

まえがき

この規格は、工業標準化法第 14 条によって準用する第 12 条第 1 項の規定に基づき、日本ゴム工業会 (JRMA)／財団法人日本規格協会(JSA)から、工業標準原案を具して日本工業規格を改正すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が改正した日本工業規格である。

これによって、**JIS K 6261:1997** は改正され、この規格に置き換えられる。

改正に当たっては、日本工業規格と国際規格との対比、国際規格に一致した日本工業規格の作成及び日本工業規格を基礎にした国際規格原案の提案を容易にするために、**ISO 812:1991, Rubber, vulcanized—Determination of low-temperature brittleness**, **ISO 1432:1988, Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of low temperature stiffening (Gehman test)**及び **ISO 2921:1997, Rubber, vulcanized—Determination of low-temperature characteristics—Temperature retraction procedure (TR test)**を基礎として用いた。

この規格の一部が、技術的性質をもつ特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権、又は出願公開後の実用新案登録出願に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣及び日本工業標準調査会は、このような技術的性質をもつ特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権、又は出願公開後の実用新案登録出願にかかわる確認について、責任はもたない。

JIS K 6261 には、次に示す附属書がある。

附属書 1 (参考) 長時間暴露における低温ねじり試験

附属書 2 (参考) **JIS** と対応する国際規格との対比表

目 次

ページ

序文	1
1. 適用範囲	1
2. 引用規格	1
3. 定義	2
4. 試験の種類	2
5. 低温衝撃ぜい化試験	2
5.1 目的	2
5.2 試験装置	2
5.3 試験片	3
5.4 試験方法	4
5.5 50 %衝撃ぜい化温度の求め方	5
5.6 試験結果のまとめ方	5
5.7 記録	5
6. 低温ねじり試験（ゲーマンねじり試験）	6
6.1 目的	6
6.2 試験装置	6
6.3 ねじりワイヤの校正	7
6.4 試験片	8
6.5 試験方法	8
6.6 計算	9
6.7 試験結果のまとめ方	12
6.8 記録	12
7. 低温弾性回復試験（TR 試験）	12
7.1 目的	12
7.2 試験装置	12
7.3 試験片	12
7.4 試験方法	14
7.5 計算	14
7.6 試験結果のまとめ方	15
7.7 記録	15
附属書 1（参考）長時間暴露における低温ねじり試験	16
附属書 2（参考）JIS と対応する国際規格との対比表	18

加硫ゴム及び熱可塑性ゴム—低温特性の求め方

Rubber, vulcanized or thermoplastic— Determination of low temperature properties

序文 この規格は、1991年に第1版として発行された **ISO 812**, Rubber, vulcanized—Determination of low-temperature brittleness, 1988年に第3版として発行された **ISO 1432**, Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of low temperature stiffening (Gehman test)及び1997年に第3版として発行された **ISO 2921**, Rubber, vulcanized—Determination of low-temperature characteristics—Temperature retraction procedure (TR test)を元に、技術的内容を変更して作成した日本工業規格である。

なお、この規格で側線又は点線の下線を施してある箇所は、原国際規格を変更している事項である。変更の一覧表をその説明を付けて、**附属書2（参考）**に示す。

警告 この規格の利用者は、通常の実験室での作業に精通しているものとする。この規格は、その使用に関連して起こるすべての安全上の問題を取り扱おうとするものではない。この規格の利用者は、各自の責任において安全及び健康に対する適切な措置を取らなければならない。

1. 適用範囲 この規格は、加硫ゴム及び熱可塑性ゴム（以下、加硫ゴムという。）の低温における特性である 50 %衝撃ぜい化温度、衝撃ぜい化限界温度、ねじり剛性及び弾性回復温度を求める方法について規定する。

備考 この規格の対応国際規格を、次に示す。

なお、対応の程度を表す記号は、**ISO/IEC Guide 21**に基づき、IDT（一致している）、MOD（修正している）、NEQ（同等でない）とする。

ISO 812:1991, Rubber, vulcanized—Determination of low-temperature brittleness (MOD)

ISO 1432:1988, Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of low temperature stiffening (Gehman test) (MOD)

ISO 2921:1982, Rubber, vulcanized—Determination of low-temperature characteristics—Temperature retraction procedure (TR test) (MOD)

2. 引用規格 次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS G 3522ピアノ線

JIS K 6200ゴム用語

JIS K 6250ゴム—物理試験方法通則

備考 **ISO 23529:2004**, Rubber — General procedures for preparing and conditioning test pieces for

physical test methods からの引用事項は、この規格の該当事項と同等である。

JIS K 6251 加硫ゴム及び熱可塑性ゴム—引張特性の求め方

JIS Z 8401 数値の丸め方

3. **定義** この規格で用いる主な用語の定義は、JIS K 6200 及び JIS K 6250 によるほか、次による。

- a) **50 %衝撃ぜい化温度** 規定の条件下で試験片に衝撃曲げを与えたとき、試験に用いた試験片総数の 50 %が破壊する温度。ここで、破壊とは、肉眼で分かる割れ、き裂、及び／又は破れ穴を生じるか、及び／又は二つ以上の破片に完全に分離することをいう。
- b) **衝撃ぜい化限界温度(brittleness temperature)** 規定の条件下で試験片に衝撃曲げを与えたとき、試験片に破壊の生じない最も低い温度。
- c) **衝撃試験速度(testing speed)** 固定した試験片と衝撃時における打撃具との相対的な速度。

4. **試験の種類** 試験の種類は、次の 3 種類とする。

- a) 低温衝撃ぜい化試験
- b) 低温ねじり試験（ゲーマンねじり試験）
- c) 低温弾性回復試験（TR 試験）

5. 低温衝撃ぜい化試験

5.1 **目的** 規定の条件下で試験片に衝撃曲げを与えたとき、試験片に生じる破壊の有無から、50 %衝撃ぜい化温度及び衝撃ぜい化限界温度を求めるために行う。

5.2 試験装置

5.2.1 **試験装置の概要** 試験装置は、試験片つかみ具、打撃具、試験槽などからなる。必要があれば、安全装置を用意してもよい。

5.2.2 **試験片つかみ具及び打撃具** 試験片つかみ具と打撃具との位置関係の例を図 1 に、試験片つかみ具の例を図 2 に示す。

打撃具は、先端が半径 1.6 ± 0.1 mm で、試験片に打撃を与えるとき及びその後少なくとも 6 mm の走行距離の間では、毎秒 2.0 ± 0.2 m の均一な線運動で作動するものを用いる⁽¹⁾。この衝撃速度を一定に保つため、同時に行う試験片の数を制限してもよい。打撃時における打撃点と試験片つかみ具との間隔は、 8.0 ± 0.3 mm とし、打撃具と試験片つかみ具との間隔は、 6.4 ± 0.3 mm とする。

試験片つかみ具は、それぞれの試験片ごとに片持ちばりとして単独に取り付けることができ⁽²⁾、試験機本体に強固に保持できる機構をもつ。つかみ部の長さ（奥行き）は、少なくとも 6.5 mm 以上とする。

注⁽¹⁾ 打撃具の運動は、直線運動、回転運動のいずれでもよい。図 1a) に直線方式の例を、図 1b) に回転方式の例を示す。

注⁽²⁾ 試験片は、試験片つかみ具に、それぞれの試験片ごとにトルクドライバ、トルクレンチなどを用いて、同一の力で正常な状態に取り付けられるように設置する。試験片が反るような過大な変形を与えてはならない。目安として、試験片押さえ面積約 80 mm^2 の場合には、 $0.15 \sim 0.25 \text{ N} \cdot \text{m}$ （押さえねじの呼びは、M4 又は M5）で締め付けることによって、安定した結果を得ることができる。

