

硫化橡胶透气性的测定 恒压法

GB 7756—87

Rubber, vulcanized—Determination of permeability
to gases—Constant pressure method

硫化橡胶透气性的测定对评价象内胎、无内胎轮胎的内衬层、胶管、气球或其他充气容器、密封圈及隔膜等橡胶制品是很重要的。这种测定方法对研究与高聚物结构有关的气体溶解度和扩散特性具有重要理论意义。

本标准等效采用国际标准 ISO 2782—1977《硫化橡胶——透气性的测定——恒压法》。

1 适用范围

本标准适用于测定硬度不小于 35 IRHD 的硫化橡胶的气体透过性能。采用的气体不应使橡胶溶胀或腐蚀。

本标准为在被测试样的每个端面上保持恒压的稳定条件下,测定其透气性能提供了基本的方法。用这个方法测得的结果不应外推到与试样厚度显著不同的材料。

2 定义

橡胶的透气率——在标准温度和标准压力的稳定状态下,气体在橡胶中的透过率。其值等于在单位压差和一定温度下,通过单位立方体硫化橡胶两相对面气流的体积速率。

3 试验原理

保持在恒温下的透气室,被一个圆形试样分为高压侧和低压侧(大气压)。将高压侧连接在能保持恒压的气体贮存器上。气体向低压侧渗透,由于低压侧容积很小并与一根毛细管相连,因此,当保持低压侧内原有的气压时,就可测量出透过气体的体积。

4 仪器

4.1 本试验可采用图 1 或图 2 所示的两种安装形式的透气仪。

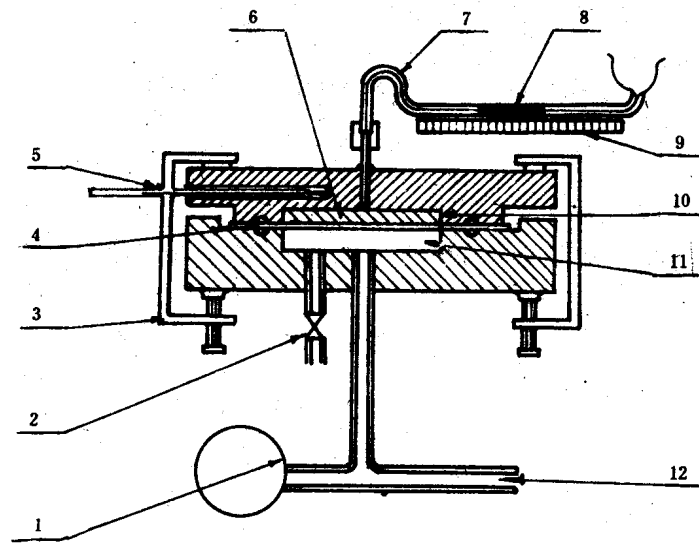


图 1 水平安装形式的透气仪结构图

1—气压表；2—放气阀；3—夹具；4—试样；5—温度计；6—微孔板；7—毛细管；
8—液体；9—标尺；10—低压侧；11—高压侧；12—气体入口

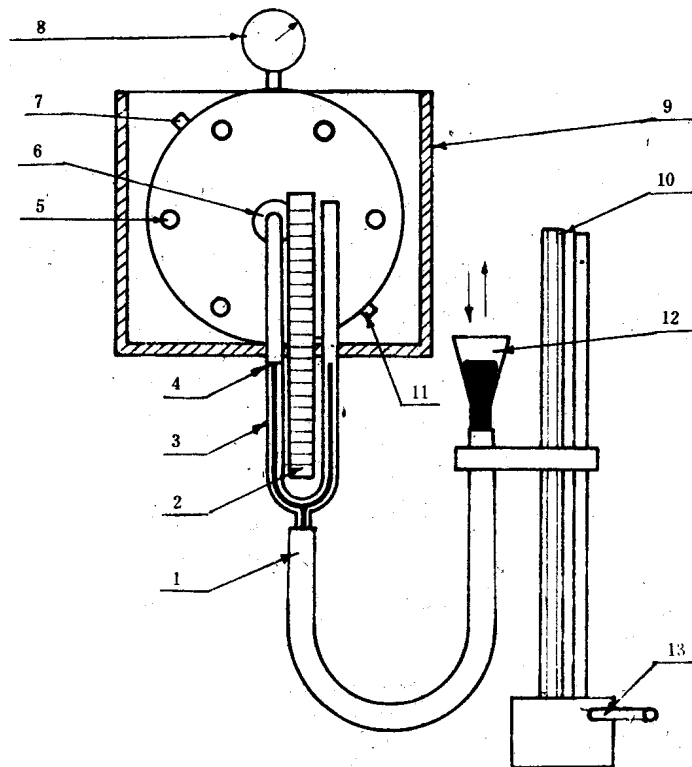


图 2 垂直安装形式的透气仪结构图

1—软管；2—标尺；3—U型毛细管；4—基准刻度线；5—螺帽；6—旁通阀；7—气体入口阀；
8—气压表；9—恒温浴；10—螺杆；11—气体出口阀；12—贮液瓶；13—把手

