



中华人民共和国国家标准

GB/T 1842—2008
代替 GB/T 1842—1999

塑料 聚乙烯环境应力开裂试验方法

Plastics—Test method for environmental stress-cracking of polyethylene

2008-08-01 发布

2009-04-01 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

本标准修改采用 ASTM D 1693:2008《乙烯塑料环境应力开裂标准试验方法》。

本标准与 ASTM D 1693:2008 技术内容基本一致,主要差异为:

- 试样保持架的内槽宽度改为 $12.00\text{ mm} \pm 0.05\text{ mm}$ (第 6 章);
- 试剂采用壬基酚聚氧乙烯醚(TX-10),并增加试剂配制要求(第 7 章);
- 本标准中规定了制备试验用压塑试片的具体条件(8.1);
- 增加试管内试剂需预热到规定温度再将试样保持架放入的要求(10.4);
- 在观察时间中增加 6 h、7 h、12 h、20 h 的观察点(10.5);
- 精密度按 GB/T 6379 进行计算(第 11 章)。

本标准替代 GB/T 1842—1999《聚乙烯环境应力开裂试验方法》。

本标准与 GB/T 1842—1999 的主要差异为:

- 名称变更为“塑料 聚乙烯环境应力开裂试验方法”。
- 将第 8 章的“试样制备”与第 11 章的“试样数目”合并为“试样”(第 8 章)。
- 将试样状态调节的相对湿度由“ $50\% \pm 5\%$ ”改为“ $50\% \pm 10\%$ ”(第 9 章)。
- 试验条件 B 和 C 的试样厚度改为“ $1.84\text{ mm} \sim 1.97\text{ mm}$ ”(10.2)。
- 增加了试验结果的表述方法(10.6)。

本标准的附录 A 是规范性附录,附录 B 是资料性附录。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会石化塑料树脂产品分会(SAC/TC 15/SC 1)归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人:者东梅、刘畅。

本标准于 1980 年首次发布,于 1999 年第一次修订,本次为第二次修订。

塑料 聚乙烯环境应力开裂试验方法

1 范围

1.1 本标准规定了聚乙烯环境应力开裂的试验方法。

1.2 本标准适用于测定聚乙烯均聚物以及其他 1-烯烃单体含量少于 50%(质量分数)和带功能团的非烯烃单体含量不多于 3%(质量分数)的共聚物在规定条件下耐环境应力开裂的能力。

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 1845.2—2006 塑料 聚乙烯(PE)模塑和挤出材料 第 2 部分:试样制备和性能测定(ISO 1872-2:1997,MOD)

GB/T 2035—2008 塑料术语及其定义(ISO 472:1999,IDT)

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境(ISO 291:1997,IDT)

GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 9352—2008 塑料 热塑性塑料材料试样的压塑(ISO 293:2004,IDT)

