

测试橡胶在空气烘箱中的老化的标准方法(D573-99) JACK

这个标准是在原有的 D618 老版本的基础上出版的, 名称后的数字是指采用这一标准的最初年份, 或者, 要是修订本, 则表示最新版本的发布年份。括号里的数字代表最新改动的年份。标号 E 后面的内容表示和上个版本的有过改动。

这个标准已经通过美国国防部的批准。

1. 范围

1.1 这个测试方法描述了一个橡胶硫化过程中, 温度的升高对其物理性能的影响。这个测试方法得到的结果不会给出与在大范围条件下的使用性能的相关量。然而, 它可以用来估计橡胶混合物的实验比较基础。

1.2 在 SI 上的数值也将被认为是标准的。括号或者插入语中的数值只是用来做提供信息的。

1.3 这个标准并不含有对所有的安全问题的解决方法, 即使有, 也只是与实验使用相关的部分。这个标准的使用者, 应该有责任去选择合适的安全的操作方法。(要进一步的了解防范措施, 请看 NOTE1)

2. 相关文件

2.1 ASTM 标准:

D412 测试方法, 测试硫化橡胶, 热塑性橡胶和人造橡胶的张力。

D1349 橡胶在标准温度的测试。

D3182 标准橡胶混合物和硫化橡胶片材料, 加工设备, 和工艺。

D3183 橡胶产品的测试

E145 离心干燥机和强力通风干燥机的规范。

3. 测试方法概要

3.1 硫化橡胶的试样在一定时间内暴露在温度上升的空气中, 然后它的物理性质就会定下来。这些试样和以前那些试样比较。

3.2 除非另有说明, 这些物理性质的量应该与测试方法 D412 保持一致去执行。

3.3 除了尽可能的, 否则测试方法 D3182 和 D3183 的数据应该遵从这一标准, 或者成为这一标准的一部分。

3.4 假如一些特殊产品和本测试方法有冲突, 则应该按照后者的标准去执行。

4. 重要性和用途

4.1 橡胶和橡胶产品必须可以抵制由于氧化和热引起的物理性能的退化。这个测试方法提供了一种方法来评估橡胶在这方面的行为特征, 在一定的条件下。

4.2 请查阅附件以获得重要的信息, 它提供标准的混合物, 这些混合物在精确的测试中可以加速老化过程。

5. 设备仪器

5.1 在方法 E145 中专门用到的 IIB 型烘干箱在 70 摄氏度下用是安全的。对于更高的温度, 则有必要用 IIA。

5.1.1 烘干箱内部的等价尺寸列在下面:

最小	300*300*300 (mm)	(12*12*12 英寸)
最大	900*900*1200 (mm)	(36*36*48 英寸)

5.1.2 传递试样进入实验腔时应该使试样缓慢的垂直的进入，互相不接触，而且不接触腔壁。

5.1.3 实验腔里的热空气媒质应该可以顺畅流通，而且是在常压下。

5.1.4 加热用的热量可以任意选择，不过应该布置在实验腔的附近。

5.1.5 温度在整个实验中必须可以自动的记录，可以用一些温度测量仪器，不过误差不正负 1 摄氏度。温度测量值应该是指在实验腔的中心地带，靠近试样的位置的温度。对于没有自动记录仪器的烘干箱，应该充分频繁的测量温度，使温度限制在 10.2 特定的设定温度下。

5.1.6 应该使用依靠温度调节器工作的温度控制系统。

5.1.7 以下这些是一些特殊的警告，应该注意，以获得正确，统一的热量，在所有的实验中。

5.1.7.1 加热后的空气必须用机械搅拌机使之在烘干箱内能彻底的自由流通。当用电动鼓风机来工作时，切勿让空气进入风机的放电刷，因为这样有生成臭氧的危险。

5.1.7.2 要设置一些障碍使得试样不至于局部过热或者出现盲点。

5.1.7.3 温度调节仪器应该放置准确，以得到热媒质的准确温度，首选位置是靠近温度计的地方。

5.1.7.4 用一个最小刻度很小的温度计测量腔内大量位置，核实确保整个腔内的热量是均匀分布的。

6. 取样

6.1 试样的大小应该和实验腔匹配，一个实验腔必须至少可以放下三个试样。在硫化之后到做老化实验，样品必须暴露于空气中不低于 24 小时。

6.2 最小的要求已经确定下来，一个实验做三个样品就足够了。但假如结果低于要求时，可以考虑从原始的试样中再加多两个，来一起测试。要是所有实验中有其中一个得到的数据低于要求，则这些样品被认为是不合格的。