4.2 透气仪由透气室（分高压侧和低压侧）、测量装置和恒温装置等组成。

4.2.1 透气室

透气室是一个能把试样的周边夹紧处于气密状态的装置。在高压侧的上部连接着误差不超过 1%

的气压表,其内部容积至少为 25cm^3 。在透气室内,低压侧应用坚硬而极易透气的微孔硬质胶圆片、烧结过的微孔不锈钢圆片等材料填满空间,以使其内部容积保持最小,并支撑试样不变形。低压侧是用小直径管子通过可拆卸的连接器与毛细管相连。从试样到毛细管基准刻度线之间空腔的总容积不应超过 2cm^3 。

4.2.2 测量装置

温度测量装置指示值精度为 0.2°C 。

透过气体体积的测量装置主要是由一根均匀的横截面积的毛细管构成。适宜的横截面积为 $0.7\sim 2\text{cm}^2$,均匀性精度在 1% 以内。

毛细管的工作部分刻有刻度或安装标尺。管内充入如葵二酸二辛酯一类不溶解气体的非挥发性液体。

4.2.3 恒温装置

可用恒温浴或者用能使透气室的温度保持与试验温度差值在 $\pm 0.5^\circ\text{C}^{1)}$ 以内的其他装置。

5 试样

5.1 试样应为厚度均匀的圆片状,直径为 $50\sim 155\text{mm}$,厚度为 $0.25\sim 3.00\text{mm}$,有效试验面积为 $800\sim 7\,000\text{mm}^2$ 。

5.2 试样应无气泡、针孔、油污及其他任何缺陷。

5.3 每种样品至少用两个试样。

6 试验与硫化之间的时间间隔

除了技术上的原因另有规定外,试验与硫化之间的时间间隔应符合 GB 2941—1982《橡胶试样停放和试验的标准温度、湿度及时间》中的有关规定。

7 试验温度

标准试验温度为 $23\pm 2^\circ\text{C}$ 。若要求试验条件接近于橡胶制品使用温度时,一般可从如下温度中选取: $40, 55, 70, 85, 100, 125, 150, 175, 200, 225$ 和 250°C 。

对任一指定的试验或进行比较试验时,其温度的允许偏差在 $\pm 0.5^\circ\text{C}^{2)}$ 以内。

8 试验步骤

8.1 试样的制备

8.1.1 试样可用模型硫化,也可以直接从硫化胶片或橡胶制品上切取。如果透气室内有环形槽,模制的试样上下两面边缘应有环形凸棱,以便固定到透气室内相应的环形槽中。切取的平面状试样,可以用规格合适的丁基胶“O”型圈,把试样夹在中间,固定于透气室内以保持其气密性。

注:为了确保气密性,在透气室的夹持面上,允许涂极少量真空油脂,但试样的有效面上不得存有油污。

8.1.2 用厚度计在试样的有效面上,取 6 个不同点测量其厚度值,精确到 0.02mm 。取 6 个测量点的算术平均值,作为试样的厚度值。每点的厚度值不应超过平均厚度值的 10% 。

8.2 试样的停放时间

不同厚度的试样在不同的试验温度和压力下,其停放时间³⁾也不同。以气体渗透达到稳定状态时

采用说明:

1) ISO 2782—1977 规定在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以内。

2) ISO 2782—1977 规定 175°C 以下为 $\pm 1^\circ\text{C}$, 200°C 或 200°C 以上为 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

3) ISO 2782—1977 规定至少停放 16h 。

的起始时间(如图3所示曲线上开始呈直线时的时间),为试样的停放时间。

若已知气体对被测试样的扩散系数的近似值时,其最短停放时间 t 也可按式(1)计算:

$$t = \frac{b^2}{2Q} \cdot S = \frac{b^2}{2D} \dots\dots\dots (1)$$

式中: t ——试样的停放时间,s;

b ——试样厚度,m;

Q ——橡胶的透气率, $\text{m}^3/\text{Pa}\cdot\text{s}$;

D ——气体在橡胶中的扩散系数, m^2/s ;

S ——气体在橡胶中的溶解度, L/Pa 。

8.3 透气率的测定

8.3.1 试样置于一定试验温度和压力的透气室后;缓慢地向高压侧充入试验气体,气体压力的大小依试样的透气性而定,一般在0.3~1.5MPa范围内。若透气室内残留的气体与试验气体不同时,则先以拟用的气体置换透气室,以清除原有的气体。

8.3.2 采用水平安装形式的透气仪时(如图1),先校正毛细管的横截面积,然后向毛细管内注入一滴如4.2.2中规定的液体,再将其水平地固定到透气仪上,关闭旁通阀(低压侧与毛细管相通)。当气体由高压侧渗透到低压侧时,推动液体移动,可开始记录时间与弯液面移动的相应距离。