3 术语和定义

GB/T 2035—2008 中规定的术语及下列定义适用于本标准。

3.1

应力开裂 stress crack

由低于塑料短时机械强度的各种应力引起的塑料内部或外部的开裂。

这类开裂常常受塑料所处环境的影响而加速发展。存在于外部或内部的应力或两种应力的共同作用可以引起开裂。由细小裂纹构成的网络状结构的开裂又称为龟裂。

3.2

应力开裂破损 stress crack failure

本试验中凡能用眼睛观察到的裂纹均可认为是应力开裂破损,简称试样破损。刻痕的延伸不应视为试样破损。

裂纹通常始于刻痕并与刻痕成近 90°角方向向外围发展。有时裂纹在试样内部发展而形成表面塌陷。若塌陷最终发展成表面裂纹,则应将塌陷时间记为试样破损时间。

3.3

环境应力开裂时间 time of environmental stress crack

F_{50}

试样在某种介质中破损几率为百分之五十的时间。

4 方法提要

把表面带有刻痕的试样弯曲并放置入表面活性剂的介质中,观察试样发生开裂的时间并计算破损几率。

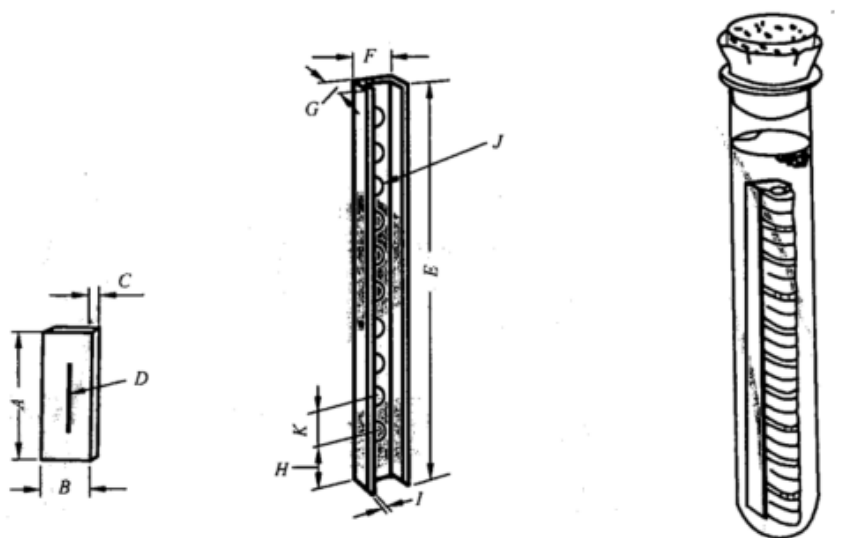
5 意义及用途

5.1 作用在试样上的应力及试样的热历史影响材料的环境应力开裂性能。试样表面刻痕使材料局部产生较大的多轴应力。标准规定的条件有利于材料的环境应力开裂。

5.2 由本方法获得的信息不可直接用于实际工程问题。

6 试验装置

6.1 试样尺寸及试验仪器:见图 1。



A——试样长度, $38\text{ mm} \pm 2.5\text{ mm}$;

B——试样宽度, $13\text{ mm} \pm 0.8\text{ mm}$;

C——试样厚度(见表 2);

D——刻痕深度(见表 2);

E——试样保持架长度, 165 mm ;

F——试样保持架宽度:内槽宽度, $12.00\text{ mm} \pm 0.05\text{ mm}$;

外槽宽度, 16 mm ;

G——试样保持架高度, 10 mm ;

H—— 15 mm ;

I——试样保持架壁厚, 2 mm ;

J——孔径, 5 mm ;

K——相邻孔间圆心距, 15 mm 。

图 1 试验仪器图

6.2 冲模:矩形刀具,能切出切口平整、不带斜棱的试样。

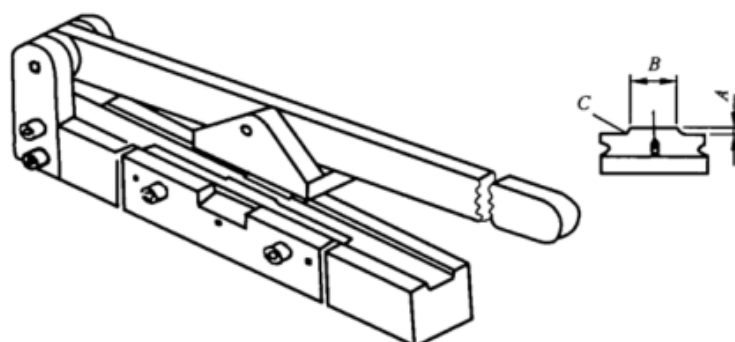
6.3 刻痕刀架:见图 2,能按照刻痕要求在试样上进行刻痕。刻痕应与试样的长度方向平行并位于表面的中心部位。刀片每正常使用 30 次后应予以检查,刀刃一旦变钝或磨损就应及时更换。每把刀片刻痕次数不应超过 100 次。

