

前 言

本标准参考 ISO/DIS 9080:1997《塑料管道系统——用外推法对热塑性塑料材料以管材形式的长期静液压强度的测定》制定。

本标准的技术内容与 ISO/DIS 9080:1997 一致。本标准改写了引言,对技术要素的编排作了适当变动。

本标准的附录 A、附录 B 都是标准的附录。

本标准的附录 C 是提示的附录。

本标准由国家轻工业局提出。

本标准由全国塑料制品标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:四川大学;参加起草单位:清华大学、山东胜利股份有限公司塑胶分公司、亚大塑料制品有限公司、北京雪花电器集团公司北京市塑料制品厂。

本标准主要起草人:董孝理、孙振华、孙逊、何其志、张守强。

本标准委托四川大学负责解释。

引言

塑料材料的力学破坏与温度、载荷大小和受载时间有关。塑料压力管的正确使用考虑到了温度(T)和管内内压介质在管壁内产生的静液压应力(σ)与管材破坏时间(t)的关系。一般说来, T 升高或 σ 升高,都导致 t 减少。

塑料压力管通常需要有几十年甚至 100 年的长期使用寿命。本标准用高温下管材在较短时间(仍需 1 年)的静液压应力破坏试验结果来外推几十年甚至 100 年使用时间下管材材料抵抗静液压应力的能力。

管材的静液压应力破坏试验结果表现出明显的离散性。这使 T 、 σ 、 t 间的关系带有统计性质。可以选用合适的统计分布和概率来表述这一特点。本标准选用的统计分布是在同一 T 、 σ 下, $\log_{10}t$ 呈正态分布。在此基础上,按以下顺序计算:1. 多元线性回归;2. 对 $\log_{10}t$ 作新观察值预测,同时引入学生氏(t_{st})分布及预测概率(ϵ);3. 用 $\log_{10}t$ 新观察值预测公式作反方向运算求得与一定 T 、 t 和 ϵ 相应的应力,即静液压强度。

这一套计算方法称为标准外推法 (standard extrapolation method, SEM)。附录 A 和附录 B 对 SEM 作了规定。附录 C 给出一个例子(引用自 ISO/DIS 9080:1997)。

SEM 建立了 T 、 σ 、 t 、 ϵ 四个变量之间的关系。最常见的应用是解决以下两个问题。

1. 在一定 T 、 σ 、 ϵ 下预测 $\log_{10}t$ 的预测下限(lower prediction limit, LPL)。
2. 与一定 T 、 t 和 ϵ 相应的应力,即静液压强度。这实际上是在 T 、 t 下,保证 $\log_{10}t$ 是预测概率不低于 ϵ 的预测下限时所应控制的应力上限。通常取 $\epsilon=0.975$,相应的应力为 σ_{LPL} 。 σ_{LPL} 是管材制品许用应力、许用压力、压力等级和壁厚的设计基础。

符号 σ_{LPL} 始见于 ISO/DIS 9080:1997。先前的 ISO 文件中,使用符号 σ_{LCL} 来表示同一物理量。从数学上看, σ_{LPL} 的表述是正确的。

由于国际贸易的需要,本标准中静液压强度 σ_{LTHS} 和 σ_{LPL} 的定义按其在 ISO/DIS 9080:1997 中的定义直译给出(见 3.7 和 3.8)。

中华人民共和国国家标准

塑料管道系统 用外推法对热塑性 塑料管材长期静液压强度的测定

GB/T 18252—2000

Plastics piping and ducting systems—
Determination of the long-term hydrostatic
strength of thermoplastics materials in
pipe form by extrapolation

1 范围

本标准规定了一种用统计外推法估计热塑性塑料管材的长期静液压强度的方法。该方法建立在管材形式的试样的静液压破坏试验数据测定基础上。

本标准适用于在其适用温度下的各种热塑性塑料管材材料。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6111—1985 长期恒定内压下热塑性塑料管材耐破坏时间的测定方法(eqv ISO/DP 1167:1978)

GB/T 8806—1988 塑料管材尺寸测量方法(eqv ISO 3126:1974)

3 定义和符号

3.1 本标准采用下列定义。

3.1.1 内压(p) internal pressure

管内介质施加在单位面积上的力,单位:兆帕。

3.1.2 应力(σ) stress

内压在管壁内单位面积产生的指向环向(周向)的力,单位兆帕。用下列简化公式计算 σ :

$$\sigma = \frac{p(d_{em} - e_{min})}{2e_{min}} \dots\dots\dots (1)$$

式中: p ——内压,MPa;

d_{em} ——管的平均外径,mm;

e_{min} ——管的最小壁厚,mm。

3.1.3 试验温度 T_t test temperature

测定应力破坏数据所采用的温度,单位:度。

3.1.4 最高试验温度 $T_{t,max}$ maximum test temperature

测定应力破坏数据所采用的最高温度,单位:度。

3.1.5 使用温度 T_s service temperature

国家质量技术监督局 2000-11-21 批准

2001-05-01 实施

预设的管材使用温度,单位:度。

3.1.6 破坏时间 t failure time

管材发生渗漏的时间,单位:小时。

3.1.7 长期静液压强度 σ_{LTHS} long-term hydrostatic strength

一个与应力有相同量纲的量,单位:兆帕。它表示在温度 T 和时间 t 预测的平均强度。

3.1.8 预测的长期静液压强度的置信下限 σ_{LPL} lower confidence limit of the predicted hydrostatic strength

一个与应力有相同的量纲的量,单位:兆帕。它表示在温度 T 和时间 t 预测的静液压强度的 97.5% 置信下限。它被定义为(见附录 A):

$$\sigma_{LPL} = \sigma(T, t, 0.975) \dots\dots\dots (2)$$

3.1.9 外推时间极限 t_e extrapolation time limits

高温较短时间试验数据(1 年或 1 年以上)向低温长时间方向外推时允许达到的时间极限,单位:小时。

3.1.10 外推(时间)因子 k_e entrapolation(time)factors

由温度差决定的,与高温试验所得较短破坏时间(1 年或 1 年以上)相乘得到低温下外推时间极限的因子。

3.1.11 拐点 knee

韧性破坏与脆性破坏这两种破坏模式的转折点。在 $\log_{10}\sigma$ 对 $\log_{10}t$ 图上于拐点处斜率变化。

3.2 本标准采用下列符号。

3.2.1 σ_{LTHS} 表示长期静液压强度。

3.2.2 σ_{LPL} 表示与温度 T 、时间 t 、预测概率 0.975 相应的静液压强度。

4 试验数据的获得

4.1 试验条件

管材的应力破坏数据应按 GB/T 6111 规定的步骤测定。如果遇到与本标准的要求有相冲突之处,应以本标准的要求为准。

管内介质是水,管外环境是空气或水。试验期间,内压与给定试验压力的偏离量应控制在给定试验压力的 +2%~ -1% 范围内。按 GB/T 6111 选择合适的状态调节步骤。在试验期间,管外环境应保持在试验温度的 $\pm 1^\circ\text{C}$ 内。试验应使用直管。

