



中华人民共和国国家标准

GB/T 9871—2008/ISO 6914:2004
代替 GB/T 9871—1988

硫化橡胶或热塑性橡胶老化性能的测定 拉伸应力松弛试验

Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of
aging characteristics by measurement of stress relaxation

(ISO 6914:2004, IDT)

2008-04-01 发布

2008-09-01 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

本标准等同采用 ISO 6914:2004《硫化橡胶或热塑性橡胶老化性能的测定 拉伸应力松弛试验》(英文版)。

本标准代替 GB/T 9871—1988《硫化橡胶老化性能的测定(拉伸应力松弛试验)》。

本标准等同翻译 ISO 6914:2004。

为了方便使用,本标准做了以下编辑性修改:

- a) 删除了国际标准的前言;
- b) 用“本标准”代替“本国际标准”;
- c) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”。

本标准与 GB/T 9871—1988 的主要技术差异如下:

- 增加了引言部分,删除了原标准的第 3 章;引言是对本标准试验方法与原理的一个概述,内容很重要但不是标准规范性的部分;
- 增加了范围内容的描述,对每种方法进行了细节性的陈述(见第 1 章);
- 规范性引用文件增加了导语,引用标准也有所不同(见第 2 章);
- 测力和拉伸精度由 2%修改为 $\pm 1\%$ (1988 年版的 4.1 和 4.2;本版的 3.1 和 3.2);
- 修改了试样尺寸的规定,厚度均匀即可,对宽度和长度未作硬性规定(1988 年版的 5.2;本版的 4.1);
- 修改了试样数量的规定,依据试验目的可调整与选择(1988 年版的 5.3;本版的 4.2);
- 增加了可选取的老化温度,并提高了控温精度(1988 年版的 7.2;本版的 6.2);
- 修改了试验结果的表述(1988 年版的第 9 章;本版的第 8 章);
- 增加了规范性附录,试验仪器的校准(本版的附录 A)。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会橡胶物理和化学试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准起草单位:北京橡胶工业研究设计院。

本标准起草人:马维德。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 9871—1988。

引 言

橡胶试样在给定伸长状态下,其应力随时间的变化是同时存在的物理和化学过程综合的结果。当薄橡胶试样在高温下较长时间暴露于含氧环境时,以化学过程为主。因此,在这种条件下,经过一段时间的暴露,可通过测试拉伸下变形薄橡胶试样的应力变化,测定橡胶的老化性能。

应力测试可采用下列两种不同方法的任何一个:

- a) 连续应变条件;
- b) 间歇应变条件。

情况 a),连续应变条件,试样在老化箱中整个老化期间保持伸长。情况 b),间歇应变条件,试样在老化箱中未受应力的状态下老化,但在定期的间隔时,试样被短时间拉伸至一确定的伸长长度以测定应力。因此,后一方法是测试作为时间函数的模量的改变。

注 1: 术语“连续应力松弛”和“间歇应力松弛”,通常用于描述两种基本不同的方法。后一术语“间歇应力松弛”是误称,因为并没有真的应力松弛发生,而且所测应力甚至可能随时间而增加。为了这一原因,本文件避免使用这一术语,尽管其在有关文献中应用颇多。

在间歇试验的第二种方案中,试样定期从加速老化的氛围中取出,然后在标准实验室条件下测量应力。这一方法的优点是不需要使用专门的仪器,常规的拉力试验机就可以用来测量应力。

依据本标准描述的方法进行测试,可提供橡胶在老化期间发生结构变化的有关信息。

连续应变条件下,只要物理松弛过程不占优势,应力的衰减就是网络降解断裂反应的度量。而作为交联反应的结果所形成的任何新的网络,在试验应变状态下与主网络相平衡,因此并不产生任何新的应力。

注 2: 甚至在有益于化学过程的条件下,某些物理松弛仍可能发生。其程度取决于橡胶的黏弹性和试验条件,而对结果的解释必须小心。物理松弛随填料而增加,在短时间和较低温度下将更明显,常与时间的对数成比例,并比化学松弛更少温度敏感性。