6.4 试样保持架:不锈钢、黄铜或黄铜镀铬长槽,其尺寸见图 1。长槽的两侧面应相互平行,并与槽底面成直角。槽内表面应光滑。

6.5 试管:硬质玻璃试管并配有塞子,长度大于 200 mm ,内径 $30\text{ mm} \sim 32\text{ mm}$ 。

6.6 铝箔:厚度 $0.08\text{ mm} \sim 0.13\text{ mm}$,用以包缚塞子。

6.7 恒温浴槽:能保证恒温浴温度为 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 及 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。



- A——刀刃高度, 3 mm;
B——刀刃宽度, 18.9 mm~19.2 mm;
C——半径, ≤ 1.5 mm。

图2 刻痕刀架

6.8 试管架: 放置试管的支架。

6.9 试样弯曲装置: 见图3。

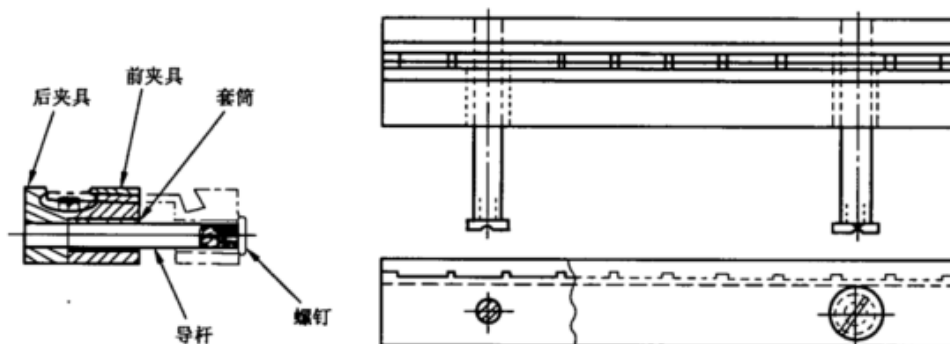


图3 试样弯曲装置

6.10 试样转移工具: 见图4。

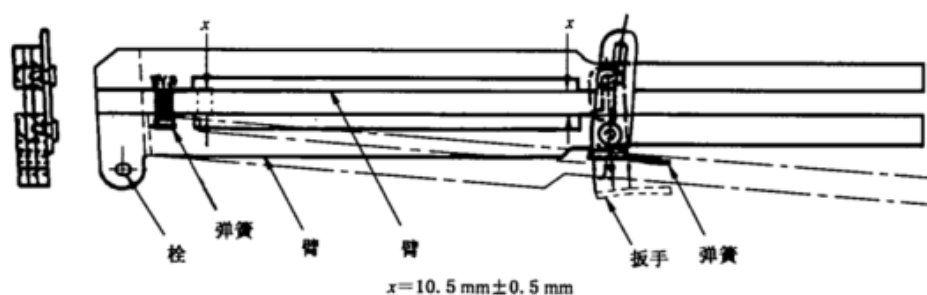


图4 试样转移工具

7 试剂

本标准采用壬基酚聚氧乙烯醚(TX-10)¹⁾或其体积分数10%的水溶液作为试剂。TX-10试剂放置时间较长时可进行红外分析,若观察到羰基峰的存在,则认为试剂已降解。

注1: 壬基酚聚氧乙烯醚(TX-10)也称OP-10,其分子式为:



注2: 壬基酚聚氧乙烯醚应贮存在密闭的金属或玻璃容器中以避免其吸湿。

1) ASTM D 1693; 2008 采用试剂为 Igepal CO-630。

配制试剂水溶液时,应将混合液加热到 60 ℃左右,连续搅拌 1 h。配制好的试剂水溶液应在 1 个星期内使用,并只能使用一次,不得重复使用。

如有特殊需要也可采用其他表面活性剂、皂类及任何不使试样发生显著溶胀的有机试剂作为试剂。

8 试样

8.1 试片制备

按 GB/T 9352—2008 规定采用单工位压机和溢料式模具制备压塑试片,模塑条件按 GB/T 1845.2—2006 规定,具体见表 1。试片厚度如下:密度小于或等于 925 kg/m³ 的聚乙烯试片厚度为 3.00 mm~3.30 mm,密度大于 925 kg/m³ 的聚乙烯试片厚度为 1.84 mm~1.97 mm。

