

中华人民共和国石油化工业标准

SH/T 1542—XXXX

代替 SH/T 1542—1993

塑料 聚丙烯和丙烯共聚物在空气中
热氧化稳定性的测定 热老化箱法

Plastics—Determination of thermal oxidative stability of polypropylene and
propylene-copolymers in air—Oven method

(ISO 4577:2019, Plastics—Polypropylene and
propylene-copolymers—Determination of thermal oxidative stability in air—Oven
method, MOD)

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替SH/T 1542—1993《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》，与SH/T 1542—1993相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了热老化箱及试样架的技术内容，其中热老化箱风速从“0.5~1.0 m/s”更改为“0.75 m/s~1.0 m/s”，单轴转动试样架由“转速为10~12 r/min”更改为“使气流冲击试样平面的速度不大于1 m/s”（见5.1、5.3.3，1993年版的4.1、4.2b）；
- b) 增加了监测温度均匀度、试验温度的建议、双轴和单轴试样架示意图，以及“风速仪”、“冲刀”、“金属夹”的技术内容（见5.2、图1、图2、5.4~5.6）；
- c) 更改了“试样制备”的压塑制备条件（见6.1，1993年版的5.1）；
- d) 删除了“采用其他形状和尺寸的试样”及“薄型试样”的有关内容（见1993年版的5.2）；
- e) 更改了“状态调节”的条件（见第7章，1993年版的6.1）；
- f) 更改了“试验条件”中对“150℃少于7天”试样降温进行试验的内容（见第8章，1993年版的6.2）；
- g) 增加了重要提示，去除油迹以及观察固定式试样架的方法（见第9章）；
- h) 更改了试样间距，从“20 mm”改为“30 mm”（见9.1，1993年版的7.1）；
- i) 更改了评价试样失效的内容（见第10章，1993年版的第8章）。

本文件修改采用ISO 4577:2019《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》。

本文件与ISO 4577:2019相比做了下述结构调整：

- 第5章对应ISO 4577:2019的第5章，其中5.3.2~5.3.3对应ISO 4577:2019的5.3.1~5.3.2，增加了5.3.1；
- 第6章对应ISO 4577:2019的第6章，增加了6.1、6.2。

本文件与ISO 4577:2019的技术差异及其原因如下：

- 用规范性引用的GB/T 2918替换了ISO 291，两个文件之间的一致性程度为修改，以适应我国的技术条件、增加可操作性；
- 用规范性引用的GB/T 2546.2替换了ISO 19069-2，两个文件之间的一致性程度为修改，以适应我国的技术条件、增加可操作性；
- 增加了温度传感器可代替水银温度计使用以及非固定式试样架中温度传感器位置的建议（见5.2），温度传感器是检测试验温度的常用工具；
- 增加了风速仪的技术要求（见5.4），增加可操作性；
- 在“冲刀”中将“50 mm×10mm”更改为“(50±2) mm×(10±0.2) mm”（见5.5），增加模具尺寸精度以提高制样的可操作性；
- 在“试样尺寸和数量”中将“宽10 mm”更改为“宽(10±0.2) mm”，将“长50 mm”更改为“长(50±2) mm”，同时增加了选用试样要求（见6.2），增加试样的可操作性及可靠性；
- 在警示中增加了“或与金属部件直接接触”（见第9章），增加试验操作的规范性；
- 增加了观察固定式试样架中试样的方法（见9.2），增加可操作性；
- 增加了失效时间的单位“小时(h)”及排除异常情况的建议（见第10章），增加可操作性；
- 在“试验报告”中将“注1”更改在c)中，将“注2”更改在d)中，同时删除注1、注2（见第11章的c)、d)），从而与“试验条件”的要求一致，增加规范性；
- 将记录试样“厚度”更改为“尺寸”（见第11章的f)），从而与试样长、宽要求一致；
- 增加了记录“试验箱型号”（见第11章的g)），使报告信息更完整。

本文件做了下列编辑性改动：

- 为与现有标准协调，将标准名称改为《塑料 聚丙烯和丙烯共聚物在空气中热氧化稳定性的测定 热老化箱法》；
- 增加了资料性引用GB/T 7142（见第4章注），借助阿伦尼乌斯方程作图推算使用寿命；

