

中华人民共和国国家标准

GB/T 6036—2020/ISO 1432:2013
代替 GB/T 6036—2001

硫化橡胶或热塑性橡胶 低温刚性的测定(吉门试验)

Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of low-temperature
stiffening(Gehman test)

(ISO 1432:2013, IDT)

2020-12-14 发布

2021-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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 6036—2001《硫化橡胶或热塑性橡胶 低温刚性的测定(吉门试验)》，与 GB/T 6036—2001 相比，主要的技术变化如下：

- 提高了对温度测量装置的精度要求(见 4.5, 2001 年版的 3.4)；
- 修改了在连续升温的情况下，测量间隔的时间要求(见 7.2, 7.3, 2001 年版的 5.3, 5.4)；
- 增加了原理(见第 3 章)；
- 增加了校准规范(见附录 A)。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 1432:2013《硫化橡胶或热塑性橡胶 低温刚性的测定(吉门试验)》。

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：沈阳橡胶研究设计院有限公司、广州合成材料研究院有限公司、江苏明珠试验机械有限公司、江苏新真威试验机械有限公司、青岛竣翔科技有限公司、北京橡胶工业研究设计院有限公司、高铁检测仪器(东莞)有限公司、东莞市松恕检测仪器有限公司、赛轮集团股份有限公司。

本标准主要起草人：赵博丹、费康红、刘晓丹、邢玉秀、朱安明、沈克会、王志晔、王鸿飞、谢君芳、孙斯文、魏国征、陈雍典、刘龙、时晓明、周天明、侯晓倩。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6036—1985、GB/T 6036—2001。

硫化橡胶或热塑性橡胶 低温刚性的测定(吉门试验)

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。

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

本标准规定了在静态过程中,从室温至 $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内,测定硫化橡胶或热塑性橡胶相对刚性特征的方法,又称吉门试验。

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 原理

从低温开始,测量与温度呈函数关系的扭转刚度。刚性的测量方法是将试样与已校准的弹簧钢丝连接,将钢丝顶部扭转 180° 时,测量试样扭转的角度。

4 试验仪器

4.1 扭转装置

如图1所示,它是由能够在垂直于扭转钢丝的平面内扭转 180° 的扭转头组成。钢丝的顶端固定在扭转头上。钢丝的底部与试样夹持器相连接。应提供一种用电或机械方法,“无摩擦”地显示或记录角度的装置,能方便、准确地调节零点。显示或记录系统应能读取或记录扭转角度到最接近的程度。

4.2 扭转钢丝

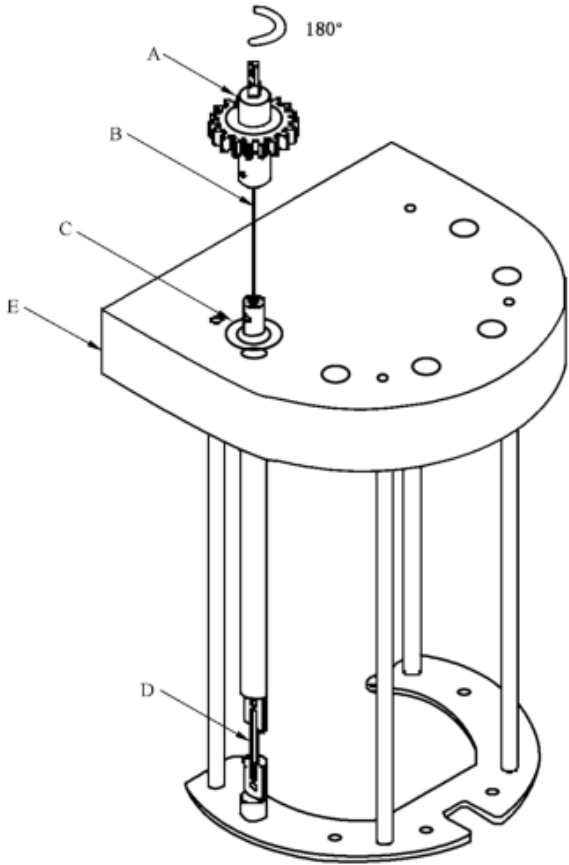
该钢丝由回火弹簧钢丝制成,其长度为 $65\text{ mm}\pm 8\text{ mm}$ 。钢丝的扭转常数分别为 $0.7\text{ mN}\cdot\text{m}$, $2.8\text{ mN}\cdot\text{m}$ 和 $11.2\text{ mN}\cdot\text{m}$ 。如有争议,应选用扭转常数为 $2.8\text{ mN}\cdot\text{m}$ 的钢丝。

