



中华人民共和国国家标准

GB/T 1842—1999

聚乙烯环境应力开裂试验方法

Test method for environmental stress-
cracking of polyethylene plastics

1999-08-10 发布

2000-06-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准等效采用 ASTM D1693:1997《乙烯塑料环境应力开裂标准试验方法》。

本标准与 ASTM D1693:1997 技术内容基本一致,主要差异为:

- 1 本标准中规定了制备试验用压塑试片的具体条件。
- 2 试剂采用壬基酚聚氧乙烯醚(TX-10)。
- 3 在观察时间中增加 6 h、7 h、12 h、20 h 的观察点。
- 4 本标准的精密度按 GB/T 6379 进行计算。

本标准与 GB/T 1842—1980 的主要差异为:

- 1 本标准中规定了制备试验用压塑试片的具体条件。
- 2 增加了一种刻痕深度(0.30~0.40 mm)。
- 3 增加了 100℃的试验条件。
- 4 50℃时试剂浓度为 10%(V/V)。

本标准从生效之日起,同时代替 GB/T 1842—1980。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准的附录 B 是提示的附录。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

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会(TC 15/SC 1)归口。

本标准起草单位:中国石油化工集团公司北京化工研究院。

本标准主要起草人:者东梅、李生德、杭 颢。

本标准于 1980 年首次发布,本次为第一次修订。

中华人民共和国国家标准

聚乙烯环境应力开裂试验方法

Test method for environmental stress-
cracking of polyethylene plastics

GB/T 1842—1999
ASTM D1693:1997

代替 GB/T 1842—1980

1 范围

本标准规定了聚乙烯环境应力开裂的试验方法。

本标准适用于测定聚乙烯均聚物以及其他 1-烯烃单体含量少于 50%(m/m)和带官能团的非烯烃单体含量不多于 3%(m/m)的共聚物在规定条件下耐环境应力开裂的能力。