- 增加了热老化箱温度的技术要求（见 5.1 的 c））便于选用设备；
- 增加了用风速仪检查热老化箱工作状态的注释（见 5.4 注），提高试验设备的可操作性、消除歧义；
- 增加了 5.4~5.6 的条标题（见 5.4~5.6）使同层次条标题设置保持一致；
- 增加了关于试样制备的补充信息（见 6.1 注），满足特定材料的制备需求；
- 用资料性引用的 GB/T 1632.3 替换了 ISO 1628-3（见 9.2 注）；
- 用资料性引用的 GB/T 3682.1 替换了 ISO 1133-1（见 9.2 注）；
- 用资料性引用的 GB/T 2546.1 替换了 ISO 19069-1（见参考文献）；
- 增加了举例说明（见第 11 章的 b））解释“鉴别信息”；
- 增加了“失效时间范围”的解释（见第 11 章的 d））以便理解。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油化工集团有限公司提出。

本文件由全国塑料标准化技术委员会石化塑料树脂产品分会（SAC/TC15/SC1）归口。

本文件起草单位：广州合成材料研究院有限公司、北京燕山石化高技术有限责任公司、中国石油化工股份有限公司洛阳分公司、中国石油化工股份有限公司石油化工有限公司研究院、通标标准技术服务有限公司广州分公司、苏州旭光聚合物有限公司。

本文件主要起草人：马玫、杨黎黎、曹豫新、曲静波、杨纯儿、王海利、王浩江、郑慧琴、高祥、彭卫玲。

本文件于1993年首次发布，本次为第一次修订。

塑料 聚丙烯和丙烯共聚物在空气中 热氧化稳定性的测定 热老化箱法

1 范围

本文件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热老化箱中进行加速热氧化试验的方法。

本文件适用于评定丙烯类塑料的热氧化稳定性，也适用于推算丙烯类塑料制品的使用寿命。

本文件测定的热氧化稳定性与丙烯类塑料在不同环境条件下使用的适宜性无直接对应关系。

注：通常，对于热氧化稳定性较高的丙烯类塑料，在本文件规定的严苛温度下能在适当的时间内失效；对于热氧化稳定性较低的丙烯类塑料，能用较低的温度进行性能评估。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 2918 塑料 试样状态调节和试验的标准环境（GB/T 2918—2018，ISO 291:2008，MOD）

GB/T 2546.2 塑料 聚丙烯(PP)模塑和挤出材料 第2部分：试样制备和性能测定（GB/T 2546.2—2022，ISO 19069-2:2016，MOD）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

在强制通风型热老化箱内通过加热使试样在热空气环境下加速老化，目测试样外观变化，确定材料的失效时间。

在本文件规定的条件下，试样发生降解的速率取决于被测丙烯类塑料的热氧化稳定性。

本文件以试样出现局部开裂、破碎并且（或者）变色的现象所经历的时间（小时或天）作为材料的失效时间。

如需进一步评估丙烯类塑料的热氧化寿命与温度的关系，可在几种温度下进行试验并用阿伦尼乌斯（Arrhenius）方程处理数据，即通过失效时间的对数对开尔文温度（K）的倒数作图。为此，推荐在100℃~150℃的温度范围内以每相隔10℃的温度进行试验。

注：用阿伦尼乌斯方程作图的方法参见GB/T 7142。

5 仪器设备

5.1 热老化箱

热空气老化箱应是强制通风型，通过调节进气和排气控制空气循环，并装有试样架和温度控制系统。经校准的热老化箱符合以下条件。

a) 空气置换率：每10 min至少置换空气一次。

b) 风速：0.75 m/s~1 m/s，在热老化箱内放置试样的任何位置。

注：热老化箱中的风速取决于热老化箱的设计，一般比较稳定。必要时在室温下用风速仪在热老化箱中部检查鼓风机和其他运转部件的工作状态。

- c) 温度：工作范围从室温至 200 °C 并且控温精度达到 1 °C；150 °C 时，热老化箱工作空间内的温度波动度不大于 1 °C，或整个热老化箱内温度分布均匀度不大于 1.5 °C；应有超温保护器，推荐使用温度记录仪。