每个管材试样都应按 GB/T 8806 测定其平均外径和最小壁厚。测试温度为 $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

用直径为 25 mm~63 mm 的管材进行试验。

4.2 试验温度

在两个或两个以上试验温度 $T_1, T_2, \dots$ 得到试验数据。试验温度应满足下列条件:

a) 每对相邻的温度至少应相差 10°C ;

b) 对无定形聚合物或主要是无定形状态的聚合物,最高试验温度 $T_{i,\max}$ 不应超过维卡软化温度以下 15°C 。对结晶或部分结晶聚合物, $T_{i,\max}$ 不应超过熔点以下 15°C ;

c) 为了得到 σ_{LPL} 的最佳估计,试验温度范围应包括使用温度或使用温度范围;

d) 如果在最低试验温度以下 20°C 范围内材料不发生物态变化,最低试验温度下所得数据可以向下外推 20°C 。

4.3 内压水平和时间范围的分布

4.3.1 对每个选定的温度,在至少 5 个规则分布的内压水平上观察试样的破坏时间,得到至少 30 个观察值。出于统计分析的需要,要求在一定的应力水平下有多个试验结果,即重复观察值。选择内压水平时,应做到至少有 4 个观察值在 7 000 h 以上,至少有 1 个观察值在 9 000 h 以上(见 5.4)。当拐点存在

时,对两种破坏模式都应收集到可供统计分析的足够数量的观察值。

4.3.2 任何温度下,破坏时间 10 h 以内的观察值都应舍弃。

4.3.3 温度小于等于 40℃时,若破坏时间在 1 000 h 以上的观察值的数量已能符合 4.3.1 的要求,可以舍弃破坏时间小于 1 000 h 的观察值。这时,应舍弃所有符合舍弃条件(温度和破坏时间)的观察值。

4.3.4 在最低内压水平没有破坏的试样,可以在多元线性回归计算和拐点判断时视为观察值。否则,也可以予以舍弃。

注:试验中,用肉眼观察到的因氧化降解破坏所致的破坏数据应予舍弃。因污染所致的破坏数据应予舍弃。

5 计算步骤

5.1 计算方法

本方法基于多元线性回归分析,计算细节见附录 A。不论有无拐点,本方法都适用。

5.2 拐点检验

一般通过检验试验后的试样来确定其破坏类型(韧性破坏或脆性破坏)。当不能正确判断部分试样甚至全部试样的破坏类型时,应按附录 B 的步骤来自动检验拐点是否存在。

对每个温度的拐点检验都完成后,把数据分成两组,一组属于第一种破坏模式,一组属于第二种破坏模式。

使用所有温度下两种破坏模式的观察值,分别按附录 A 作多元线性回归拟合。

5.3 直观检验

将观察到的试验数据以 $\log_{10}\sigma$ 为纵坐标, $\log_{10}t$ 为横坐标作图。根据 5.1 的计算结果作 σ_{LTHS} 的线性回归线和 σ_{LPL} 曲线。

5.4 计算外推时间极限 t_e 和外推时间因子 k_e

5.4.1 外推时间极限

由高温向低温外推, t_e 由 k_e 和最大试验时间 t_{max} 相乘得到。

k_e 是 ΔT 的函数(见 5.4.2)。

ΔT 按式(3)进行计算:

$$\Delta T = T_i - T \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: T_i ——准备进行外推的试验温度, $T_i \leq T_{i,max}$, °C;

T ——准备算出外推时间极限的温度, $T_s \leq T$, °C。

t_e 按式(4)进行计算:

$$t_e = k_e t_{max} \quad \dots\dots\dots (4)$$

t_e 和 t_{max} 应采用相同的单位小时(h)或年(a)。

当 t_{max} 等于 8 760 h(1 年)时, k_e 表示以年为单位的最大外推时间 t_e 。 t_{max} 由同一温度的 5 个最长破坏时间的对数值取平均后得到。这 5 个时间不一定是同一应力水平下的破坏时间。在计算 t_{max} 时,还没有破坏的试样可以视为“已破坏”。所有这些被视为“已破坏”的试验点应当包括在计算赖以进行的样本总体中。

