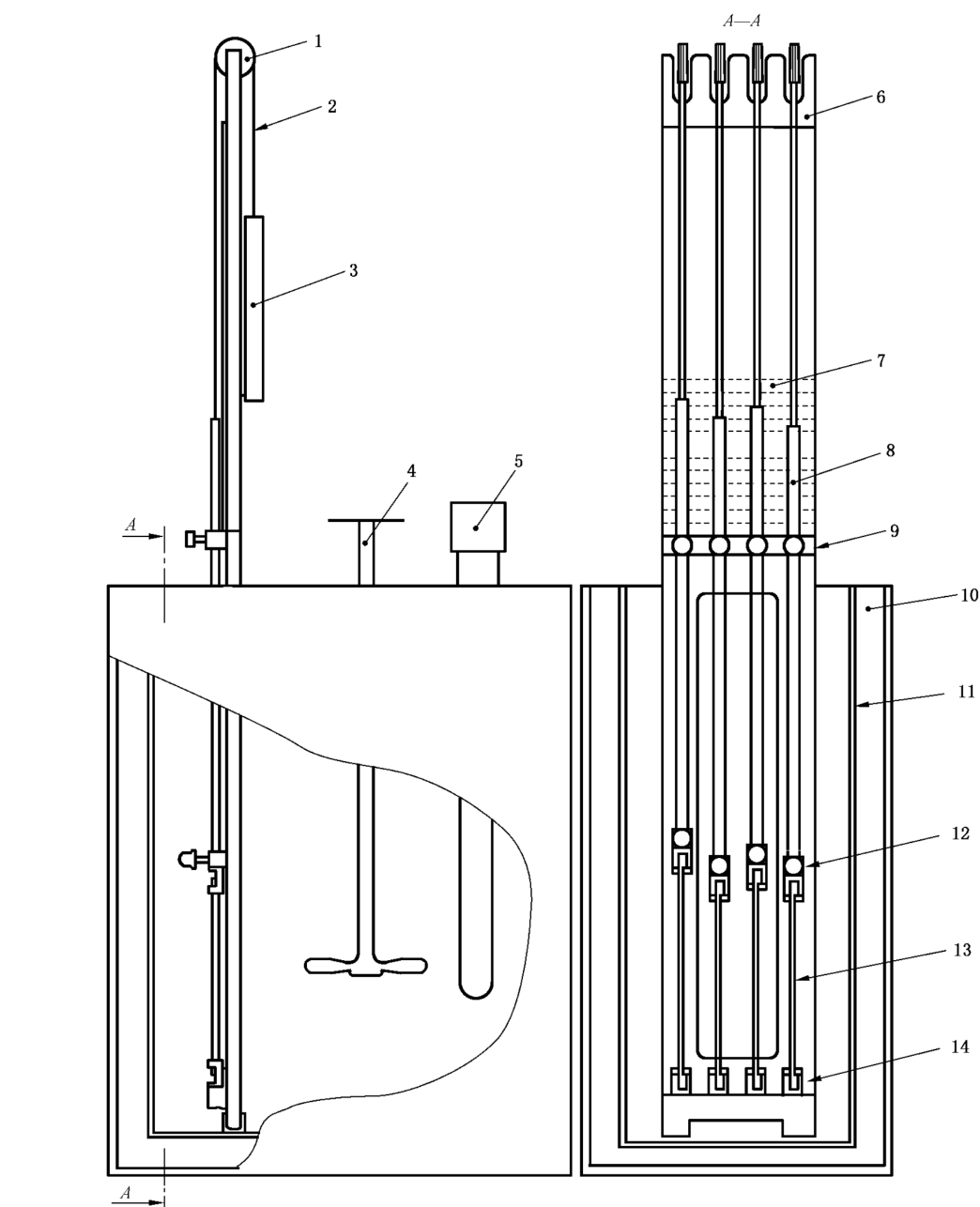
此外,也可使用一系列可更换的直接按拉伸试样伸长率读取回缩率的标尺,若有要求,可准确到 0.5% 。

应能保证试样架在使用的液体中保持 $10\text{ kPa}\sim 20\text{ kPa}$ 的轻微张力。

设置额外的轻微张力,把上夹具放到试样伸长部位的中间位置并保持上夹具不动。然后增加负荷使张力处在 $10\text{ kPa}\sim 20\text{ kPa}$ 的范围内。以上步骤需在标准实验室温度下进行。