5.2 温度计

温度计量程应达 200 °C，分度值为 1 °C 或更精确。每支水银温度计都应检查是否正常，并应在 150 °C 进行校准。可用经校准的温度传感器代替温度计。

为对照热老化箱内温度均匀度，推荐至少使用两支温度计，一支在热老化箱工作空间的上部，另一支在下部。试验温度取其平均值。

对于非固定式试样架的热老化箱，也可把温度计或温度传感器设在距离热老化箱顶部内衬约 80 mm 靠近排气口处，监测温度。

5.3 试样架

5.3.1 通用要求

应使试样处于相对速率为 0.75 m/s ~ 1 m/s 的空气气流中，试样架可是双轴转动、单轴转动或是固定的。

适用于双轴和单轴转动的试样架装置分别见图 1 和图 2。

双轴转动增加了所有试样在同等条件下暴露的可能性。如有争议，应采用双轴转动试样架。

5.3.2 双轴转动试样架

双轴转动试样架，见图 1。试样架的水平轴与垂直轴的转速均为 1 r/min ~ 3 r/min。

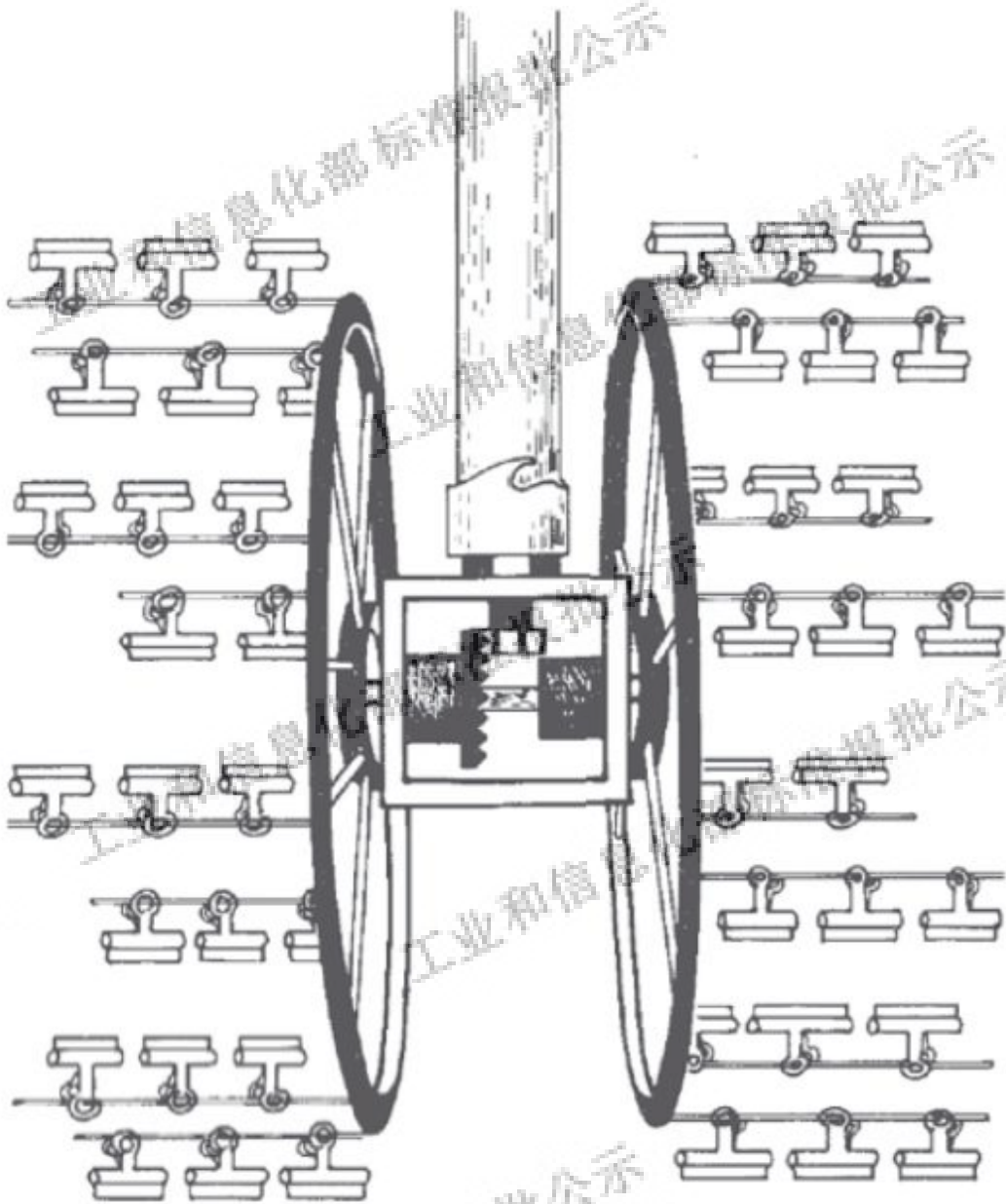


图1 双轴转动试样架示意图（摩天轮式）

5.3.3 单轴转动试样架

单轴转动试样架，见图2。转鼓圆周线速度应使气流冲击试样平面的速度不大于1 m/s。

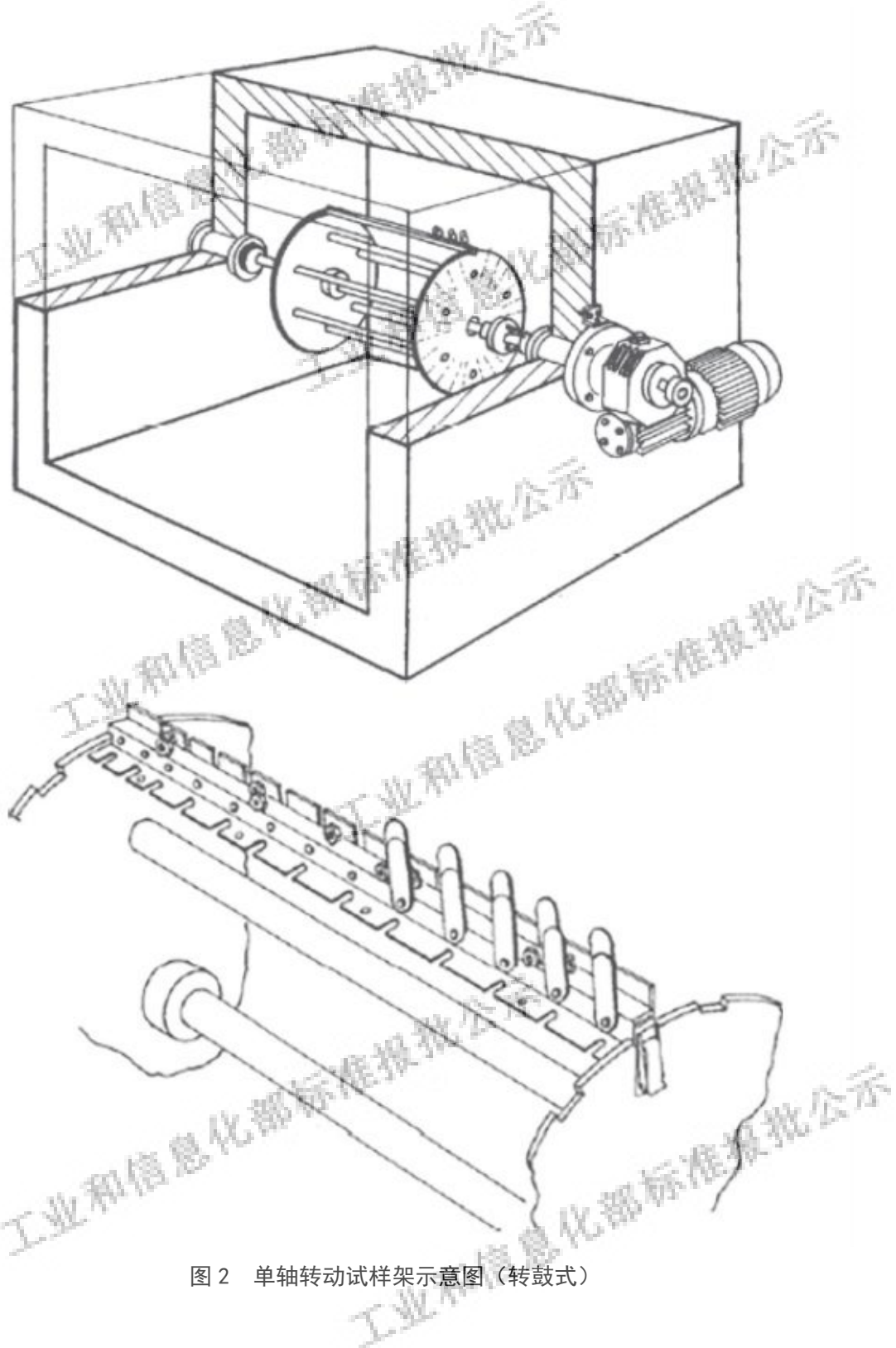


图2 单轴转动试样架示意图（转鼓式）

5.4 风速仪

无定向、防绕线风速仪，测量范围0 m/s~10 m/s，分辨率0.01 m/s，可固定在试样架上。

5.5 冲刀

可冲切 (50 ± 2) mm \times (10 ± 0.2) mm的试样。

5.6 金属夹

用氟塑料薄膜或其他不影响丙烯类塑料热氧化稳定性的材料做内衬。

6 试样

6.1 试样制备

按GB/T 2546.2规定，用颗粒或其它均质模塑材料压塑制备试片，应从试片上冲切试样。