注:毛细管横截面积的校正方法见附录A。

8.3.3 采用垂直安装形式的透气仪时(如图2),先向U型毛细管内注入适量的上述液体,然后摇动把手调节贮液瓶的高度,使液面位于毛细管基准刻度线以上,关闭旁通阀。当弯液面与基准刻度线横切时,开始记录时间与弯液面移动的相应距离。

在试验过程中,要随时调节贮液瓶的高度,以保持U型毛细管两侧的液面平衡。

8.3.4 采用任一形式的透气仪进行试验时,当气体渗透达到稳定状态时,大约每隔2min记录一次弯液面移动的相应距离,一般记录5~6次,试验持续时间为10~60min。

8.3.5 试验结束后,将弯液面移动的距离(或计算出透过气体的体积)与时间在坐标纸上绘出关系曲线(如图3所示)。

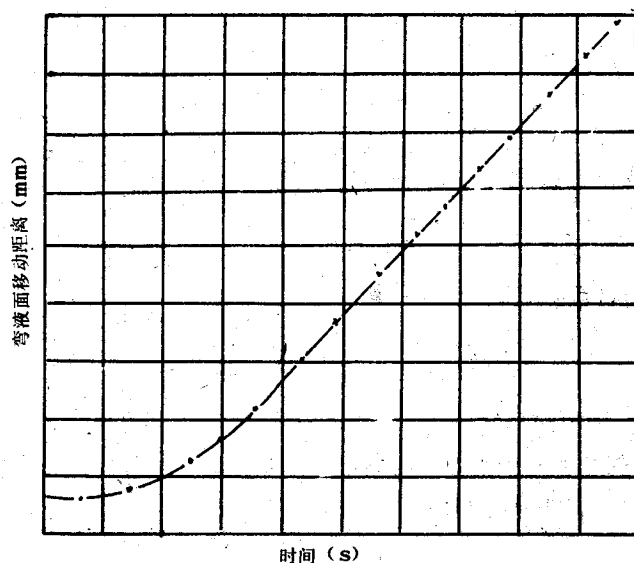


图 3 时间与弯液面移动距离曲线图

若图 3 中曲线上应成直线的部分有明显偏离线性关系的结果,则应舍去。另取试样,重做试验。

9 试验结果

9.1 根据图 3 中直线的斜率,透气率 Q 按式 (2) 计算:

$$Q = \frac{0.0027b \cdot A_1 \cdot \Delta L \cdot p_1}{\Delta t \cdot A_2 \cdot T(p_2 - p_1)} \dots\dots\dots (2)$$

式中: Q —— 橡胶的透气率, $\text{m}^3/\text{Pa} \cdot \text{s}$;

b —— 试样厚度, m ;

A_1 —— 毛细管的横截面积, m^2 ;

A_2 —— 试样的有效试验面积, m^2 ;

ΔL —— 在时间间隔为 Δt 秒时,由曲线图的直线部分上获得的弯液面移动的距离, m ;

Δt —— 对于一个给定的弯液面移动的距离的时间间隔, s ;

p_1 —— 低压侧的压力(绝对压力), Pa ;

p_2 —— 高压侧的压力(绝对压力), Pa ;

T —— 试验温度(绝对温度), K 。

9.2 代表每种样品性能的试样数量不应少于两个。以两个试验结果的算术平均值表示。取值允许偏差为 $\pm 10\%$ 。若超过此范围,则另测定两个试样,以四个试验结果的算术平均值表示。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 样品的名称或代号;
- 试验依据的标准名称或标准号;
- 样品的硫化条件(温度、压力和时间);

- d. 试样制备方法和规格;
- e. 试验条件(温度、压力和气体);
- f. 试验结果;
- g. 试验者;
- h. 试验日期。

附 录 A
毛细管横截面积的校正
(补充件)

A.1 校正步骤

把一定质量 (0.2~0.6g) 的汞注入毛细管中,使其充满长约 20mm。将毛细管固定在水平位置上,在其工作部分取若干个 (5~10 个) 点,测量汞的长度,精确到 0.02mm。称量有汞和无汞时毛细管的质量 (Mg)。

毛细管上每个点的横截面积按下式计算:

$$A = \frac{m_1 - m_2}{L \cdot \rho}$$

式中: A ——毛细管上每个点的横截面积, m^2 ;

m_1 ——有汞时毛细管的质量, Mg;

m_2 ——无汞时毛细管的质量, Mg;

L ——毛细管中汞的长度, m;

ρ ——汞的密度, Mg/m^3 。

每个点上横截面积之间的偏差不应超过所有测量值算术平均值的 1%。

附加说明:

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沈阳橡胶工业制品研究所负责起草。

本标准主要起草人万惠贞。