単位 mm

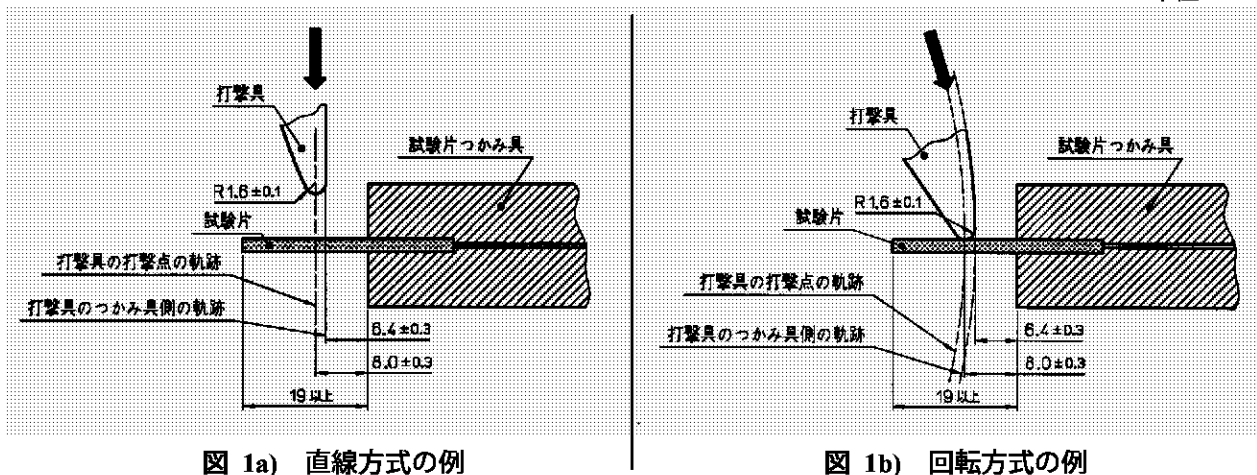


図 1a) 直線方式の例

図 1b) 回転方式の例

図 1 試験片つかみ具と打撃具との位置関係の例

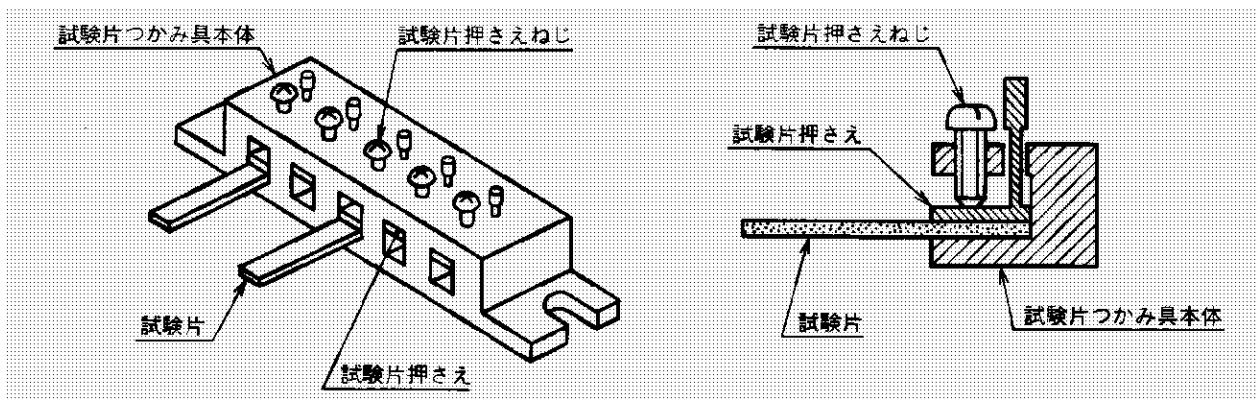


図 2 試験片つかみ具の例

5.2.3 試験槽 試験槽は、規定の熱媒体を満たすことができる断熱性の容器で、熱媒体の温度を均一にするためのかくはん機を備え、試験温度を ± 0.5 °Cに保持できるものとする。また、試験片つかみ具及び打撃具が規定の位置に取り付けられる構造で、温度計が挿入でき、かつ、温度調節器が設けられたものとする。

5.2.4 熱媒体 熱媒体は、試験温度において液状で、試験する材料に対して物理的及び化学的影響を与えないものを用いる⁽³⁾。

注⁽³⁾ 次の熱媒体は、次に示した温度まで使用可能である。

シリコンオイル（低温使用に適するもの。）	−60 °C
エタノール	−70 °C
メチルシクロヘキサン	−120 °C

5.3 試験片

5.3.1 試験片の形状及び寸法 試験片の形状及び寸法は、次の2種類のいずれかとする。

A 形：長さ 26～40 mm，幅 6.0 ± 1.0 mm，厚さ 2.0 ± 0.2 mm の短冊状の試験片

B 形：図 3 に示す形状及び寸法の試験片，厚さ 2.0 ± 0.2 mm

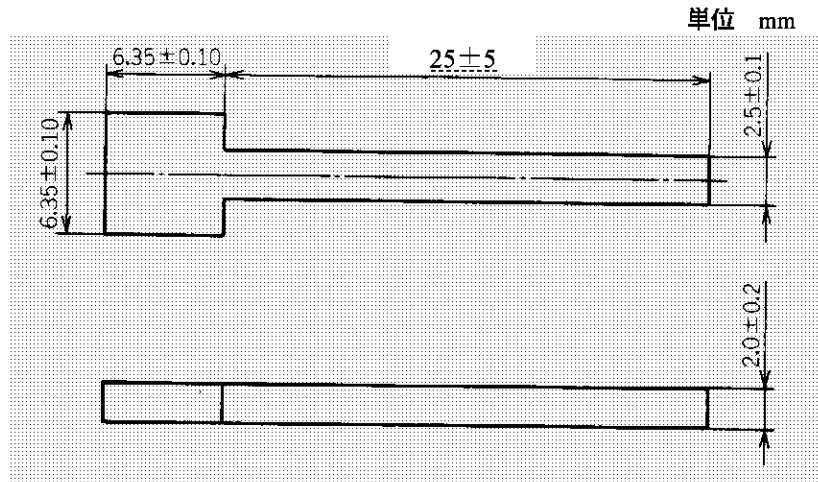


図 3 B 形試験片の形状及び寸法

5.3.2 試験片の採取・作製 試験片の採取・作製は、JIS K 6250 の 8.5（試験片の採取・作製）による。

5.3.3 試験片の数 試験片の数は、各温度水準に対して 10 個以上とする。

備考 衝撃ぜい化温度がよく分かっている材料では、5 個でもよい。

5.3.4 試験片の寸法の測定 試験片の寸法の測定は、JIS K 6250 の 9.（寸法測定方法）による。

5.3.5 試験片の選別 1 個の試験片について、厚さ及び幅の寸法の不均一さが 0.1 mm を超えるもの、異物の混入したもの、気泡のあるもの及び／又はきずのあるものは、試験に用いてはならない。