注：对于高熔体流动速率的丙烯类塑料，为制备指定厚度的试片，可适当降低模塑温度，如 (200 ± 5) ℃，但可能影响其热氧化稳定性能。

经相关方协商，也可用注射成型制备的试样或直接从丙烯类塑料制品上切取的试样。

6.2 试样尺寸和数量

试样应宽 (10 ± 0.2) mm、长 (50 ± 2) mm，厚 (1.0 ± 0.05) mm。必要时修整边缘，去除冲裁引起的缺陷。

经相关方协商可采用其他厚度的试样。

试样应厚度均匀一致，表面清洁无污损、无气泡或穿孔。

每次试验应不少于5个试样。

7 状态调节

试样一般不需进行状态调节。如有争议，试样应按GB/T 2918规定的标准环境进行状态调节至少40 h。

8 试验条件

推荐试验温度为150℃。在试验过程中，热老化箱工作空间内同一位置上测得的温度差应在 ± 1 ℃范围内，或整个热老化箱内测得的温度差应在 ± 1.5 ℃范围内。

如果试样在150℃平均失效时间少于7天，试验报告应注明“150℃少于7天”，并应在 (140 ± 1) ℃或更低的相隔10℃的温度重复试验，直到失效时间达到7天以上。

注：对于热氧化稳定性在150℃耐久7天以上的材料，如果选用140℃进行试验，在试验报告中予以说明。

9 试验步骤

注意：务必小心处理试样，避免污损或与金属部件直接接触。

9.1 金属夹（5.6）及内衬应先用三氯乙烯或其他适宜的溶剂清洁去除油迹，再用带内衬的夹子将5个试样垂直悬挂在试样架（5.3）上。

将试样安置在热老化箱（5.1）中试样架时，各试样间距至少30 mm，试样与箱壁相距至少50 mm。安置完毕后，启动热老化箱并使试样架旋转。

9.2 每天至少观察一次试样，直至最后一个试样失效为止。观察非固定式试样时，应停止试样架转动；观测固定式试样时，如有遮挡可小心拉出部分试样架以便观测。

注：目测试样表面是一种可靠的评价耐氧化方法，丙烯类热塑性塑料的氧化一般发生在材料的表面再向内部扩散。通过目测确定多种试样失效时间有争议时，亦能测量经某一规定老化时间后的试样黏度（参见GB/T 1632.3）和（或）熔体流动速率（参见GB/T 3682.1）的相对变化率来进行比较。