外推时间极限的示例见图 1~图 3。只在最高试验温度检验出拐点的示例见图 2。在较高的多个温度检验出了拐点的示例见图 3。

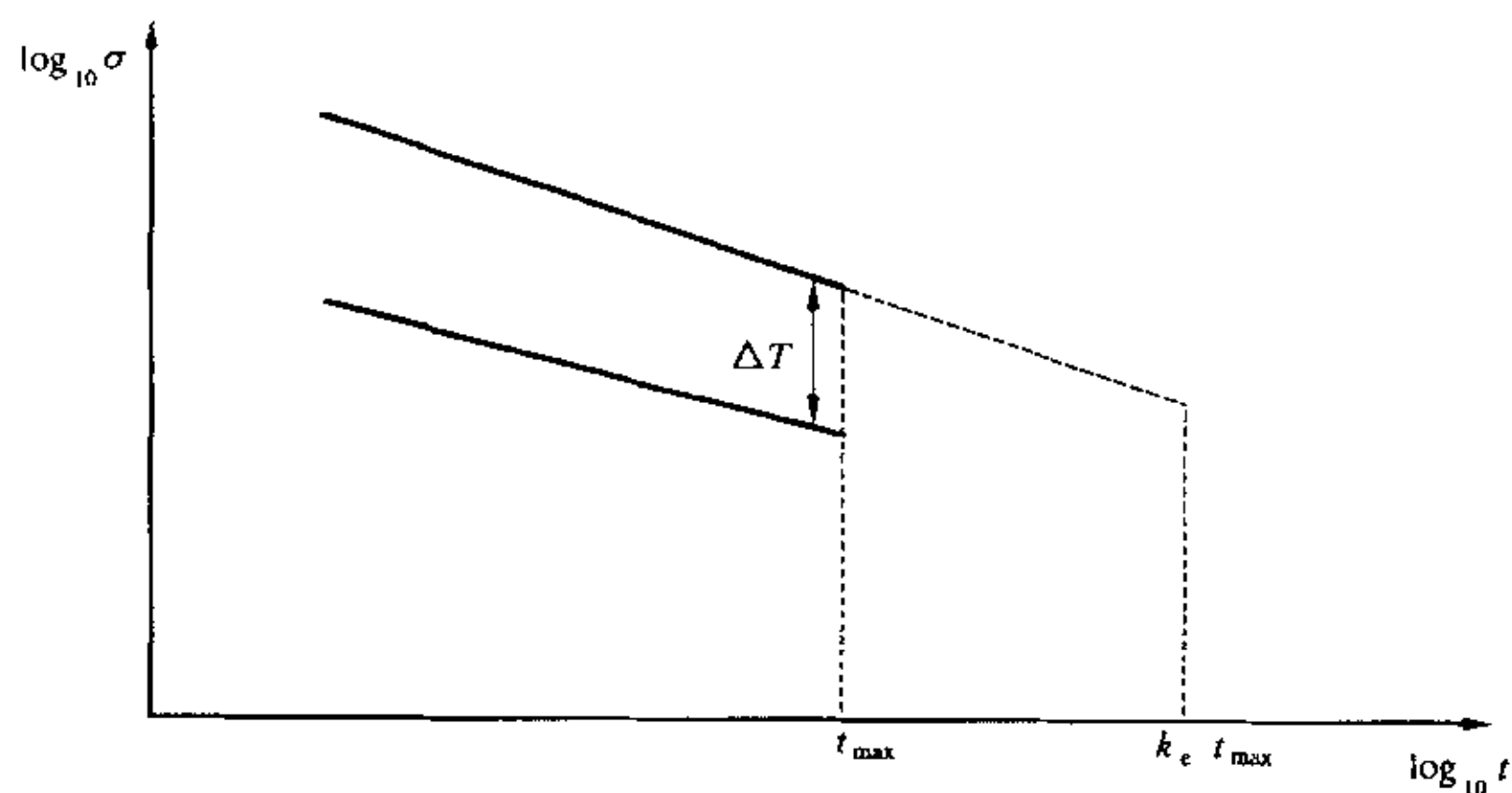


图 1 最高试验温度无拐点时作外推及其外推时间极限

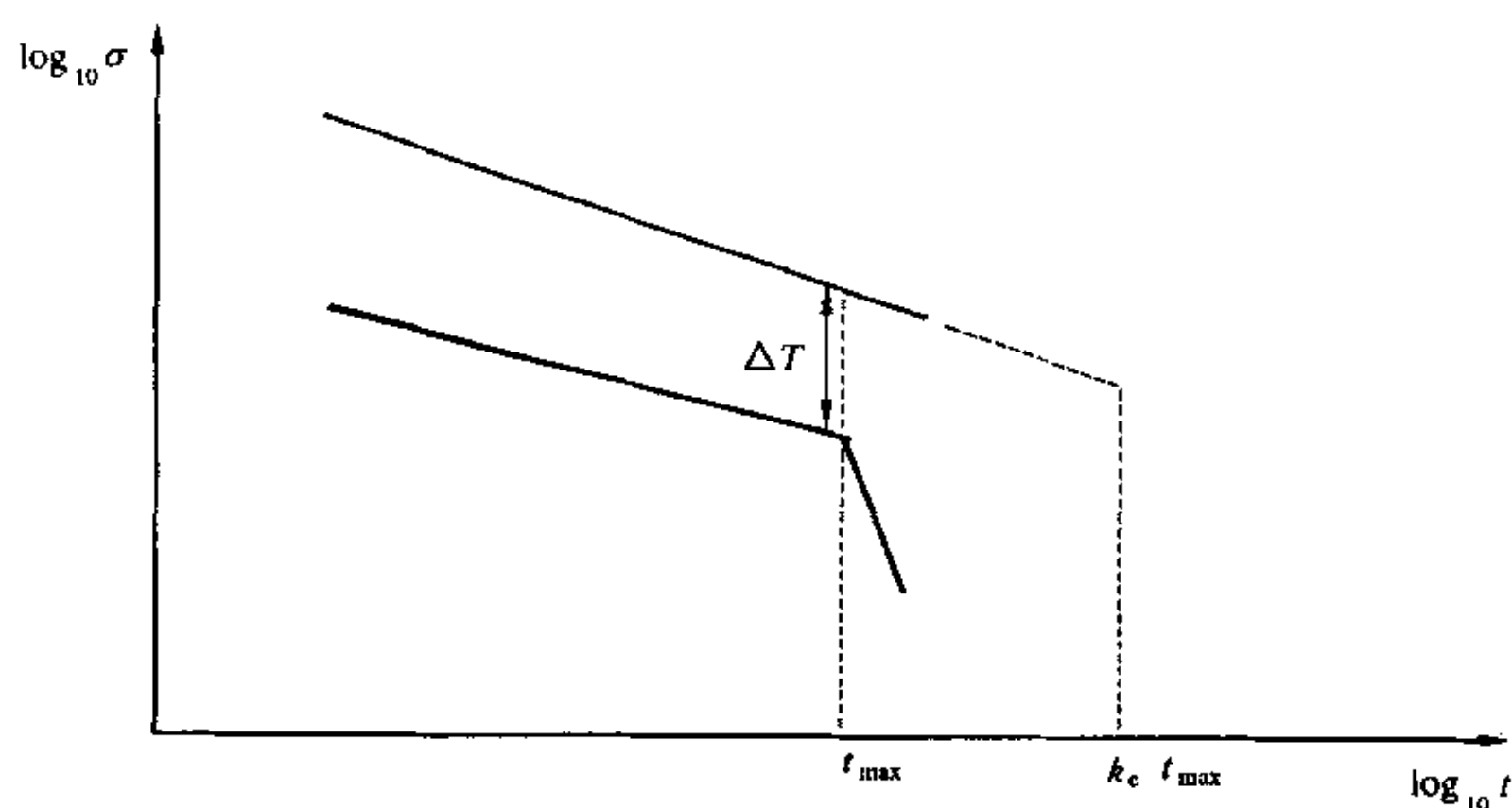


图 2 仅在最高试验温度有拐点时作外推及其外推时间极限

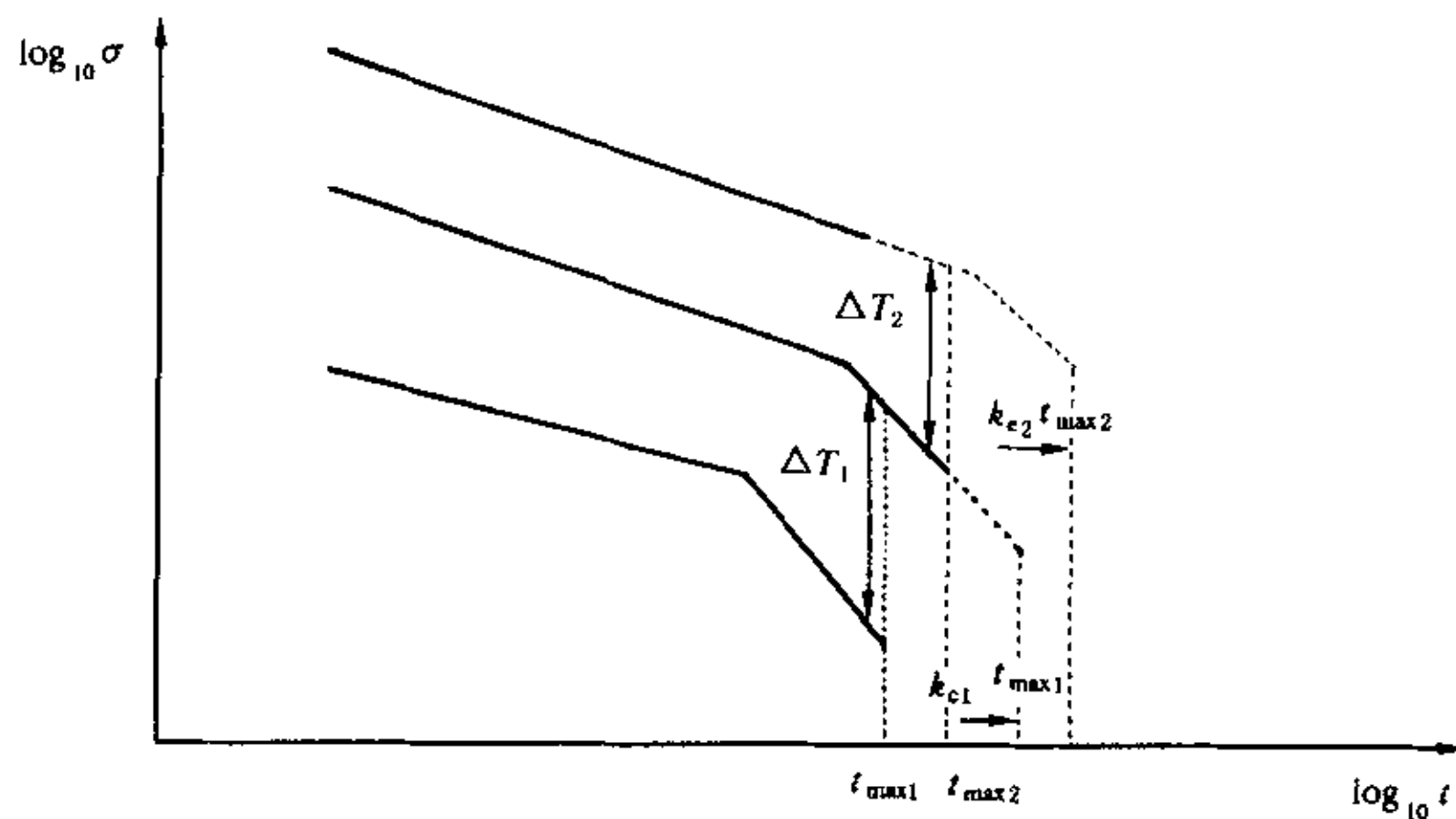


图 3 在不同试验温度有拐点时作外推及其外推时间极限

5.4.2 外推时间因子

外推时间因子以在可能的最高试验温度(见 4.2)下试验测定的破坏时间和表示温度依赖关系的 Arrhenius 方程为基础计算,方程中的活化能是脆性破坏模式的活化能的保守估计值。

5.4.2.1 对聚烯烃(结晶或部分结晶聚合物),活化能取 110 kJ/mol。计算结果经数据圆整后见表 1。

表 1 对聚烯烃, $\Delta T (=T_i - T)$ 和 k_e 的关系

$\Delta T, K$	k_e
≥ 10	2.5
≥ 15	4
≥ 20	6
≥ 25	12
≥ 30	18
≥ 35	30
≥ 40	50
≥ 60	100

5.4.2.2 对氯乙烯为基础的玻璃态无定形聚合物,活化能取 178 kJ/mol。计算结果经数据圆整后见表 2。表 2 也适用于连续相是以氯乙烯为基础的聚合物的改性聚氯乙烯材料。

表 2 对以氯乙烯为基础的聚合物, $\Delta T (=T_i - T)$ 和 k_e 的关系

$\Delta T, K$	k_e
≥ 5	2.5
≥ 10	5
≥ 15	10
