

硫化橡胶耐臭氧老化试验 动态拉伸试验法

Rubber, vulcanized—Resistance to ozone
ageing—Dynamic strain test method

GB/T 13642—92

本标准参照采用国际标准 ISO 1431/2—1982《硫化橡胶——耐臭氧龟裂——第2部分：动态应变试验》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了评定硫化橡胶在动态拉伸变形下耐臭氧老化性能的试验方法。

本标准适用了硫化橡胶在动态拉伸变形下，暴露于含一定浓度臭氧的空气和一定温度且无光线直接影响下的环境中进行的老化试验。

2 引用标准

GB 528 硫化橡胶拉伸性能的测定

GB/T 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

GB 7762 硫化橡胶耐臭氧老化试验 静态拉伸试验法

GB 9865 硫化橡胶样品和试样的制备

GB 11206 硫化橡胶老化表面龟裂试验方法

3 试验原理

将硫化橡胶试样在连续的动态拉伸变形下，或在间隔的动态拉伸与静态拉伸交替的变形下，暴露于密闭无光照的含有恒定臭氧浓度的空气和恒温的试验箱中，按预定时间对试样进行检测，从试样表面发生的龟裂或其他性能的变化程度，以评定橡胶的耐臭氧老化性能。

4 试验装置

4.1 试验箱

实验箱里面是密闭的无直接光照的（初间歇使用的照明灯外），可安置试样进行老化试验得空间，容积不小于 0.1m^3 ，能恒定控制试验温差 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。箱室的内壁、导管和安装试样的夹具等装置，应使用不易被臭氧腐蚀，或不易分解臭氧和影响臭氧浓度的材料制成。箱门可设一个透明窗口，用以观测箱内试样的表面变化。

4.2 臭氧发生器

可以采用下列任一种装置发生臭氧：

- a. 紫外光灯；
- b. 无声放电管。

当采用无汞放电管时,为了避免产生氮氧化合物,最好使用氧气。含臭氧的氧气或空气可用空气释以达到所要求的浓度。用以产生臭氧或稀释用的空气,应先通过活性炭净化,并使其不含有影响臭氧浓度或臭氧测定的污染物。

从发生器出来的含臭氧的空气须经过一个热交换器,将其调节到试验所规定的温度后才输入试验箱内。
注:测定臭氧浓度的经典方法,可参照 GB 7762 的附录 A。

4.3 动态拉伸装置

动态拉伸装置由固定部件和往复运动部件组成。应用不易被臭氧腐蚀或分解臭氧的材料制造。两部分均装有试样夹具,每个试样的一端夹紧在固定夹具上,另一端则夹紧在往复运动夹具上。行程应从上下两夹具之间试样拉伸变形为零的最小间距开始,直至达到规定的最大拉伸变形时的最大间距为止。

往复运动部件的运动应为直线运动,且在各对夹具的共同中心线的方向上进行。在整个运动过程中,上下两层夹具的对应平面,应保持相互平行。通过机械装置使每层夹具的平面绕同一中心轴作水平运速的旋转,其转速每分钟约两周。带动往复运动部件的偏心轮则由一规定拉伸频率的恒速电动机驱动。

夹具应能牢固夹紧试样,无打滑或撕裂现象,并且能将试样调整到规定的位置。每个试样的安装应使其四周同含臭氧的空气接触,而且试样的长度方向要跟气流方向基本一致。

5 试样

5.1 试样的制备应符合 GB 9865 的有关规定。

5.2 试样的形状规定应根据评价指标来选定。评价臭氧龟裂的试样采用矩形试样,评价拉伸性能变化率的试样采用哑铃形试样。

5.2.1 矩形试样的规格为:长度 $100 \pm 10\text{mm}$ (夹间的有效长度不小于 40mm) 宽度 $10 \pm 0.5\text{mm}$, 厚度 $2 \pm 0.2\text{mm}$ 。

若作判断试验时,建议采用宽度 $5 \pm 0.2\text{mm}$, 厚度 $2 \pm 0.2\text{mm}$, 或宽度 $10 \pm 0.5\text{mm}$, 厚度 $1 \pm 0.1\text{mm}$ 的矩形试样。