4.3 试样架

该架由导热性差的材料制成,用于将试样垂直固定于传热介质中。试样架的结构以能夹持多个试

样为宜。试样架固定于支架上,一般用低导热材料做支架的垂直部分。支架的底座应采用不锈钢或其他耐腐蚀材料。

每个试样应由上下两个夹持器固定。下夹持器固定在试样架上。上夹持器作为试样的延伸部分,通过杆与扭转钢丝连接。



说明:

- A —— 扭转头;
- B —— 扭转钢丝;
- C —— 角度测量装置;
- D —— 试样;
- E —— 试样架。

图 1 扭转设备示意图

4.4 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。

注:可以使用下列流体:

- a) 当试验温度降至 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,使用在环境温度下运动黏度为 $5\text{ mm}^2/\text{s}$ 的硅油,因为它对橡胶具有化学惰性、不燃性和无毒性;
- b) 当试验温度降至 $-73\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,使用乙醇;
- c) 当试验温度降至 $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,使用甲基环己烷,用液氮冷却(适用于配套仪器)。

4.5 温度测量装置

配备温度测量装置,要求在整个测试温度范围内,温度测量精确至 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
温度传感器应安装在试样附近。

4.6 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。

4.7 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。

4.8 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,以确保液体中的温度均匀。

4.9 计时装置

秒表或其他以秒来计量的计时装置。

5 校准

试验仪器的校准要求见附录 A。

6 试样

6.1 试样的制备

试样应按 ISO 23529 的规定进行制备,试样长为 $40.0\text{ mm} \pm 2.5\text{ mm}$,宽为 $3.0\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$,厚为 $2.0\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ 。试样可用模压或用裁刀从硫化胶片上裁取。

6.2 试样的调节

6.2.1 硫化与试验之间的最短时间间隔为 16 h。

非成品试验,硫化与试验之间的最长时间间隔是 4 周。对于要求比对评估的试验,应尽可能在相同的时间间隔内进行。

成品试验,只要有可能,硫化与试验之间的时间间隔不应超过 3 个月。其他情况时,应在消费者收到产品之日起的 2 个月内进行试验。

6.2.2 在硫化与试验之间的时间间隔内,样品和试样应尽可能避光保存。

6.2.3 试验前,应将制备好的试样在 ISO 23529 规定的标准实验室温度下至少调节 3 h。对于要求进行比对的单一或一系列试验,始终都应采用相同的调节温度。

7 试验步骤

7.1 试样的安装

将试样夹在上、下夹持器之间,试样的自由长度为 $25\text{ mm} \pm 3\text{ mm}$ 。使试样处于零转矩位置,或使

试样有轻微的负载,使得在温度变化时试样保持垂直。

如果需要测量绝对模量,样品的长度测量精确到 0.5 mm,宽度测量精确到 0.1 mm,厚度测量精确到 0.01 mm。

7.2 在液体介质中测量刚性

用标准扭转钢丝($2.8 \text{ mN} \cdot \text{m}$)在 $23 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 下进行参比测量,可在空气中或液体传热介质中进行。

把装好试样的试样架放入液体传热介质中,使试样处于液面下至少 25 mm 深处。

将角度测量装置调整到零。然后,迅速而又平稳地将所有试样扭转 180° ,记录 10 s 时扭转角度。如果试样是逐个测量的,确保所有测量在 2 min 内完成。若在 $23 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 下读数角度不处于 $120^{\circ} \sim 170^{\circ}$ 的范围内,则表明该钢丝不适用。若试样产生大于 170° 的扭转角,则应使用扭转常数为 $0.70 \text{ mN} \cdot \text{m}$ 的钢丝进行试验。若试样产生小于 120° 的扭转角,则应使用扭转常数为 $11.2 \text{ mN} \cdot \text{m}$ 的钢丝进行试验。

从传热介质中移出试样(确认已在液体中进行了参比测量)并将传热介质调节到所需的最低温度。

将试样重新放入传热介质中,使试样处于液面下至少 25 mm 深处,并在此温度下保持 15 min。

用下列两种方法之一进行升温:

- a) 以 $5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 的间隔升温,每次升温约用 5 min;
- b) 以 $1 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率连续升温。

在逐级升温的情况下,试样要在每一温度下调节 5 min 后进行测量。在连续升温的情况下,每隔 1 min 测量一次。继续升温直到此温度下试样的扭转角比在 $23 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的扭转角小 $5^{\circ} \sim 10^{\circ}$ 为止。

记录每个测量点的扭转角度和温度。

在试验过程中,也可以绘出相对模量曲线图。

7.3 在气体介质中测量刚性

7.3.1 概述

在空气、二氧化碳或氮气中的测量程序与在液体的不同之处仅仅在于:试样的冷却介质不同以及调节时间的不同。

7.3.2 测量

将试样放入试验箱中,在约 30 min 内调节试验箱的温度至所要求的最低温度。然后将此温度恒温 10 min,再按照与液体介质相同的方法进行测量,测量所有试样的时间不超过 2 min。