5.4 試験方法

5.4.1 試験条件 試験条件は、次による。

- 試験室の標準温度は、JIS K 6250 の 5.1（試験室の標準温度）による。
- 試料及び試験片の保管は、JIS K 6250 の 8.2（試料及び試験片の保管）による。
- 試験片の状態調節は、JIS K 6250 の 8.3（試験片の状態調節）による。
- 試験温度は、 $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ～室温とする。
- 衝撃試験速度は、毎秒 $2.0 \pm 0.2\text{ m}$ とする。

5.4.2 操作方法 操作方法是、次による。

- 試験槽の中に試験片を設置したとき、試験片が熱媒体液面から 25 mm 以上の深さに浸せきできるよう、十分な量の熱媒体を満たす。
- 試験槽の温度を、試験温度まで適量のドライアイス、液体窒素などで冷却する。
- 試験片つかみ具を、あらかじめ試験温度に冷却しておく⁽⁴⁾。

注⁽⁴⁾ 室温中に静置していた試験片つかみ具に試験片を取り付けて、試験温度雰囲気の規定時間保持しても、試験片の温度が試験温度に達せず、試験結果に影響を及ぼすことがある。

- 試験片つかみ具を試験槽から取り出し、試験片を試験片つかみ具に、図 1 及び図 2 に示すように速やかに取り付ける。つかみ具から出ている試験片の長さは、少なくとも 19 mm 以上とする。その後、試験片を試験槽の中に設置する。
- 試験片は、各水準の試験温度雰囲気に 5 分間保持した後、打撃具によって試験片に 5.4.1 e) に規定する衝撃試験速度で 1 回の打撃を加え、試験片の破壊の有無を調べる⁽⁵⁾。

注⁽⁵⁾ 破壊の有無は、試験片が打撃で曲げられた方向と同一方向に直角に曲げて、肉眼で調べる。

- この操作を、試験片が全部破壊する温度から全部破壊しない温度まで $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 間隔で行い、各温度での破壊個数を記録する。この場合、50 % 破壊が予想される温度から試験を開始するのがよい。試験片が全

部破壊した場合又は全部破壊しない場合には、それぞれ槽内温度を 10℃だけ上昇又は下降させて試験を繰り返す。

備考1. 一度試験に使用した試験片は、再び試験に用いてはならない。

2. 50 %衝撃ぜい化温度及び衝撃ぜい化限界温度を測定しないで、単に指定温度で指定された数の試験片を用いて破壊個数を測定し、試料の耐寒性を判断してもよい。この場合、試験条件を記録する。

5.5 50 %衝撃ぜい化温度の求め方 50 %衝撃ぜい化温度の求め方は、次の a)、又は b)による。

- a) **計算法** 50 %衝撃ぜい化温度は、各温度における破壊した試験片の数を用い、破壊した試験片数の百分率を計算し、式(1)によって算出する。

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

ここに、

- T_b : 50 %衝撃ぜい化温度 (℃)
 T_h : 全試験片が破壊する最高温度 (℃)
 ΔT : 試験温度間隔 (℃)
 S : 全試験片が破壊しない最低温度から T_h までの各温度における破壊の百分率の総和

- b) **図解法** 各温度における破壊した試験片の数から、破壊の百分率を計算する。次に、図 4 に示すように正規確率紙を用い、温度を等間隔目盛に、破壊した試験片数の百分率を確率目盛上にプロットし、最適な回帰直線を引き、その直線と 50 %確率の直線との交点の温度を、50 %衝撃ぜい化温度とする。

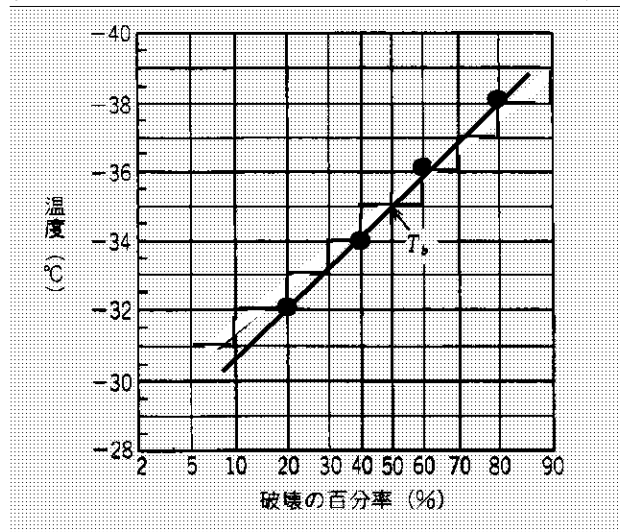


図 4 図解法による 50 %衝撃ぜい化温度の求め方

5.6 試験結果のまとめ方 50 %衝撃ぜい化温度は、5.5 によって求めた値を JIS Z 8401 によって、丸めの幅 1 で表す。衝撃ぜい化限界温度は、試験片全部が破壊しない最低の温度を JIS Z 8401 によって、丸めの幅 1 で表す。

5.7 記録 試験成績には、次の事項を記録する。

- a) 適用規格番号
- b) 試験片の詳細
 - 1) 試験片の採取・作製方法
 - 2) 試料の詳細及び成形方法（加硫条件など）

c) 試験の詳細

- 1) 試験片の形状及び寸法
- 2) 試験片の数
- 3) 試験室の温度
- 4) 熱媒体の種類

d) 試験結果

- 1) 試験結果の算出方法（計算法又は図解法）
- 2) 50 %衝撃ぜい化温度又は衝撃ぜい化限界温度

備考 衝撃ぜい化温度を決定しないで指定温度の破壊個数を測定するときは、試験温度、試験片の数及び破壊個数を記録する。

e) 試験年月日

f) その他の必要事項

6. 低温ねじり試験（ゲーマンねじり試験）

6.1 目的 凍結温度から室温までの温度範囲にわたり、ねじりワイヤを介して試験片をねじり、試験片のねじれ角を測定することによって、ねじり剛性を求めるために行う。

参考 長時間暴露における低温ねじり試験については、**附属書 1**に示す。

6.2 試験装置

6.2.1 試験装置の概要 試験装置は、ワイヤを介して試験片をねじるためのねじり装置、ねじりワイヤ、試験片を保持する試験片ラック及び試験片を一定の温度に保つ試験槽からなる。試験装置の例を、**図 5**に示す。

6.2.2 ねじり装置 ねじり装置は、垂直に取り付けられたねじりワイヤの上端を、ワイヤに対して直角な平面内で 180 度回転できる上部ヘッド及びワイヤの下端及び連結したねじれ角の読取り装置を備えた構造のものとする。ねじれ角の読取り装置は、摩擦抵抗が小さくて、角度が 1 度まで読み取れるものとする。

6.2.3 ねじりワイヤ ねじりワイヤは、**JIS G 3522**に規定するピアノ線で、長さ 65 ± 8 mm、ねじり定数 $0.70 \text{ mN} \cdot \text{m/rad}$ 、 $2.81 \text{ mN} \cdot \text{m/rad}$ 及び $11.24 \text{ mN} \cdot \text{m/rad}$ のものとし、このうち、ねじり定数が $2.81 \text{ mN} \cdot \text{m/rad}$ のものを標準ワイヤとする。

6.2.4 試験片ラック 試験片ラックは、熱伝導率の小さい材質で、試験片を熱媒体中に垂直に保持することが出来るものとする。試験片をつかむ上下試験片つかみ具のうち、下部試験片つかみ具は、ラックに固定する。上部試験片つかみ具は、試験片とねじりワイヤとの連結を継手を介して行うもので、下部継手及び上部継手は、ねじなどで完全に止めて接続する構造のものとする。

