

# 硫化橡胶耐液体试验误差分布及显著影响因素分析

北京航空材料研究所 马启元 叶关英 王宝兰

通过大量试验和统计分析,对 GB1690“硫化橡胶耐液体试验方法”试验误差分布及显著影响因素进行深入探讨,证明该方法采用密封钢油杯是造成试验误差大、重复性差的主要原因。

## Deviation Analysis for the Test of Liquid Resistance of Vulcanized Rubber

Ma Qiuyan Ye Guanying Wang Baolan  
(Institute of Aeronautical Materials, Beijing)

The test deviation distribution and remarkable influence factor to the method of the test of liquid resistance of GB1690 vulcanized rubber are discussed based on a lot of tests and statistical analysis. It is found that the use of sealed steel oil-cup is the main reason for the big test deviation and worse repeatability.

### 一、前言

硫化橡胶耐液体性能是飞机燃油系统、液压和润滑系统用橡胶的重要性能,长期以来按照 GB1690 标准规定的方法,采用密封油杯—恒温箱装置进行试验,测定浸渍液体前后硫化橡胶拉伸强度、扯断伸长率、重量变化、体积变化,由此来判定材料耐油性的优劣,其试验条件不同于 ISO1817、ASTM471 等标准,多年来实践表明其试验误差大、重复性差,同一材料甚至同一样品在几次试验中出现具有显著差异的试验结果,引起单位之间的争议,仲裁试验结果也难以令人信服。

为了提高试验精确度,曾对可能引起试验误差的因素——橡胶硫化程度、试样尺寸均匀性、油介质一致性、恒温箱温度控制、密封油杯规格等进行过试验研究和分析,均未获得满意结果。

为了深入探讨这一问题,本研究严格控制上述可控因素,通过大量试验,统计分析密封油杯、恒温箱两因素的试验结果误差分布规律及影响因素显著性检验。

### 二、试验方法

试验按照 GB1690 规定,采用密封油杯、恒温箱试验,“试验容器盖严,做高温试验或易挥发液体时,容器密封,然后将容器置于一定温度的恒温箱中并开始计时,达到规定时间后,取出试样。”测定硫化橡胶经液体浸渍前后的性能。试验条件控制:

1. 试验用液体:取同一包装桶的 JP-2 航空煤油,用量在各次试验中取等量(超过试样容积 15 倍)。

材料工程

2. 试样:取同一条件下一次硫化的橡胶试片,规格分别符合 GB528 和 GB1690,随机分组,一次试验取 16~20 个试样,分 4 组平等重复试验。

3. 密封油杯:各次试验取 4 个同一规格的不锈钢油杯,用同一种聚四氟乙烯生料带,由同一人进行密封操作。

4. 恒温箱及密封容器放置位置:固定用两台恒温箱,密封容器均匀放在恒温箱中部(指示温度周围)。

5. 试验温度及试验周期:试验温度分别取  $150 \pm 2^\circ\text{C}$ 、 $130 \pm 2^\circ\text{C}$  和  $100 \pm 1^\circ\text{C}$ ,试验周期相应为 24h、50h、100h 和 7d。

### 三、试验结果及分析

#### 1. 各试验温度和周期试验

同时取 4 个密封容器分别放在两个恒温箱中,每个油杯中放 4~5 个试样,进行不同恒温箱、不同容器的两列 4 次重复试验,然后测定浸油后试样拉伸强度、扯断伸长率、重量变化和体积变化,试验结果列于附表 1~4(略);各试验结果的平均值、标准误差和总体在均值  $\pm 10\%$  区间的分布概率列于表 1。

#### 2. 影响因素显著性分析

取密封油杯、恒温箱两因素,对试验结果进行方差分析和因素显著性检验。因篇幅限制,表 2、表 3 仅列出  $130^\circ\text{C} \times 50\text{h}$  两次试验拉伸强度原始数据及处理结果,各项试验结果汇总列于表 3,其中十分显著影响因素( $\alpha=0.01$  水平显著)以“\*\*\*”表示, $\alpha$  为 0.05 水平显著的以“\*”表

示,  $\alpha$  等于 0.25 时为不显著因素, 标记“ $\Delta$ ”,  $\alpha$  小于 0.25 时为很不显著因素, 标记“ $\Delta\Delta$ ”。