表 1 试片模塑条件

模塑温度/℃	热 压				冷 压		
	预 热		热 压		平均冷却速率/ (℃/min)	压力/MPa	脱模温度/℃
	压力/ MPa	时间/ min	压力/ MPa	时间/ min			
180	接触	5	5	5±1	15	5	≤40

压制好的试片 24 h 内,在距试片边缘大于 10 mm 的位置内切取矩形试样。

8.2 试样数目

检验时,试样数目至少为 10 个。

9 试样状态调节

除非特别指出,试样应按照 GB/T 2918—1998 规定,在温度 23 ℃±2 ℃,相对湿度 50%±10% 条件下状态调节至少 40 h,但最多不超过 96 h。试样刻痕、弯曲后应立即开始试验。

10 试验步骤

10.1 本方法的实验条件见表 2。密度小于或等于 925 kg/m³ 的聚乙烯选择条件 A,密度大于 925 kg/m³ 的聚乙烯选择条件 B。对于部分密度大于 940 kg/m³ 的聚乙烯选择条件 C。

10.2 对试样进行刻痕,刻痕深度符合表 2 要求。

表 2 环境应力开裂试验条件

条 件	试样厚度/mm	刻痕深度/mm	恒温浴温度/℃	试剂浓度/%
A	3.00~3.30	0.50~0.65	50	10
B	1.84~1.97	0.30~0.40	50	10
C	1.84~1.97	0.30~0.40	100	100

注 1: 可以在显微镜下观察试样横截面的切片测量刻痕深度。也可以通过在显微镜下观察经液氮冷冻的已刻痕试样的表面来测量。

注 2: 在偏光显微镜下观察试验的横截面,来检查刻痕质量(边缘是否平直、锋利及是否存在应力集中区域)。

10.3 将 10 个刻痕面向上的试样放在试样弯曲装置上,在台钳、平板压床或其他适当的工具上合拢弯曲装置,整个操作过程在 30 s 内完成。用试样转移工具把已弯曲好的试样转移到试样保持架中,并使试样两端紧贴试样保持架底部。

10.4 试样保持架需在 10 min 内放入已盛有预热到规定温度试剂的试管内,试剂液面应高于保持架约

10 mm。用包有铝箔的塞子塞紧试管,迅速放入已达到温度要求的恒温浴槽中,并开始计时。在操作过程中划痕不应与试管壁接触。

10.5 按下列观察时间检查试样并记录试样破损数目及相应的破损时间。

0.1 h, 0.25 h, 0.5 h, 1.0 h, 1.5 h, 2 h, 3 h, 4 h, 5 h, 6 h, 7 h, 8 h, 12 h, 16 h, 20 h, 24 h, 32 h, 40 h, 48 h。

48 h 以后,每 24 h 观察一次。

10.6 通过以下 3 种方法之一得到试验结果:

10.6.1 试样在规定的的时间间隔终点时的破坏百分数,例:24 h 时破坏 50%。

10.6.2 试样在达到规定的破坏百分数时的时间,单位为小时(h),用 f_p 表示, p 为试样破坏的百分数。例: f_{50} 为 10 个试样中第 5 个发生破坏的时间,单位为小时(h)。

10.6.3 采用对数-概率坐标绘图法确定试样环境应力开裂时间,单位为小时(h),用 F_p 表示, p 是试样破坏的百分数。例: F_{50} 为概率图中 50% 线计算的破坏时间,单位为小时(h)。见附录 A。

11 精密度

11.1 本标准给出了 3 种聚乙烯材料在 10 个实验室测定的精密度,见表 3。每种聚乙烯材料在同一实验室压塑试片,在不同实验室冲切试样、刻痕及试验。每种材料进行 2 组平行试验。

注:本方法的精密度按 GB/T 6379.2 进行计算,用 r 和 R 表征。表 3 中的数据只是有限的试验的结果,并不能覆盖所有材料、批号、试验条件及实验室,因此,严格地说,不能将其视为判别接收或拒收的依据。

