



中华人民共和国国家标准

GB/T 15256—2014/ISO 812:2011
代替 GB/T 15256—1994

硫化橡胶或热塑性橡胶 低温脆性的测定(多试样法)

Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of low-temperature
brittleness(multiple test piece method)

(ISO 812:2011, Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of
low-temperature brittleness, IDT)

2014-12-31 发布

2015-07-01 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

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 15256—1994《硫化橡胶低温脆性的测定(多试样法)》，本标准与 GB/T 15256—1994 相比主要技术差异如下：

- 增加了警示语；
- 在范围中增加了一种测试程序(见第 1 章)；
- 增加了冲击头在冲击试样时的一种运动方式(见 4.1.3)；
- 增加了试验装置的要求(见 4.2、4.3、4.4、4.5、4.6、4.7)；
- 增加了设备的校验(见第 5 章)；
- 在试验过程中增加了一种测试程序(见第 8 章)；
- 对试样数量进行了修改(见 8.1.2, 1994 年版的 7.1.1.2)；
- 增加了精密度部分(见第 9 章)；
- 增加了附录 B 和附录 C。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 812:2011《硫化橡胶或热塑性橡胶 低温脆性的测定》。

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)。

本标准做了下列编辑性修改：

- 将标准名称改为《硫化橡胶或热塑性橡胶 低温脆性的测定(多试样法)》。

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。

本标准起草单位：西北橡胶塑料研究设计院、国家橡胶及乳胶制品质量监督检验中心、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：高云、朱伟、刀建华、陈保平、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 15256—1994。

硫化橡胶或热塑性橡胶 低温脆性的测定(多试样法)

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

本标准规定了测定橡胶材料在规定条件下经受冲击时不出现脆性破坏的最低温度或部分试样出现脆性破坏温度的方法。

本标准适用于硫化橡胶或热塑性橡胶低温脆性的测定。

因为材料的脆性温度受测试条件和冲击速度的影响,这样测得的脆性温度不一定是这种材料可以使用的最低温度。这种方法获得的数据只有在变形条件和试验规定的条件相似的情况下,才可用于预见橡胶材料在低温下的特性。

描述了三种程序。程序 A:测定脆性温度;程序 B:测定 50%破坏的脆性温度;程序 C:在规定温度下冲击试样。

程序 C 用于橡胶材料的分类及评价橡胶材料符合性。

注:对于橡胶涂层织物的类似测试见 ISO 4646,橡胶或塑料涂层织物低温冲击试验。

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。

GB/T 25269—2010 橡胶 试验设备校准指南(ISO 18899:2004, IDT)

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

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

脆性温度 brittleness temperature

在规定的条件下一组试样不产生低温破坏的最低温度。

3.2

50%脆性温度 50% brittleness temperature

在规定的条件下一组试样 50%发生低温破坏的温度。

3.3

试验速度 testing speed

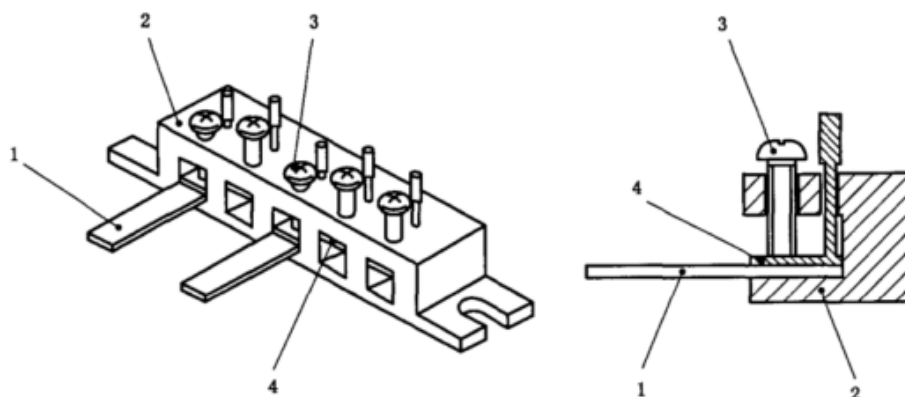
试验装置的冲击头与被夹紧试样之间冲击时的相对线速度。

4 装置和材料

4.1 试样的夹持器和冲击头

应满足 4.1.1~4.1.3 的规定要求。

4.1.1 试样夹持器应是坚固的,并且应设计成悬臂梁。每个试样应被牢固和稳定地夹持,且不产生变形。试样的夹持器见图 1。



说明:

- 1——试样;
- 2——夹持部分;
- 3——紧固螺钉;
- 4——试样夹。

图 1 试样夹持器

4.1.2 冲击头沿着垂直于试样上表面的轨道运动,以 $2.0 \text{ m/s} \pm 0.2 \text{ m/s}$ 的速度冲击试样。冲击后冲击头速度应至少维持在 6 mm 行程范围内。

为了获得在冲击期间和冲击后达到规定的速度范围,应确保有足够的冲击能。每个试样应至少需要 3.0 J 的冲击能。因此需要限定每次冲击试样的数量。

4.1.3 该装置的主要尺寸如下[见图 2a)和图 2b)]:

- a) 冲击头半径为 $1.6 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$;
- b) 在冲击时冲击头和试样夹持器之间的间隙为 $6.4 \text{ mm} \pm 0.3 \text{ mm}$;
- c) 冲击头的冲击点和试样夹持器之间的距离为 $8 \text{ mm} \pm 0.3 \text{ mm}$ 。

注: 试验装置可用于满足本标准要求的旋转电机、电磁线圈、重锤、或弹簧驱动的冲击器。电磁线圈驱动型低温冲击器速度的校准方法在附录 A 中给出。

4.2 传热介质

传热介质可采用在试验温度下对试验材料无影响并能保持为流动的液体或气体,见 ISO 23529 中的规定。

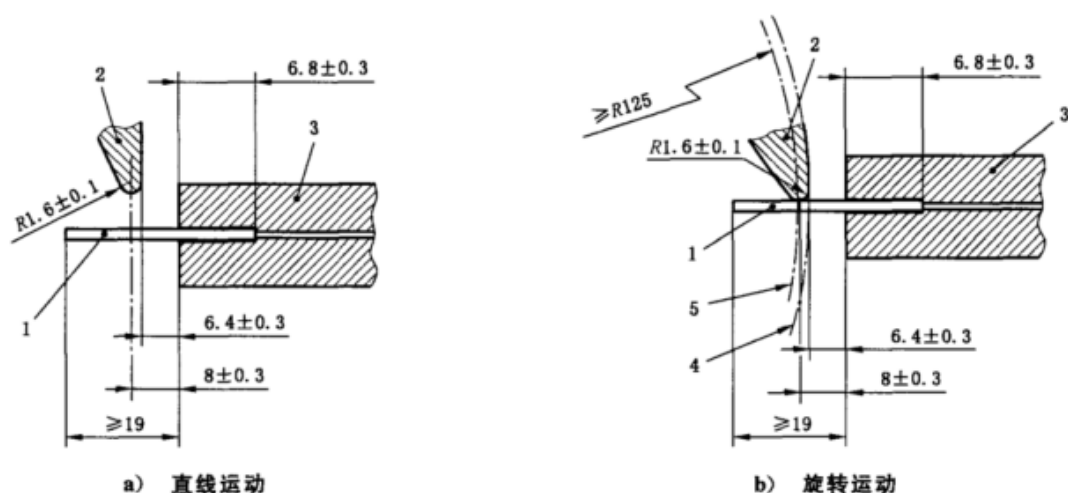
设备设计时可以使用气体作为传热介质。用气体和液体作为传热介质可获得相同的温度。

下列的液体可以满足使用要求:

- a) 温度下降到 $-60 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 可用在室温下具有 $5 \text{ m}^2/\text{s}$ 运动黏度的硅油, 其化学性质接近橡胶, 不易燃并且无毒;
- b) 温度下降到 $-70 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 用乙醇;

c) 温度下降到 $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$,用液氮制冷的甲基环己烷(使用合适的装置是可以满足要求的)。

单位为毫米



说明:

- 1——试样;
- 2——冲击头;
- 3——试样夹持器;
- 4——距离夹持器最近的冲击头上点的运动轨迹;
- 5——冲击头上冲击点的运动轨迹。

图 2 试样夹持器和冲击头

4.3 温度测量装置

应在整个使用范围内精度控制在 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之内的温度测量装置。
温度传感器应放置在试样附近。

