
**Каучук вулканизированный или
термопластичный. Определение
характеристик старения путем
измерения релаксации напряжений при
растяжении**

*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of ageing
characteristics by measurement of stress relaxation in tension*

iTeh STA
(standards.iteh.ai)

ISO 6914:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 6914:2013(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6914:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2013

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO или IDF, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
Введение	v
1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Аппаратура	2
4 Образцы для испытания	2
4.1 Размеры.....	2
4.2 Количество.....	3
5 Хранение и кондиционирование	3
6 Условия испытания.....	3
6.1 Продолжительность испытания	3
6.2 Температура выдержки.....	3
7 Методика.....	4
7.1 Метод А.....	4
7.2 Метод В.....	5
7.3 Метод С.....	5
8 Выражение результатов.....	6
9 Протокол испытания.....	7
Приложение А (нормативное) Калибровка.....	9
Библиография.....	11

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) всемирная федерация национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно ведется через технические комитеты ISO. Каждый комитет-член ISO, проявляющий интерес к тематике, по которой учрежден технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC Directives, Part 1. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Директив ISO/IEC Directives, Part 2 (см. www.iso.org/directives).

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлений о патентном праве (см. www.iso.org/patents).

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

ISO 6914:2013

Для пояснения значений конкретных терминов и выражений ISO, относящихся к оценке соответствия, а также информация о соблюдении Международной организацией ISO принципов ВТО по техническим барьерам в торговле (ТБТ), см. следующий унифицированный локатор ресурса (URL): Foreword - Supplementary information

Технический комитет, несущий ответственность за данный документ, ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитет SC 2, *Испытания и анализ*.

Настоящее четвертое издание отменяет и заменяет третье издание (ISO 6914:2008), которое приведено в соответствие с международным стандартом ISO 23529 и дополнено сведениями относительно размеров, испытательного оборудования и методов испытания.

Введение

Напряжение в образце для испытания каучука при заданном удлинении меняется со временем в результате объединения одновременно протекающих физических и химических процессов. Химические процессы доминируют в случае тонких образцов для испытания, которые подвергаются воздействию атмосферы, содержащей кислород при повышенной температуре в течение относительно продолжительных периодов времени. Таким образом, характеристики старения каучука могут быть определены путем измерения изменения напряжения в тонких образцах для испытания, деформированных при растяжении, после периодов выдержки при таких условиях.

Существует два варианта этой техники. Измерения напряжения могут проводиться либо

- a) в условиях непрерывной деформации, либо
- b) в условиях периодической деформации.

В случае a), условия непрерывной деформации, образец для испытания выдерживается при растяжении на всем протяжении периода старения в термостате. В случае b), условия периодической деформации, образец для испытания подвергается старению в термостате в ненапряженном состоянии, но через периодические интервалы он растягивается до заданной длины в течение короткого промежутка времени для того, чтобы определить напряжение. Следовательно, этот последний метод является мерой изменения модуля как функции времени.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Термины “непрерывная релаксация напряжений” и “периодическая релаксация напряжений” обычно используются для описания двух основных вариантов этой техники. Употребление последнего термина, “периодическая релаксация напряжений”, является неправильным, поскольку не происходит достоверной релаксации напряжений и, на самом деле, измеренное напряжение может возрастать со временем. По этой причине в этом международном стандарте избегают употребления этого термина, хотя он довольно широко используется в литературе.

Во второй модификации испытания в условиях периодической деформации образец для испытания периодически удаляют из атмосферы для испытания на ускоренное старение и измеряют напряжение в нормальных лабораторных условиях. Преимущество этого метода заключается в том, что он не требует применения специальной аппаратуры, поскольку для измерения напряжения может использоваться обычная разрывная машина.

Измерения, сделанные в соответствии с методами, описанными в настоящем международном стандарте, предоставляют информацию относительно структурных изменений, происходящих в каучуке во время старения.

