



中华人民共和国国家标准

GB/T 7755.2—2019

硫化橡胶或热塑性橡胶 透气性的测定 第2部分：等压法

Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of permeability to gases—
Part 2: Equal-pressure methods

(ISO 2782-2:2018, Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of
permeability to gases—Part 2: Equal-pressure method, MOD)

2019-12-10 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 7755《硫化橡胶或热塑性橡胶 透气性的测定》分为两个部分：

——第1部分：压差法；

——第2部分：等压法。

本部分为 GB/T 7755 的第2部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 2782-2:2018《硫化橡胶或热塑性橡胶 透气性的测定 第2部分：等压法》。

本部分与 ISO 2782-2:2018 相比在结构上有较多调整，附录 A 中列出了本部分与 ISO 2782-2:2018 的章条编号对照一览表。

本部分与 ISO 2782-2:2018 的技术性差异及其原因如下：

——关于规范性引用文件，本部分做了具有技术性差异的调整，调整的情况集中反映在第2章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 用等同采用国际标准的 GB/T 2941—2006 代替了 ISO 23529（见 4.6.3、4.6.4、5.5.3、5.5.4）；
- 删除了 ISO 2782-1:2016，直接将 ISO 2782-1:2016 中规范引用的内容进行文字表述。

——增加了“库仑计检测法（B法）”，以适应我国技术发展需求（见第5章）。

——在第3章“术语和定义”中增加了“气体透过率”“气体扩散系数”及“稳态”的术语，以方便使用，利于理解（见 3.1、3.2、3.3）。

——对气相色谱检法的原理表述进行优化，增加了“通过数据处理装置，从而获得所测试样的气体透过率、气体渗透系数”，同时删除了“用这种方法，可以对含有水蒸气的试验气体进行测量，也可以对混合气体进行分析以确定成分”。不仅使原理表述更加完整，同时更加适合我国目前实际测试技术条件（见 4.1）。

——对试验气体表述进行精简，删除了“氢气，或者混合气体，如空气、液化石油气（气态）或煤气”，以适合我国目前实际测试技术条件（见 4.4）。

——增加了“选用的试验方法（方法 A 或方法 B）”，方便使用和选择[见第6章 c)]。

——增加了气相色谱检测法中的 FID 检测器、TCD 检测器适用的气体类型，以适应我国技术条件，扩大实用性（见 4.2.3）。

——修改了“载气”的描述，将氢气指定为气相色谱检测法中的载气，方便使用和选择（见 4.5）。

——修改了“试样中的形状和大小”的描述，增加了含丁基橡胶材料的试样厚度要求，提升测试的准确度（见 4.6.1）。

——合并了试样的制备、调节、预处理和调节的内容，使标准内容更加简洁（见 4.6.4）。

——增加了附录 C“参考膜及核查规程”，以配合库仑计检测法（B法）的使用。

本部分还做了下列编辑性修改：

——增加了“气体透过率”不同单位之间的换算关系，以方便使用（见 4.10.1 中的注）；

——删除了 ISO 2782-2:2018 中 15.1 和 15.2 的注。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会（SAC/TC 35）归口。

本部分起草单位：双钱集团上海轮胎研究所有限公司、双星集团有限责任公司、广州合成材料研究

院有限公司、三角轮胎股份有限公司、风神轮胎股份有限公司、贵州轮胎股份有限公司、怡维怡橡胶研究院有限公司、山东京博石油化工有限公司橡胶分公司、北京丹普客包装技术有限公司、北京瑞达宇辰仪器有限公司、北京橡胶工业研究设计院有限公司、埃克森美孚亚太研发有限公司、威海君乐轮胎有限公司。

本部分主要起草人：董文武、蒋琦、郭菲、吴惠琴、刘晓丹、李栋林、倪淑杰、任绍文、刘晴晴、尹智、王丽娥、黄婷婷、陈晓杰、任学斌、崔红梅、王丹峰、左晓峰、陈立芳、陈磊、谢君芳、李静、陆学锋、林亦琦、王剑锋、张其虎。