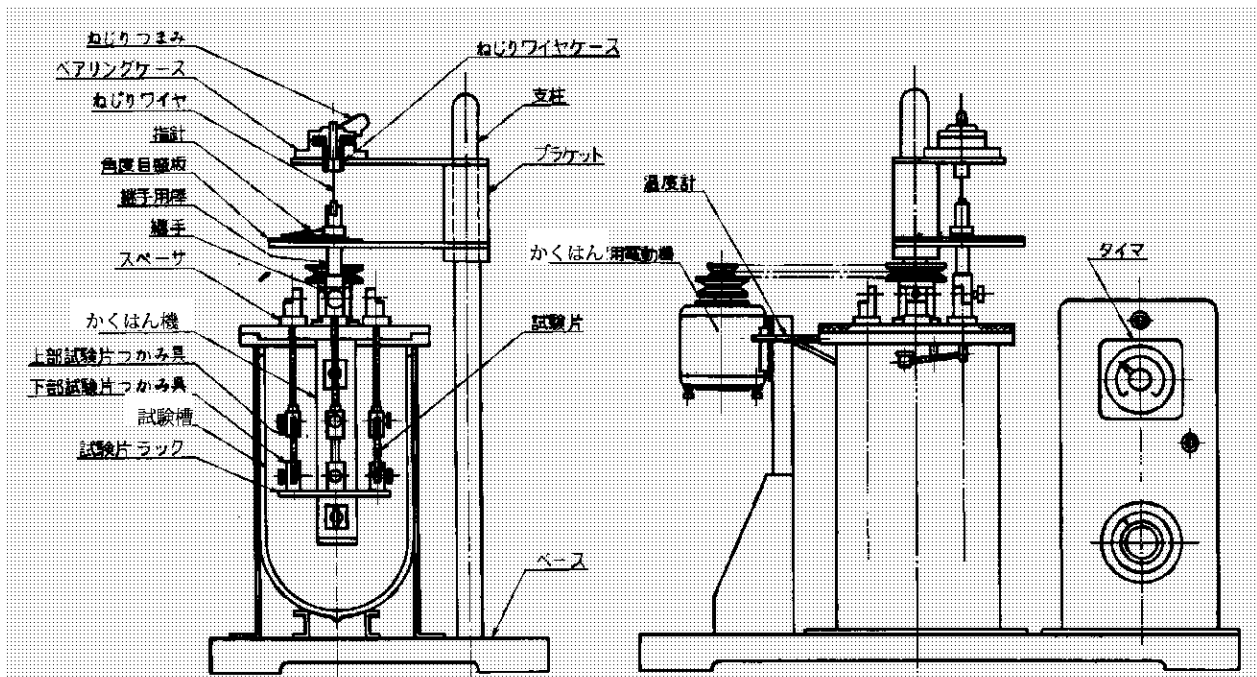


図 5 低温ねじり試験装置の例

6.2.5 試験槽 試験槽は、規定の熱媒体を満たすことができる断熱性容器で、試験温度を $\pm 1^{\circ}\text{C}$ に保持できるものとする。

6.2.6 タイマ タイマは、秒単位で計測できるものとする。

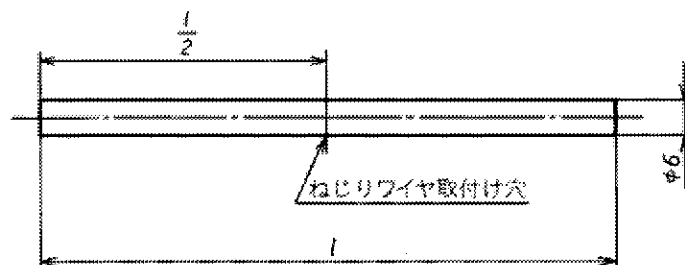
6.2.7 温度測定装置 温度測定装置は、試験温度範囲の全域にわたって $\pm 1^{\circ}\text{C}$ の精度で測定できるものとする。

6.2.8 熱媒体 熱媒体は、5.2.4 による。ただし、熱媒体は、試験温度で気体状のものを用いてもよい。

6.3 ねじりワイヤの校正 ワイヤのねじり定数は、規定の $\pm 3\%$ に校正する。ワイヤ単体の校正は、次による。

- a) ねじりワイヤの上端を固定する。下端に標準棒を取り付けて、これを 90° を超えない範囲でねじり、標準棒を水平に自由振動させ、20回の振動に要する時間を秒単位で記録する。標準棒は、金属製で寸法及び質量が既知のものを用い、図6に示す寸法のものとする。

単位 mm



$l: 200 \sim 250$

図 6 標準棒の形状及び寸法

b) 慣性モーメントは、式(2)によって算出する。

$$I = \frac{ml^2}{12} \dots\dots\dots (2)$$

ここに、
 I : 慣性モーメント (kg・m²)
 m : 標準棒の質量 (kg)
 l : 標準棒の長さ (m)

c) ワイヤのねじり定数(ワイヤによって生じる 1 rad 当たりの復元力)は、式(3)によって算出する。

$$K = \frac{4\pi^2 I}{T^2} \times 1000 \dots\dots\dots (3)$$

ここに、
 K : ワイヤのねじり定数 (mN・m/rad)
 T : 振動の周期 (s)
 I : 慣性モーメント (kg・m²)

6.4 試験片

6.4.1 試験片の形状及び寸法 試験片の寸法は、長さ 40.0±2.5 mm、幅 3.0±0.2 mm、厚さ 2.0±0.2 mm の短冊状のものとする。

6.4.2 試験片の採取・作製 試験片の採取・作製は、JIS K 6250 の 8.5 (試験片の採取・作製) による。

6.4.3 試験片の数 試験片の数は、2 個以上とする。これに、低温ねじり剛性が既知の試験片 1 個を追加することが望ましい。

6.4.4 試験片の寸法の測定 試験片の寸法の測定は、JIS K 6250 の 9. (寸法測定方法) による。

6.4.5 試験片の選別 試験片に異物の混入したもの、気泡のあるもの及び／又はきずのあるものを試験に用いてはならない。

6.5 試験方法

6.5.1 試験条件 試験条件は、次による。

- a) 試験室の標準温度は、JIS K 6250 の 5.1 (試験室の標準温度) による。
- b) 試料及び試験片の保管は、JIS K 6250 の 8.2 (試料及び試験片の保管) による。
- c) 試験片の状態調節は、JIS K 6250 の 8.3 (試験片の状態調節) による。
- d) 試験片を測定温度に保持する時間は、5 分間とする。ただし、室温から低温に移し、低温で最初に測定するときの保持時間は、15 分間とする。
- e) ねじりワイヤのねじり角度は、180 度とする。
- f) ねじりワイヤのねじり保持時間は、10 秒間とする。
- g) 温度上昇は、5 °C 間隔の段階的昇温、又は毎分 1 °C の連続昇温とする。

6.5.2 操作方法 操作方法是、次による。

a) 熱媒体として液体を使用する場合の操作は、次による。

- 1) 試験片をつかみ具に取り付けるときのつかみ具間距離は、25±3 mm とする。

備考 試験片を取り付けるときは、垂直になるよう、また、たるみのないように取り付ける。たるみなどがあつた場合、継手用棒とラックとの摩擦の原因となるので、少し張るように取り付ける
とよい。