注:ASTM D 1693:2008 的精密度见附录 B。

表 3 部分聚乙烯材料环境应力开裂试验的精密度

材 料	密度/(kg/m ³)	试验条件	F_{50} 平均值/h	S_r	S_R	r	R
1	921	A	4.8	0.2	1.2	0.6	3.4
2	951	B	5.4	0.5	1.5	1.4	4.2
3	945	B	582.6	54.5	95.5	152.6	267.4
注: S_r = 实验室内平均值的标准偏差。 S_R = 实验室间平均值的标准偏差。 重现性, $r = 2.8 \times S_r$ 。 再现性, $R = 2.8 \times S_R$ 。							

11.2 对于某种特定的聚乙烯材料,应通过足够多的数据确定重现性(r)和再现性(R)。该类材料再进行试验时,若 2 个测试结果之差大于 r 或 R ,则认为 2 个测试结果不一致。该判定方法的置信概率为 95%。

12 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 注明使用本标准;
- 材料的完整标识,如名称、编号及送样单位等;
- 试剂名称及浓度;
- 试样数目;

- e) 试验条件;
- f) 试样破损时间及破损几率;
- g) 试样环境应力开裂时间 $F_p(h)$ 或试样在达到规定的破坏百分数时的时间 $f_p(h)$ 或试样在规定的
的时间间隔终点时的破坏百分数;
- h) 试验日期及检验人员。

附录 A

(规范性附录)

确定环境应力开裂时间 F_{50} 的作图方法

A.1.1 本方法采用对数-概率坐标作图法确定聚乙烯环境应力开裂时间 F_{50} ，作图时，以时间(h)的对数为纵坐标，以试验破损几率 f_x (%)为横坐标， f_x 按式(A.1)计算：

$$f_x = \frac{x}{n+1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

f_x ——试样破损几率，%；

n ——试样总数；

x ——试样破损数目。

A.1.2 作图步骤

A.1.2.1 计算每一破损试样的 f_x ，也可将上述 f_x 值及对应的破损时间制成表格，实例见表 A.1。

表 A.1 计算实例

试样破损 时间/h 试样	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
例 1(3 个试样不破损)	24	24	24	24	24	32	48								
例 2(10 个试样均破损)	4	4	8	16	16	16	16	24	24	32					
例 3(丢失一个试样)	0.2	0.5	1	1	1.5	2	2	2	2						
例 4(15 个试样)	0.1	0.1	0.25	0.25	0.25	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	1

A.1.2.2 根据上述数据在对数-概率坐标纸上标记点，作图实例见图 A.1。每一破损试样都应图中一点对应。通过上述各点作一条最佳的拟合直线，直线与 50% 概率线交点所对应的时间，即为环境应力开裂时间 F_{50} 。