注:上夹具的张力被一定体积试样夹处在液体中所产生的浮力所影响。

试样架的可移动部分的设计应尽量减少摩擦力。



说明:

- 1——滑轮;
- 2——线绳;
- 3——平衡物;
- 4——搅拌器;
- 5——冷却介质加热装置(浸入式加热器);
- 6——机架;
- 7——可换式标尺;

- 8——上夹具的上部;
- 9——上夹具的锁定装置;
- 10——绝热层;
- 11——冷却介质容器;
- 12——上夹具;
- 13——试样;
- 14——下夹具。

图 1 回缩装置

6 校准

试验仪器应按照附录 A 所列的时间表进行校准。

7 试样

7.1 试样的制备

试样应按 ISO 23529 规定进行制备。

7.2 试样的类型

7.2.1 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 l_0 应为 $100\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ 或 $50\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ 。 $100\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ 的试样适用于低伸长率材料的试验, $50\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ 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,试样可用模压方法或从成品上切割、打磨的方法制备。

如果试样长度测量装置准确到 0.125 mm 甚至更高,则可使用 50 mm 长的试样测试 50% 的伸长率。

单位为毫米

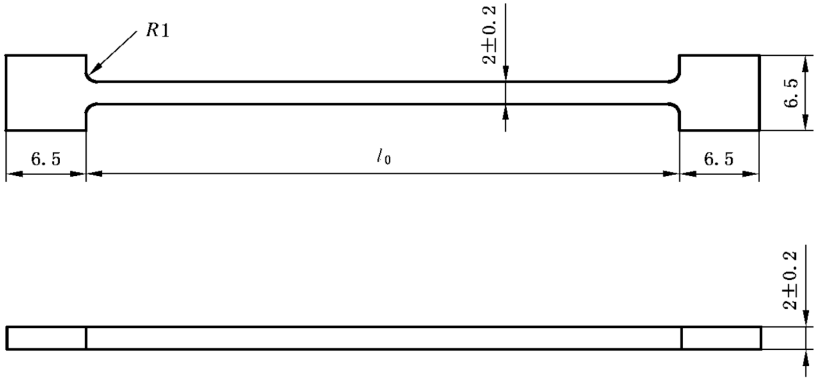


图 2 标准试样

7.2.2 从产品上裁取的试样

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。

注意这类试样未必给出与 7.2.1 中规定的两种标准试样相同的结果,因为不同类型试样测试结果不可以比较。

7.3 试样的数量

每次试验应至少使用三个试样。

7.4 试样的调节

7.4.1 除非因技术原因另有规定,应按 7.4.2~7.4.5 步骤对试样进行调节:

7.4.2 硫化与试验的时间间隔应符合 ISO 23529 的规定。

7.4.3 试样在硫化与试验的时间间隔内应尽可能完全避光。

7.4.4 试样应在 ISO 23529 规定的其中一个标准实验室温度下调节至少 16 h,然后立即进行试验。

7.4.5 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,则应在试验前将试样放在 70 °C 烘箱中加热 30 min,以消除结晶,然后在标准实验室温度下调节至少 30 min,但不应超过 60 min。

8 试验步骤

冷却槽中应装入足够的传热介质(5.2),以使试验期间液面高度距试样顶端至少 25 mm。

按 ISO 23529 的要求,边搅拌边使传热介质冷却至 -70 °C。

在液体冷却的同时,将试样架(5.8)中的样品,在标准实验室温度下,从初始长度拉伸到选定的伸长值并将其锁定在此位置上。应确保试样在标准实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) 除非技术原因另有规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:
 - 1) 250%;
 - 2) 若达不到 250%,应选用拉断伸长率的一半;
 - 3) 若拉断伸长率大于 600%,应选用 350%。

当传热介质达到 -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 min ± 2 min。松开上夹具的锁定装置,让试样自由回缩。同时,以 1 °C/min 的速率使液体升温,其允差是在任一个 10 min 时间间隔内,升温为 10 °C ± 2 °C。

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

松开试样时读取第一个读数,以最大间隔 2 min 读取一次温度值和对应的回缩长度或回缩率,直到回缩率达到 71% 为止。

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,可使试样在应变状态下在选定的一个或几个低温下,冷冻更长的时间。

注:不同的伸长率,其试验结果 TR_{10} , TR_{30} , TR_{50} , TR_{70} 未必相同。

9 结果的表示

回缩率 r 可以从刻度尺上读取或用公式(1)计算:

$$r = \frac{l_s - l_r}{l_s - l_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