4.4 温度控制

能够使传热介质的温度维持在 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内。

4.5 传热介质容器

无论液体介质或气体介质测试室,都是通过传热介质加热。

4.6 传热介质的搅拌

液体的搅拌或气体的风扇、风机都能够确保传热介质的彻底循环。重要的是搅拌器应使液体垂直运动以确保液体具有均匀的温度。

4.7 秒表或其他的计时装置

精确到秒。

5 校准

试验设备的校准应依据附录 B 给出的规定进行。

6 试样

试样有下列两种类型：

- A 型：条状试样，长度为 26 mm~40 mm，宽度为 6 mm±1 mm，厚度为 2.0 mm±0.2 mm；
- B 型：试样厚度为 2.0 mm±0.2 mm，形状尺寸见图 3。

单位为毫米

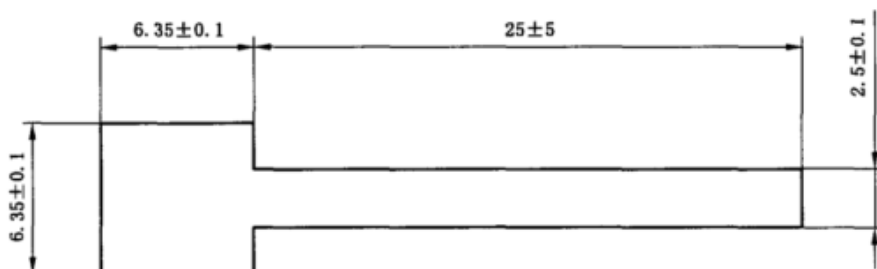


图 3 B 类型试样

试样应按照 ISO 23529 的规定进行制备。试样通常使用锋利的裁刀从薄片上裁切而成。此外，A 型试样也可以使用刃口平行的双层刀片通过一次冲切成为条状，然后将条状试样切到适当的长度。

7 硫化和试验之间的时间间隔

除非另有规定，硫化和试验之间的时间间隔应按照 ISO 23529 的相关规定。

8 程序

8.1 程序 A(脆性温度的测定)

8.1.1 将浴槽或测试室的温度降至预期试样不破坏的最低温度之下。试样夹持器应浸没在冷浴槽或测试室中。在液体为热传递介质情况下，浴槽应确保有足够的液体，以确保试样至少浸没到液面 25 mm 以下。

8.1.2 快速将试样固定在试样夹持器上，当使用液体介质时，在测试温度下将试样夹持器浸入液体中 5 min，当使用气体介质时则浸入气体中 10 min(见 ISO 23529)。

注 1：对于非常柔软的材料，有必要使用装置去支持试样水平放置直至冲击被释放。

试样的自由长度至少应大于 19 mm。

测试 5 个 A 型或 B 型试样。如果有效的冲击能量达到 4.1.2 中规定的最小值，在相同的时间下可以测试试样。

适当地拧紧夹持器是非常重要的。夹持器应紧固以使每个试样的有近似相同的夹持力。

注 2：夹持力是可以影响试样的断裂温度，建议夹持力为 0.15 N~0.25 N。

8.1.3 在试验温度下，经规定的时间浸泡后，记录温度并对试样进行一次冲击。

8.1.4 从试验夹持器上移走试样到标准试验室温度下，检查每个试样确定是否破坏。将试验时出现的任何一个肉眼可见的裂缝或小孔，或完全断成两片以至更多碎片定义为破坏。当试样没有完全断裂时，将试样沿着冲击时所形成的弯曲方向弯曲成 90°角。然后在弯曲处检查试样的破坏情况。

8.1.5 若试样破坏，温度升高 10 °C 重新做一组试验，每个温度下使用新的试样直至试样无破坏为止。

若试样无破坏,然后将温度降低到已观察到的破坏最高温度。

以 2℃ 的温度间隔控制升温或降温,直至测出一组试样无破坏的最低温度。记录此温度为脆性温度。

如果要研究结晶或塑性随时间变化的影响,在气体传热介质中需要更长的调节时间。

8.2 过程 B(50%脆性温度的测定)

8.2.1 除了初始温度是期望 50%破坏的温度,其余执行过程见 8.1.1~8.1.4 的描述。

8.2.2 如果在初始温度下所有的试样破坏,升高温度 10℃ 并重新试验。如果在初始温度下所有的试样无破坏,降低 10℃ 并重复试验。温度以 2℃ 的量增加或减少并重新试验直到确定没有一个试样破坏的最低温度和所有试样破坏的最高温度。记录在每个温度下破坏的试样数量。在每个温度下使用一组新的试样。使用 8.2.3 中的公式或 8.2.4 的图解方法来确定 50%脆性温度。

