

聚丙烯和丙烯共聚物在空气中
热氧化稳定性的测定 烘箱法

SH/T 1542—93

本标准参照采用国际标准 ISO 4577—1983(88)《塑料——聚丙烯和丙烯共聚物——在空气中热氧化稳定性的测定——烘箱法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了聚丙烯和丙烯共聚物(简称丙烯类塑料)模塑试样在强制通风烘箱中进行热氧化稳定性(简称热氧稳定性)测定的试验方法。

本标准适用于评定丙烯类塑料的热氧稳定性。

本标准也适用于推算丙烯类塑料的热氧老化寿命。

本方法测定的热氧稳定性与材料在不同条件下的适用性无直接关系。

2 引用标准

GB/T 1841 聚烯烃树脂溶液粘度试验方法

GB 2918 塑料试样状态调节和试验的标准环境

GB/T 3682 热塑性塑料熔体流动速率试验方法

GB 7141 塑料热空气暴露试验方法

GB/T 7142 塑料长期受热作用后的时间-温度极限的测定

GB/T 9352 热塑性塑料压塑试样的制备

GB 12670 聚丙烯树脂

3 原理

通过用强制通风烘箱在空气存在下使试样加速老化,目测试样外观变化,确定材料破坏时间。

在本试验方法所规定的严格条件下,试样发生降解的速率取决于被测丙烯类塑料的热氧稳定性。

本标准是将试样直接暴露于规定条件下的空气流中,以试样的任一部分开始出现局部变色、裂纹及破碎等降解现象所经历的时间(小时或天)作为材料的破坏时间。

若要求估计丙烯类塑料的热氧老化寿命-温度关系,试验可在几个温度下进行,并通过用破坏时间的对数对温度(K)倒数作图和通过阿累尼乌斯关系解释数据,即按 GB 7142 规定进行推算。为此目的,建议在 100~150℃ 温度范围内以每相隔 10℃ 的温度进行试验。

4 试验装置

试验装置应符合 GB 7141 规定,并按此规定进行调节。

4.1 空气热老化试验箱(简称试验箱或烘箱)

试验箱为强制通风型,应满足如下要求:

a. 工作温度:室温 20~200℃。

b. 温度波动度:±1℃,应具备有超温保护及报警装置。

- c. 温度均匀性:温度分布的偏差应不大于 $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 。
- d. 平均风速:0.5~1.0m/s。
- e. 换气量:不小于6次/h。
- f. 升温时间:从室温升至最高工作温度的时间不应超过120min。

4.2 试样架

如下三种型式试样架均可使用。

- a. 网板固定式。
- b. 单轴旋转式,转速为10~12r/min。
- c. 双轴旋转式,水平轴与垂直轴的转速为1~3r/min。

双轴转动可增加所有试样同等条件暴露的可能性,对于要求试验准确度较高的试样或有争议时,采用双轴旋转架进行试验。

4.3 温度指示计

温度指示计可用量程0~200 $^{\circ}\text{C}$,分度不大于1 $^{\circ}\text{C}$ 的水银温度计或其他测温装置。温度指示计应在试验温度下进行校正。

5 试样

5.1 试样制备

按GB 9352和GB 12670规定,由粒料或其他均一模塑料制备模塑片材,再从此片材上切取试样。

模塑温度:210 $\pm 5^{\circ}\text{C}$,根据需要亦可采用200 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

模塑时间:预热5~10min,全压2~5min。

冷却速率:60 $\pm 30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

经有关双方商定,也可采用注塑试样或从丙烯类塑料制品上切取试样。

5.2 试样形状和尺寸

试样长为50mm、宽为10mm、厚为1.0 $\pm 0.05\text{mm}$ 。

试样的厚度必须均匀一致,冲切刀应锋利无缺口,并保证试样清洁无污损。必要时应修整边缘,以除去冲切时引起的缺陷。

经有关双方商定,也可采用其他形状和尺寸的试样。为了缩短试验时间,可采用厚度小于1mm的薄型试样。但不同尺寸规格,尤其是不同厚度试样的试验结果不能相比较。

5.3 试样数量

每次试验不少于5个试样。

6 试验条件

6.1 状态调节

试样一般不需要进行状态调节,必要时按GB 2918规定的标准环境至少调节24h以上。

6.2 试验温度

推荐试验温度为150 $^{\circ}\text{C}$,在试验过程中试验箱工作空间内的温度波动度应不大于 $\pm 1^{\circ}\text{C}$,温度分布偏差应不大于 $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 。

一般只在150 $^{\circ}\text{C}$ 下进行试验。如果在150 $^{\circ}\text{C}$ 下平均破坏时间少于七天,根据需要可在140 $^{\circ}\text{C}$ 或更低的相隔10 $^{\circ}\text{C}$ 的温度下,重复试验直至破坏时间达到七天以上为止,但应在报告中说明。

7 试验步骤

7.1 安置试样

用衬有氟塑料薄膜或其他惰性材料的金属夹或木夹,将5个试样垂直悬挂在试样架上。由于试样上

任何污损及某些金属(尤其是铜)均会导致丙烯类塑料的加速氧化降解,所以务必注意小心处理试样,避免试样污损及与金属部件直接接触。

将挂好试样的试样架安置在试验箱内,使各试样之间至少相距 20mm,与箱壁相距至少 50mm。安置完毕后,即可启动试验箱。

7.2 观察试样

每天至少观察一次试样的破坏情况,直至最后一个试样破坏为止。观察时,应停止试样架转动。从试验箱中取样速度要快,应尽量减少箱内温度的变化。必要时,应扣除因取样等原因引起温度下降幅度较大的时间,以减少试验误差。

注:在通过目测确定多种试样破坏时间有争议时,丙烯类塑料的热氧稳定性,亦可测量经某一规定老化时间后的试样的熔体流动速率(见 GB/T 3682)或粘度(见 GB/T 1841)的相对变化率来进行比较。

8 结果表示

报告破坏时间,即以按小时或天数计的 5 个试样开始出现约 1mm^2 大小的变色、裂纹及破碎所经历的平均破坏时间来表示丙烯类塑料的热氧化稳定性。

本评定对离夹具 5mm 以内的区域不作考核,并应排除因试样污损等原因造成的异常情况。

9 试验报告

试验报告应包括如下内容:

- a. 注明参照本标准;
- b. 试样名称、牌号、尺寸规格、数量及制备方法和工艺条件;
- c. 试验箱型号及试样架型式;
- d. 5 个试样在 150°C 下的平均破坏时间及破坏时间范围,以小时或天数表示;
- e. 试样在其他温度下的破坏时间及破坏时间范围(必要时列出);
- f. 推算热氧老化寿命结果按 GB/T 7142 规定表示;
- g. 试样的状态调节情况及与本标准有区别的任一试验条件;
- h. 试验人员、时间及其他。

附加说明:

本标准由全国塑料标准化技术委员会石化塑料树脂产品分技术委员会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会老化试验方法分技术委员会归口。

本标准由化学工业部合成材料老化研究所、北京燕山石油化工公司树脂应用研究所负责起草。

本标准主要起草人谢绍国、李晓卫、郑惠琴、杨春梅。