- 2) 試験片を取り付けたラックを試験槽の中に入れる。試験片は、熱媒体面から 25 mm 以上の深さに位置させて、試験槽の温度を 23±2 °C に調節する。下部継手及び標準ワイヤを取り付けた上部継手を、連結ねじで固定する。指針を目盛板の 0 に合わせる。ねじりつまみを速やかに 180 度回転させ、10 秒後のねじれ角を記録する。ねじれ角が 120～170 度の範囲に入らない場合には、次のようにワイヤ

を交換する。ねじれ角が 170 度を超えた場合には、ねじり定数 0.7 mN・m/rad のワイヤを、ねじれ角が 120 度未満の場合には、ねじり定数 11.24 mN・m/rad のワイヤを用いる。

- 3) ねじりつまみを元の位置に戻し、連結ねじを外し、ラックを動かして、次の試験片を試験位置に移動させる。ラックに取り付けた試験片全部を、同様に 23±2 °C で試験する。
- 4) ラックと下部継手との間にスペーサを差し込む⁽⁶⁾。

注⁽⁶⁾ ラックと下部継手との間のスペーサは、23±2 °C の測定の場合には、必要としない。

- 5) 試験槽内の温度を、予測する凍結温度にする。この温度で 15 分間、±1 °C の範囲内に保った後、スペーサを取り除き、23±2 °C の試験と同様に試験を行う。試験が終わった後、スペーサを元の位置に差し込む。
- 6) すべての試験片を最低温度で試験した後、試験槽の温度を 5 °C 間隔で上昇させる。各温度で 5 分間試験片を保持した後、前と同様の操作で試験を行う⁽⁷⁾。23±2 °C におけるねじり角との差が、10 度以内になるまで試験を続ける。

注⁽⁷⁾ 毎分 1 °C の連続昇温の場合には、5 °C 間隔で試験する。

- b) 熱媒体として気体を使用する場合の操作は、次による。

- 1) **段階的に昇温させる場合** 試験片を試験槽に入れ、約 30 分間で予測する最低の試験温度にし、それから 10 分間状態調節後、液状の熱媒体のときと同様にねじり試験を行う。次に、昇温は、5 °C 間隔とするが、その昇温速度は、10 分間で 5 °C 間隔とする。測定は、その温度で 10 分間状態調節後、ねじり試験を行う。
- 2) **連続的に昇温させる場合** 試験片を試験槽に入れ、一定速度で、予測する最低の試験温度にする。この場合、降温速度は、毎分 3 °C とするのが望ましい。昇温速度は、毎分 1 °C とするのが望ましく、ねじり試験は 5 °C 間隔で行う。

6.6 計算

- 6.6.1 **見掛けのねじりモジュラスの計算** 見掛けのねじりモジュラスは、式(4)によって算出する。

$$G = \frac{16K(180 - \theta)L}{ab^3 f \theta} \dots\dots\dots (4)$$

ここに、
 G : 見掛けのねじりモジュラス (MPa)
 K : ワイヤのねじり定数 (mN・m/rad)
 L : 試験片のつかみ間距離 (mm)
 a : 試験片の幅 (mm)
 b : 試験片の厚さ (mm)
 f : a/b によって定まる係数 (表 1)
 θ : 試験片のねじれ角 (度)

表 1 a/b によって定まる係数 f

a/b	f	a/b	f
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		

6.6.2 比モジュラスの計算

a) 比モジュラスは、 23 ± 2 °Cでのモジュラスに対する値であり、式(5)によって算出する。

$$RM = \frac{(180 - \theta')}{\theta'} \bigg/ \frac{(180 - \theta_0)}{\theta_0} \dots\dots\dots (5)$$

ここに、 RM : 比モジュラス

θ_0 : 23 ± 2 °Cの試験片のねじれ角 (度)

θ' : 測定温度における試験片のねじれ角 (度)

b) 比モジュラスの値に対する温度 表 2 及び図 7 に示す温度—ねじれ角曲線から、比モジュラスが、2, 5, 10, 100 になる温度を求めることができる。表 2 は、 23 ± 2 °Cにおけるねじり角及びその値に対して、2, 5, 10, 100 倍のモジュラスに相当するねじれ角を示す。表 2 から、それぞれの比モジュラスに相当する角度を選び、試験で得られた温度—ねじれ角曲線からこれらの角度に相当する温度を読み取り、それぞれ t_2 , t_5 , t_{10} 及び t_{100} とする。

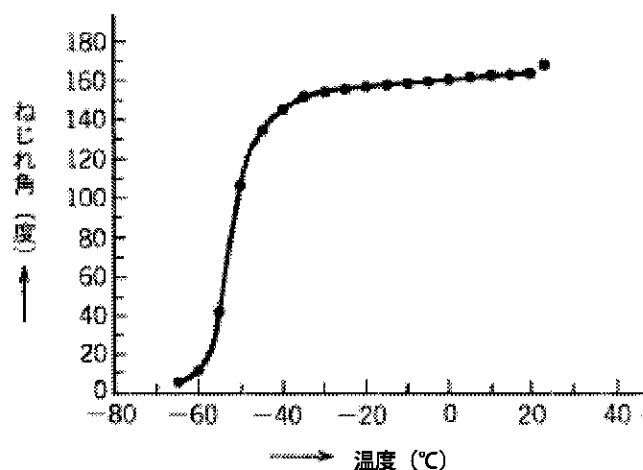


図 7 温度とねじれ角との関係の例

表 2 比モジュラス RM に対するねじれ角

単位 度

23 °C の ねじり角	$RM=2$ の ねじれ角	$RM=5$ の ねじれ角	$RM=10$ の ねじれ角	$RM=100$ の ねじれ角
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
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

6.7 試験結果のまとめ方 試験結果は、少なくとも 2 個の試験片によって得られた t_2 , t_5 , t_{10} , 及び t_{100} 並びに 23 ± 2 °C における見掛けのねじりモジュラスの値の平均値を、JIS Z 8401 によって、丸めの幅 1 で表す。

6.8 記録 試験成績には、次の事項を記録する。

- a) 適用規格番号
- b) 試験片の詳細
 - 1) 試験片の採取・作製方法
 - 2) 試料の詳細及び成形方法（加硫条件など）
- c) 試験の詳細
 - 1) 試験片の形状及び寸法
 - 2) 試験片の数
 - 3) 試験室の温度
 - 4) 熱媒体の種類
 - 5) ねじりワイヤの種類
- d) 試験結果
 - 1) t_2 , t_5 , t_{10} 及び t_{100}
 - 2) 23 ± 2 °C における見掛けのねじりモジュラス
- e) 試験年月日
- f) その他の必要事項

7. 低温弾性回復試験(TR 試験)

7.1 目的 伸長後、低温で凍結された試験片が、温度上昇に伴い弾性を回復して一定の収縮率に達したとき、その温度を求めるために行う。

7.2 試験装置

7.2.1 試験装置の概要 試験装置は、試験片に伸長を与えて保持する試験片ラック、試験片の長さ測定装置及び試験槽からなる。試験装置の例を、**図 8** に示す。