引 言

测量橡胶透气性的重要性在于更加精确地预测和判断制造内胎、无内胎轮胎内衬层、软管、气球及其他气体容器、密封件和薄膜用胶料的阻隔性能,提升产品的质量。本部分根据我国的国情发展需求,新增了库仑计检测法。目前库仑计检测法正应用于各种橡胶材料的透气性能测试。这种测量在研究橡胶材料的透气性能与轮胎的保气性能方面具有理论上的意义。同时,增加库仑计检测法使本部分标准内容更加丰富,为用户在选择试验方法的方面增加了可选择性和操作性。

硫化橡胶或热塑性橡胶 透气性的测定

第2部分：等压法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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。

1 范围

GB/T 7755 的本部分规定了在试样两侧等压且存在浓度差的状态下，用气相色谱检测法（方法 A）和库仑计检测法（方法 B）测定硫化橡胶或热塑性橡胶气体透过率、气体渗透系数的方法。

本部分适用于硬度不小于 35IRHD（国际橡胶硬度）的硫化橡胶或热塑性橡胶。

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 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）

ISO 18899:2013 橡胶 试验设备校准指南（Rubber — Guide to the calibration of test equipment）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

气体透过率 gas transmission rate

在试样两侧等压且存在浓度差的状态下，单位时间内，试验气体透过单位面积试样的摩尔数。

3.2

气体渗透系数 gas permeability coefficient

在试样两侧等压且存在浓度差的状态下，单位时间内，试验气体透过单位面积和单位厚度试样的摩尔数。

3.3

稳态 steady-state

当试样吸收的气体数量与透过试样的气体数量达到平衡时的状态。

4 方法 A：气相色谱检测法

4.1 原理

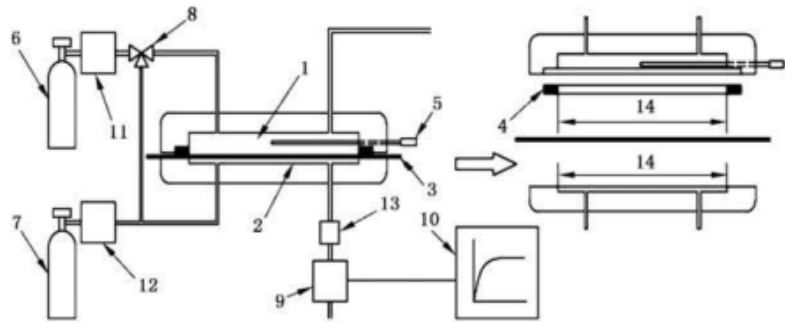
用一个试样将透气测试腔分隔为气体供应侧和气体渗透侧（见图 1），在试样两侧压力相同状态下，两侧以同样流量分别持续通入载气和试验气体，确保在试样两侧形成一个持续的恒定浓度差；试验气体在浓度差的作用下渗透过试样，并被载气送到气相色谱检测器，通过数据处理装置，从而获得所测试样

的气体透过率、气体渗透系数。

4.2 测量装置

4.2.1 主要部件

气相色谱检测法测量装置如图 1 所示,主要包括透气测试腔、气相色谱检测器、温度传感器、气体供应容器、数据处理装置、气体渗透面积和相应的管路及气体控制器等。



说明:

- | | |
|---------------|--------------|
| 1——透气测试腔的供应侧; | 8——三通阀; |
| 2——透气测试腔的渗透侧; | 9——气相色谱检测器; |
| 3——试样; | 10——数据处理装置; |
| 4——密封圈; | 11——试验气体控制器; |
| 5——温度传感器; | 12——载气控制器; |
| 6——试验气体供应容器; | 13——采样环(或无); |
| 7——载气供应容器; | 14——气体渗透面积。 |

图 1 气相色谱检测法测量装置示意图

4.2.2 透气测试腔

用于进行透气性测试的试验腔体。试样装入透气测试腔后,在试样两侧分别形成一个气体供应侧和一个气体渗透侧。供应侧有一个试验气体的进气口;渗透侧连接一个气相色谱检测器,用于测量渗透过的试验气体数量。