A.1.3 通常 10 个试样对应图上 10 个坐标点。偶尔会有个别试样作废，概率坐标间隔可能会发生改变，但作图程序不变。

A.1.4 在使用本标准及作图方法时，偶尔会出现个别反常试样而降低了试验的可靠性，在这种情况下，应进行分析。

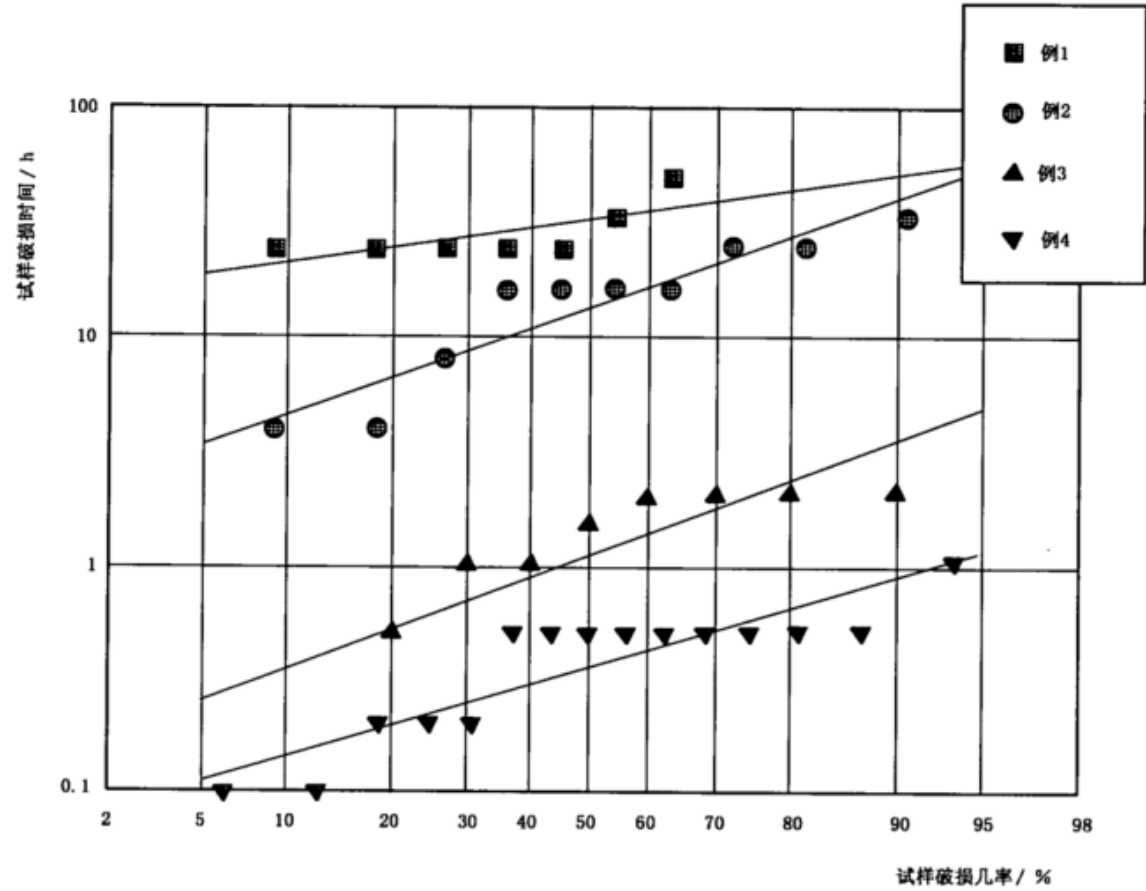


图 A.1 对数-概率坐标作图法求 F_{50} 图例

附录 B

(资料性附录)

ASTM D 1693:2008 的精密度

ASTM D 1693:2008 给出了 5 种聚乙烯材料在 7 个试验室测定的精密度,见表 B.1。每种聚乙烯材料均在同一实验室压塑成型,在不同实验室进行冲裁、刻痕及试验。每种材料进行 2 组平行试验。

表 B.1 聚乙烯环境应力开裂试验的精密度

样品		平均值 F_{50}/h	S_r	S_R	r	R	S_r/X	S_R/X
树脂 A 0.945/0.3	模塑片	49.6	3.7	19.1	10.5	54.1	7.5%	39%
	挤出片材	52.7	2.3	28.8	6.5	81.5	4.4%	55%
树脂 B 0.950/0.06	模塑片	42.0	3.4	14.2	9.6	40.2	8.1%	34%
	挤出片材	49.1	8.0	14.2	22.6	40.2	16%	29%
注: 试验方法 ASTM D 1693,试验条件 B,试剂:Igepal CO-630,浓度:10%。 S_r = 实验室内的标准偏差平均值。 S_R = 实验室间的标准偏差平均值。 r = 重现性限, $r = 2.8 \times S_r$ 。 R = 再现性限, $R = 2.8 \times S_R$ 。								

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑料 聚乙烯环境应力开裂试验方法
GB/T 1842—2008

*

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:68523946 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 1 字数 19 千字
2008年12月第一版 2008年12月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-34658 定价 16.00 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 1842-2008