5.2.2 哑铃形试样的规格应符合 GB 528 的有关规定,最好采用 1 型试样。

5.3 试样的数量应根据观测的指标和周期数来预定。每一试验条件一般不少于 3 个试样。

5.4 试样表面应平整、光滑、干净,无明显的杂质和析出物,无机械损伤或其他缺陷。

不合要求的试样不能做试验,不同规格试样的试验结果不能作比较。

6 试验条件

6.1 臭氧浓度

试验的臭氧浓度一般为体积分数 $(50 \pm 5) \times 10^{-8}$ ($50 \pm 5\text{pphm}$)。如要求较低的臭氧浓度,建议采用体积分数为 $(25 \pm 5) \times 10^{-8}$ 。

对较耐老化的硫化橡胶进行试验时,建议采用较高的臭氧浓度,其体积分数为: $(100 \pm 10) \times 10^{-8}$, $(20 \pm 20) \times 10^{-8}$, $(500 \pm 50) \times 10^{-8}$, $(1000 \pm 100) \times 10^{-8}$, 允许偏差为 $\pm 10\%$ 。

6.2 温度

优先选用的试验温度应为 $40 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

根据使用环境或设备的控温条件,也可选用其它试验温度,如 $30 \pm 2^\circ\text{C}$ 或 $23 \pm 2^\circ\text{C}$, 但不应高于 60°C 。

6.3 相对湿度

初特殊要求的试验外,含臭氧空气的相对湿度一般不应超过 65% 。

6.4 气体流速

试验箱内含臭氧空气的流速，平均应不小于 8mm/s，最好在 12~16mm/s 之间。

注：可以根据试验箱内测定的气流速度除以与气流垂直的试验箱有效横截面积以计算平均流速。气流速度是单位时间内通过的含氧空气的体积。

6.5 最大伸长率

试样动态拉伸循环试验的最大伸长率，应根据硫化橡胶的实际使用状态来选取。通常按以下的最大伸长率范围选用其中一种或多种进行试验：5±1%，10±1%，15±2%，20±2%，25±2%，30±2%。

如仅用一种最大伸长率时，建议采用 10%。

6.6 动态拉伸频率

除非另有规定，试验的动态拉伸频率应为 0.5±0.025Hz。

6.7 试样的状态调整

6.7.1 试样在试验之前的环境调节，应按 GB/T 2941 的有关规定的试验温度下静置 15min，然后才输入臭氧进行试验。

6.7.2 试样在臭氧老化之前的恒温调节，应在试验箱中规定的试验温度下静置 15 min，然后才输入臭氧进行试验。

不同试验条件的试验结果不能作比较。

7 试验程序

7.1 概述

7.1.1 按试验要求调节好试验箱内的温度、臭氧浓度和空气的流速（或流量）。

7.1.2 在动态试验装置上，将每个试样按无应变状态夹紧，移动装置的往复运动部分，按所要求的最大伸长率调整好两夹具之间的最大行程，然后再将往复运动部分移到最小行程的位置，并检查试样回复到无应变的状态。

7.1.3 开动试验箱的控温装置，使箱中的试样在规定的试验温度下进行恒温调节（静置 15min）。然后开动臭氧发生器的鼓风装置，在箱中输入规定浓度的含氧空气与试样接触，启动动态拉伸和转动装置，使试样按规定的频率从零至最大伸长率之间循环拉伸并绕轴心旋转。同时开始计算暴露试验时间。

在试验期间，不允许由于试样永久变形产生的伸长率变化而调整夹具之间的行程。

7.1.4 按预定的试验时间，短暂地停下拉伸和转动的机器，检测试样表面和性能的变化。

观测试样表面龟裂时，应使试样固定在伸长位置，用同一适当光源将试样照亮。通过试验箱上的透明窗口进行观测。如窗口观测有困难，允许将试样从试验箱内短时间移出，在相同最大伸长率进行观测。用 4~7 倍的放大镜观测试样表面的龟裂变化，用 10~20 倍的读数显微镜观测和评价试样龟裂的等级。