7.2.2 試験片ラック 試験片ラックは、試験片に引張応力 10~20 kPa で最大 350 %までの伸びを与えて、熱媒体中に垂直に保持することができるものとする。上下試験片つかみ具のうち、下部試験片つかみ具は、ラックに固定する。上部試験片つかみ具は、できるだけ小さい摩擦抵抗で上下に移動でき、任意の位置に固定及び解除できるロック機構をもつものとする。

7.2.3 試験片の長さ測定装置 試験片の長さ測定装置は、試験中に試験片の長さが ± 1 mm の精度で読み取れるものとする。

7.2.4 試験槽 試験槽は、規定の熱媒体を満たすことのできる断熱性容器で、熱媒体の温度を均一にするためのかくはん機を備え、規定の一定速度で昇温できるものとする。

7.2.5 熱媒体 熱媒体は、**5.2.4** による。

7.3 試験片

7.3.1 試験片の形状及び寸法 試験片の形状及び寸法は、**図 9** に示すように、両端のつかみ部が一辺の長さ 6.5 mm の正方形で、つかみ間の平行部分が、幅 2.0 ± 0.2 mm、長さ 100.0 ± 0.2 mm 又は 50.0 ± 0.2 mm の I 字状で、厚さ 2.0 ± 0.2 mm のものとする。

備考 平行部分の長さ 100.0 ± 0.2 mm の試験片は伸びが小さい試験に、 50.0 ± 0.2 mm の試験片は伸び

が大きい試験に用いる。

7.3.2 試験片の採取・作製 試験片の採取・作製は、JIS K 6250 の 8.5（試験片の採取・作製）による。

7.3.3 試験片の数 試験片の数は、3 個以上とする。

7.3.4 試験片の寸法の測定 試験片の寸法の測定は、JIS K 6250 の 9.（寸法測定方法）による。

7.3.5 試験片の選別 試験片に異物の混入したもの、気泡のあるもの及び／又はきずのあるものを試験に用いてはならない。

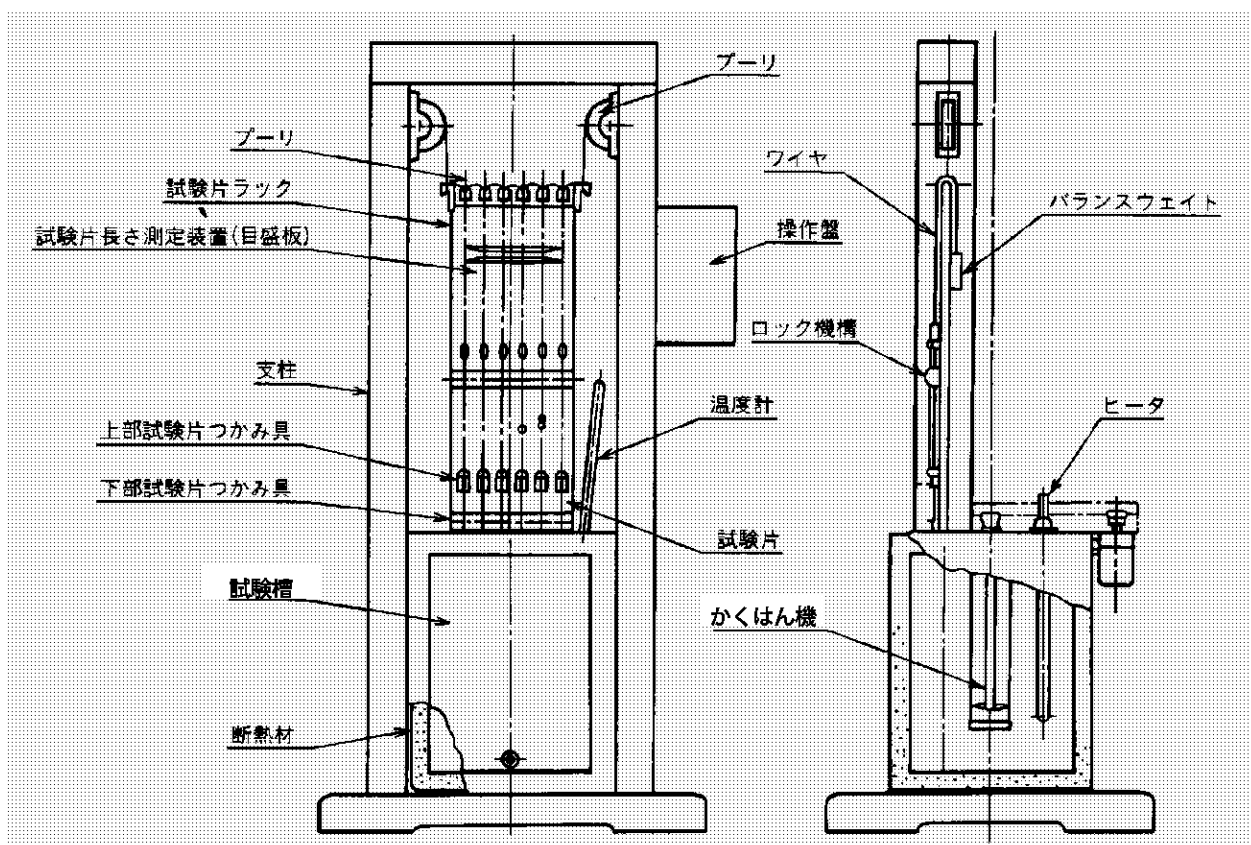


図 8 低温弾性回復試験装置の例

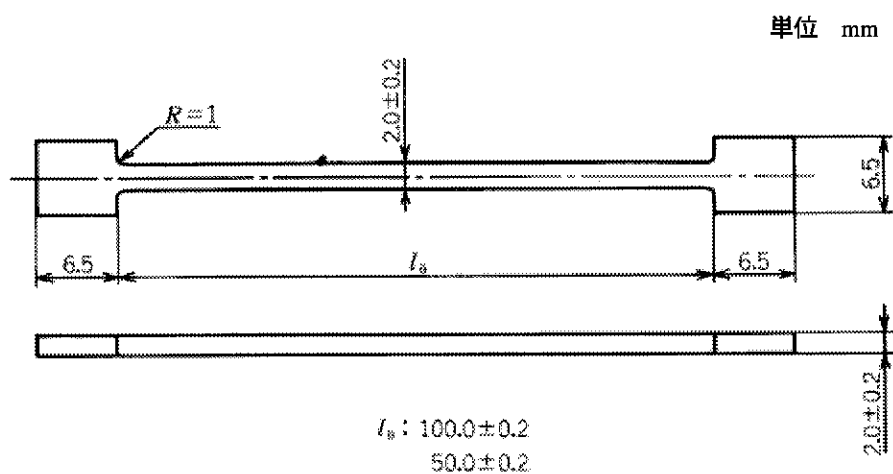


図 9 試験片の形状及び寸法

7.4 試験方法

7.4.1 試験条件 試験条件は、次による。

- a) 試験室の標準温度は、JIS K 6250 の 5.1 (試験室の標準温度) による。
- b) 試料及び試験片の保管は、JIS K 6250 の 8.2 (試料及び試験片の保管) による。
- c) 試験片の状態調節は、JIS K 6250 の 8.3 (試験片の状態調節) による。
- d) 試験片の伸びは、次のいずれかによる。

- 1) 試料の結晶化傾向を評価しない場合は、50 %とする。
- 2) 試料の結晶化傾向を評価する場合は、通常 250 %とする。ただし、
 - 2.1) 250 %の伸びが得られない場合は、切断時伸び⁽⁸⁾の 1/2 とする。
 - 2.2) 試料の切断時伸びが 600 %を超える場合は、350 %とする。