7. 测试样品

7.1 在 D412 中提到的哑铃形状的试样可以认为是标准的。那些试样的形状应该就是那样的，它们在暴露后没有经过机械的，化学的，和热处理。假如需要调整某些要求（如试样厚度），则应该在暴露（在空气中）之前进行。

7.2 用来计算试样的物理性质的代表性的尺寸应该是试样在进入老化实验腔前的尺寸。老化后应该用精确的计量器来测量试样的伸长量。实验时要用原始尺寸相近的样品来相互比较，它们暴露相同的部分。

8. 测试样品的数量

8.1 每次实验最少要用三个样品来测试，从而测出每个试样的物理性质。此外，在空气中暴露时应该用同样的材料，三个或者三个以上。

8.2 当最小的要求确定下来时，试样将被处理成可伸长的。假如结果低于指定的要求，例外的两个准备好的试样就要拿出来做实验。假如所有实验中有一个低于指定要求，则所有样品都被认为是不合格的。

9. 未老化试样的测试

9.1 在老化实验前的 96 小时，未老化的原始的试样的压力应变，抗张强度，和最终的尺寸应该确定下来。要是试样的这些参数有一些是有缺点的，则应该被抛弃，然后

9.2 当橡胶将要被测试以得到是否符合要求的规格的时候，在第一阶段老化甚至在老化前的 96 小时之内，同时进行 9.1 提到的测定各种性能的实验。

10. 加速老化

10.1 把用来做老化实验的试样放进实验腔里面，这些试样在放进去前应该预热至实验操作温度。同时，应当避免同组中同成分的混乱。比如说含硫磺高的组分不要和含硫磺低的组分一起做老化实验，那些含有抗氧化剂的组分也不要和一些没有抗氧化剂的组分混在一起做老化实验。因为它们之间会出现一些移动。

10.2 操作温度可以有一些升高，不过要符合 D1349 的标准。

NOTE 1-----警告：必须注意，温度每升高 10 摄氏度，氧化率就大约升高两倍。在快速的退化过程中，或者那些包含有氧化剂的化学物质的催化下，随着温度的提高，氧化作用会变得十分猛烈。

10.3 当试样放进实验腔时，开始间断的老化实验。至于间断时间则要看被测样品的老化率。通常间断时间取 2，4，7 和 14 天。

10.4 用间断的方法做老化实验主要是使得老化实验不至于太猛烈从而保护了最后的物理性能。

10.5 在做完老化实验后，把试样从实验腔中移出来，冷却实验腔，冷却时间不少于 16 小时，但也不要多于 96 小时。用精确的仪器来测量试样长度。

11. 老化后试样的物理测试

11.1 在老化实验过程中，应该决定可以影响试样的拉伸强度，变长尺寸和抗压强度的实验时间间隔，可以忽略由于间隔的持续老化。在老化实验后测量试样的物理性能时，最终值应该取一起实验的三个试样的中值，假如五个一起做实验，则取五个试样的中值：

11.1.1 当测试产品是否和规格时，假如一个或多个数值达不到设定的要求。

11.1.2 假如标准测试的数值已经制定。在实验完成后，损坏了的试样应该认真的检查过，还有做好笔记。

12. 计算

12.1 用一个百分数来表示试样物理性能的改变（拉伸强度，尺寸形变，张应力）计算公式如下：

$$P = [(A - O) / O] * 100$$

式中：

P = 性能改变的百分比

O = 原始尺寸

A = 老化后的数值

13. 报告

13.1 报告应该包含以下几点：

13.1.1 计算公式与 12.1 中的一致。

13.1.2 所有计算都是建立在观察和记录的基础上的。

- 13.1.3 老化实验的种类
- 13.1.4 老化过程中的时间间隔
- 13.1.5 老化过程中的温度
- 13.1.6 持续时间, 温度, 还有, 橡胶硫化数据, 假如知道。
- 13.1.7 实验日期还有做完物理性能测试的日期
- 13.1.8 试样的尺寸