透气测试腔的两侧与试样相接触的表面应该平整和光滑,以防止气体泄漏。可加一个 O 形密封圈用于试样与透气测试腔之间的密封。密封圈的气体透过率应比试样小得多,以保证不会影响试验结果。

透气测试腔的材质应不能与试验气体发生反应,也不能吸收所使用的试验气体。

气体渗透区域的直径应在 10 mm~150 mm 之间,具体大小取决于预期的气体透过率范围。

测量装置应具有一个加热系统,使透气测试腔温度可以上升至 80 ℃。当测试温度在 40 ℃~80 ℃ 范围内,温度控制精度应为±1 ℃。

注:加热系统可以采用电加热套和能包裹住透气测试腔、试验气体供应容器的恒温装置。

4.2.3 气相色谱检测器

可采用热导检测器(TCD)或氢气火焰电离检测器(FID)等检测器。检测器和色谱柱应适用于试验气体,并达到要求的灵敏度。热导检测器(TCD)适用于有机气体,氢气火焰电离检测器(FID)适用于无机气体(氮气、氧气等)。

4.2.4 气体供应容器

用于向透气测试腔的试样供应侧和试样渗透侧提供恒定压力的气体。

4.2.5 两个温度传感器

一个温度传感器安装在透气测试腔内,用以测量试验气体温度。另一个温度传感器安装在载气管路里,用以测量载气温度。两个温度传感器的测温精度均不低于 0.1 °C。

4.2.6 数据处理装置

将通过气相色谱传感器的气体数量转换成电信号,从而获得所测试样的气体透过率、气体渗透系数。

4.2.7 试验气体控制器

用于控制试验气体或载气的流量和压力,并保持流量稳定。

4.3 校准

测量装置应按照附录 B 进行校准。

4.4 试验气体

可使用单一气体,如氮气、氧气等,也可使用混合气体。单一气体的纯度或混合气体中每种成分的纯度应不低于 99.5%(体积比)。试验气体不应带有可能影响试验结果的杂质成分。

4.5 载气

采用纯度 99.99%以上的氢气作为载气。

4.6 试样

4.6.1 形状和尺寸

试样应具有代表性,表面不应有凹坑、划痕或其他可见缺陷。通常采用的试样为圆形薄片,其直径大小应足以覆盖透气测试腔的截面,同时被透气测试腔平整边缘所夹持密封。典型的试样直径为 50 mm~155 mm,厚度为 0.1 mm~2.2 mm。

含丁基橡胶类的试样,由于存在膨胀效应,试样的平整度影响测试结果,建议选择厚度为 0.5 mm~1.0 mm 为佳。

4.6.2 试样数量

采用 3 片或更多的试样,当用于质量控制时,试样的数量可以减少。

4.6.3 厚度测量

使用 GB/T 2941—2006 中规定的方法 A,测量每个试样上五个点或更多点(包括气体透过区域的中心点)的厚度,精确到 0.01 mm,然后取测量值的算术平均值。试样上每个单点测量值不应偏离该试样算术平均值 10%以上,且任一试样的算术平均值不应偏离所有被测试样算术平均值的 10%以上。

4.6.4 试样的制备和调节

试样的制备和调节应符合 GB/T 2941—2006 的规定。

4.7 气体渗透面积

通过测量透气测试腔的内径来计算气体渗透面积,如采用密封圈,则用密封圈的內径来计算。

4.8 校准曲线

使用针筒或气体采样器,将已知数量的试验气体注入气相色谱检测器中,在与试验气体相关的色谱图上标定出峰值的面积。重复以上测量,至少采用三种不同浓度,用得到的数据建立校准曲线。对于混合气体,应对气体中的每种成分建立一条校准曲线。