8.2.3 计算:从每个温度下试样的破坏数量计算破坏的百分比来确定 50%的脆性温度,见式(1):

$$T_b = T_h + \Delta T \left(\frac{S}{100} - \frac{1}{2} \right) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

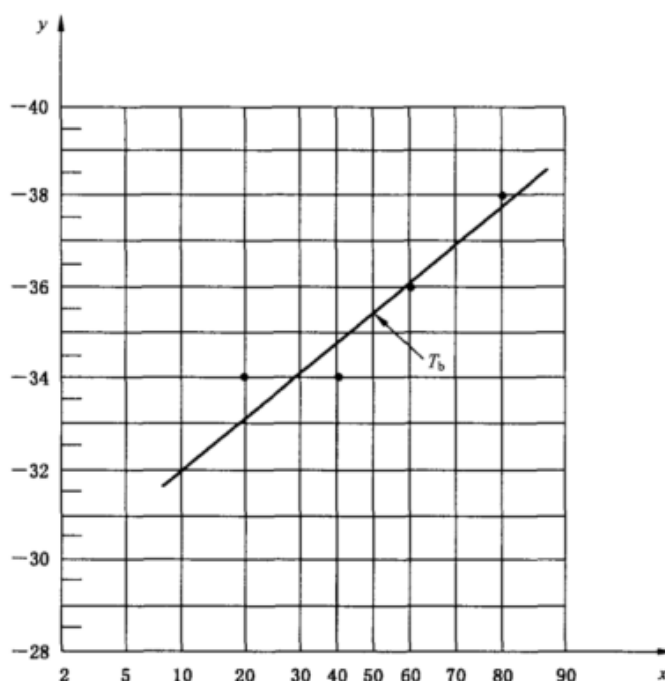
T_b —— 50%脆性温度,单位为摄氏度(℃);

T_h —— 所有试样都破坏的最高温度,单位为摄氏度(℃);

ΔT —— 测试温度之间的间隔温度,单位为摄氏度(℃);

S —— 从没有试样破坏到试样全部破坏的温度范围内,每个温度下试样破坏的百分比之和,%。

8.2.4 图解方法:从各自的温度下破坏的试样数量,计算出在每个温度下破坏的百分比。接下来使用正态概率纸见图 4,将每一百分比对温度作图,温度以线性模式和破坏百分比以概率模式获得,并且通过这些点绘制最佳合适的直线。这个直线与 50%概率线交叉点的温度就是 50%的脆性温度 T_b 。



说明:

x —— 破裂的百分数,%;

y —— 温度,单位为摄氏度(℃)。

图 4 50%脆性温度 T_b 图解方法的确定

8.3 过程 C(在规定的温度下测试)

8.3.1 除了使用的温度由材料的规格或材料的分类规定外,其余实施过程见 8.1.1~8.1.4 的描述。

8.3.2 如果没有一个试样破坏视为合格,或任何一个试样破坏可视为不合格。

9 精密度

参见附录 C。

10 测试报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 样品的描述:
 - 1) 样品的详细说明及其来源;
 - 2) 样品的制备方法,例如模压或裁切。
- b) 试验方法:
 - 1) 涉及的试验方法,如本标准的编号;
 - 2) 试验程序是 A、B 或 C;
 - 3) 试样的类型。
- c) 试验描述:
 - 1) 传热介质和试验设备使用的类型;
 - 2) 实验室温度;
 - 3) 调节时间和温度;
 - 4) 试验温度;
 - 5) 标准中未规定的任何试验程序的描述。
- d) 试验结果:
 - 1) 使用试样的数量和冲击后破坏的试样数量;
 - 2) 在使用程序 A 的脆性温度或使用程序 B 的 50%脆性温度;
 - 3) 在使用程序 C 的情况下,材料是否满足要求。
- e) 试验日期。

附录 A

(资料性附录)