14. 精密度和误差

14.1 这部分的精度和误差应该与准备好的 D4483 保持一致。涉及到术语还有其他一些统计计算的详细资料。

14.2 第二种(实验室内)方法标准在 1974 年就建立起来了。可重复性是短期内有效的。测试标准是以数值的中值为准的, 就如 D412 中一样。

14.3 六种、不同的材料用在实验室内部实验中, 他们分别在两次, 每天内测试三个样品。更加详细的资料请看 D573 的附件。

14.4 表 1 列出的是经过重复计算得出的拉伸强度百分比, 应变百分比数值。

14.4.1 着个测试的精度可以用以下的方法来表达, 我们用合适的值, 以 r , R , (r), 或者 (R) 来表示测试的结果。这些合适的值和做实验的时间, 试样的材料等等有关系。

14.5 重合性----重合性 r , 在这个测试方法中被建立为合适的值列于表中。两个测量到的单值, 低于标准方法测试出来的值时, 他们的差值就构成 r 。

14.6 再现性----再现性 R , 在这个测试方法中被建立为合适的值列于表中。两个测量到的单值, 低于实验室标准值, 他们的差值就构成 R 。

14.7 结果显示, 拉伸强度的改变百分比和应变百分比决定的再现性和重复性在本质上是一致的。此外, r , R 值并没有和应变百分比或拉伸强度百分比有很大的差值。表中并没有给出 (r) 或者 (R) 的值, 因为他们的值接近于零平均值, 对于某些材料来说。

14.8 误差-----在测试方法术语学中, 误差是指测量值和真值之间的偏差。真值在测试中是不存在的因为这是测试方法专门定义的。因此, 真值是不可能被确定的。

15. 关键词

15.1 加速老化, 持续升温, 氧化老化, 橡胶论文, 橡胶产品, 热老化。

注意:

S_r = 实验室标准偏差

r = 重合性 (测量单位)

(r) = 重合性 (百分比)

S_R = 在实验室标准偏差之间

R = 再现性 (测量单位)

(R) = 再现性 (百分比)

第一部分 拉伸强度改变百分比, 48 小时

混合物材料	平均测试水平	实验室内		实验室之间	
		Sr	r	SR	R
NR(9)	56.6	3.28	9.28	5.91	16.7
SBR(9B)	-14.2	3.42	9.68	3.02	8.55
SBR(1F)	-11.5	2.46	6.96	2.49	7.05
CR(2D)	-10.6	3.83	10.8	5.11	14.5
OESBR(10B3)	-7.6	2.34	6.62	5.56	5.7
IIR(2E)	-1.1	3.47	9.82	3.77	10.7
Pooled valued	...	3.18	9.00	3.90	11.04
第二部分 应变改变百分比, 48, 96 小时实验的平均值					
NR(1G)	-55.6	5.08	14.4	7.79	22.0
SBR(9B)	-48.3	5.38	15.2	6.09	17.2
OESBR(10B3)	-40.5	3.20	9.06	5.11	14.5
NBR(1F)	-39.6	7.10	20.1	7.11	20.1
CR(2D)	-12.1	7.85	22.2	9.00	25.5
IIR(2E)	-6.2	2.56	7.24	3.97	11.2
Pooled Values	5.20	14.7	6.51	18.4

附件

(强制性信息)

A1. 以前的测试方法 (D15) 中用来测试的混合物

A1.1 说明

A1.1.1 最早测试这些数据的是一个委员会的 D-11 比 ASTM 的 D-15 还要早。《用来做橡胶产品的混合物和样本的物理性能测试》。在最初的测试中, 一些在 D15 中出现过的标准的混合物被用来做实验。从那以后, D15 中的标准混合物经常被模仿, 或者从 Annual Book of ASTM Standards 中搬出来。他们现在已经被很多新的标准替代, 如方法 D3184 中的 NR, D3185 中的 SBR 等等。

A1.1.2 为了提供一些关于这些混合物的资料的来源, 列出下面的表 A1.1---A1.6, 这些表是直接来自 D15 中直接搬出来的。

A1.1.3 在表 A1.1---A1.6 中有一些临时的计算公式。这些公式会经常的使用。

A1.2 混合物的处理时间

A1.2.1 在 D11.15 中的混合物的处理时间如下表所示:

混合物	时间 (分钟)	温度 (摄氏度)
polychloroprene 橡胶	30	150
Nature (1G)	30	145
SBR (9B)	50	145
OE-SBR (10B3)	50	145
Butyl (2E)	80	150
NBR (1F)	40	150

A1.3 材料和混合

A1.3.1 在这个测试中, 可以参考 D11.15, 材料的精度包括混合物的重量, 混合度, 还有组成成分, 应该使用特殊的测试程序来测试。那些混合物应该和这附件中的保持一致。

A1.3.2 对已选定的材料的混合应该在特定的时间内进行。这在 D4483 中有详细的说明。

附表 A1.1----- PERFECT INTERNATIONAL INSTRUMENT

表 A1.1 Styrene Butadiene Rubber 的简单介绍
 东莞宝大仪器有限公司
 全球服务电话: 400-6677223

材料	NBS	1G
SBR or OE-SBR		100.00
Zinc oxide	370	3.00
Stearic acid	372	1.00
Sulfur	371	1.75
Fumace black ^A	378	50.00
TBBS		1.00
		156.75
Batch factor		3.0

^A 目前来说 Industry Reference Black(IRB)可能会被用来替代 NBS378, 虽然可能仅仅获得一点改变。
 重量成分, 接近 0.1 克的 SBR 和 carton black, 还有接近 0.01 克其他成分

表 A1.2 Styrene-Butadiene Rubber 混合物的简单介绍

材料	NBS	10B1 Non-OE Rubbers	10B2 25-Oil Rubbers	10B3 37.5-Oil Rubbers	10B4 50-Oil Rubbers	10B5 62.5-Oil Rubbers	10B6 75-Oil Rubbers
SBR		100					
OE-SBR			125.00	137.00	150.00	162.50	175.00
Zinc oxide	370	3.00	3.75	4.12	4.50	4.88	5.25
Stearic acid	372	1.00	1.25	1.38	1.50	1.63	1.75
Sulfur	371	1.75	2.19	2.42	2.63	2.85	3.06
Fumace black ^A	378	50.00	62.50	68.75	75.00	81.25	87.50
TBBS	384	1.00	1.25	1.38	1.50	1.63	1.75
		156.75	195.94	215.55	235.13	254.74	274.31

^A 目前来说 Industry Reference Black(IRB)可能会被用来替代 NBS378, 虽然可能仅仅获得一点改变。

表 A1.3 Neoprene Rubber 混合物的标准计算公式^A

材料	NBS 标准样品标号	1D	2D
Neoprene w		100	100
Magnesium oxide	376	4	4
Stearic acid	372	0.5	1
SRF carbon black	382		29
Zinc oxide	370	5	5
2-Mercaptoimidazoline		0.35	0.5
Phenyi beta naphthylamine	377	2	2
Specific gravity(calculated)		1.29	1.39

^A 磨碎混合时用量: 3*处方

表 A1.5 Nitrile Rubber 混合物的简单介绍

材料	NBS 标准样品标号	1F
Nitnile rubber	391	100
Zinc oxide	370	5
Sulfur	371	1.5
Stearic acid	372	1
Benzothiazyl disulfide	373	1
Gas furnace black	382	40
Specific gravity(calculated)		1.18

表 A1.4 Butyl Rubber 混合物的简单介绍^A

材料	NBS 标准样品标号	1E	2E	3E
Butyl rubber	388	100	100	100
Zinc oxide	370	5	5	3
Sulfur	371	2	2	1.75
Stearic acid	372		3	1
Benzothiazyl disulfide	373		0.5	1
Tetramethyl thiuram-disulfide	374	1	1	1
Channel black	375		50	
Oil furnace black(HAF type)	378 ^B			50
Specific gravity(calculated)		0.97	1.12	1.13

^A 磨碎混合时用量: 2*处方

^B IRB 或者 Industry Reference Black 可能是更加合适的材料, 不过可能有些结果得不到。

表 A1.6 Testing Carbon Black 的简单介绍

材料	NBS 标准样品标号	1G
Natural rubber ^A		100.00
Stearic acid	372	3.00
Zinc oxide	370	5.00
Benzothiazyl disulfide	373	0.60
Sulfur	371	2.50
Carbon black		50.00 ^B
Specific gravity(calculated)		1.13

^B 对于所有 carbon blacks 除了 FT 和 MT, 对于那些 75 的, specific gravity 为 1.19