注⁽⁸⁾ 切断時伸びが不明な試料については、あらかじめ JIS K 6251 によって、切断時伸びを求めておく。

- e) 伸長させた試験片を最初に低温で保持する温度は、 $-70 \sim -73$ °C⁽⁹⁾とし、保持時間は、 10^{+2}_0 分間とする。

注⁽⁹⁾ 伸長させた試験片が $-70 \sim -73$ °Cにおいて元の長さまで収縮する場合には、必要に応じて他の熱媒体を用いて、より低い温度に冷却して試験を行う。

- f) 昇温速度は毎分 1 °Cとし、10 分間の温度上昇の誤差は 10 ± 2 °Cとする。

7.4.2 操作方法 操作は、次による。

- a) 試験槽の中に試験片が浸せきできるよう、十分な量の熱媒体を満たす。
- b) 試験槽の温度を、 $-70 \sim -73$ °Cまで適量のドライアイスなどで冷却する。
- c) 試験片をラックの上下試験片つかみ具に取り付け、試験片の長さ測定装置によって、試験片の平行部分の長さが規定の伸びに相当する長さになるまで上部試験片つかみ具を引き上げ、ロック機構によって、その位置に固定する。
- d) 試験片を取り付けたラックを試験槽の中に入れる。試験片は、熱媒体面から 25 mm 以上の深さに位置させて、 10^{+2}_0 分間保持する。
- e) 上部試験片つかみ具のロック機構を解除し、試験片が自由に収縮できるようにして、試験槽の温度を毎分 1 °Cの速度で昇温させる。
- f) 試験槽の温度が -70 °Cのときの試験片の平行部分の長さを読み取り、以後 2 分間隔で試験槽の温度及び試験片の平行部分の長さを記録する。収縮率が 75 %になるまで、試験を続ける。

7.5 計算

7.5.1 収縮率の計算 各測定点の収縮率は、式(6)によって算出する。

$$r = \frac{l_1 - l_2}{l_1 - l_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

ここに、
 r : 収縮率 (%)
 l_0 : 伸びを与える前の試験片の平行部分の長さ (mm)
 l_1 : 規定の伸びを与えたときの試験片の平行部分の長さ (mm)
 l_2 : 測定した温度での試験片の平行部分の長さ (mm)

7.5.2 収縮率の値に対する温度

- a) 図 10 のように、各点における収縮率を、測定した温度に対してプロットし、温度—収縮率曲線を作成する。

- b) 温度－収縮率曲線から、収縮率が 10 %、30 %、50 %及び 70 %になる温度を読み取り、それぞれ TR10、TR30、TR50 及び TR70 として表す。

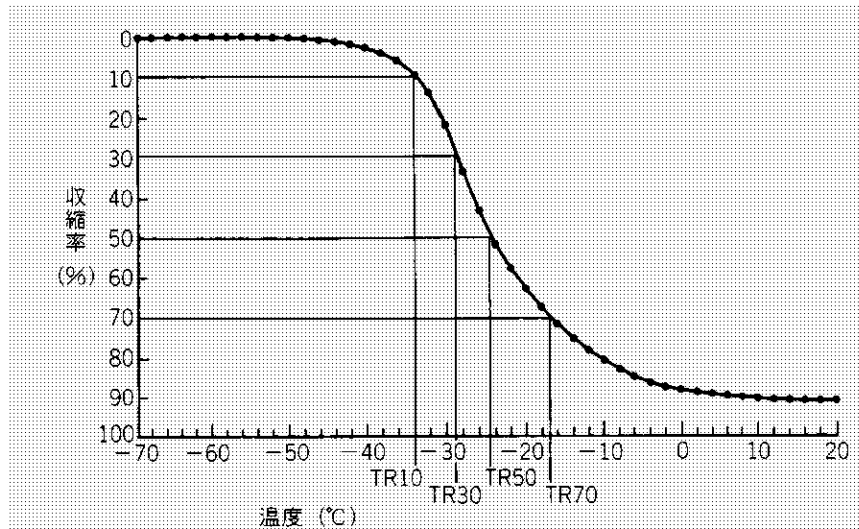


図 10 温度－収縮率曲線の例

7.6 試験結果のまとめ方 試験結果は、少なくとも 3 個の試験片によって得られた TR10、TR30、TR50 及び TR70 の値のそれぞれの平均値を、JIS Z 8401 によって、丸めの幅 1 で表す。

7.7 記録 試験成績には、次の事項を記録する。

- a) 適用規格番号
- b) 試験片の詳細
 - 1) 試験片の採取・作製方法
 - 2) 試料の詳細及び成形方法（加硫条件など）
- c) 試験の詳細
 - 1) 試験片の形状及び寸法
 - 2) 試験片の数
 - 3) 試験室の温度
 - 4) 熱媒体の種類
- d) 試験結果 TR10、TR30、TR50 及び TR70
- e) 試験年月日
- f) その他の必要事項

附属書 1 (参考) 長時間暴露における低温ねじり試験

この附属書は、本体に関連する事柄を補足するもので、規定の一部ではない。

1. 目的 この試験は、加硫ゴムの結晶化効果、可塑剤効果など、低温下で長時間暴露させたときの特性を調べるために行う。

2. 試験装置 試験装置は、本体の **6.2** による。ただし、試験槽は、気体の熱媒体によって規定の温度を ± 1 °C に長時間保持できるものとし、熱媒体は、空気、二酸化炭素、窒素などとする。

備考 熱媒体は、長時間試験片に触れているため、試験片を膨潤又は劣化させる気体を用いてはならない。

3. 試験片 試験片は、本体の **6.4** による。

4. 試験方法

4.1 試験条件 試験条件は、次による。

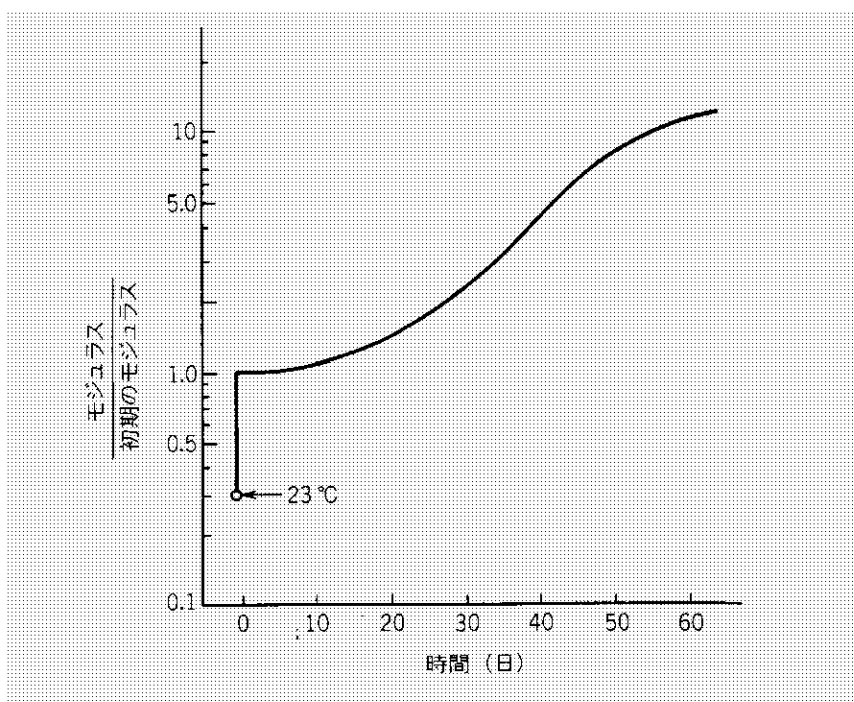
- a) 測定温度及び保持時間は、試験、調査などの目的に合った条件とする。
- b) ねじりワイヤのねじり角度は、180 度とする。
- c) ねじりワイヤのねじり保持時間は、10 秒間とする。