电磁线圈低温冲击试验机速度校准

本附录仅适用于某些类型的冲击试验机。

A.1 试验前的速度校准

A.1.1 原理

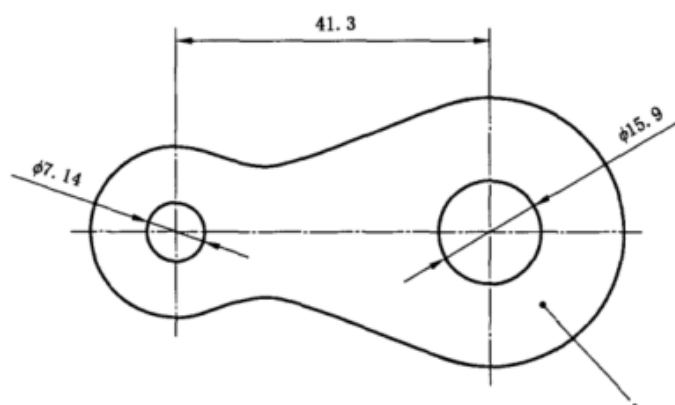
在试验机的冲击装置放置一个钢球,当冲击头机械移动而停止向上运动时,可测量此时钢球上升的高度 h 。钢球减速的方式符合重力作用下自由运动的规律。

A.1.2 过程

A.1.2.1 固定球架

移动把导杆固定到电磁线圈电枢上的任意一个螺母,把球架(见图 A.1)上小孔套在导杆上,重新将螺母紧固。

单位为毫米



* 厚度为 3.2 mm。

图 A.1 球架

A.1.2.2 调节冲程或冲击头

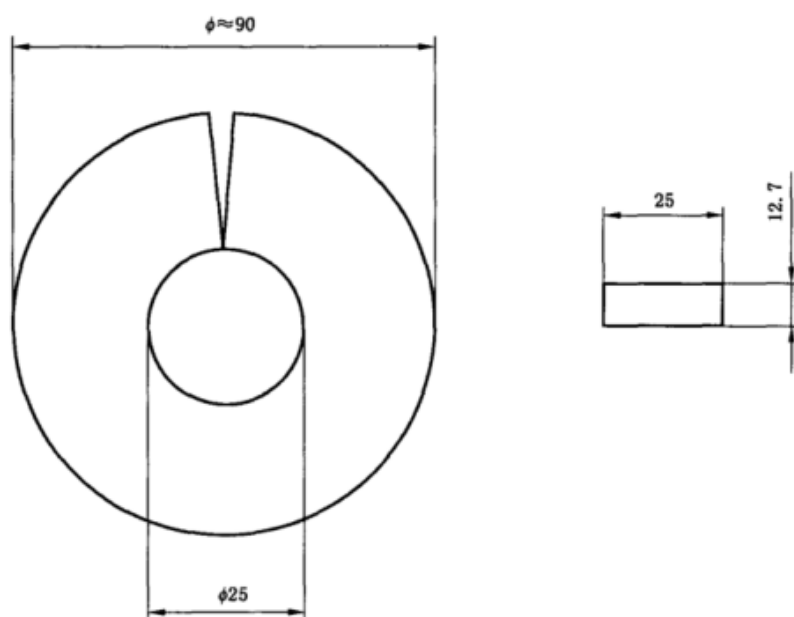
取下电磁线圈上的金属防护套。伸展开橡胶缓冲垫(见图 A.2)把它围到电枢上,将电磁线圈的防护罩放回原位。在试验机的夹持器中插入标准试样,用手动上升冲击装置直到到达冲程的底部。冲击装置上升到最大高度,冲击头应与试样接触,但不与试样不在一个平面上是很重要的。如果冲击头没有接触到试样,应取出橡胶缓冲垫并用薄的缓冲垫替代。反之,如果冲击头移动进入试样平面,缓冲垫应换成一个较厚的。

A.1.2.3 球的放置和测量管

把直径为 19 mm 的钢球放置在球架上(理论上,钢球向上行程不取决于球的质量,然而如果质量太大可能阻碍冲击头的运动)。将最小内径为 25.4 mm 的玻璃或干净的塑料管,垂直放置在球的正上方,

