

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0541.2—2011
代替 SN/T 0541.2—1996

进出口标准橡胶检验方法 第2部分：塑性值和塑性保持率的测定

Inspection of import and export standard rubber—
Part 2: Determination of plasticity and plasticity retention index

2011-09-09 发布

2012-04-01 实施



中华人民共和国 发布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

SN/T 0541《进出口标准橡胶检验方法》系列标准共分为 5 部分：

- 第 1 部分：取样与试样制备；
- 第 2 部分：塑性值和塑性保持率的测定；
- 第 3 部分：灰分含量的测定；
- 第 4 部分：挥发物含量的测定；
- 第 5 部分：氮含量的测定。

本部分为 SN/T 0541《进出口标准橡胶检验方法》系列标准的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 0541.2—1996《进出口标准橡胶检验方法 塑性初值和塑性保持率的测定》。

与 SN/T 0541.2—1996 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了混合实验室样品量，由原来的 400 g 改为 $250\text{ g} \pm 5\text{ g}$ （见 5.2, 1996 年版的 5.2）；
- 修改了试样量，由原来的 30 g 改为 $20\text{ g} \pm 2\text{ g}$ （见 5.3.1, 1996 年版的 5.3）；
- 修改了试样胶片的对折过辊次数，由原来的 3 次改为 2 次（见 5.3.1, 1996 年版的 5.3）；
- 修改了胶片老化烘箱温度，由原来 $140.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 改为 $140.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ （见 6.1, 1996 年版的 6.1.1）；
- 修改了烘箱回升温度，由原来的 6 min 内回升到 $140.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 改为在 2 min 内回升到 $139\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内（见 6.1, 1996 年版的 6.3.1）；
- 修改了平行板式塑性计对被测试样施加恒定压力，由原来的 98 N 改为 $100\text{ N} \pm 1\text{ N}$ （见 6.2.3, 1996 年版的 6.2）。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：李峻、吴晓红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 0541.2—1996。

进出口标准橡胶检验方法

第2部分:塑性值和塑性保持率的测定

1 范围

SN/T 0541 的本部分规定了标准橡胶塑性值(P_0)和塑性保持率(PRI)的测定方法。

本部分适用于进出口标准橡胶塑性值和塑性保持率的检验,也适用于其他天然生胶品种的测试。

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 6038 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程序

SN/T 0541.1 进出口标准橡胶检验方法 第1部分:取样与试样制备

3 方法原理

根据橡胶塑性的科学定义,对规定厚度的橡胶试样胶片垂直施加恒定压力使其压缩变形,测量压力解除后橡胶试样仍能保持的变形厚度,并与原厚度相比较,通过计算得到的百分比值,定义为该橡胶试样的塑性值。

根据橡胶在自然环境中受热、氧化等因素影响发生老化和物理性能下降的现象,将同一橡胶试样分成两份,其中一份进行烘箱热空气加速老化试验,使其物理性能显著下降。老化结束后,在同一时间,同一条件下,同时测定老化试样和未老化试样的塑性值。将试样老化塑性值和原有塑性值相比较,通过计算得到的百分比值定义为该橡胶试样的塑性保持率(PRI),并将其作为抗热氧化指数,评价橡胶的抗热氧化性能。

4 仪器设备和材料

4.1 实验室开放式炼胶机

应符合 GB/T 6038 的规定,并具备如下特性:

辊筒直径:	150 mm~250 mm
后(快)辊筒线速度:	1.46 m/min \pm 0.50 m/min
辊筒速比:	1:1.4
辊筒温度:	室温,下水冷却
挡板间辊筒长度:	265 mm \pm 15 mm

4.2 厚度计

具有分度单位为 0.01 mm 的刻度盘,装有直径约 10 mm 的平面触头,操作压力为 20 kPa \pm 3 kPa。

4.3 冲切器

由平底圆形砧和管状同轴刀组成,能通过手柄调节传动装置,将供试验用的胶片压至约 3 mm 的厚度,并冲切出直径约 13 mm 的圆片。

4.4 轻质铝碟和托盘

具低热容量,铝箔厚度 0.2 mm,总质量不超过 35 g,总体积不超过烘箱炉室体积的 5%。

4.5 循环热空气老化烘箱

在 140 °C 下满足以下要求:

——在老化的 30 min 周期内,试样及其附近空间的温度控制精度在 ± 0.2 °C 以内。

注:温控精度的放宽可能有损试验的精密度。如使用 ± 0.5 °C 的温控精度的烘箱,应在试验报告中说明。

——试样通过轻质铝碟和托盘放入烘箱后,烘箱温度应能在 2 min 内回升到 139 °C 以上。

——烘箱内热空气应保持新鲜、清洁状态,流量每小时 10 倍于烘箱炉室容积。

4.6 平行板式塑性计

应配备以下组成部分:

——两个相平行的压头和底盘,圆形工作面平整、光滑,压头和底盘均有加热装置,底盘带有环形加热夹套,确保试样和周围环境处于规定的试验温度范围内。压头为直径 $10.00\text{ mm} \pm 0.02\text{ mm}$ 标准压头。

——两个相平行压头和底盘能把试样压缩到厚度为 $1.00\text{ mm} \pm 0.01\text{ mm}$ 。无论压头和底盘之间有无试样,压头或底盘移动应在 2 s 内完成。为此,可方便地借助调节弹簧提供至少 300 N 的压力。

——垂直于压头表面施加 $100\text{ N} \pm 1\text{ N}$ 的恒定试验压力的装置,用于压缩试验胶片。

——测量处于压头和底盘之间试片厚度的装置,精确到 0.005 mm。

——自动计时装置,试验按秒计时,精度 0.2 s。

4.7 薄纸

漂白、无光、无酸,并具有一定韧性,作为橡胶试验隔离介质用,规格 17 g/m^2 , $35\text{ mm} \times 35\text{ mm}$,夹住一个试片的两张薄纸必须由同一张薄纸裁得。

警告:使用本标准人员应熟悉实验室操作规程。本标准使用的仪器设备存在加热、辊压等涉及人身安全健康操作,使用者有责任制定相应的安全和卫生制度,确保符合有关技术法规。

5 取样和试样制备

5.1 取样

按 SN/T 0541.1 的规定取样。

5.2 样品均质化

按 SN/T 0541.1 的规定,对实验室样品均质化。根据各项测试项目的需要,从取得的每一个实验室样品胶块上割取适量胶样,使总量约为 $250\text{ g} \pm 5\text{ g}$ 将胶样放入炼胶机(见 4.1)辊筒上辊压,辊距调节为 $1.65\text{ mm} \pm 0.05\text{ mm}$,辊筒用水冷却。将第一次过辊后获得的胶片打成卷垂直放入辊筒间,进行第

二次辊压,如此进行6次,最后出片为均质化混合实验室样品胶片。

5.3 试样制备

5.3.1 从已均质化的实验室样品胶片上剪取一块约 $20\text{ g} \pm 2\text{ g}$ 的胶样供塑性值测试项目试样制备之用。将该胶样折叠后垂直放入辊筒中辊压,如此辊压2次,调节辊距使最终胶片厚度约为 1.7 mm ,胶片应无孔洞,表面平整均匀。立即将胶片折叠,并将其压紧,不要产生气泡。

5.3.2 用冲切器(4.3)从对折的胶片上切取试样圆形胶片(以下称试片)。用厚度计(4.2)测量试片厚度,共切取6个,厚度应为 $3.4\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ 。6个试片排列如图1所示。

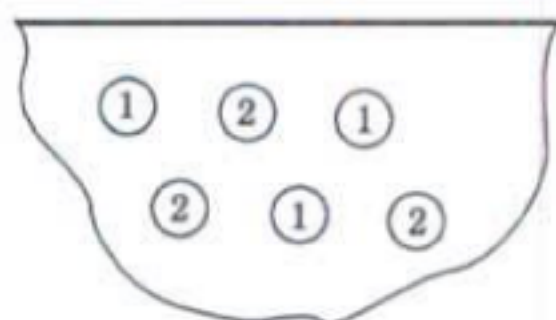


图1 冲切出的试片排列

按图1将试片分成1、2两组。一组作为原样直接测定塑性值,另一组用于热氧老化试验,测定老化后的塑性值。将两组试片分别放入铝盘中。

6 测定步骤

6.1 试片老化

将5.3.2中切取的两组试片,取一组放入已在烘箱内 $140.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 预热并稳定5 min以上的铝盘上,将其立即推入,并开始计时。烘箱内试片总量不得过载,一系列操作必须迅速,确保烘箱温度在2 min内回升到 $139\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内。