用下列两种方法之一进行升温:

- a) 以 $5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 的间隔升温,每次升温约用 10 min;
- b) 以 $1 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率连续升温。

在逐级升温的情况下,试样要在每一温度下调节 10 min 后进行测量。在连续升温的情况下,每隔 1 min 测量一次。继续升温直到此温度下试样的扭转角比在 $23 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的扭转角小 $5^{\circ} \sim 10^{\circ}$ 为止。

记录每个测量点的扭转角度和温度。

在试验过程中,也可以绘出相对模量曲线图。

7.4 结晶

如果研究结晶作用或增塑剂效应,则要延长试样在给定温度下的停留时间。

8 试样数量

每种胶料至少试验三个试样。根据试验的要求,可与具有已知扭转温度特性的胶料同时进行对比试验。

9 结果的表示

9.1 扭转模量

试样在任何温度下的扭转模量与角度因子成正比,角度因子如式(1)所示:

$$\frac{180 - \alpha}{\alpha} \dots\dots\dots (1)$$

式中:
 α ——试样的扭转角,单位为度(°)。

9.2 相对模量

任一温度下的相对模量是该温度下的扭转模量与 23 °C 下的扭转模量的比值。
任一温度下的相对模量值可从该温度和 23 °C 下的扭转角度以及这些角度对应的角度因子 $(180 - \alpha)/\alpha$ 之比给出。

相对模量分别为 2、5、10 和 100 的温度用表 1 和试样的扭转角度与温度值确定。表 1 的第一列列出 120°~170°范围内的每个扭转角度,以便能够选择试样在 23 °C 下扭转角的对应数值。

后续各列分别给出了相应于相对模量为 2、5、10 和 100 的扭转角度。这些角度对应的温度分别记为 t_2 、 t_5 、 t_{10} 和 t_{100} 。

9.3 表观刚性扭转模量

如果要计算各种温度下的表观刚性扭转模量,则应准确测量试样的自由长度。表观刚性扭转模量 G ,按式(2)计算:

$$G = \frac{16KL(180 - \alpha)}{bd^3\mu\alpha} \dots\dots\dots (2)$$

式中:
 G ——表观刚性扭转模量,单位为帕斯卡(Pa);
 K ——钢丝的扭转常数,单位为牛米(N·m);
 L ——试样的自由长度,单位为米(m);
 b ——试样宽度,单位为米(m);
 d ——试样厚度,单位为米(m);
 μ ——以 b/d 为基础的系数(由表 2 给出);
 α ——试样的扭转角,单位为度(°)。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 样品信息：
 - 1) 对样品及其来源的完整描述；
 - 2) 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，即本标准的编号；
 - 2) 试验箱使用的升温方法；
- c) 试验过程：
 - 1) 所使用的传热介质；
 - 2) 试样数量；
- d) 试验结果：
 - 1) 相对扭转模量分别为 2、5、10 和 100 时的温度 t_2 、 t_5 、 t_{10} 、 t_{100} ；(每个试样值和平均值)；
 - 2) 如需要，在标准实验室温度下的表观刚性扭转模量(每个试样值和平均值)；
 - 3) 如需要，在非标准实验室温度的其他温度下的表观刚性扭转模量(每个试样值和平均值)；
 - 4) 如需要，表观刚性扭转模量为规定值时的温度(每个试样值和平均值)；
 - 5) 如需要，相对模量与温度的关系图。
- e) 试验日期。

表 1 指定相对模量值(RM)扭转角

23 ℃ 的扭转角 $\alpha/(^\circ)$	相对模量值的扭转角 $\alpha/(^\circ)$			
	RM=2	RM=5	RM=10	RM=100
120	90	51	30	3
121	91	52	31	4
122	92	53	31	4
123	93	54	32	4
124	95	55	33	4
125	96	56	33	4
126	97	57	34	4
127	98	58	35	4
128	99	59	36	4
129	101	61	36	5
130	102	62	37	5
131	103	63	38	5
132	104	64	39	5
133	105	65	40	5
134	107	66	41	5
135	108	68	42	5
136	109	69	42	5
137	111	70	43	6
138	112	71	45	6
139	113	72	46	6
140	114	74	47	6

表 1 (续)

23 ℃ 的扭转角 $\alpha/(^{\circ})$	相对模量值的扭转角 $\alpha/(^{\circ})$			
	RM=2	RM=5	RM=10	RM=100
141	116	75	48	6
142	117	77	49	7
143	119	78	50	7
144	120	80	51	7
145	121	82	53	7
146	123	83	54	7
147	124	85	55	7
148	126	87	57	8
149	127	88	58	8
150	129	90	60	9
151	130	92	62	9
152	132	94	62	9
153	133	96	65	10
154	134	97	67	10
155	136	100	69	11
156	138	102	71	11
157	139	104	73	12
158	140	106	75	12
159	142	108	78	13
160	144	111	80	13
161	146	113	82	14
162	147	116	85	15
163	149	118	88	16
164	151	121	91	17
165	152	124	94	18
166	154	126	98	19
167	156	130	101	20
168	158	133	105	22
169	159	136	109	24
170	161	139	113	26

