移 段 科 技 标准・测试 2021 年第 19 卷

硫化橡胶低温脆性单试样测定方法的研究

孙阿超1,王 波1,孙艳妮1,李祥婷2,和 燕3

(1. 青岛市产品质量检验研究院,山东 青岛 266101; 2. 青岛黑猫炭黑科技有限责任公司,山东 青岛 266042; 3. 北京橡胶工业研究设计院有限公司,北京 100143)

摘要:研究硫化橡胶低温脆性的测定方法。试样裁切方向会影响硫化胶脆性温度的测定结果。建议在GB/T 1682—2014修订时应该考虑试样裁切方向和试样冷冻期间搅拌的影响。明确了在给定脆性温度限值时的试验结果判定方法,对橡胶制品的低温脆性检测具有一定的指导意义。

关键词:硫化胶;脆性温度;裁切方向;搅拌;单试样法;多试样法;国家标准

中图分类号:TQ336

文章编号:2095-5448(2021)09-0460-03

文献标志码:A **DOI**:10.12137/j.issn.2095-5448.2021.09.0460

USID开放科字标识码 (扫码与作者交流)

硫化橡胶在低温下松弛过程急剧减慢,硬度、模量和分子内摩擦增大,弹性显著降低,致使橡胶制品的使用性能降低,在动态条件下尤其突出[1-3]。 因此,橡胶制品在低温下受外力作用后的工作状态已成为关注的重点。

近年来,国家级及省、市、区级的各种抽查检验任务几乎都会涉及到橡胶密封圈。绝大多数被抽查的橡胶密封圈是普通液压系统用O形和旋转轴唇形密封圈。其脆性温度是一项极为重要的性能指标。本工作针对GB/T 1682—2014《硫化橡胶低温脆性的测定单试样法》,分析了低温脆性测试中单试样法与多试样法的区别,指出GB/T 1682—2014中没有明确说明而具体试验过程中可能出现的脆性温度测定结果的影响因素,并结合实际情况对测试结果的判定进行了详细的解读。

1 试验方法对比

根据GB/T 1682—2014,目前常用的硫化橡胶脆性温度测定方法有单试样法和多试样法。 二者的一个明显区别在于试样的数量不同,单试样法测定硫化橡胶脆性温度时,每次在夹持器上

作者简介:孙阿超(1987—),女,山东青岛人,青岛市产品质量检验研究院工程师,硕士,主要从事橡胶及轮胎制品的检验检测工作。

E-mail: 15092278512@126. com

夹持1个试样,多试样法每次夹持5个试样。同时,单试样法试样受冲击部位到试样夹持器下端的距离为(11.0±0.5) mm,而多试样法试样在冲击时冲击头和试样夹持器之间的距离为(8±0.3) mm。单试样法中冲击装置使用了冲击弹簧,冲击头到试样的距离为(25±1) mm;多试样法中冲击头沿着垂直于试样上表面的轨道运动,以(2.0±0.2) m • s ¹ 的速度冲击试样。相关研究 [4] 表明,采用单试样法测得的硫化胶脆性温度比多试样法测得的硫化胶脆性温度以2~4 $^{\circ}$ 。

2 试验影响因素

2.1 试样裁切方向对脆性温度测定结果的影响

相关研究^[5]表明,硫化胶的脆性温度测定结果在很大程度上受试验方法和试验装置影响,为了准确测定硫化胶的脆性温度,所有涉及的试验变量都要明确规定。GB/T 1682—2014中规定了试样的尺寸规格和表面要求,但是对试样的裁切方向并未做出具体规定和说明,而已有研究^[6]发现氟醚橡胶的脆性温度与试样的裁切方向有关。

针对该问题,本工作进行了试样裁切方向相 关试验研究。过程如下:从所抽查的密封圈样品 中随机选取3个规格,其所对应的硫化试样脆性温 度均不高于-25 ℃,将硫化试样按垂直压延方向 和平行压延方向裁样,再按照GB/T 1682—2014中程序A来测定试样的脆性温度,每个规格每个方向的试样均准备若干,每个温度点测试2个试样,测试结果如表1所示(垂直压延方向用V表示,平行压延方向用P表示)。