管子应具有分度为 5 mm 的刻度。当钢球在冲击装置的冲程顶部时,零刻度的位置对准钢球的顶部。

单位为毫米



注:缓冲垫的硬度为 ≈ 70 IRHD。

图 A.2 橡胶缓冲垫

A.1.2.4 测量和计算

按上述试验装置,在没有试样和浸入介质时,开动电磁线圈,读出钢球的高度,精确到 5 mm。进行至少 5 次测量,取所有结果的平均值并且将其单位转换为 m,通过式(A.1)计算冲击速度 v :

$$v = \sqrt{2gh} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

v ——冲击速度,单位为米每秒(m/s);

g ——重力加速度,单位为米每二次方秒($\approx 9.8 \text{ m/s}^2$);

h ——钢球平均高度,单位为米(m)。

注:冲击试验机的校正测量应在试验台或混凝土地面等无弹性的地面上进行。因为弹性底座可能要吸收某些冲击能,从而降低钢球的高度值。

A.2 试验期间速度校准

A.2.1 试验装备应装有球架(见 A.1)、钢球和测量管,但是没有橡胶缓冲垫(在通常操作条件下试验)并且在缺乏试样和浸入介质时,开动电磁线圈读出钢球高度并精确到 5 mm。测量 10 次,从读出的钢球最低和最高高度值,使用式(A.1)来确定冲击速度的范围,这个范围被叫做“冲程顶部速度范围”。

A.2.2 试验装置的装备按 A.2.1 中所描述的,但有试样和浸入介质的按第 7 章的方法进行脆性温度,每次开动线圈读出钢球的高度,把钢球的高度转换为速度见 A.1.2.4 所述。如果速度处于冲程顶部的预定范围内则试验视为有效。如果速度是在预定的范围以外则试验视为无效,不给出试验报告。连续试验无效时,调整冲击头顶部的速度在容许的范围内,可以通过减少每次冲击试样的个数来实现。

A.2.3 电磁线圈驱动试验机速度校准的全部过程的典型类型如下:

- a) 按 A.1 的规定过程,在无试样和浸入介质情况下,冲击头在试验机冲击点的冲击速度为 1.9 m/s,这个速度在 4.1.2 规定的限制范围内;
- b) 按 A.2.1 的规定过程,在无试样和浸入介质情况下,冲击头在冲击顶部的速度范围为 2.5 m/s~2.7 m/s,这个范围变成了试验系列的容许范围。每次测冲击点的冲击头速度时,都应确认容许范围(见 A.1);
- c) 按 A.2.2 的规定过程,试验机内有试样和浸入介质情况下,在第一次电磁线圈驱动间,冲程顶部的速度发现为 2.5 m/s,这个速度在容许的范围内,试验有效;
- d) 第 2 次、第 3 次电磁线圈驱动冲击期间,冲程顶部的速度发现为 2.4 m/s 和 2.3 m/s,这些速度在容许的范围之外,这两次试验是无效的;
- e) 可按 A.2.2 的过程调节提高冲程顶部的速度;
- f) 第 4 次和以后全部的电磁线圈驱动冲击试验期间,冲程顶部的速度在 2.5 m/s~2.7 m/s 之间,这些试验结果均有效。

附 录 B
(规范性附录)
校 准 程 序

B.1 检查

在任何校准进行之前,需要校准项目的条件应通过检查确定,并记录在校准报告或证书上。还应对出现任何异常或故障检修后重新进行校准,并出具报告。

应当确定设备能够达到预期目的,包括任何规定的相近似或不相近似参数的设备都需要进行校准。如果参数有改变的倾向,应在校准程序中详细写明需要周期性检查。

B.2 计划

试验设备的检定/校准是这个标准的强制部分。然而,除非另有规定,由独立的实验室自行处理,不然校准的频率和程序应使用 GB/T 25269—2010 的导则。

在表 B.1 给出的校准计划中列出了在试验方法中所有参数,包括规定的要求。参数和要求涉及的主要测试设备,设备的部件或试验所必需的辅助设备。

对于每个参数,校准计划均参照 GB/T 25269—2010 的标示,其他出版物或专门对于该试验方法的详细程序(凡是有比 GB/T 25269—2010 更详细的校准程序,则应优先使用)。

每个参数的校准频率都指定一个代码,校准计划中使用的代码如下:

- C 要求确认,但不测量;
- N 只需首次检定;
- S 在 ISO 18899 标准中规定的标准间隔;
- U 在使用中。

表 B.1 校准频率表

参数	要求	GB/T 25269:2010 条款中的项目	校准频率 指导	备注
试样夹持器	夹持试样如悬臂梁一样牢固且确定无变形	C	U	见图 1
冲击时冲击头的轨迹	通常沿试样上表面运动	C	N	—
冲击头的线速度	冲击时 $2.0 \text{ m/s} \pm 0.2 \text{ m/s}$, 并且冲击后 $\geq 6 \text{ mm}$ 内保持不变	23.4	S	—
冲击能	$\geq 3.0 \text{ J/片}$	21.5	N	—
冲击头半径	$1.6 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$	15.3	S	见图 2
冲击时冲击头到夹持器的间隙	$6.4 \text{ mm} \pm 0.3 \text{ mm}$	15.2	S	见图 2
冲击时冲击头边缘到夹持器的距离	$8 \text{ mm} \pm 0.3 \text{ mm}$	15.2	S	见图 2
温度测量装置	精确到 $\pm 0.5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内, 并且尽可能的接近试样	18	S	—

表 B.1 (续)

参数	要求	GB/T 25269:2010 条款中的项目	校准频 率指导	备注
温度控制	精确到 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$	C	U	像温度测量装置一样
传热介质容器	有搅拌器的装备	C	N	—
传热介质	不影响橡胶并且在 ISO 23529 中规定	—	—	见 4.2 列出的合适的液体

除了在表 B.1 中列出的项目,下面的项目也包含在内,均需要根据 GB/T 25269—2010 中的规定进行校准:

- 定时器;
- 用来测量试样尺寸的仪器。

附 录 C
(资料性附录)
精 密 度

C.1 通则

精密度计算,即重复性和再现性,按照 ISO/TR 9272:2005《橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定》的规定进行。原始数据基于 ISO/TR 9272:2005 规定的程序进行 5%和 2%显著性水平处理。

C.2 多个实验室的测试过程

C.2.1 多个实验室的测试程序由日本在 2004 年组建。使用三种不同的化合物 SBR、CR、HBR 进行脆性测试,这些化合物有不同的脆性温度。

共有 7 个实验室参加了 ITP,日本有 4 个,德国、泰国和英国各一个实验室。

由 ITP 中的每个实验室来评估完全制备好的橡胶试样,测定了类型 1 的精密度。

C.2.2 脆性温度和 50%的脆性温度测定过程的描述见条款 8。

C.2.3 使用两种类型的试样,类型 A(条形)和类型 B(T 型)。

C.3 精密度结果

ITP 的结果见表 C.1,表中使用的符号定义如下:

- r 重复性,测量值的单位;
- (r) 重复性,百分数(相对的);
- R 再现性,测量值的单位;
- (R) 再现性,百分数(相对的)。

表 C.1 精密度数据

试样	测试项目	材料	平均值(结果数 =7×2=14)	实验室内 (重复性)		实验室之间 (再现性)	
				r	(r)	R	(R)
类型 A	脆性温度/℃	SBR	-50.60	0.00	0.00	5.52	-10.90
		CR	-32.34	2.17	-6.71	7.78	-24.07
		NBR	-26.00	5.17	-19.87	7.42	-28.52
	50%脆性温度/℃	SBR	-53.64	1.64	-3.06	5.11	-9.52
		CR	-33.93	1.32	-3.89	5.39	-15.89
		NBR	-28.64	2.12	-7.39	10.31	-35.99

表 C.1 (续)

试样	测试项目	材料	平均值(结果数 =7×2=14)	实验室内 (重复性)		实验室之间 (再现性)	
				<i>r</i>	(<i>r</i>)	<i>R</i>	(<i>R</i>)
类型 B	脆性温度/℃	SBR	−51.30	2.83	−5.52	12.96	−25.26
		CR	−33.32	2.74	−8.22	7.98	−23.95
		NBR	−26.80	4.38	−16.36	9.34	−34.86
	50%脆性温度/℃	SBR	−55.02	2.70	−4.91	13.73	−24.96
		CR	−35.63	1.83	−5.15	1.90	−5.34
		NBR	−30.15	3.53	−11.69	11.58	−38.40

SBR 脆性温度的重现性为 0, 因为实验室间的结果在消除异常后值相同。

依据平均值, 50%的脆性温度同预期的一样低于脆性温度, B 型试样的温度稍微低于 A 型试样的温度。

依据获得的精度, A 型和 B 型两种试样所获得的 50%脆性温度和脆性温度的平均值非常的相似。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

硫化橡胶或热塑性橡胶
低温脆性的测定(多试样法)

GB/T 15256—2014/ISO 812:2011

*

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 1.25 字数 27 千字
2015年2月第一版 2015年2月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50939 定价 21.00 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



GB/T 15256-2014