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 2035—1996 塑料术语及其定义

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境

GB/T 6379—1986 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

GB/T 9352—1988 热塑性塑料压塑试样的制备

3 定义

本标准中使用如下定义。

3.1 应力开裂 stress crack

由低于塑料短时机械强度的各种应力引起的塑料内部或外部的开裂。

这类开裂常常受塑料所处环境的影响而加速发展。存在于外部或内部的应力或两种应力的共同作用可以引起开裂。由细小裂纹构成的网状结构的开裂又称为龟裂。

3.2 应力开裂破损 stress crack failure

本试验中凡能用眼睛观察到的裂纹均可认为是应力开裂破损,简称试样破损。刻痕的延伸不应视为试样破损。

裂纹通常始于刻痕并与刻痕成近 90°角方向向外围发展。有时裂纹在试样内部发展形成表面塌陷。若塌陷最终发展成表面裂纹,则应将塌陷时间记为试样破损时间。

3.3 环境应力开裂时间 F_{50} time of environmental stress crack F_{50}

试样在某种介质中破损几率为百分之五十的时间。

4 方法提要

把表面带有刻痕的试样弯曲并置入表面活性剂的介质中,观察试样发生开裂的时间并计算破损几率。

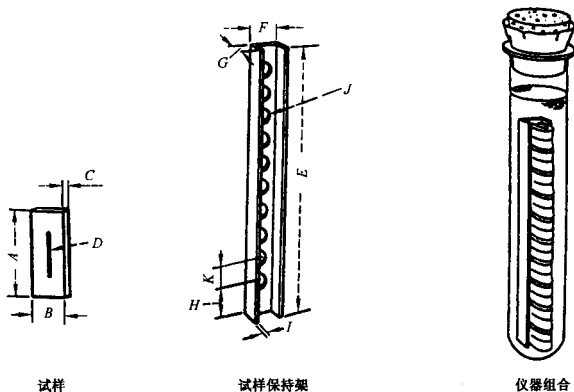
5 意义及用途

5.1 作用在试样上的应力及试样的热历史影响材料的环境应力开裂性能。试样表面刻痕使材料局部产生较大的多轴应力。标准规定的条件有利于材料的环境应力开裂。

5.2 由本方法获得的信息不可直接用于实际工程问题。

6 试验装置

6.1 试样尺寸及试验仪器：见图 1。

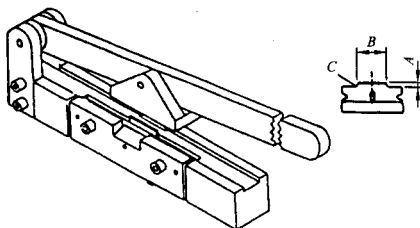


试样 试样保持架 仪器组合
A—试样长度, $38 \text{ mm} \pm 2.5 \text{ mm}$; B—试样宽度, $13 \text{ mm} \pm 0.8 \text{ mm}$; C—试样厚度(见表 2); D—刻痕深度(见表 2); E—试样保持架长度, 165 mm ; F—试样保持架宽度; 内槽宽度, $12.00 \text{ mm} \pm 0.05 \text{ mm}$; 外槽宽度, 16 mm ; G—试样保持架高度, 10 mm ; H— 15 mm ; I—试样保持架壁厚, 2 mm ; J—孔径, 5 mm ; K—相邻孔间圆心距, 15 mm

图 1 试验仪器图

6.2 冲模：矩形刀具，能切出切口平整、不带斜棱的试样。

6.3 刻痕刀架：见图 2，能按照刻痕要求在试样上进行刻痕。刻痕应与试样的长度方向平行并位于表面的中心部位。刀片每正常使用 30 次后应予以检查，刀刃一旦变钝或磨损就应及时更换。每把刀片刻痕次数不应超过 100 次。



A—刀刃高度, 3 mm ; B—刀刃宽度, $18.9 \sim 19.2 \text{ mm}$; C—半径, $\leq 1.5 \text{ mm}$

图 2 刻痕刀架

6.4 试样保持架：不锈钢、黄铜或黄铜镀铬长槽，其尺寸见图 1。长槽的两侧面应相互平行，并与槽底面成直角。槽内表面应光滑。

6.5 试管：硬质玻璃试管并配有塞子，长度大于 200 mm ，内径 $30 \sim 32 \text{ mm}$ 。

- 6.6 铝箔：厚度 0.08~0.13 mm，用以包缚塞子。
 6.7 恒温浴槽：能保证恒温浴温度为 $50^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 及 $100^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。
 6.8 试管架：放置试管的支架。
 6.9 试样弯曲装置：见图 3。
 6.10 试样转移工具：见图 4。

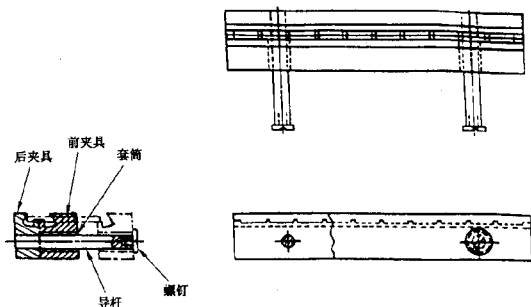


图 3 试样弯曲装置

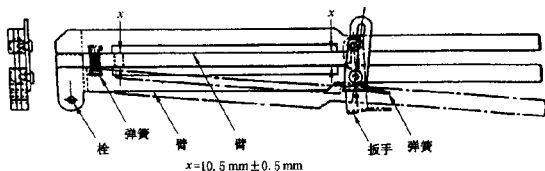


图 4 试样转移工具

7 试剂

本标准采用壬基酚聚氧乙烯醚(TX-10)^{1]}或其 10%(V/V)水溶液作为试剂。TX-10 试剂放置时间较长时可进行红外分析，若观察到羰基峰的存在，则认为试剂已降解。

注 1：壬基酚聚氧乙烯醚(TX-10)也称 OP-10 或 Om-10，其分子式为：



注 2：壬基酚聚氧乙烯醚应贮存在密闭的金属或玻璃容器中以避免其吸湿。

配制试剂水溶液时，应将混合液加热到 60°C 左右，连续搅拌 1 h。配制好的试剂水溶液应在一个星期内使用，并只能使用一次，不得重复使用。

如有特殊需要也可采用其他表面活性剂、皂类及任何不使试样发生显著溶胀的有机试剂作为试剂。

8 试样制备

8.1 试片制备：按 GB/T 9352 规定采用单单位压机和溢料式模具制备压塑试片，成型条件见表 1。试片

采用说明：

1] ASTM D1693:1997 采用试剂为 Igepal CO630。

厚度如下:密度小于等于 925 kg/m^3 的聚乙烯试片厚度为 $3.00 \sim 3.30 \text{ mm}$,密度大于 925 kg/m^3 的为 $1.75 \sim 2.00 \text{ mm}$ ^[1]。