4.9 试验步骤

4.9.1 在透气测试腔上、下两个夹具与试样接触的边缘表面均匀地涂上薄层的真空油脂,将试样装在透气测试腔的下半部分中,装好的试样不应有皱褶和下垂。

4.9.2 将一个密封圈(如需要)放在试样上,然后盖上透气测试腔的上半部分,用均匀的压力将试样夹紧,保证试样完全密封。

4.9.3 如果规定在一个非标准实验室温度下进行测试,需预先将透气测试腔调节到规定试验温度。

4.9.4 打开三通阀(见图1中8),用载气同时吹扫试样的供应侧和渗透侧,吹扫时间长短取决于透气测试腔和连接管路的内容积,载气流速一般设置为5 mL/min~100 mL/min。

4.9.5 吹扫仪器,直至气相色谱检测器记录装置得到稳定的基线值后,记录该稳态时的载气流量 F 和载气温度 T 。

4.9.6 切换三通阀(见图1中8),使试验气体在透气测试腔的供应侧流动。调节试验气体控制器,设置一个与载气流量相同的稳定流速 F 。

4.9.7 在固定的测试周期内,载气持续地将渗透过试样的试验气体从透气测试腔携带到气相色谱检测器中。

4.9.8 测量色谱图中与试验气体(或者试验气体中每一种成分,如果试验气体是混合气体的话)有关的峰面积。通过校准曲线得到载气中试验气体(或试验气体中每一种成分)的浓度值。

4.9.9 重复步骤4.9.7和4.9.8,直到气相色谱检测器得到一个恒定的试验气体浓度值,将其记录为 w 。

4.10 计算过程和结果表示

4.10.1 气体透过率

气体透过率按式(1)计算:

$$\text{GTR} = \frac{T_0}{0.022\,7 \times P_d \times T \times A} \times F \times w \times 10^{-6} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

GTR —— 气体透过率,单位为摩尔每平方米秒帕[mol/(m²·s·Pa)];

T_0 —— 标准状态温度,单位为开尔文(K)(=273.15 K);

P_d —— 气体供应侧的试验气体压力,单位为帕斯卡(Pa);

T —— 载气温度,单位为开尔文(K);

A —— 气体透过面积,单位为平方米(m²);

F —— 载气流速,单位为立方米每秒(m³/s);

w —— 试验气体浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

0.022 7——1摩尔的气体在0.1 MPa气压下的体积,单位为立方米(m³)。

将全部试样气体透过率试验结果取算术平均值,得到最终结果,试验结果保留3位有效数字。

注:在1个标准大气压下,常使用的气体透气率单位是cm³/(m²·24 h),在标准温度和压力下,1个标准大气压相当

于 $1.013 \times 10^5 \text{ Pa}$, $1 \text{ cm}^3 = 44.62 \text{ } \mu\text{mol}$, $24 \text{ h} = 86.4 \times 10^3 \text{ s}$, 则 $1 \text{ cm}^3 / (\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h}) = 5.160 \times 10^{-15} \text{ mol} / (\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ 。

4.10.2 气体渗透系数

气体渗透系数按式(2)计算:

$$Q = GTR \times d \dots\dots\dots(2)$$

式中:

Q ——气体渗透系数,单位为摩尔米每平方米秒帕 $[\text{mol} \cdot \text{m} / (\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})]$;

GTR ——气体透过率,单位为摩尔每平方米秒帕 $[\text{mol} / (\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})]$;