表1 3个规格试样在不同温度下的破坏情况

试样规格及	温度/℃							
裁切方向	-25	-35	-40	-45	-50	-55	-60	-65
YII7445								
V	\checkmark	\checkmark	×	×	×	×	×	×
P	\checkmark	\checkmark	×	×	×	×	×	×
XD7433								
V	\checkmark	\checkmark	\checkmark	\checkmark	\checkmark	×	×	×
P	\checkmark	\checkmark	×	×	×	×	×	×
XA7441								
V	\checkmark	\checkmark	\checkmark	\checkmark	\checkmark	\checkmark	√	\checkmark
P	√	√	√	√	√	√	√	√

注:至少有1个试样破坏用×表示,2个试样均不破坏用√表示。

从表1可以看出:虽然3个规格密封圈产品质量判定标准中对脆性温度的要求一样,但是对于不同规格的硫化试样,其实际脆性温度测定结果有明显的差别;规格XA7441对应的硫化胶耐低温性能最好;试样裁切方向对规格XD7433对应的硫化胶脆性温度测定结果影响较大;规格YII7445对应的硫化胶的脆性温度在一40~一35℃之间。

根据表1结果选取不同温度段进行进一步试验,结果如表2所示。

从表2可以看出: 规格YII7445对应的硫化试 样沿垂直压延方向裁样测得的脆性温度为-38

表2 不同裁切方向对试样脆性温度测定结果的影响

温度/℃ -	YII74	45规格	XD7433规格		
	V	P	V	P	
-35	√	√		√	
-36	\checkmark	×		\checkmark	
-37	\checkmark	×		\checkmark	
-38	×	×		×	
-39	×	×		×	
-40	×	×		×	
-50			\checkmark		
-51			\checkmark		
-52			\checkmark		
-53			×		
-54			×		
			×		

注:同表1。

℃,沿平行压延方向裁样测得的脆性温度为-36 ℃;规格XD7433对应的硫化试样沿垂直压延方向裁样测得的脆性温度为-53 ℂ,沿平行压延方向裁样测得的脆性温度为-38 ℂ。

综合表1和2发现:同一硫化试样,选取垂直压延方向和平行压延方向裁样,最终对脆性温度的判定有影响;对于不同规格的试样,沿两个方向裁样测得的脆性温度也是不同的,差异大小因材料而异。

因此建议在标准修订时,应该对试样的裁切 方向做出规定。

2.2 搅拌对脆性温度测定结果的影响

GB/T 1682—2014中要求:在调节温度过程中加入制冷剂后应缓慢搅拌;在试样冷冻期间,冷冻介质温度波动不应超过±1℃,却没指明在试样冷冻期间是否应该继续搅拌。有研究^[7]表明,试样冷冻期间搅拌对脆性温度测定结果的影响很大,指出在用单试样法测定硫化胶脆性温度时,试样冷冻期间不应启动搅拌器。因此,本工作建议标准修订时应该将搅拌的影响纳入考虑范围。

3 试验结果判定

通常在抽查样品的检验过程中不要求给出具体的脆性温度值,只需要判定脆性温度的限值。

GB/T 1682—2014中的程序B规定:如果1组试样中没有任何1个试样发生破坏,则试验结果为无破坏;如果1组试样中有2个或2个以上试样发生破坏,则试验结果为破坏;如果1组试样中只有1个试样发生破坏,则需再次取3个新试样测试,3个试样均未发生破坏则试验结果为无破坏,否则试验结果为破坏。

解读如下:在设定的脆性温度限值下,试样经冲击后(每个试样只允许冲击1次),如果试样未出现破坏,则再取一个新试样继续试验,2个试样均未出现破坏时,则可以判定脆性温度不高于所设定的温度;如果试样出现破坏,需要继续试验,应按照GB/T 1682—2014中程序A进行测试,并确定试样的脆性温度值。