8.2 试样制备:压制好的试片于 24 h 内,在距试片边缘大于 10 mm 的位置内切取矩形试样。

表 1 试片模塑条件

模塑温度 C	热 压				冷 压		
	预 热		热 压		平均冷却速率 C/min	压力 MPa	脱模温度 C
	压力 MPa	时间 min	压力 MPa	时间 min			
180	接触	5	5	5 ± 1	15	5	≤ 40

9 试样状态调节

除非特别指出,试样应按照 GB/T 2918 规定,在温度 $23 \text{ C} \pm 2 \text{ C}$ 、相对湿度 $50\% \pm 5\%$ 条件下状态调节至少 40 h,但最多不超过 96 h。试样刻痕、弯曲后应立即开始试验。

10 试验步骤

10.1 本方法的试验条件见表 2。密度小于等于 925 kg/m^3 的聚乙烯选择条件 A,密度大于 925 kg/m^3 的选择条件 B。对于部分密度大于 940 kg/m^3 的聚乙烯材料也可选择条件 C。

10.2 对试样进行刻痕,刻痕深度符合表 2 要求。

表 2 环境应力开裂试验条件

条 件	试样厚度 mm	刻痕深度 mm	恒温浴温度 C	试剂浓度 %(V/V)
A	$3.00 \sim 3.30$	$0.50 \sim 0.65$	50	10
B	$1.75 \sim 2.00$	$0.30 \sim 0.40$	50	10
C	$1.75 \sim 2.00$	$0.30 \sim 0.40$	100	100

10.3 将 10 个刻痕面向上的试样放在试样弯曲装置上,在台钳、平板压床或其他适当的工具上合拢弯曲装置,整个操作过程在 30 s 内完成。用试样转移工具把已弯曲好的试样转移到试样保持架中,并使试样两端紧贴试样保持架底部。

10.4 试样保持架需在 10 min 内放入已盛有预热到规定温度试剂的试管内,试剂液面应高于保持架约 10 mm。用包有铝箔的塞子塞紧试管,迅速放入已达温度要求的恒温浴槽中,并开始计时。在操作过程中刻痕不应与试管壁接触。

10.5 按下列观察时间检查试样并记录试样破损数目及相应的破损时间。

0.1 h, 0.25 h, 0.5 h, 1.0 h, 1.5 h, 2 h, 3 h, 4 h, 5 h, 6 h, 7 h, 8 h, 12 h, 16 h, 20 h, 24 h, 32 h, 40 h, 48 h^[2]。

48 h 以后,每 24 h 观察一次。

10.6 采用对数-概率坐标作图法确定试样环境应力开裂时间 F_{50} 。具体方法见附录 A。

11 试样数目

检验时,试样数目至少为 10 个。

采用说明:

1] 本标准规定的试片制备条件,与 ISO 1872-2:1997 相同。

2] 与 ASTM D1693:1997 相比,本标准增加了 6 h、7 h、12 h、20 h 的观察时间。

12 精密度

12.1 本标准给出了 3 种聚乙烯材料在 10 个实验室测定的精密度,见表 3¹⁾。每种聚乙烯在同一实验室压塑试片,在不同实验室冲切试样、刻痕及试验。每种材料进行 2 组平行试验。

注 3: 本方法的精密度按 GB/T 6379 进行计算,用 r 和 R 表征。表 3 中的数据只是有限的试验的结果,并不能覆盖所有材料、批号、试验条件及实验室,因此,严格地说,不能将其视为判别接收或拒收的依据。

12.2 对于某种特定的聚乙烯,应通过足够多的数据确定重现性(r)和再现性(R)。该类产品再进行试验时,若 2 个试验结果之差大于 r 或 R ,则认为 2 个测试结果不一致。该判定方法的置信概率为 95%。

表 3 部分聚乙烯材料环境应力开裂试验的精密度

材料	密度, kg/m ³	试验条件	F ₅₀ 平均值, h	S _r	S _R	r	R
1 号	921	A	4.8	0.2	1.2	0.6	3.4
2 号	951	B	5.4	0.5	1.5	1.4	4.2
3 号	945		582.6	54.5	95.5	152.6	267.4
注							
1 S _r = 实验室内平均值的标准偏差。							
2 S _R = 实验室内平均值的标准偏差。							
3 重现性 r = 2.8 × S _r 。							
4 再现性 R = 2.8 × S _R							