В условиях непрерывной деформации, если процессы физической релаксации не являются доминирующими, спад напряжения является критерием реакций деструкции в структурной сетке каучука. Считают, что любые новые структурные сетки, образованные в результате реакций поперечного сшивания, находятся при испытываемой деформации в равновесии с основной сеткой и, следовательно, не налагают каких-либо новых напряжений.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Даже в условиях, способствующих химическим процессам, может возникать некоторая физическая релаксация. Степень развития этой релаксации также зависит от вязкоупругих свойств каучука и условий испытания и, поэтому, следует соблюдать осторожность при интерпретации результатов. Физическая релаксация возрастает в присутствии наполнителей и будет заметнее через короткие промежутки времени и при более низких температурах. Считается, что она часто пропорциональна логарифмическому времени и менее чувствительна к температуре, чем химическая релаксация.

В условиях периодической деформации спад напряжения является критерием суммарного воздействия реакций деструкции и поперечного сшивания.

ISO 6914:2013(R)

Достоверность методов, описанных в настоящем международном стандарте, зависит от однородности деструкции в каучуке. По этой причине толщина используемых образцов для испытания равняется 1,0 мм, чтобы свести к минимуму влияние диффузии кислорода при старении.

Изменение в напряжении может представлять непосредственный интерес, но относительная стойкость каучуков к старению будет зависеть от измеряемых или требуемых в ходе применения свойств. Настоящий международный стандарт, поэтому, следует рассматривать в качестве дополнительного к международному стандарту ISO 188.

Кроме того, следует делать различие между этим испытанием и испытаниями на релаксацию напряжений при сжатии, как указано в международном стандарте ISO 3384-1, которые предназначены, главным образом, для проведения испытаний каучука в ходе применения, например, в виде уплотнений, где стойкость к релаксации напряжений является функциональным свойством.

Срок службы материала, если это подлежит исследованию, может быть определен с использованием методик, описанных в ISO 11346.

Самый важный фактор для достижения хорошей повторяемости и воспроизводимости при выполнении этих испытаний – поддержание постоянной температуры и удлинения во время всех измерений.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6914:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013>

Каучук вулканизированный или термопластичный. Определение характеристик старения путем измерения релаксации напряжений при растяжении

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Персонал, использующий этот международный стандарт, должен быть ознакомлен с обычной лабораторной практикой. В данном международном стандарте не ставится цель решить все проблемы безопасности, связанные с его применением. Пользователь сам несет ответственность за установление соответствующих мер по технике безопасности и охране здоровья, а также обеспечение соответствия любым национальным регламентирующим условиям.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Некоторые процедуры, установленные в этом международном стандарте, могут включать использование или образование веществ либо образование отходов, которые могут оказывать вредное воздействие на окружающую среду. Следует делать ссылки на соответствующие документы по безопасному обращению и удалению после использования.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает три метода измерения изменения напряжений в образце для испытания при заданном удлинении для определения характеристик старения каучука.

— Метод А предназначен для измерения в условиях непрерывной деформации.

— Метод В предназначен для измерения в условиях периодической деформации.

В случае обоих методов А и В для записи напряжения при температуре старения используют релаксометр напряжений.

— Метод С является вариантом метода В для измерения в условиях периодической деформации, при котором образец для испытания удаляют из среды для старения, чтобы измерить напряжение при стандартной лабораторной температуре.

Необходимый график калибровки для этого типа измерения приводится в Приложении А.

Измерения при одной повышенной температуре старения могут использоваться для контроля качества как критерия стойкости к тепловому старению. Измерения при нескольких температурах старения могут использоваться в целях изучения и усовершенствования для оценки долговременных характеристик старения в соответствии с методиками, описанными в ISO 11346.

Не следует ожидать совпадения результатов испытаний, проведенных этими тремя методами. Используемый метод будет зависеть от цели испытания.

2 Нормативные ссылки

Следующие документы представляют собой, частично или полностью, ссылочные нормативные документы и являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 188:2011, *Каучук вулканизированный или термопластичный. Испытания на ускоренное старение и теплостойкость*

ISO 5893:2002, *Оборудование для испытаний резины и пластмассы на растяжение, изгиб и сжатие (при постоянной скорости перемещения). Технические условия*

ISO 18899:2013, *Резина. Руководство по калибровке испытательного оборудования*

ISO 23529, *Каучук и резина. Общие процедуры приготовления и кондиционирования образцов для физических методов испытаний*

3 Аппаратура

3.1 Релаксометр напряжений, (для метода А или В) состоящий из двух захватов, которые удерживают образец для испытания без проскальзывания при заданной длине растяжения (в пределах ± 1 %), вместе с устройством для измерения и записи усилия, приложенного к образцу для испытания.