d ——试样的厚度,单位为米(m)。

将全部试样的气体渗透系数试验结果取算术平均值,得到最终结果,试验结果保留 3 位有效数字。

5 方法 B:库仑计检测法

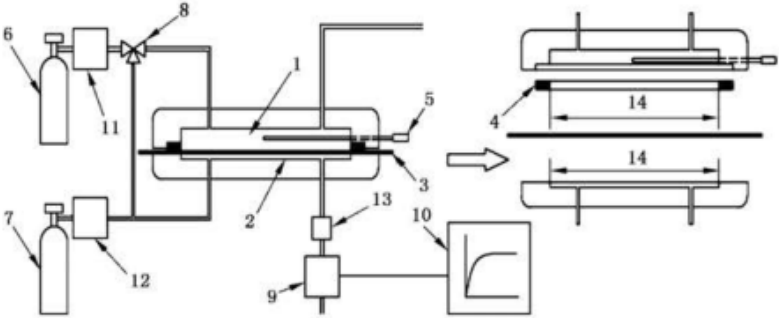
5.1 原理

用一个试样将透气测试腔分隔为气体供应侧和气体渗透侧(见图 2),在试样两侧压力相同状态下,两侧以同样流量分别持续地通入载气和试验气体,确保在试样两侧形成一个持续的恒定浓度差;试验气体在浓度差的作用下渗透过试样,并被载气送到库仑电量传感器。渗透过试样的试验气体和库仑电量传感器发生电化学反应,库仑电量传感器将气体数量转换成电信号,从而获得所测试样的气体透过率、气体渗透系数。

5.2 测量装置

5.2.1 主要部件

库仑计检测法测量装置如图 2 所示,主要包括透气测试腔、库仑电量检测器、温度传感器、气体供应容器、数据处理装置、气体渗透面积和相应的管路及气体控制器等。



说明:

- | | |
|-----------------|--------------|
| 1——透气测试腔的气体供应侧; | 8 ——三通阀; |
| 2——透气测试腔的气体渗透侧; | 9 ——库仑电量检测器; |
| 3——试样; | 10——数据处理装置; |
| 4——密封圈; | 11——试验气体控制器; |
| 5——温度传感器; | 12——载气控制器; |
| 6——试验气体供应容器; | 13——采样环(或无); |
| 7——载气供应容器; | 14——气体渗透面积。 |

图 2 库仑计检测法测量装置示意图

5.2.2 透气测试腔

用于进行透气性测试的试验腔体。试样装入透气测试腔后,在试样两侧分别形成一个气体供应侧和一个气体渗透侧。供应侧有一个试验气体的进气口;渗透侧连接一个库仑电量传感器,用于测量渗透过的试验气体数量。

透气测试腔的两侧与试样相接触的表面应该平整和光滑,以防止气体泄漏。可加一个O形密封圈用于试样与透气测试腔之间的密封。密封圈的气体透过率应比试样小得多,以保证不会影响试验结果。

透气测试腔的材质应不能与试验气体发生反应,也不能吸收所使用的试验气体。

气体渗透区域的直径应在 10 mm~150 mm 之间,具体大小取决于预期的气体透过率范围。

测量装置应具有一个加热系统,使透气测试腔温度可以上升至 65 ℃。当测试温度在 40 ℃~65 ℃ 范围内,温度控制精度应为 ± 0.5 ℃。

注:加热系统可以采用电加热套和能包裹住透气测试腔、试验气体供应容器的恒温装置。

5.2.3 库仑电量检测器

又称为库仑电量氧气检测器。检测原理为库仑电量检测器的阳极(镉)、阴极(石墨)与氧气分子发生电化学反应,该反应遵循法拉第定律,可根据氧分子数量而线性输出 4 倍电子。检测过程中,库仑电量检测器与渗透侧的氧分子反应效率应达到 95%~98%,从而可以被看作是一个绝对值检测器,不需要进行校准。

5.2.4 气体供应容器

用于向透气测试腔的气体供应侧和气体渗透侧提供恒定压力的气体。

5.2.5 温度传感器

用于监测试验温度,安装在透气测试腔内,测温精度应不低于 0.1 ℃。

5.2.6 数据处理装置

将通过库仑电量传感器的气体数量转换成电信号,从而获得所测试样的气体透过率、气体渗透系数。

5.2.7 试验气体控制器

用于控制试验气体或载气的流量和压力,并保持流量稳定。

5.3 试验气体

使用单一氧气或含氧的混合气体。单一气体的纯度或含氧的混合气体中每种成分的纯度应不低于 99.5%(体积比)。试验气体不应带有可能影响试验结果的杂质成分。对于以含氧的混合气体作为试验气体的情况,在计算材料气体透过率时,应计算试验气体的氧分压。