13 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 材料的完整标识,如名称、编号及送样单位等;
- 试剂名称及浓度;
- 试样数目;
- 试验条件;
- 试样破损时间及破损几率;
- 试样环境应力开裂时间 F_{50} (h);
- 试验日期及检验人员。

采用说明:

1) ASTM D1693:1997 的精密度见附录 B。

附录 A

(标准的附录)

确定环境应力开裂时间 F_{50} 的作图方法

A1 本方法采用对数-概率坐标作图法确定聚乙烯环境应力开裂时间 F_{50} 。作图时,以时间(h)的对数为纵坐标,以试样破损几率 $f_x(\%)$ 取概率为横坐标。 f_x 按式(A1)计算:

$$f_x = \frac{x}{n+1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: f_x ——试样破损几率, %;

n ——试样总数;

x ——试样破损数目。

A2 作图步骤

A2.1 计算每一破损试样的 f_x ,也可将上述 f_x 值及对应的破损时间制成表格,实例见表 A1。

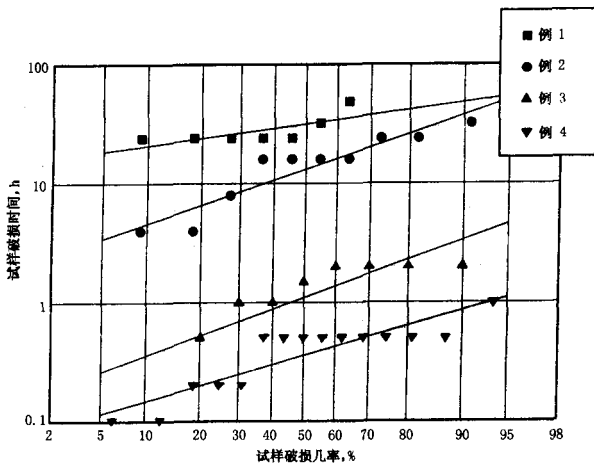
A2.2 根据上述数据在对数-概率坐标纸上标记点,作图实例见图 A1。每一破损试样都应图中一点对应。通过上述各点作一条最佳的拟合直线,直线与 50% 概率率交点所对应的时间,即为环境应力开裂时间 F_{50} 。

A3 通常 10 个试样对应图上 10 个坐标点。偶尔会有个别试样作废,概率坐标间隔可能会发生改变,但作图程序不变。

A4 在使用本标准及作图方法时,偶尔会出现个别反常试样而降低了试验的可靠性,在这种情况下,应进行分析。

表 A1 计算实例

试样破损 时间, h 试样	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
例 1 (3 个试样不破损)	24	24	24	24	24	32	48								
例 2 (10 个试样均破损)	4	4	8	16	16	16	16	24	24	32					
例 3 (丢失一个试样)	0.2	0.5	1	1	1.5	2	2	2	2						
例 4 (15 个试样)	0.1	0.1	0.25	0.25	0.25	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	1
例 4 试样破损几率, %	6.2	12.5	18.8	25.0	31.2	37.5	43.8	50.0	56.2	62.5	68.8	75.0	81.2	87.5	93.8

图 A1 对数-概率坐标作图法求 F_{50} 图例

附录 B

(提示的附录)

ASTM D1693:1997 的精密度

ASTM D1693:1997 给出了 5 种聚乙烯材料在 8 个实验室测定的精密度,见表 B1。每种聚乙烯材料在同一实验室压塑试样,在不同实验室冲切试样、刻痕及试验。每种材料进行 2 组平行试验。

表 B1 聚乙烯环境应力开裂试验的精密度

材 料	密度 kg/m ³	熔体流动速率 g/10 min	F_{50} 平均值 h	S_r	S_R	r	R
A	935	44.9	44.9	26.0	41.8	72.8	117.2
B	941	102.4	102.4	40.9	70.3	114.5	196.7
C	955	227.9	227.9	28.0	153.4	78.4	729.5
D	947	43.0	43.0	2.75	19.5	7.70	54.6
E	935	51.3	51.3	5.69	31.4	15.9	88.0

注

1 试剂: Igepal CO630, 浓度: 10%, 试验条件: B。

2 S_r = 实验室内平均值的标准偏差。3 S_R = 实验室内平均值的标准偏差。4 重现性 $r = 2.83 \times S_r$ 。5 再现性 $R = 2.83 \times S_R$ 。