4.2 操作方法 操作は、次による。

- a) 試験片の取り付けは、本体の **6.5.2 a) 1)** による。
- b) 試験片を取り付けたラックを 23 ± 2 °C の気体の槽に入れ、本体の **6.5.2 a) 2)** と同様の操作によって室温時のねじれ角を測定する。
- c) 試験槽を規定の温度に冷却し、規定の時間保持した後、同様の操作によって、低温におけるねじれ角を測定する。次いで、この操作を規定時間ごとに行う。

備考 結晶化効果は、ポリマー及び暴露条件によって異なるので、試験、研究などの目的に合わせて、温度及び暴露時間を選択する。

5. 評価方法 結晶化効果など、長時間暴露におけるねじり剛性の変化は、**附属書 1 図 1** に示すように、時間経過によるねじりモジュラスの変化で表す。通常は、規定の低温において、最初の測定値（ねじりモジュラス）を初期値とし、この値と時間経過ごとに測定した値との比を取り、初期値に対する比率で表す。



附属書 1 図 1 長時間試験後の暴露時間とモジュラスとの関係の例

附属書 2 (参考) JIS と対応する国際規格との対比表

JIS K 6261：0000 加硫ゴム及び熱可塑性ゴム－低温特性の求め方					ISO 812：1991，加硫ゴム－低温ぜい性の求め方 ISO 1432：1988，加硫ゴム及び熱可塑性ゴム－低温における硬化特性の求め方（ゲーマン試験） ISO 2921：1997，加硫ゴム－低温特性の求め方－温度収縮特性試験（TR 試験）		
(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線又は実線の側線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
1.適用範囲	加硫ゴムの低温における 50 % 衝撃ぜい化温度，衝撃ぜい化限界温度，ねじり剛性，弾性回復温度を測定	ISO 812 ISO 1432 ISO 2921	1	適用範囲	MOD/追加	JIS では，低温衝撃ぜい化試験における低温特性の表し方として，国内で一般的に用いられ，かつ，プラスチックの ISO 規格にも規定されている 50 % 衝撃ぜい化温度の求め方についても追加規定している。	ISO 提案中
2.引用規格	JIS G 3522	ISO 812 ISO 2921	2	ISO 23529 ISO 471，ISO 3383，ISO 4661-1 は ISO 23529 で統一される ISO 1826 は 1997 年に廃止）	MOD/追加	JIS では，引用規格を追加。	技術的差異はない。
	JIS K 6200				MOD/追加	JIS では，引用規格を追加。	技術的差異はない。
	JIS K 6250				IDT	—	—
	JIS K 6251				MOD/追加	JIS では，引用規格を追加。	技術的差異はない。
	JIS Z 8401				MOD/追加	JIS では，引用規格を追加。	技術的差異はない。
3.定義	a) 50 % 衝撃ぜい化温度				MOD/追加	JIS では，追加規定したため，定義した。	ISO 提案中
	b) 衝撃ぜい化限界温度	ISO 812	3	定義	IDT	—	—
	c) 衝撃試験速度						

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線又は実線の側線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
4.試験の種類	a) 低温衝撃ぜい化試験	—	—		MOD/追加	JIS は三つの試験をまとめ低温特性を求める規格としたため、試験の種類を示した。	技術的差異はない。
	b) 低温ねじり試験						
	c) 低温弾性回復試験						
5.低温衝撃ぜい化試験		ISO 812					
5.1 目的			1	適用範囲	IDT	—	—
5.2 試験装置			4	試験装置	MOD/選択	JIS では、国内で使用されている回転式打撃具を追加し、選択できることとした。	ISO 提案中
				4.2 温度表示器	MOD/追加	JIS では、温度表示器だけではなく、試験槽として規定した。	技術的差異はない。
5.3 試験片			5 6	試験片 保管時間	MOD/変更	公差の矛盾を修正するため寸法を修正。また、JIS では、試験片の選別基準を明記した。	ISO 提案予定
5.4 試験方法			7	試験方法	MOD/追加	JIS では、50 %衝撃ぜい化温度の求め方を詳細に規定。	ISO 提案中
5.5 50 %衝撃ぜい化温度の求め方							
5.6 試験結果のまとめ方							
5.7 記録			8	試験記録	MOD/追加	JIS では、50 %衝撃ぜい化温度の結果を追加。 JIS で規定されている数値の丸め方を引用した。	ISO 提案中

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線又は実線の側線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
6.低温ねじり試験 (ゲーマンねじり試験) 6.1 目的		ISO 1432	1	適用範囲	MOD/追加	JIS では、長時間暴露における低温ねじり試験について、附属書 1 (参考) で記述した。	技術的差異はない。
6.2 試験装置			2	試験装置	MOD/変更	JIS では、装置の図を分かりやすく表現した。	技術的差異はない。
6.3 ねじりワイヤの校正			4	試験方法	IDT	—	—
6.4 試験片			3 5	試験片 試験片数	MOD/変更	JIS では、試験片の選別基準を明記した。	ISO 提案予定
6.5 試験方法			4	試験方法	IDT	—	—
6.6 計算			6	試験結果のまとめ方	MOD/追加	JIS では、分かりやすくするため計算式を明示し、また、温度-ねじれ角を図示。 JIS で規定されている数値の丸め方を引用。	技術的差異はない。
6.7 試験結果のまとめ方							
6.8 記録			7	試験記録	IDT	—	—
7.低温弾性回復試験 7.1 目的		ISO 2921	1 3	適用範囲 原理	IDT	—	—
7.2 試験装置			4	試験装置	IDT	—	—
7.3 試験片			5	試験片	MOD/変更	JIS では、試験片の選別基準を明記した。	ISO 提案予定

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線又は実線の側線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
7.4 試験方法		ISO 2921	6	試験方法	IDT	—	—
7.5 計算			7	試験結果のまとめ方	MOD/追加	JIS では、分かりやすくするため、図を追加した。 JIS で規定されている数値の丸め方を引用。	技術的差異はない。
7.6 試験結果のまとめ方							
7.7 記録			8	試験記録	IDT	—	—
附属書 1 (参考)	長時間暴露における低温ねじり試験	—			MOD/追加		

JIS と国際規格との対応の程度の全体評価：ISO 812:1991; MOD, ISO 1432:1988; MOD, ISO 2921:1982; MOD

- 備考1.** 項目ごとの評価欄の記号の意味は、次のとおりである。
- IDT…………… 技術的差異がない。
 - MOD/追加…………… 国際規格にない規定項目又は規定内容を追加している。
 - MOD/変更…………… 国際規格の規定内容を変更している。
 - MOD/選択…………… 国際規格の規定内容と別の選択肢がある。
- 2.** JIS と国際規格との対応の程度の全体評価欄の記号の意味は、次のとおりである。
- MOD…………… 国際規格を修正している。