表 2 不同 b/d 比值的系数 μ 值^a

b/d	μ	b/d	μ
1.00	2.25	2.25	3.84
1.05	2.36	2.50	3.99
1.10	2.46	2.75	4.11
1.15	2.56	3.00	4.21
1.20	2.66	3.50	4.37
1.25	2.75	4.00	4.49
1.30	2.83	4.50	4.59
1.35	2.91	5.00	4.66
1.40	2.99	6.00	4.77
1.45	3.06	7.00	4.85
1.50	3.13	8.00	4.91
1.60	3.26	9.00	4.96
1.70	3.38	10.00	5.00
1.75	3.43	20.00	5.17
1.80	3.48	50.00	5.23
1.90	3.57	100.00	5.30
2.00	3.66		

^a 表中的 μ 值已被修约至小数点后两位。

附 录 A
(规范性附录)
校 准 规 范

A.1 检查

在进行任何校准之前,通过检查并记录校准报告或证书,确定要校准项目的条件。在初始状态或纠正任何异常或故障后,确认该参数是否需要重新校准。

应确定仪器一般适用用途,包括任何大致的参数,如果仪器不需要正式重新校准,参数可更改,则应将定期检查的过程写入详细校准程序中。

A.2 校准计划

测试设备的验证/校准是本标准的强制性部分。然而,除非另有说明,校准频率和使用的程序,以 GB/T 25269 作为指导由实验室自行决定。

表 A.1 中给出了校准时间表,并列出了测试方法中指定的所有参数和要求。参数和要求与测试仪器相关,并取决于该仪器的一部分或是测试所需的辅助仪器。对于每个参数的校准可以参照相应的参数校准标准。

每个参数的验证频率由代码字母给出。校准用的代码如下:

C——要求待定,不需要测量;

N——初始验证;

S——标准间隔;

U——使用时确认。

表 A.1 校准时间表

参数	要求	GB/T 25269—2010 中的 章节	校准频率	备注
扭转头	可以转到 180°	C	N	
角度显示装置	无摩擦	C	N	
	可以准确调零	C	N	
角度测量	$\pm 1^\circ$	15.9	S	
支架底座	防腐蚀材料	C	N	
扭转钢丝标称 扭转常数	0.7 mN·m 2.8 mN·m 11.2 mN·m	P 见本标准 A.3	S	
扭转钢丝长度	65 mm $\pm$ 8 mm	15.2	S	
试样架	低导热材料	C	N	

表 A.1 (续)

参数	要求	GB/T 25269—2010 中的 章节	校准频率	备注
夹具	一端与支架连接,一端 不接触支架	C	U	
温度测量装置	±0.5 ℃,测温传感器 靠近试样	18	S	
试验容器	内置传热介质,并保持 温度在±1 ℃内。	C	U	根据温度显示器
搅拌器或风扇	保持搅拌器垂直搅动, 以确保传热介质始终 保持循环均匀	C	N	
秒表	±1 s	23.1	S	
传热介质	适合的传热介质见 4.4			

除了表 A.1 所列参数或设备需要校准外,以下设备或参数需要按照 GB/T 25269—2010 规定进行校准:——试样尺寸测量设备。

A.3 扭转钢丝的标定

把扭转钢丝的上端垂直地插入一固定的夹持器中,钢丝的下端连接到已知尺寸和质量的连杆的纵轴中心线上(建议连杆的长度为 200 mm~250 mm,直径为 6.4 mm)。

将连杆扭转不超过 90°的角度,然后把它松开,让其在水平面上作自由摆动,以秒为单位记下摆动 20 次所用的时间。(一次摆动包括从一个端点摆到另一端点,然后返回原位置)。

连杆的转动惯量 I ,按式(A.1)计算:

$$I = \frac{mL^2}{12} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

I ——连杆的转动惯量,单位为千克平方米(kg·m²);

m ——连杆的质量,单位为千克(kg);

L ——连杆的长度,单位为米(m)。

钢丝的扭转常数 K (即每弧度的有效转动力矩),按式(A.2)计算:

$$K = 4\pi^2 \frac{I}{T^2} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

K ——钢丝的扭转常数,单位为牛米(N·m);

T ——连杆摆动一次的周期,单位为秒(s)。

扭转钢丝应标定在其规定扭转常数的±5%以内。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

硫化橡胶或热塑性橡胶
低温刚性的测定(吉门试验)

GB/T 6036—2020/ISO 1432:2013

*

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:155066·1-66767

版权专有 侵权必究



GB/T 6036-2020