进行检测时，不要触摸和或碰击试样。

采用不同的工具和方法观测的结果不能作比较。

注：臭氧具有毒性，试验时操作人员尽量少接触臭氧，试验室应设置良好的通风设施。

动态拉伸试验机基本上有两种方式，即连续的方式和间断的方式。可根据需要选用任一方式进行试验。

7.2 连续动态拉伸试验 —— A 式

本方式是使试样从伸长率为零至最大伸长率之间连续循环拉伸进行暴露试验。

本方式有两种暴露方法可供选用：

7.2.1 A-a 法

使试样以零至最大伸长率之间循环拉伸，连续暴露至规定时间后检测试样，记录表面有无裂纹和表面龟裂的等级，或检测其他性能的变化。

如无特别规定，建议试样拉伸的最大伸长率采用 10%，暴露时间定为 72h，如需采用其他较适宜的最大伸长率或暴露时间，应在试验报告中说明。

7.2.2 A-b 法

使试样伸长率从零至按 6.5 条中规定一种或多种最大伸长率之间循环拉伸，暴露至适当的间隔时间，如 2, 4, 8, 16, 24, 72, 96h 后检测试样。记录试样表面首先出现裂纹的总时间，或表面龟裂的等级。

也可以根据实际试验的情况和要求，适当缩短或延长暴露时间和检测周期，或根据需要检测其他性能的变化。

7.3 间断动态拉伸试验 —— B 式

本方式是先使试样从伸长率为零至规定的最大伸长率之间往复拉伸下暴露，经一定时间后将试样固定在最大伸长率处，然后在静态拉伸下于相同的含臭氧空气中继续暴露。动态拉伸与静态拉伸交替暴露的时间按试验者的要求周期地循环进行。

本方式有两种暴露方法可供选用：

7.3.1 B-a 法

使试样按预定周期经动态拉伸和静态拉伸交替暴露，至规定暴露时间的末了检测试样，记录表面有无裂痕，或表面龟裂的等级。也可以根据需要检测其他性能的变化。

7.3.2 B-b 法

试样拉伸的最大伸长率按 6.5 条中规定的选用一种或多种。按预定周期进行动态拉伸与静态拉伸交替暴露。选择适宜的间隔暴露时间检测试样变化，直至试样表面出现裂纹，或试样达到新要求的龟裂等级和性能变化指标时，结束暴露试验。

8 试验结果

试验结果可以用观测的数据或评价指标来表示，根据需要选用。

8.1 用出裂时间 (t_0) 来表示，即试样从试验开始至表面裂纹刚出现的总暴露时间。结果取中位数。

8.2 用断裂时间 (t_f) 来表示，即试样从试验开始至表面裂纹刚断裂的总暴露时间。结果取中位数。

8.3 用龟裂等级来表示，即观测试样在规定拉伸状态下表面裂口的宽度和裂纹的密度，以评定试样龟裂的等级。结果取中数为。

观测和评定试样龟裂等级的方法，参照 GB 11206 的有关规定进行。也可拍摄图片作比较。

8.4 用试样老化性能变化率（老化率 P）来表示，即测定试样老化前后性能（如拉伸性能）的变化，按 GB 7762 的有关公式计算出性能变化的百分率。结果取中位数。

9 试验报告

试验报告包括以下内容：

9.1 试样情况：

- a. 试样名称、编号及其来源；
- b. 试样的形状规格和数量。

9.2 试验方法：

- a. 引用本标准代号、名称；
- b. 使用臭氧老化仪的型号和发生臭氧的方法；
- c. 采用的动态拉伸方法（A式或B式）和暴露方法（a法或b法）。
- 9.3 试验条件：
- a. 臭氧浓度；
- b. 试验温度；
- c. 试样的最大伸长率；
- d. 动态拉伸频率；
- e. 气体流速或流量；
- f. 规定外的湿度及其他条件；
- 9.4 暴露时间的检测方法。
- 9.5 试验结果。
- 9.6 试验人员、日期及其他。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部北京橡胶工业研究设计院归口。

本标准由化学工业部合成材料老化研究所负责起草。

本标准主要起草人陈经盛。