≥ 20	25
≥ 25	50
≥ 30	100

5.4.2.3 对其他聚合物,可以使用表 1,但表 1 给出的是保守的结果。对某一特定聚合物,如果有试验结果,可以直接计算和使用其外推时间因子。

6 试验结果

根据试验所得数据,按照附录 A 的方法计算得到 σ_{LPL} 。一个部分结晶聚合物的计算示例见附录 C。

7 试验报告

试验报告应包括以下资料:

- 注明采用本标准;
- 对样品的全面鉴别,包括制造商、材料种类、代号、来源及其他相关内容;
- 用作试验的管材尺寸;
- 试验用的管外环境和管内压力介质;
- 观察值表,对每个观察值包括:试验温度($^{\circ}C$),内压(MPa)、应力(MPa)、破坏时间(h)、试验日期以及其他相关内容;
- 因破坏时间小于 1 000 h 而舍弃的数据数目,相应温度和破坏时间;
- 用于估计 σ_{LTHS} 和 σ_{LPL} 的模型;
- 对每种破坏模式分别列出参数 c_i 的点估计值及其标准差 s_i ;
- σ_{LTHS} 的线性回归线和 σ_{LPL} 曲线及观察到的破坏点的图;
- 试验中的任何异常情况。

附 录 A
(标准的附录)
 σ_{LTHS} 和 σ_{LPL} 的计算方法

A1 一般模型

A1.1 四参数模型

本标准使用的模型一般为式(1)四参数模型:

$$\log_{10} t = c_1 + c_2 \frac{1}{T} + c_3 \log_{10} \sigma + c_4 \frac{\log_{10} \sigma}{T} + e \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: t ——破坏时间, h;