10 结果表示

记录失效时间，即试样出现可视的局部变色和（或）碎裂所经历的时间，用小时（h）或天（d）表示。本评定对离金属夹5 mm以内的区域不应作考核，并排除因试样污损等原因造成的异常情况。

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 注明参照本文件，即 SH/T 1542—XXXX；
- b) 试样的完整鉴别信息，例如名称、牌号等；
- c) 5 个试样在 150 °C 的平均失效时间，单位用小时 (h) 或天 (d) 表示。如在 150 °C 的平均失效时间小于 7 天，报告“150 °C 少于 7 天”，并报告在 140 °C 或其他温度的平均失效时间；
- d) 试样在 150 °C 的失效时间范围，即取 5 个试样中的最小值与最大值为范围，单位用小时 (h) 或天 (d) 表示。如在 150 °C 的平均失效时间小于 7 天，报告“150 °C 少于 7 天”，并报告在 140 °C 或其他温度的失效时间范围；
- e) 试样的制备方法、工艺条件或历程；
- f) 试样的尺寸；
- g) 试验箱型号及试样架类型；
- h) 记录非 150 °C 时的试验温度；
- i) 如有，记录状态调节的温度及湿度信息，见第 7 章。

参 考 文 献

- [1] GB/T 1632.3 塑料 使用毛细管黏度计测定聚合物稀溶液黏度 第3部分：聚乙烯和聚丙烯
- [2] GB/T 2546.1 塑料 聚丙烯（PP）模塑和挤出材料 第1部分：命名系统和分类基础
- [3] GB/T 3682.1 塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率(MFR)和熔体体积流动速率(MVR)的测定 第1部分：标准方法
- [4] GB/T 7142 塑料 塑料长期热暴露后时间-温度极限的测定
-