5.4 载气

采用纯度 99.99%以上的氮气作为载气。

5.5 试样

5.5.1 形状和尺寸

试样应具有代表性,表面不应有凹坑、划痕或其他可见缺陷。通常采用的试样为圆形薄片,其直径大小应足以覆盖透气测试腔的截面,同时被透气测试腔平整边缘所夹持密封。典型的试样直径为 50 mm~155 mm,厚度为 0.1 mm~2.2 mm。

注:含丁基橡胶类的试样,由于存在膨胀效应,试样的平整度影响测试结果,建议选择厚度为 0.5 mm~1.0 mm 为佳。

5.5.2 试样数量

采用 3 片或更多的试样,当用于质量控制时,试样的数量可以减少。

5.5.3 厚度测量

使用 GB/T 2941—2006 中规定的方法 A,测量每个试样上五个点或更多点(包括气体透过区域的中心点)的厚度,精确到 0.01 mm,然后取测量值的算术平均值。试样上每个单点测量值不应偏离该试样算术平均值 10%以上,且任一试样的算术平均值不应偏离所有被测试样算术平均值的 10%以上。

5.5.4 试样的制备和调节

试样的制备和调节应符合 GB/T 2941—2006 的规定。

5.6 气体渗透面积

通过测量透气测试腔的内径来计算气体渗透面积,如采用密封圈,则用密封圈的內径来计算。

5.7 校准

由于库仑电量检测器是绝对值检测器,不需要校准。但经验显示,传感器在长期使用后,可能会衰减或损坏,致使效率和反应削弱,因此需要定期利用参考膜进行核查,参考膜及核查规程见附录 C。

5.8 试验步骤

5.8.1 在透气测试腔上、下两个夹具与试样接触的边缘表面均匀地涂上薄层的真空油脂,将试样装在透气测试腔的下半部分中,装好的试样不应有皱褶和下垂。

5.8.2 将一个密封圈(如需要)放在试样上,然后盖上透气测试腔的上半部分,用均匀的压力将试样夹紧,保证试样完全密封。

5.8.3 如果规定在一个非标准实验室温度下进行测试,需预先将透气测试腔调节到规定试验温度。

5.8.4 打开三通阀(见图 2 中 8),用载气同时吹扫试样的供应侧和渗透侧,吹扫时间长短取决于透气测试腔和连接管路的内容积,载气流速一般设置为 5 mL/min~100 mL/min。

5.8.5 吹扫仪器,直至库仑电量检测器记录装置得到稳定的基线值后,记录该稳态时的载气流量 F 和电压清零值 E_0 。

5.8.6 切换三通阀(见图 2 中 8),使试验气体在透气测试腔的供应侧流动。调节试验气体控制器,设置一个与载气流量相同的稳定流速 F 。

5.8.7 在固定的测试周期内,载气持续地将渗透过试样的试验气体从透气测试腔携带到库仑电量检测器中。

5.8.8 库仑电量检测器的阳极(钨)、阴极(石墨)与氧气分子发生电化学反应,检测器阴极会释放出 4 倍数量的电子,电子流经过一个精密电阻产生电压信号(E_e)。

5.8.9 重复步骤 5.8.7 和 5.8.8,直到库仑电量检测器得到一个恒定的电压信号 E_e ,数据处理装置根据电压信号来计算气体透过率、气体渗透系数。

5.9 计算过程和结果表示

5.9.1 气体透过率

气体透过率按式(3)计算:

$$\text{GTR} = \frac{(E_e - E_0) \times M}{0.022\ 7 \times A \times R \times P_d} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

GTR —— 气体透过率,单位为摩尔每平方米秒帕 $[\text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})]$;

E_e —— 稳态时的测试电压,单位为伏特(V);

E_0 —— 试验前的清零电压,单位为伏特(V);

M —— 仪器试验常数,单位为立方米欧姆每伏特秒 $[\text{m}^3 \cdot \Omega/(\text{V} \cdot \text{s})]$;