在间歇应变条件下,应力的衰减提供了降解断裂和交联两种反应对网络影响的度量。

本标准描述的试验方法的有效性,取决于橡胶降解的均匀性。为这一理由,所用试样的厚度是 1.0 mm,以将氧的扩散对老化的影响减至最小。

应力的改变可能是直接关心的,但橡胶对老化的相对耐受性将取决于被测量的或应用所要求的性能。因此本标准应被认为是 GB/T 3512 的补充。

另外,本试验与 GB/T 1685 所规定的压缩应力松弛试验有所不同,后者主要应用于耐应力松弛性是一种工作性能的橡胶试验中,例如密封制品。

如果要研究材料的使用寿命,可以用 GB/T 20028 描述的方法进行测定。

在进行这些试验时,为了达到良好的重复性和再现性,最重要的因素是应确保整个测试期间温度和拉伸恒定不变。

硫化橡胶或热塑性橡胶老化性能的测定 拉伸应力松弛试验

1 范围

本标准规定了三种测量试样在给定伸长状态下应力变化的方法,目的是测定橡胶硫化胶的老化性能。

——方法 A 供在连续应变条件下的测量采用。

——方法 B 是在间歇应变条件下的测量的优先选择的方法。

在方法 A 和 B 两种情况下,使用应力松弛仪记录在老化温度下的应力。

——方法 C 可以代替方法 B 用于在间歇应变条件下的测量。在方法 C 中,试样从老化环境中取出,在标准实验室温度下测量应力。

附录 A 给出了这类测量所必需的校准明细表。

在单一的老化高温下的测量,可用于质量控制的目的,如耐热老化的程度。根据 GB/T 20028 描述的方法,在一系列温度下进行测量以预测长期的老化性能,可用于研究和开发的目的。

在三个方法之间无法互相推算,所用的方法取决于试验目的。

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 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序(GB/T 2941—2006,ISO 23529:2004, IDT)

ISO 188:1998 硫化橡胶或热塑性橡胶 加速老化和耐热试验

ISO 5893:2002 橡胶和塑料试验仪器 拉伸、弯曲和压缩型(恒速移动) 规范

ISO 18899:2004 橡胶试验仪器校准指南

3 仪器

3.1 应力松弛仪(用于方法 A 或 B)

组成中有两个夹持器,能夹住处于固定伸长下的试样而没有滑动(在 $\pm 1\%$ 以内),以及测量和记录试样上的力的装置。

夹持器的安装应使试样定位于老化箱中。力的测量系统可是标准的弹簧或电子负荷传感器,或其他装置。但在整个试验期间,力的读数应准确和稳定在 $\pm 1\%$ 以内。

另外,对于方法 B,应力松弛仪的装置应使试样在定期的间隔时能拉伸和放松,试验的重复拉伸应恒定在所用伸长的 $\pm 1\%$ 以内。

3.2 拉力试验机(用于方法 C)

用恒速移动,运行速度为 50 mm/min,并符合 ISO 5893 规定的要求,力级为 1(测量力在被测值的 $\pm 1\%$ 以内)。

该机应能在固定应变限度内循环往复,并精确到最大应变的 $\pm 1\%$ 以内。拉力试验机的夹持器夹住试样时不应打滑。

3.3 老化箱

符合 ISO 188:1998 规定的要求,方法 A(低空气流速)或方法 B(高空气流速),用于试样老化。

4 试样

4.1 尺寸

试样应从胶片裁切,为两边平行的长条状。对本标准所描述的试验,保证橡胶降解的均匀性是极其重要的。基于这一理由,试样的厚度应为 (1.0 ± 0.05) mm,以便将氧扩散对老化的影响减至最小。

小于 1.0 mm 或大于 1.0 mm 的厚度均匀的样品也可使用,但其可能给出不同的结果。

试样的其他尺寸,即宽度和长度,应选择适合于负荷测量装置的灵敏度和用于调节应变的机械的精密密度,以便满足 3.1 和 3.2 有关力和应变的精度要求。

4.2 数量

对每一试验温度,试样的数量最好是 3 个。对于例行试验和筛选试验,也可使用 1 个或 2 个试样。

5 贮存和调节

硫化和试验之间的时间间隔应符合 GB/T 2941 的规定。

在硫化和试验之间的间隔期间,材料和试样应尽可能避免光照,且不应与不同配方的试验胶片或试样相接触。以防止可影响老化的配合剂,例如抗氧剂,从一种硫化胶迁移到另一种硫化胶。

选择 GB/T 2941 规定的标准实验室温度之一,试样应至少调节 3 h,然后立即试验。

6 试验条件

6.1 试验周期

试验周期最好从下列系列中选取:

1 h、2 h、4 h、8 h、24 h、72 h 和 168 h 及 7 d 的倍数。

对于方法 A 和 B,试验周期应从初始力的测量开始。对于方法 C,试验周期应是试样在老化箱中的时间,不包括冷却和力的测量的时间。

另一方法是,当时间 t 时的力(F_t)与初始力(F_0 ,见第 8 章)的比达到某一预定值(例如 0.5)时,可停止试验。

6.2 老化温度

被试材料最好在间隔至少 10℃ 的一系列温度下进行检测。如果试样仅在一个温度下老化,则应从 GB/T 2941 列出的下列温度系列中选取:

标准实验室温度(23℃ 或 27℃)或 40℃,55℃,70℃,85℃,100℃,125℃,150℃,175℃,200℃,225℃,250℃,275℃,或 300℃。

在试验期间温度应尽可能保持恒定,其允许公差对所有高温为 $\pm 1^\circ\text{C}$,对标准实验室温度为 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

基于以下两个理由,试验期间稳定而准确的温度是非常重要的。

——首先,温度偏差(例如 1℃),相当于大约 10% 的试验时间。

——其次,橡胶的体积膨胀要比钢铁大 10 至 20 倍,而温度变化将引起力的读数变化。

当温度增加时,老化时间可能要减少。此外,应认识到在老化和使用条件之间的差异将更大,更不可靠的是在老化和使用寿命之间的相关性。

7 步骤

7.1 方法 A

方法 A 按下列方式进行:

- 在无应变条件下,将试样安装在已预热的夹持器上。
- 将夹持器和试样放入预热到试验温度的老化箱中。
- (5 ± 0.5) min 之后,拉伸试样在 1 min 之内达到 45% 至 55% 之间的伸长,并保持其在该伸长的 $\pm 1\%$ 以内。也可用 $(20 \pm 2)\%$ 的较小伸长代替 $(50 \pm 5)\%$ 。试样拉伸 (5 ± 0.5) min 之后,初

始力(F_0)取值。

- d) 在试验期间,记录作为时间的函数的力(F_t)。
- e) 在试验结束时,用大约 7 倍的放大镜检查拉伸试样的表面是否有裂纹的迹象。如果发现裂纹,则应写入试验报告。

对于某种类型的橡胶,由于大气中微量臭氧攻击表面的结果,由氧和热引起的应力松弛附加的裂纹可能发生。裂纹可使试验无效,并且是导致测量之间出现差异的原因。

7.2 方法 B

方法 B 按下列方式进行:

- a) 在无应变条件下,将试样安装在已预热的夹持器上。
- b) 将夹持器和试样放入预热到试验温度的老化箱中。
- c) (5 ± 0.5) min 之后,通过拉伸试样在 2 s 之内达到 45% 至 55% 之间的伸长,并保持其在该值的 1% 以内 (10 ± 1) s,来测量初始力(F_0)。也可用 (20 ± 2) % 的较小伸长代替 (50 ± 5) %。
- d) 记下该力,并使试样回复到无应变状态。
- e) 每间隔 1 h,将试样再拉伸至初始伸长的 ± 1 % 以内之后,重复测量拉力(F_t)。

只要在试验报告中报告,测量拉力之间的其他时间间隔也可使用。

7.3 方法 C

方法 C 按下列方式进行:

- a) 在无应变条件下,将试样安装在拉力试验机的夹持器上。
- b) 调节拉力机,以夹持器分离速度为 50 mm/min 运行。
- c) 拉伸试样至相当于伸长率在 45% 至 55% 之间的一个固定长度,实际伸长要在该伸长的 ± 1 % 以内,然后放松试样。也可用 (20 ± 2) % 的较小伸长代替 (50 ± 5) %。
- d) 快速地重复应变循环 5 次,第五次循环时记下初始拉力(F_0)。
- e) 将试样从拉力试验机上取下。
- f) 将无应变的试样放入已达到所要求的试验温度的老化箱中。
- g) 24 h 后,取出试样,并在标准实验室温度下调节 (30 ± 5) min。
- h) 将试样安装到拉力机上,重复在初始拉伸 ± 1 % 以内的应变循环 5 次。对测定试验来说,由于循环或老化导致的试样长度的变化应予忽略。
- i) 记下第五次的循环拉力(F_t)。
- j) 在 2 h 内将取出测力的试样放回老化箱中。
- k) 在间隔 24 h 后,重复上述测量。如果应力变化较小,可根据 3 d, 7 d 和 7 d 倍数的系列增加测量之间的时间间隔。

8 结果表示

拉伸应力松弛, $R(t)$, 在试验规定的期间(t)后,表示为初始拉力的百分数,由式(1)给出:

$$R(t) = \frac{F_0 - F_t}{F_0} \times 100 = \frac{\sigma_0 - \sigma_t}{\sigma_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

F_0 ——初始拉伸力,单位为牛顿(N);