4 结语

试样的裁切方向会影响脆性温度测试结果。

移 段 科 技 标准・测试 2021 年第 19 卷

在标准修订时应该考虑试样裁切方向及试样冷冻 期间搅拌的影响。明确了在给定脆性温度限值时 的试验结果判定方法,对橡胶制品的低温脆性检 测具有一定的指导意义。

参考文献:

- [1] 周烜平,朱潇,张鑫宇,等. 橡胶及其制品老化的研究进展[J]. 橡胶工业,2020,67(4):316-319.
- [2] 刘伟,魏小琴,刘俊,等.橡胶及制品自然贮存老化行为研究进展[J]. 装备环境工程,2020,17(5):122-126.

- [3] 张殿荣,辛振祥. 现代橡胶配方设计[M]. 北京:化学工业出版社, 2000.
- [4] 陈平,刘国钧,周志诚,等.胶料不同低温性能测试方法结果比较[J]. 特种橡胶制品,2008,29(5):46-48.
- [5] 陈四平. 关于脆性温度试验问题分析报告[J]. 天津橡胶,1990(3): 34-36.
- [6] 程丽君,钱黄海,王珍,等. 影响氟醚橡胶脆性温度的试验因素[J]. 理化检验(物理分册),2013(3):152-153.
- [7] 吉连忠,赵博丹. 搅拌对胶料脆性温度测定结果的影响[J]. 橡胶工业,2011,58(3):184-185.

收稿日期:2021-03-28

Study on Single Test Piece Method of Low Temperature Brittleness of Vulcanizates

SUN Achao¹, WANG Bo¹, SUN Yanni¹, LI Xiangting², HE Yan³

(1. Qingdao Product Quality Testing Research Institute, Qingdao 266101, China; 2. Qingdao Blackcat Carbonblack Science & Technology Co., Ltd, Qingdao 266042, China; 3. Beijing Research and Design Institute of Rubber Industry Co., Ltd, Beijing 100143, China)

Abstract: The determination method of the low temperature brittleness of vulcanizates was studied. The cutting direction of the sample would affect the measurement results of the brittleness temperature of the vulcanizate. It was suggested that the influence of cutting direction of sample and stirring during freezing should be considered in the revision of the national standard GB/T 1682—2014. The method of judging the test results at the given limit of brittleness temperature was defined, which was of certain significance for the low temperature brittleness detection of rubber products.

Key words: vulcanizate; brittleness temperature; cutting direction; stir; single test piece method; multiple test piece method; national standard

贵州轮胎投资23亿元实施轮胎智能制造项目

日前,贵州轮胎股份有限公司(简称贵州轮胎)发布公告,公司将投资23亿元实施年产300万套高性能全钢子午线轮胎智能制造项目,将通过智能生产设备、智能检测设备和智能物流设备建设,利用大数据、5G连接和工业制造的深度融合,打造基于工业物联网的智能生产线。项目建设地址位于贵州省贵阳市修文县扎佐工业园,建设期预计为3年。

本项目将采用先进适用的技术、工艺和设备,进一步推进公司产品结构调整,改善管理,减少或避免污染物的产生;新增设备方面,以高效、节能、适用为原则,选择工艺稳定性高、操作安全性好的机器设备,以提高生产效率;在生产技术路线及工艺方面,选用无污染或少污染的清洁工艺;在排放

处理方面,保证全流程最大程度的绿色低碳可持续,通过低温等离子法、光氧催化法、生物法等多项技术手段进行治理;项目产出为新一代高性能全钢子午线轮胎,滚动阻力比一般子午线轮胎降低20%~30%,节油6%~8%,行驶里程提高35%,对节能降耗具有重要意义。

贵州轮胎表示,本项目符合国家产业政策导向和行业发展趋势方向,有利于提升公司产能,优化产品结构,提高盈利能力,增强公司核心竞争能力,巩固和提高公司在商用轮胎领域的市场地位和市场影响力,符合公司整体战略发展方向,公司将通过项目实施,进一步深入贯彻绿色发展的循环经济理念,发挥公司优势,为实现碳中和的战略目标贡献力量。

(本刊编辑部)