A —— 气体渗透面积,单位为平方米(m^2);

R —— 负载电阻值,单位为欧姆(Ω);

P_d —— 供应侧试验气体中的氧气分压,单位为帕斯卡(Pa);

0.022 7——1 摩尔的气体在 0.1 MPa 气压下的体积,单位为立方米(m^3)。

将全部试样的气体透过率试验结果取算术平均值,得到最终结果,试验结果保留 3 位有效数字。

注:在 1 个标准大气压下,常使用的气体透气率单位是 $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\ \text{h})$ 。在标准温度和压力下,1 个标准大气压相当于 $1.013 \times 10^5\ \text{Pa}$, $1\ \text{cm}^3 = 44.62\ \mu\text{mol}$, $24\ \text{h} = 86.4 \times 10^3\ \text{s}$,则 $1\ \text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\ \text{h}) = 5.160 \times 10^{-15}\ \text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ 。

5.9.2 气体渗透系数

气体渗透系数按式(4)计算:

$$Q = \text{GTR} \times d \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

Q —— 气体渗透系数,单位为摩尔米每平方米秒帕 $[\text{mol} \cdot \text{m}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})]$;

GTR —— 气体透过率,单位为摩尔每平方米秒帕 $[\text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})]$;

d —— 试样的厚度,单位为米(m)。

将全部试样的气体渗透系数试验结果取算术平均值,得到最终结果,试验结果保留 3 位有效数字。

6 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 样品及其来源的详细说明。
- b) 本部分的名称及编号。
- c) 试验说明:
 - 1) 选用的试验方法(方法 A 或方法 B);
 - 2) 使用的试样类型;

- 3) 试样的制备方法,例如模制或裁切;
- 4) 实验室温度;
- 5) 试验前,试样调节的温度和时间;
- 6) 测试试样的数量;
- 7) 任何非本部分规定的试验步骤的详细说明。
- d) 试验结果:
 - 1) 单个试验结果;
 - 2) 单个结果的算术平均值。
- e) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)

本部分与 ISO 2782-2:2018 相比的结构变化情况

本部分与 ISO 2782-2:2018 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本部分与 ISO 2782-2:2018 的章条编号对照情况

本部分章条编号	对应的 ISO 2782-2:2018 章条编号
1	1
2	2
3	3
3.1	—
3.2	—
3.3	—
4.1	4
4.2	5
4.3	6
4.4	7
4.5	8
4.6	9
4.6.1	9.1
4.6.2	9.3
4.6.3	9.4
4.6.4	9.2,9.5,10,11
4.7	12
4.8	13
4.9	14
4.10	15
5	—
6	16
附录 A	—
附录 B	附录 A
附录 C	—

附录 B
(规范性附录)
校准时间表

B.1 核查

在进行任何校准之前,应通过核查确认需校准项目的状况,并记录在校准报告或证书上。报告中应记录校准是在试验设备“验收”状态下进行的,还是在纠正异常或故障维修后进行的。

应确认试验设备能够达到正常的预期目的,包括规定的所有参数和不需要正式校准的参数。如果这些参数有可能发生变化,则应在校准程序中写明需要进行期间核查。

B.2 时间表

试验设备的验证、校准是本部分的强制性部分。除非另有规定,校准的频率和程序由各试验室根据 ISO 18899:2013 的规定自行决定。

表 B.1 列出了本试验方法中涉及的所有参数,包括规定的要求。(这些)参数和要求涉及主要的试验设备、设备的部件或试验所需的附件。

对于每项参数,校准程序由 ISO 18899:2013、其他出版物或专门针对该试验方法的详细程序给出(如有比 ISO 18899:2013 更详细的校准程序,则应优先采用)。

每项参数的校准频率都由一个字母代码表示,校准时间表中使用的字母代码如下:

S——ISO 18899:2013 中规定的标准时间间隔;