F_t ——在试验规定的期间(t)后测量的拉伸力,单位为牛顿(N);

σ_0 ——初始应力,单位为兆帕(MPa);

σ_t ——在试验规定的期间(t)后测量的应力,单位为兆帕(MPa)。

选取各试样结果的中位数。各试样单独的结果偏差应在中位数的 10% 以内。否则,重做试验。在不同老化时间后测得的应力松弛值作为时间的函数,在对数坐标上作图,更便于试验数据的整理。在某些应用中,计算在不同老化时间后的拉伸应力比值,即 F_t/F_0 , 比应力松弛值更为有用。在这种情况下,

应提供拉伸应力比值作为时间对数的函数的曲线图。

9 试验报告

试验报告应包括下列信息。

a) 样品细节：

- 1) 样品及其来源的完全描述；
- 2) 专用时,说明胶料细节,硫化时间和温度；
- 3) 从样品制备试样的方法。

b) 试验方法和试验细节：

- 1) 本标准编号,即 GB/T 9871；
- 2) 所用的方法(A,B 或 C)；
- 3) 试验装置,包括老化箱(3.3)的原理的描述；
- 4) 用于调节的标准实验室温度；
- 5) 老化的时间和温度；
- 6) 试样的类型和尺寸；
- 7) 试样伸长率；
- 8) 试样表面裂纹的检验结果(仅用于方法 A)；
- 9) 测量拉力之间的时间间隔,如果不同于 7.2 的规定(仅用于方法 B)；
- 10) 任何不同于本标准规定的试验步骤的细节。

c) 试验结果：

- 1) 所测试样的数目；
- 2) 试验结果的中位数,根据第 8 章表示。

d) 试验日期。

附录 A
(规范性附录)
校准

A.1 检验

在进行任何校准之前,校准项目的条件应由检验确定,并记录在任何校准报告或证明书上。无论是校准按“公认的”条件进行还是在任何反常或缺陷的修正之后,都应报告。

应确定仪器设备通常适合于预定的目的,包括试验方法规定的参数,所以仪器不需要为此进行形式上的校准。如果这样的参数易于变化,则需要定期检验应写入详细的校准步骤。

A.2 校准明细表

表 A.1 给出的校准明细表,列出了试验方法规定的全部参数及要求。参数和要求可涉及主要试验仪器、仪器部件或试验所需的辅助仪器。在某些情况下,增加了试验方法标准未给出的允许公差。

表 A.1 校准明细表

参数	要求	在 ISO 18899:2004 中的条款	检验次数
应力松弛仪(3.1)			
夹持器	不打滑,能放置于老化箱中		C
拉力测量系统的精度	在读数的±1%以内	21.2	S
伸长测量系统的精度	在读数的±1%以内	21.2	S
拉力试验机(3.2)	如 ISO 5893:2002	21.1	S
拉力,精度	1 级	21.2	S
伸长率,精度	1 级	21.1	S
速度	50 mm/min	23.4	S
夹持器	不打滑		C
老化箱	如 ISO 188 中的参数		
温度	如本标准 6.2 公差: 对高温,±1℃; 在 23℃和 27℃,±2℃	18	S
试样厚度	(1±0.05) mm	15.1	S
C——被确认的要求但不测量; S——如在 ISO 18899 中给出的标准间隔。			

对于每一参数,校准方法由引用文件 ISO 18899、其他出版物或该试验方法所特有的详细步骤进行说明(无论何时,比 ISO 18899 更具体或详细的校准步骤是可用的,建议给出更详细的方法)。

每一参数的检验次数由代码符号(见表 A.1)给出。

对本明细表用的补充检验,应分别列出。

应列表给出校准明细表所要求的或试验方法所另外要求的基准材料。

材料测试的大多数标准,要求试样进行调节。这意味着要使用温度计,或许还有湿度计。二者都需要校准。不再重复在相关标准中引用的标准调节和试验的温度及湿度。

通常规定了试样尺寸。这意味着所用的尺寸测量仪器也需要校准。不再重复在相关标准中引用的试样尺寸。

参 考 文 献

- [1] GB/T 1685 硫化橡胶在常温和高温下压缩应力松弛的测定
 - [2] GB/T 20028 硫化橡胶或热塑性橡胶 应用阿累尼乌斯图推算寿命和最高使用温度
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硫化橡胶或热塑性橡胶老化性能的测定
拉伸应力松弛试验

GB/T 9871—2008/ISO 6914:2004

*

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 0.75 字数 15 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31550 定价 14.00 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 9871-2008