T ——温度, K($^{\circ}\text{C} + 273.16$);

σ ——环应力, MPa;

c_i ——参数之一;

e ——误差变量。

e 服从正态分布, 平均值为 0, 方差恒定。假设误差独立。

A1.2 三参数模型

当参数 c_3 不显著($c_3=0$), 上述一般模型简化为三参数模型, 即:

$$\log_{10} t = c_1 + c_2 \frac{1}{T} + c_4 \frac{\log_{10} \sigma}{T} + e \quad \dots\dots\dots (A2)$$

选用四参数模型还是三参数模型取决于参数 c_3 的显著性。

A1.3 二参数模型

当只考虑一个温度的情况, 四参数模型简化为二参数模型, 即:

$$\log_{10} t = c_1 + c_3 \log_{10} \sigma + e \quad \dots\dots\dots (A3)$$

A1.4 计算示例

四参数模型的计算如下所述。从模型中除去相应的项可以得到三参数模型或二参数模型的计算。由于可能发生矩阵病态问题, 需要使用计算机双精度运算。

使用下列矩阵记号:

$$X = \begin{bmatrix} 1 & \frac{1}{T_1} & \log_{10} \sigma_1 & \frac{\log_{10} \sigma_1}{T_1} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ 1 & \frac{1}{T_N} & \log_{10} \sigma_N & \frac{\log_{10} \sigma_N}{T_N} \end{bmatrix} \quad \dots\dots\dots (A4)$$

$$y = \begin{bmatrix} \log_{10} t_1 \\ \vdots \\ \log_{10} t_N \end{bmatrix} \quad \dots\dots\dots (A5)$$

$$e = \begin{bmatrix} e_1 \\ \vdots \\ e_N \end{bmatrix} \quad \dots\dots\dots (A6)$$

$$c = \begin{bmatrix} c_1 \\ c_2 \\ c_3 \\ c_4 \end{bmatrix} \quad \dots\dots\dots (A7)$$

式中：\$N\$——观察值总数。

式(A1)成为：

$$y = Xc + e \quad \cdots \cdots \cdots (A8)$$

参数的最小二乘法点估计值为：

$$\hat{c} = (X^T X)^{-1} X^T y \quad \cdots \cdots \cdots (A9)$$

残差方差估计值为：

$$s^2 = (y - X\hat{c})^T (y - X\hat{c}) / (N - q) \quad \cdots \cdots \cdots (A10)$$

式中 \$q\$ 是模型中参数的个数，当前情况下 \$q=4\$。符号 \$^T\$ 表示矩阵的转置运算。\$^{-1}\$ 表示求逆矩阵的运算。符号 \$\hat{}\$ 表示拟合值。

在温度 \$T\$，应力 \$\sigma\$ 下，破坏时间 \$t\$ 的对数 \$\log_{10} t\$ 的预测的平均值为：

$$\log_{10} t = \hat{c}_1 + \hat{c}_2 \frac{1}{T} + \hat{c}_3 \log_{10} \sigma + \hat{c}_4 \frac{\log_{10} \sigma}{T} \quad \cdots \cdots \cdots (A11)$$

在温度 \$T\$，应力 \$\sigma\$ 下，破坏时间 \$t\$ 的对数 \$\log_{10} t\$ 的 97.5% 预测概率预测下限为：

$$\log_{10} t = \hat{c}_1 + \hat{c}_2 \frac{1}{T} + \hat{c}_3 \log_{10} \sigma + \hat{c}_4 \frac{\log_{10} \sigma}{T} - t_{st} s [1 + x^T (X^T X)^{-1} x]^{\frac{1}{2}} \quad \cdots \cdots (A12)$$

式中 \$t_{st}\$ 是自由度为 \$N-4\$ 的学生氏 \$t\$ 分布与 0.975 概率水平相应的分位数。为避免混淆，本标准中将学生氏 \$t\$ 分布表示为 \$t_{st}\$。

$$\text{记号 } x \text{ 表示向量 } \begin{bmatrix} 1 \\ \frac{1}{T} \\ \log_{10} \sigma \\ \frac{\log_{10} \sigma}{T} \end{bmatrix}$$

作预测的反方向运算，从式(A11)解出 \$\sigma\$ 得到 \$\sigma_{LTHS}\$，从式(A12)解出 \$\sigma\$ 得到 \$\sigma_{LPL}\$：

$$\log_{10} \sigma_{LTHS} = \left(\log_{10} t - \hat{c}_1 - \hat{c}_2 \frac{1}{T} \right) / \left(\hat{c}_3 + \hat{c}_4 \frac{1}{T} \right) \quad \cdots \cdots \cdots (A13)$$

$$\sigma_{LTHS} = 10^{(\log_{10} \sigma_{LTHS})} \quad \cdots \cdots \cdots (A14)$$

$$\log_{10} \sigma_{LPL} = \frac{-\beta \pm \sqrt{\beta^2 - 4\alpha\gamma}}{2\alpha} \quad \cdots \cdots \cdots (A15)$$

$$\sigma_{LPL} = 10^{(\log_{10} \sigma_{LPL})} \quad \cdots \cdots \cdots (A16)$$

$$\text{式中：} \quad \alpha = \left(\hat{c}_3 + \hat{c}_4 \frac{1}{T} \right)^2 - t_{st}^2 \cdot s^2 \left(K_{33} + 2K_{43} \frac{1}{T} + K_{44} \frac{1}{T^2} \right) \quad \cdots \cdots \cdots (A17)$$

$$\beta = 2 \left(\hat{c}_1 + \hat{c}_2 \frac{1}{T} - \log_{10} t \right) \left(\hat{c}_3 + \hat{c}_4 \frac{1}{T} \right) - 2t_{st}^2 s^2 \left[K_{31} + (K_{41} + K_{32}) \frac{1}{T} + K_{42} \frac{1}{T^2} \right] \quad \cdots \cdots (A18)$$

$$\gamma = \left(\hat{c}_1 + \hat{c}_2 \frac{1}{T} - \log_{10} t \right)^2 - t_{st}^2 s^2 \left(K_{11} + 2K_{21} \frac{1}{T} + K_{22} \frac{1}{T^2} + 1 \right) \quad \cdots \cdots (A19)$$

\$K_{ij}\$ 是矩阵 \$K = (X^T X)^{-1}\$ 中指标为 \$i, j\$ 的元素。式(A15)中，\$\alpha > 0\$ 时，根号前取减号，\$\alpha < 0\$ 时，根号前取加号。