U——在使用中。

表 B.1 校准时间表

参数	要求	ISO 18899:2013 中的 章条编号	校正频率	备注
温度传感器	按照 ISO 18899:2013	18	S	
流量计	精度不低于±3%	16.1	U	

除表 B.1 所列的参数,下列参数也需按 ISO 18899:2013 的规定进行校准:

- 计时器;
- 温度计,用于监测预处理温度和试验温度;
- 湿度计,用于检测预处理湿度和试验湿度;
- 测量试样尺寸的仪器。

附 录 C
(规范性附录)
参考膜及核查规程

C.1 参考膜

参考膜主要用于校准库仑计检测法的设备。市面上有很多牌号且不同材质的参考膜,但在橡胶行业,25.4 μm PET 参考膜最为常见,其均匀稳定性和赋值准确性得到了广大用户的认可。表 C.1 提供了 25.4 μm PET 参考膜的理论参考值。

表 C.1 参考膜参考值

参考膜名称	气体透过率理论值* $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$	试验温度 $^{\circ}\text{C}$
25.4 μm PET 参考膜	0.056 8	23
* 更详细的气体透过率数据详见厂家标样证书。		

以实测结果与理论值对比,一般偏差应在 $\pm 5\%$ 以内。

C.2 核查规程

C.2.1 概述

本规程中所用的传感器是库仑计设备,其线性输出符合法拉第定律。由于传感器的效率为 95%~98%,故其几乎是一个绝对值传感器,不需要校准。然而经验显示,传感器在长期使用后,可能会衰减或损坏,致使效率和反应削弱。为此,本部分提供了周期性的系统校准方法。

C.2.2 校准步骤

C.2.2.1 确保传感器在旁路状态,即没有气流进入传感器的情况下打开腔盖。在测试腔密封边缘上均匀涂抹一层密封油脂(见 5.8.1)。放入参考膜,小心避免折痕和起皱,然后重新放回腔盖并夹紧好。

C.2.2.2 开始通入氮气载气,调节其流量为 50 mL/min~60 mL/min,使空气从上、下测试腔中排出。3 min~4 min 后调节流量至 5 mL/min~15 mL/min,保持 30 min。

C.2.2.3 在系统通氮气并且传感器处于旁路状态下 30 min 后,将氮气载气引入传感器。此时,电压记录仪上显示的传感器输出通常会突然增大,这表示氧气随着载气进入到传感器。这些氧气可能来自样品的脱气、系统泄漏,或者两种情况的组合。操作者应该观察记录轨道直到传感器输出电流稳定在一个不变的没有明显趋势变化的低值。此时,记录下记录仪曲线上可观察到的偏差,把它记为 E_0 。

C.2.2.4 记录零值(E_0)后,将氧气气流切换到测试腔的检测气一侧,而氮气则持续流入到测试腔的另一侧。此后,在电压记录仪上显示的传感器输出应该会增加并逐渐稳定至恒定的数值(E_s)。记录下观察到的最终稳态电压值 E_s 。

C.2.2.5 仪器的校准最好是在参考膜的氧气透过率数据所得出的那个温度下进行。温度不同时,应引入恰当的修正系数。通过监控设置在参考膜两侧的温度计或热电偶得到检测温度。参考膜的温度被认为是两个数值的中间值。

C.2.2.6 确定校准参考膜的有效面积 A ,使用参考膜的渗透量确定。仪器试验常数按式(C.1)计算:

$$M = \frac{R_{O_2} \times R_L}{E_e - E_0} \dots\dots\dots (C.1)$$

- 式中:
- M ——仪器试验常数,单位为立方米欧姆每伏特秒[$m^3 \cdot \Omega / (V \cdot s)$];
 - R_{O_2} ——通过渗透面积 A 的气体透过率,参考膜本身提供该数据;
 - R_L ——负载电阻的大小,单位为欧姆(Ω);
 - E_e ——稳态时的测试电压,单位为伏特(V);
 - E_0 ——试验前的清零电压,单位为伏特(V);

C.2.2.7 当仪器有多个测试腔时,应把参考膜放入同一个腔进行测试。