Захваты должны быть установлены таким образом, чтобы образец для испытания мог располагаться в термостате. Система для измерения усилия может представлять собой, например, калиброванную пружину или электронный динамометрический датчик, но она должна быть точной и устойчивой в пределах ± 1 % показания усилия на протяжении всего испытания.

Для метода В релаксометр напряжений должен быть дополнительно оборудован устройством, позволяющим с интервалами растягивать и снимать напряжение с образца для испытания. Повторное растяжение образца для испытания должно быть постоянным в пределах ± 1 % удлинения.

3.2 Разрывная машина, (для метода С) использующая постоянную скорость перемещения, работающая со скоростью 50 мм/мин и соответствующая требованиям, установленным в международном стандарте ISO 5893:2002, класс усилия 1 (измерение усилия в пределах ± 1 % измеряемой величины).

Машина должна быть способна циклически изменять заданные пределы деформации в пределах ± 1 % максимальной деформации. Захваты разрывной машины должны удерживать образец для испытания без проскальзывания.

3.3 Термостат, соответствующий требованиям международного стандарта ISO 188:2011, метод А (с низкой скоростью воздуха) или метод В (с высокой скоростью воздуха), для старения образца для испытания.

4 Образцы для испытания

4.1 Размеры

Образцы для испытания должны быть в форме полосок с параллельными боковыми сторонами, вырубленными из листа. Для испытаний, описанных в этом международном стандарте, крайне важно обеспечить равномерную деструкцию в каучуке. По этой причине толщина образца для испытания должна составлять $(1,0 \pm 0,05)$ мм, чтобы минимизировать влияние диффузии кислорода при старении.

Можно использовать образцы для испытания одинаковой толщины менее 1,0 мм или более 1,0 мм, но они могут давать другие результаты.

ПРИМЕЧАНИЕ Для температур выше 125 °С будет выгодно уменьшение толщины образца для испытания до 0,5 мм из-за возрастающего воздействия диффузии кислорода при более высоких температурах.

Альтернативно, можно использовать в качестве образцов для испытания части изделия или целые изделия, принимая во внимание требование к толщине.

Для выполнения требований в 3.1 и 3.2 относительно точности усилия и деформации другие размеры образцов для испытания, т.е. ширина и длина, должны выбираться таким образом, чтобы соответствовать чувствительности устройства для измерения нагрузки и прецизионности механизма, используемого для регулировки деформации.

4.2 Количество

Предпочтительное число образцов для испытания при каждой температуре равняется трем, однако для повседневных и отбраковочных испытаний приемлемо использовать один или два образца.

5 Хранение и кондиционирование

Промежуток времени между вулканизацией и испытанием должен соответствовать международному стандарту ISO 23529.

Материал и образцы для испытания должны быть, насколько это возможно, защищены от света в течение промежутка времени между вулканизацией и испытанием. Нельзя допускать их контакта с испытываемыми листами и образцами для испытания другого состава. Это необходимо для того, чтобы предотвратить попадание добавок, которые могут оказать воздействие на старение, например, антиоксидантов, при миграции из одного вулканизата в другие вулканизаты.

Образцы для испытания должны кондиционироваться не менее 3 ч при одной из стандартных лабораторных температур, указанных в международном стандарте ISO 23529, непосредственно перед проведением испытания.

6 Условия испытания

6.1 Продолжительность испытания

Продолжительность испытания, предпочтительно, следует выбирать из следующего ряда:

1 ч, 2 ч, 4 ч, 8 ч, 24 ч, 72 ч, 168 ч и кратное 7 дням.

Для методов А и В необходимо учитывать, что период испытания начинается после измерения начального усилия. Для метода С необходимо учитывать, что период испытания равняется времени нахождения в термостате, за исключением времени охлаждения и измерения усилия.