A2 简化的模型

对三参数模型 (\$c_3=0\$)，有

$$\log_{10} \sigma_{LTHS} = \left(\log_{10} t - \hat{c}_1 - \hat{c}_2 \frac{1}{T} \right) T / \hat{c}_4 \quad \cdots \cdots \cdots (A20)$$

$$\log_{10}\sigma_{\text{LPL}} = \frac{-\beta \pm \sqrt{\beta^2 - 4\alpha\gamma}}{2\alpha} \dots\dots\dots (\text{A21})$$

式中: $\alpha = \left(\hat{c}_4 \frac{1}{T}\right)^2 - t_{\text{st}}^2 s^2 K_{44} \frac{1}{T^2} \dots\dots\dots (\text{A22})$

$$\beta = 2\left(\hat{c}_1 + \hat{c}_2 \frac{1}{T} - \log_{10}t\right)\hat{c}_4 \frac{1}{T} - 2t_{\text{st}}^2 s^2 \left(K_{41} \frac{1}{T} + K_{42} \frac{1}{T^2}\right) \dots\dots\dots (\text{A23})$$

$$\gamma = \left(\hat{c}_1 + \hat{c}_2 \frac{1}{T} - \log_{10}t\right)^2 - t_{\text{st}}^2 s^2 \left(K_{11} + 2K_{21} \frac{1}{T} + K_{22} \frac{1}{T^2} + 1\right) \dots\dots\dots (\text{A24})$$

t_{st} 的自由度为 $N-3$ 。

A3 拐点存在时计算 σ_{LTHS} 和 σ_{LPL}

如果两种破坏机理都存在,应将可用的试验数据按其破坏模式分为二组,分别对这两组数据进行拟合。

如果不能鉴别部分甚至全部数据点的破坏模式,则按附录 B 所述步骤,对每一个温度分别进行拐点的自动检验。按拐点的自动检验法结果将数据分成二组。

对每组数据,如果数据的数量及其在温度范围内的分布是合适的(见 4.2 和 4.3),按上述一般步骤(见 A1 和 A2)分别计算出 σ_{LTHS} 和 σ_{LPL} 。

附录 B

(标准的附录)

拐点的自动检验

B1 原理

理想情况是通过检验试验后的试样来确定其破坏类型(韧性破坏或脆性破坏)。如果部分试样甚至全部试样都不能用这种方法来确定其破坏类型时,应按下述步骤用计算的方法分别在每个温度检验拐点是否存在。如果存在拐点,确定拐点位置,并对那些破坏类型不确定的试验点划分其归属的破坏类型。

该计算方法假设,在给定温度和破坏类型, $\log_{10}\sigma$ 和 $\log_{10}t$ 之间关系可用式(A3)的二参数线性模型描述。假设破坏类型与静液压应力有关。应力在拐点值以下时,试验点归属为脆性破坏,应力在拐点值以上时,试验点归属为韧性破坏。

B2 步骤

体现上述原则并考虑到破坏类型的模型为:

$$\log_{10}t = c_1 + c_3 \log_{10}\sigma + c_{31}(\log_{10}\sigma - \log_{10}\sigma_k) + e \dots\dots\dots (\text{B1})$$

式中 σ_k 是拐点处的应力。 c_{31} 适用于韧性破坏, c_{32} 适用于脆性破坏。 $c_{31} = -c_{32}$ 。上式含有 4 个参数。

计算步骤是:在应力值的试验范围内扫描 σ_k ,按模型拟合试验数据,对每次拟合计算残差方差。其中残差方差最小者记为 s_k^2 ,表示扫描 σ_k 时所得最佳拟合,相应于最佳 σ_k 值。

使用没有拐点的二参数模型来拟合试验结果,得到残差方差 s^2 。

用 F 检验来确定拐点是否存在。原假设为拐点不存在。 $\frac{s^2}{s_k^2}$ 构成近似服从分子自由度为 $N-2$,分母自由度为 $N-4$ 的 F 分布的统计量 $F_{N-2,N-4}$ 。式中 N 是该温度下试验结果数。检验所用概率(即显著性水平)为 5%。若在 F 分布上与 $F_{N-2,N-4} = \frac{s^2}{s_k^2}$ 值相应的概率大于 0.05,则认为原假设成立,不存在拐点。

反之,若与 $F_{N-2, N-4} = \frac{s^2}{s_k^2}$ 值相应的概率小于 0.05,则认为原假设不成立,认为存在拐点。

附录 C

(提示的附录)

标准外推法用于部分结晶聚合物应力破坏数据的示例

C1 观察值表

观察值见表 C1。

表 C1 观察值表

温度,℃	应力,MPa	时间,h	温度,℃	应力,MPa	时间,h
20	16.0	11	40	11.5	35
20	15.0	58	40	11.8	54
20	15.0	44	40	11.5	83
20	14.9	21	40	11.2	240
20	14.5	25	40	11.2	282
20	14.5	24	40	11.0	1 912
20	14.3	46	40	11.0	1 856
20	14.1	111	40	11.0	1 688
20	14.0	201	40	11.0	1 114
20	14.0	260	40	10.5	5 686
20	14.0	201	40	10.5	921
20	13.9	13	40	10.5	1 145
20	13.7	392	40	10.5	2 445
20	13.7	440	40	10.0	5 448
20	13.7	512	40	10.0	3 488
20	13.7	464	40	10.0	1 488
20	13.7	536	40	10.0	2 076
20	13.6	680	40	9.5	1 238
20	13.5	411	40	9.5	1 790
20	13.5	412	40	9.5	2 165
20	13.5	3 368	40	9.5	7 823
20	13.5	865	40	9.0	4 128
20	13.5	946	40	9.0	4 448
20	13.5	4 524	40	8.5	7 357
20	13.4	122	40	8.5	5 448
20	13.4	5 137	40	8.0	7 233
20	13.3	1 112	40	8.0	5 959
20	13.3	2 108	40	8.0	12 081
20	13.2	1 651	40	7.5	16 920
20	13.2	1 760	40	7.5	12 888
20	12.8	837	40	7.5	10 578
40	11.1	10	40	6.5	12 912
40	11.2	11	40	6.0	11 606
40	11.5	20	60	9.6	10
40	11.5	32	60	9.5	13

表 C1(完)