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 与对应温度的关系曲线图。

从图中读出对应 10%, 30%, 50% 和 70% 回缩率的温度。这些温度分别被称为 TR_{10} 、 TR_{30} 、 TR_{50} 和 TR_{70} 。

分别给出三个试样的 TR_{10} 、 TR_{30} 、 TR_{50} 、 TR_{70} 测定值的中值。

10 精密度

参见附录 B。

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 样品信息：
 - 1) 样品及其来源的详细描述；
 - 2) 混炼及硫化的详细说明(如需要)；
 - 3) 试样的制备方法,例如模压或裁切。
- b) 试验方法：
 - 1) 所用试验方法的完整编号,例如本标准的编号；
 - 2) 使用试样的类型。
- c) 试验说明：
 - 1) 所用的标准实验室温度；
 - 2) 试样在试验前调节的时间和温度；
 - 3) 冷冻时的伸长率；
 - 4) 使用的传热介质；
 - 5) 任何偏离本标准规定的程序。
- d) 试验结果：
 - 1) 试样数量；
 - 2) TR_{10} 、 TR_{30} 、 TR_{50} 和 TR_{70} 的中值；
 - 3) 每个试样 TR_{10} 、 TR_{30} 、 TR_{50} 和 TR_{70} 的单个值。
- e) 试验日期。

附录 A
(规范性附录)
校准规范

A.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，并记录校准报告或证书。报告中应记录校准是在“收货”状态下进行还是纠正异常或维修故障后进行。

应确认设备能够达到预期目的，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进行期间核查。

A.2 时间表

试验设备的验证、校准是本标准的强制性部分。除非另有规定，校准的频率和程序由各试验室根据 ISO 18899 的规定自行决定。

表 A.1 列出了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、其他出版物或专门针对该实验方法的详细程序给出（如有比 ISO 18899 更详细的校准程序，则应优先采用）。

每项参数的校准频率都由一个字母代码给出，校准计划中使用的字母代码如下：

C——需要确认，但不用测量；

N——仅需初始的校准；

S——ISO 18899 中指定的标准的时间间隔；

U——使用中。

表 A.1 校准时间表

参数	要求	ISO 18899:2013 中 章节编号及 字母代码	校准频率	备注
温度测量装置	准确到 0.5 ℃	第 18 章	S	
温度控制	准确到 1 ℃	第 18 章	U	
传热介质的容器	绝热，带有搅拌器	C	N	见图 1
加热传热介质的方式	升温速率为 1 ℃/min； 允许误差为 10 ℃±2 ℃/10 min	第 23 章第 6 条	S	
秒表(或其他 计时装置)	精确到±1 s	第 23 章第 1 条	S	
试样架	上夹具可以锁定和移动有轻微的 张力 10 kPa~20 kPa 移动部 位摩擦力尽可能小	C 第 21 章第 3 条 C	N S U	

表 A.1 (续)

参数	要求	ISO 18899:2013 中 章节编号及 字母代码	校准频率	备注
试样长度或回缩率 测量装置	允许误差为±0.25 mm 或±0.5%	第 15 章第 2 条	S	
传热介质	符合 ISO 23529 的规定,对橡胶 无影响	C	U	合适的液体见 5.2
	液面高度距样品顶端至少 25 mm	C	U	

除了表 A.1 列出的项目外,下面使用的设备也需按 ISO 18899 进行校准:

- 监控调节温度的温度计;
- 测定试样初始尺寸的装置;
- 测量传热介质深度的直尺。

附录 B
(资料性附录)
精 密 度

B.1 总则

以下实验室间试验程序(ITP)在 2017 年展开。
描述重复性和再现性值的所有计算基于 ISO 19983:2017。精密度的概念和术语参考 ISO 19983。
按照 2018 年在杭州(中国)举办的 TC 45/SC 2/WG 4 会议中的决定,本次超出值不被剔除,而是采用回归线上的数值作为替代值。