Альтернативно, испытание может быть остановлено, когда показатель напряжения, выраженный в виде отношения усилия, F_t , в момент времени t к начальному усилию, F_0 (см. Раздел 8), достигает заранее определенного значения (например, 0,5).

6.2 Температура выдержки

Испытуемый материал, предпочтительно, следует исследовать при температурах, выбранных из ряда температур с интервалами по меньшей мере 10 °С. Если образцы для испытания подвергаются воздействию только одной температуры, то ее следует выбирать из ряда температур, приведенных в международном стандарте ISO 23529.

Температура должна, по возможности, поддерживаться постоянной во время испытания с допуском ± 2 °С для стандартной лабораторной температуры, ± 1 °С для всех повышенных температур до 100 °С и ± 2 °С для всех повышенных температур свыше 100 °С.

Для получения наилучших результатов решающим является поддержание, по возможности, стабильной температуры в течение испытания по двум причинам.

- Допуски на температуру, указанные в международном стандарте ISO 23529, равняются ± 1 °C для температур до 100 °C включительно и ± 2 °C для температур от 125 °C до 300 °C включительно. Однако, исследования показали, что изменение температуры на 1 °C соответствует разнице по времени старения до 10 % при коэффициенте Аррениуса 2 или 15 % - при коэффициенте 2,5. Это означает, что две лаборатории, выполняющие старение при температуре 125 °C, могут получить продолжительности старения, которые отличаются друг от друга на 60 %, оставаясь все еще в пределах технических требований. Для получения точных результатов поддерживают температуру как можно более точно, размещая откалиброванный датчик температуры вблизи образцов для испытания, и используют его для установки такого режима термостата, чтобы температура в указанном месте была правильной. Используют поправочный коэффициент из сертификата калибровки, чтобы получить температуру как можно ближе к истинной.
- Объем расширения каучука в 10 - 20 раз превышает объем расширения стали и колебание температуры будет вызывать изменение в показании усилия.

При повышении температуры может потребоваться уменьшение времени выдержки. Кроме того, следует признать, что чем больше несоответствие между условиями старения и эксплуатации, тем менее достоверна корреляция между старением и сроком службы.

7 Методика

7.1 Метод А

Испытание по методу А можно проводить либо с помощью разрывной машины, оборудованной термокамерой, либо с помощью специального испытательного устройства. Испытание по методу А выполняют следующим образом.

- a) Устанавливают образец для испытания в предварительно нагретых захватах в недеформированном состоянии.
- b) Размещают захваты и образец для испытания в термостате, предварительно нагретом до температуры испытания.
- c) Через $(5 \pm 0,5)$ мин после того, как температура, измеренная вблизи образца, достигла температуры испытания, растягивают образец для испытания в течение не более 1 мин до достижения удлинения от 45 % до 55 % и поддерживают его в пределах 1 % этого удлинения. Можно использовать меньшее удлинение, например, в случае разрушения образцов для испытания, тогда предпочтительным является удлинение (20 ± 2) %. За начальное усилие, F_0 , принимают усилие через $(5 \pm 0,5)$ мин после растяжения образца для испытания.
- d) Записывают усилие, F_t приложенное к образцу для испытания, как функцию времени в течение испытания.
- e) В конце испытания осматривают поверхности растянутого образца для испытания на предмет образования трещин с помощью лупы с увеличением приблизительно $\times 7$. Если растрескивание обнаружено, это должно быть зафиксировано в протоколе испытания.

В случае некоторых типов каучука можно обнаружить дополнительно к релаксации напряжений, вызываемой воздействием кислорода и тепла, релаксацию в результате поверхностного воздействия следов атмосферного озона. Растрескивание может сделать недостоверными результаты испытания и быть причиной отклонений между измерениями.

ПРИМЕЧАНИЕ При более высоких температурах будет недостаточно выдерживать образец в течение 5 мин для достижения температуры испытания из-за охлаждения установки во время размещения в ней образца. В этом случае рекомендуется растягивать образцы для испытания через 5 мин после того, как температура вблизи образца для испытания достигла требуемого значения. Это следует отразить в протоколе испытания.