温度,℃	应力,MPa	时间,h	温度,℃	应力,MPa	时间,h
60	9.5	32	60	7.5	351
60	9.5	34	60	7.0	734
60	9.5	114	60	7.0	901
60	9.5	195	60	7.0	1 071
60	9.2	151	60	7.0	1 513
60	9.0	242	60	6.5	1 042
60	9.0	476	60	6.5	538
60	9.0	205	60	6.0	4 090
60	9.0	153	60	6.0	839
60	9.0	288	60	6.0	800
60	8.9	191	60	5.5	339
60	8.5	331	60	5.5	2 146
60	8.5	296	60	5.5	2 048
60	8.5	249	60	5.5	2 856
60	8.5	321	60	5.0	1 997
60	8.5	344	60	5.0	1 647
60	8.5	423	60	5.0	1 527
60	8.5	686	60	5.0	2 305
60	8.5	513	60	5.0	2 866
60	8.5	585	60	4.0	6 345
60	8.5	719	60	3.5	15 911
60	7.5	423	60	3.4	6 841
60	7.5	590	60	3.4	8 232
60	7.5	439	60	2.9	15 090
60	7.5	519			

C2 自动检验拐点示例

对下列一组 40℃ 的观察值(见表 C2)检验拐点。

表 C2 观察值表

温度,℃	应力,MPa	时间,h	温度,℃	应力,MPa	时间,h
40	11.1	10	40	10	1 488
40	11.2	11	40	10	1 698
40	11.5	20	40	10	2 076
40	11.5	32	40	9.5	1 238
40	11.5	35	40	9.5	1 790
40	10.8	54	40	9.5	2 165
40	11.5	83	40	9.5	7 823
40	11.2	240	40	9	4 128
40	11.2	282	40	9	4 448
40	11	1 912	40	8.5	7 357
40	11	1 856	40	8.5	5 448
40	11	1 688	40	8	7 233
40	11	1 114	40	8	5 959
40	10.5	5 686	40	8	12 081
40	10.5	921	40	7.5	16 920
40	10.5	1 145	40	7.5	12 888
40	10.5	2 445	40	7.5	10 578
40	10	5 448	40	6.5	12 912
40	10	3 488	40	6	11 606

假设没有拐点时,用一条直线拟合全部数据点。所得残差方差为 0.409 1,自由度 36。

假设存在拐点时,用扫描 σ_k 的方法确定拐点位置。扫描方法是:在 $\log_{10}\sigma$ 的试验范围内,规则地分隔出 50 个应力值,依次将它们作为 σ_k ,拟合试验结果并得到 50 个残差方差值。其中残差方差最小者为 0.227,自由度为 34。与之相应的应力为 10.6 MPa,时间为 1 927 h。

统计量 $F_{36,34}=0.409\ 1/0.227=1.802$ 。分子自由度 36,分母自由度 34 的 F 分布上,与数值 1.802 相应的概率,即与统计量 F 大于 1.802 的区间相应的概率为 0.043 8。由于 $0.043\ 8<0.05$,在显著性水平 0.05 决定拐点存在。

计算结果按破坏类型分类,列表如下(见表 C3):

表 C3 拐点自动检验结果

温度,℃	应力,MPa	时间,h	破坏模式	温度,℃	应力,MPa	时间,h	破坏模式
40	11.1	10	韧性	40	10.5	2 445	脆性
40	11.2	11	韧性	40	10	5 448	脆性
40	11.5	20	韧性	40	10	3 488	脆性
40	11.5	32	韧性	40	10	2 076	脆性
40	11.5	35	韧性	40	9.5	1 790	脆性
40	10.8	54	韧性	40	9.5	2 165	脆性
40	11.5	83	韧性	40	9.5	7 823	脆性
40	11.2	240	韧性	40	9	4 128	脆性
40	11.2	282	韧性	40	9	4 448	脆性
40	11	1 688	韧性	40	8.5	7 357	脆性
40	11	1 114	韧性	40	8.5	5 448	脆性
40	11	1 912	韧性	40	8	7 233	脆性
40	11	1 856	韧性	40	8	5 959	脆性
40	10.5	921	脆性	40	8	12 081	脆性
40	10	1 488	脆性	40	7.5	16 920	脆性
40	10	1 698	脆性	40	7.5	12 888	脆性
40	9.5	1 238	脆性	40	7.5	10 578	脆性
40	10.5	1 145	脆性	40	6.5	12 912	脆性
40	10.5	5 686	脆性	40	6	11 606	脆性

C3 应力破坏数据的回归计算示例(见图 C1)

C3.1 参数估计

模型[见式(A2)]: $\log_{10}t=c_1+c_2\frac{1}{T}+c_4\frac{\log_{10}\sigma}{T}+e$

破坏类型 A:韧性破坏

残差方差:0.306 061

试验点个数:50

参数个数:3

自由度:47

参数估计结果见表 C4。

表 C4 参数估计结果

参数	c_i 点估计值 $\hat{c}_i$	标准差 s_i	参数显著性检验 $t_{\alpha i}$ 值	$\Pr(> t_{\alpha i})$
c_1	-42.016	6.048	-6.947	0.000
c_2	23 185.544	3 291.163	7.045	0.000
c_4	-8 892.874	1 361.236	-6.533	0.000

模型适度检验： $\Pr(F_{19,28} > 2.981) = 0.004$

破坏类型 B：脆性破坏

残差方差：0.048 413

试验点个数：70

参数个数：3

自由度：67

参数估计结果见表 C5。

表 C5 参数估计结果

参数	c_i 点估计值 $\hat{c}_i$	标准差 s_i	参数显著性检验 t_{si} 值	$\Pr(> t_{si})$
c_1	-15.776	1.010	-15.619	0.000
c_2	7 228.567	366.272	19.736	0.000
c_4	-1 213.652	76.870	-15.788	0.000

模型适度检验： $\Pr(F_{20,47} > 0.751) = 0.753$

C3.2 预测及其反方向运算

破坏类型 A

计算结果见表 C6、表 C7、表 C8、表 C9。

表 C6 σ_{LTHS} 计算结果

MPa

时间, h 温度, °C	1	10	100	1 000	10 000	100 000
20	16.678	15.458	14.328	13.281	12.310	B
40	13.416	12.372	11.408	10.519	B	B
60	10.793	9.901	9.083	B	B	B

表 C7 σ_{LPL} 计算结果

MPa

时间, h 温度, °C	1	10	100	1 000	10 000	100 000
20	15.229	14.183	13.132	12.074	11.024	B
40	12.209	11.288	10.365	9.444	B	B
60	9.748	8.942	8.140	B	B	B