B.2 精密度说明

B.2.1 程序细节

此次 ITP 由 ELASTOCON(瑞典)和 LRCCP(法国)在 2017 年组织和开展。裁取的试样由一个实验室准备并发往全部 10 家参加实验室。
试验中使用了四种橡胶,分别制备了 NR,EPDM,NBR 和 FKM 试样。
试样的尺寸按照 ISO 2921 (50 mm 长) 制备。
每个性能其精密度数据使用实验室的数量在精密度结果表(表 B.1~表 B.4)中给出。
ITP 试验在连续两周内进行。这两周的规定一天内需得到四种材料的 3 个单独测量值,每周的试验结果是这三个单独测量值的中值。所有分析基于这些试验结果。
鼓励参加实验室在 ITP 中使用两个同等能力的操作者(若可能)。操作者 1 负责第一周试验,操作者 2 负责第二周试验。使用不同试片、不同操作者和两周内重复试验的目的是为了在最终或合并基础数据中包含这些正常的偏离源。因此,这些精密度数据比以往的 ITP 结果(一个时间点评估的精密度)表现得更加可靠和现实。
每个试样测量 TR_{10} 、 TR_{30} 、 TR_{50} 和 TR_{70} 。

B.2.2 精密度的结果

精密度结果在表 B.1~表 B.4 中列出。
若没有文件证明这种精密度评估结果实际上适用于所测试的产品或材料,则此次 ITP 表明的精密度结果不能被任何材料或产品组织应用在可接受准则或检测试验上。

表 B.1 TR_{10} 精密度数据

材料	中值							实验室 数量
		S_r	r	S_{rD}	r_D	S_R	R	
NR	—56.72	0.17	0.49	0.28	0.79	0.42	1.17	10
EPDM	—43.08	0.20	0.55	0.20	0.55	0.56	1.58	10
NBR	—24.51	0.15	0.42	0.25	0.70	0.57	1.62	10

表 B.1 (续)

材料	中值							实验室 数量
		S_r	r	S_{rD}	r_D	S_R	R	
FKM	—4.81	0.12	0.33	0.12	0.35	0.54	1.52	10
平均值 ^a		0.16	0.45	0.21	0.60	0.52	1.48	
<p>^a 简单计算的平均值。</p> <p>符号的解释用于表 B.1~表 B.4:</p> <p>S_r = 重复性(实验室内)标准偏差;</p> <p>r = 重复性;</p> <p>S_{rD} = 两天的重复性标准偏差;</p> <p>r_D = 两天的重复性;</p> <p>S_R = 再现性(实验室间)标准偏差;</p> <p>R = 再现性。</p>								

表 B.2 TR₃₀ 精密度数据

材料	中值							实验室 数量
		S_r	r	S_{rD}	r_D	S_R	R	
NR	—52.98	0.19	0.54	0.22	0.63	0.56	1.41	10
EPDM	—38.43	0.13	0.38	0.20	0.56	0.60	1.71	10
NBR	—19.16	0.25	0.72	0.34	0.98	1.01	2.86	10
FKM	—1.98	0.12	0.34	0.14	0.39	0.54	1.53	10
平均值 ^a		0.17	0.49	0.23	0.64	0.66	1.88	
<p>^a 简单计算的平均值。</p> <p>符号的解释见表 B.1。</p>								

表 B.3 TR₅₀ 精密度数据

材料	中值							实验室 数量
		S_r	r	S_{rD}	r_D	S_R	R	
NR	—49.78	0.35	0.99	0.38	1.07	0.90	2.54	10
EPDM	—34.31	0.14	0.41	0.23	0.64	0.72	2.05	10
NBR	—13.37	0.48	1.37	0.58	1.63	1.65	4.68	10
FKM	—0.13	0.18	0.52	0.33	0.93	0.71	2.00	10
平均值 ^a		0.29	0.82	0.38	1.07	0.99	2.81	
<p>^a 简单计算的平均值。</p> <p>符号的解释见表 B.1。</p>								

表 B.4 TR₇₀精密度数据

材料	中值							实验室 数量
		S_r	r	S_{rD}	r_D	S_R	R	
NR	—43.95	0.90	2.55	0.90	2.55	1.95	5.52	10
EPDM	—28.71	0.22	0.61	0.34	0.96	0.96	2.72	10
NBR	—7.05	0.72	2.04	0.94	2.66	2.35	6.66	10
FKM	—1.85	0.30	0.85	0.65	1.84	1.19	3.38	10
平均值 ^a		0.53	1.51	0.71	2.00	1.62	4.57	
^a 简单计算的平均值。 符号的解释见表 B.1。								

参 考 文 献

- [1] ISO 19983 Rubber—Determination of precision of test methods
-



GB/T 7758-2020

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-66764