注:试样过载会引起温度回升时间变长,影响试验数据的准确性。

试片热氧老化进行 $30.00\text{ min} \pm 0.25\text{ min}$ 后,立即取出试样铝盘,在室温下冷却至少0.5 h,但不能超过2 h。

6.2 塑性值的测定

6.2.1 塑性值的测定应在试片老化结束后0.5 h~2 h之间进行。老化试片和未老化试片塑性值的测定必须在同一试验条件下,同一时间内进行。

6.2.2 平行板式塑性计(4.6)应先开机加热使压头和底盘温度升至 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,并至少稳定10 min。

6.2.3 将两组所有被测试片,逐一用两张薄纸(4.7)夹住放在平行板式塑性计底盘居中位置,推动手柄至试验位置,压头借助可调节弹簧力量立即对试片施加压力使其在2 s内由原 $3.4\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ 厚度迅速压缩到固定的 $1.00\text{ mm} \pm 0.01\text{ mm}$ 厚度。塑性计自动计时装置立即开始计时,连续自动完成如下操作步骤:

- 在开始的 15^{+1}_0 s 的预热阶段内,夹在压头底盘之间的试片被其达到 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度加热,并迅速达到热平衡;
- 预热阶段结束后,自动计时装置立即启动恒定压力加压装置,通过压头对试片垂直施加 $100\text{ N} \pm 1\text{ N}$ 恒定压力;施压持续时间 $15.0\text{ s} \pm 0.2\text{ s}$,在此期间,试片被压缩变形,厚度减薄;
- 施压时间一结束,自动计时装置立即启动自动测厚装置,测量恒定压力解除后试片能够保持的形变厚度,精确到 0.005 mm 。

该试片最终厚度测量结束后,立即更换试片,重复上述操作步骤,完成所有试片的测定。

7 结果计算

7.1 塑性值的计算

按式(1)计算试片的塑性值,以百分比值表示:

$$P_i = \frac{T_{ai}}{T_{bi}} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- P_i ——试片*i*的塑性值;
- T_{ai} ——试片*i*在恒定压力解除后仍能保持的形变厚度,单位为毫米(mm);
- T_{bi} ——试片*i*在恒定压力施加前的原有厚度,单位为毫米(mm)。

当 $T_{bi}=1.00\text{ mm}\pm0.01\text{ mm}$ 时,式(1)简化为:

$$P_i = T_{ai} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

计算结果保留三位有效数字。

注:塑性值是形变厚度与形变前原有厚度相比较的百分比值,不能因计算公式的简化而改变塑性值的含义。

7.2 塑性保持率的计算

- 7.2.1 比较三个未老化试片塑性值的大小,其最大值与最小值的差不得超过 2,若超过,需重新测定。取其中间值作为未老化试样塑性值。
- 7.2.2 比较三个老化试片塑性值的大小,取其中间值作为老化试样塑性值。
- 7.2.3 按式(3)计算被测试样的塑性保持率,以百分比值表示:

$$PRI = \frac{P_{老化}}{P_{未老化}} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- PRI ——试样塑性保持率;
- $P_{老化}(P_{30})$ ——老化试样的塑性值;
- $P_{未老化}(P_0)$ ——未老化试样即原试样的塑性值。

计算结果精确到整数。

8 精密度

组织了 6 个实验室($p=6$)对三种标准橡胶样品进行协同试验($q=3$),分发给每个实验室的样品均经过均质化处理,可直接用于测试。所以得到的精密度属于 I 型精密度。每个实验室对每一水平的测试样品均在以天数计的短周期内进行两次独立的双样平行测试,得到 4 个测试数据($n=4$)。所得精密度见表 1。

表 1 标准橡胶塑性保持率(PRI)测定 I 型精密度表

水平	样品	平均水平值	实验室内重复性		实验室间再现性	
			s_r	r	s_R	R
1	STR 20	49.8	1.4	3.8	1.5	4.0
2	SIR 20	55.9	1.5	4.0	1.5	4.0
3	SVR 3L	88.2	1.4	3.9	1.5	4.2

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口标准橡胶检验方法
第 2 部分:塑性值和塑性保持率的测定
SN/T 0541.2—2011

*

中国标准出版社出版
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

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2012 年 2 月第一版 2012 年 2 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-22870 定价 16.00 元



SN/T 0541.2-2011