表 C8 σ_{LTHS} 计算结果

MPa

时间, a 温度, °C	0.5	1	10	50
20	12.650	12.364	B	B
40	B	B	B	B
60	B	B	B	B

表 C9 σ_{LPL} 计算结果

MPa

时间, a 温度, °C	0.5	1	10	50
20	11.398	11.084	B	B
40	B	B	B	B
60	B	B	B	B

破坏类型 B

计算结果见表 C10、表 C11、表 C12、表 C13。

表 C10 σ_{LTHS} 计算结果

MPa

时间, h 温度, °C	1	10	100	1 000	10 000	100 000
20	A	A	A	A	A	8.661
40	A	A	A	A	7.132	3.937
60	A	A	A	6.336	3.368	1.790

表 C11 σ_{LPL} 计算结果

MPa

时间, h 温度, °C	1	10	100	1 000	10 000	100 000
20	A	A	A	A	A	6.550
40	A	A	A	A	5.427	2.914
60	A	A	A	4.772	2.478	1.261

表 C12 σ_{LTHS} 计算结果

MPa

时间, a 温度, °C	0.5	1	10	50
20	A	A	8.942	6.062
40	8.825	7.380	4.074	2.689
60	4.224	3.492	1.856	1.193

表 C13 σ_{LPL} 计算结果

MPa

时间, a 温度, °C	0.5	1	10	50
20	A	A	6.770	4.510
40	6.748	5.621	3.022	1.937
60	3.142	2.575	1.312	0.811

外推时间极限

 $T_i=40^{\circ}\text{C}$, $t_{\max}=13\,160.5\text{ h}$ 时的外推时间极限见表 C14。

表 C14 外推时间极限

$T, ^{\circ}\text{C}$	$\Delta T, ^{\circ}\text{C}$	k_e	t_e, h	t_e, a
20	20	6	78 963	9.01

 $T_i=60^{\circ}\text{C}$, $t_{\max}=9\,698.1\text{ h}$ 时的外推时间极限见表 C15。

表 C15 外推时间极限

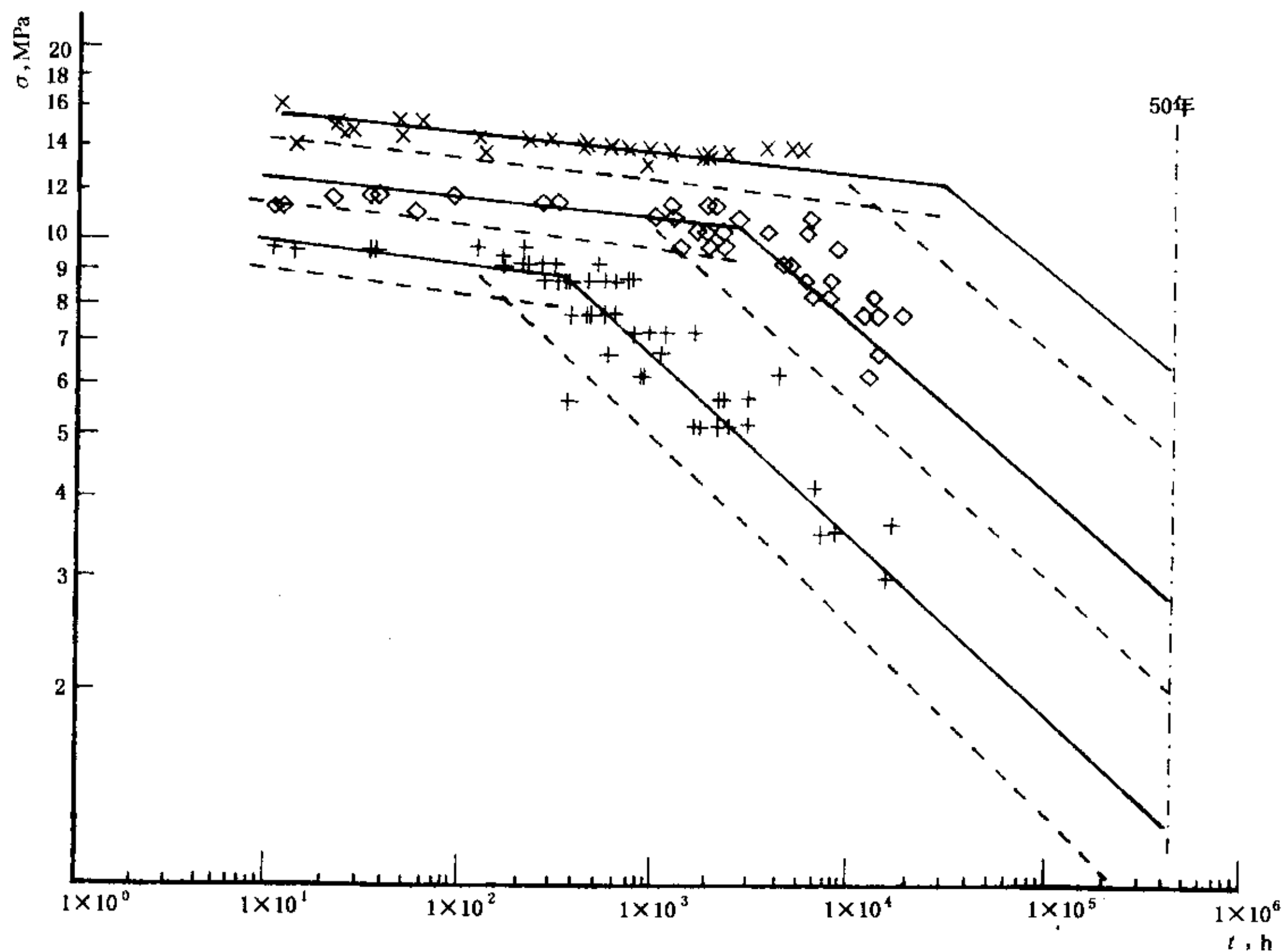
$T, ^{\circ}\text{C}$	$\Delta T, ^{\circ}\text{C}$	k_e	t_e, h	t_e, a
20	40	50	484 907	55.35
40	20	6	58 189	6.64

C3.3 拐点位置

拐点位置见表 C16。

表 C16 拐点位置

温度, °C	应力, MPa	时间, h
20	11.92	26 664
40	10.18	2 515
60	8.70	315



注

- 1 实线表示 σ_{LTHS} 的线性回归线。
- 2 虚线表示 σ_{LPL} 的曲线。
- 3 “×”表示试验温度为 20°C。
- 4 “○”表示试验温度为 40°C。
- 5 “+”表示试验温度为 60°C。

图 C1 应力破坏数据的回归计算示例