表 1 耐液体试验结果

项 目	试验条件	试 验 结 果		$\pm 10\mu$ 区间 分布概率(%)
		均值( $\mu$ )	标准误差( $S_x$ )	
拉伸强度 (MPa)	150℃ × 24h	1.06	0.63	14
	130℃ × 50h	2.32	0.25	65
	130℃ × 50h	2.41	0.24	68
	100℃ × 100h	3.40	0.11	99
	100℃ × 7d	3.56	0.13	99
扯断伸长率 (%)	130℃ × 50h	590	29.6	95
	130℃ × 50h	578	29.3	95
	130℃ × 7d	502	16.7	99.7
重量变化 (%)	130℃ × 50h	4.15	0.40	70
	130℃ × 50h	4.70	0.41	75
	100℃ × 100h	1.50	0.16	65
体积变化 (%)	130℃ × 50h	2.6	0.42	47
	130℃ × 50h	3.0	0.54	42

表 2 130℃ × 50h 耐油试验后拉伸强度(MPa)

A 因素,恒温箱	I		II	
B 因素,油杯	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	4 <sup>#</sup>
试验结果	2.57	2.33	1.81	2.42
	2.65	2.30	1.94	2.53
	2.60	2.24	2.06	2.39
	2.59	2.18	2.11	2.46
平均值( $\mu$ )	2.60	2.26	1.98	2.45
	2.43		2.22	
	2.32			
标准误差(Sx)	0.25			
误差分布概率	$P(0.9\mu < \zeta < 1.1\mu) = 65\%$			
A 因素影响 显著性检验	$V_A = 45.86$ $F_\alpha = 5.95(\alpha = 0.01)$		$V_A > F_\alpha$	* *
B 因素影响 显著性检验	$V_B = 0.8344$ $F_\alpha = 1.44(\alpha = 0.25)$		$V_B < F_\alpha$	$\triangle\triangle$

表 4 影响因素显著性检验结果

项目	试验条件	油杯因素(A)			烘箱因素(B)		
		$F_A$	$F(\alpha \text{ 值})$	显著性	$F_B$	$F(\alpha \text{ 值})$	显著性
拉伸强度	150℃ × 24h	49.50	5.09(0.01)	* *	0.25	1.40(0.25)	$\Delta\Delta$
	130℃ × 50h	45.90	5.95(0.01)	* *	0.83	1.44(0.25)	$\Delta\Delta$
		46.60	5.95(0.01)	* *	1.20	1.44(0.25)	$\Delta\Delta$
	100℃ × 100h	1.20	1.56(0.25)	$\Delta\Delta$	3.74	1.44(0.25)	$\Delta$
	100℃ × 7d	1.40	1.53(0.25)	$\Delta\Delta$	3.50	1.42(0.25)	$\Delta$
扯断伸长率	130℃ × 50h	8.56	5.95(0.01)	* *	8.06	8.86(0.01)	* *
	100℃ × 100h	55.3	5.95(0.01)	* *	4.27	1.44(0.25)	$\Delta$
	100℃ × 7d	9.4	5.56(0.01)	* *	0.27	1.44(0.25)	$\Delta$
重量变化	130℃ × 50h	11.62	7.59(0.01)	* *	7.50	4.96(0.05)	*
	130℃ × 50h	29.0	7.59(0.01)	* *	3.03	1.49(0.25)	$\Delta$
	100℃ × 100h	7.2	4.07(0.05)	*	6.67	4.96(0.05)	*
体积变化	130℃ × 50h	5.43	4.07(0.05)	*	2.56	1.49(0.25)	$\Delta$
		16.40	7.59(0.01)	* *	1.01	1.40(0.25)	$\Delta\Delta$

表 3 130℃ × 50h 耐油试验后拉伸强度(MPa)

A 因素,恒温箱	II		I	
B 因素,油杯	4 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>
试验结果	2.57	1.95	2.71	2.30
	2.70	2.25	2.82	2.28
	2.39	2.23	2.74	2.33
	2.51	2.19	2.49	2.19
平均值( $\mu$ )	2.54	2.16	2.69	2.28
	2.35		2.49	
	2.42			
标准误差(Sx)	0.24			
试验误差分布概率	$P(0.9\mu < \zeta < 1.1\mu) = 68\%$			
A,油杯因素影响显著 性检验 $\alpha=0.01$	$V_A = 46.61$ $F_\alpha = 5.95$		$V_A > F_\alpha$	* *
B,恒温箱因素影响显著 性检验 $\alpha=0.25$	$V_B = 1.20$ $F_\alpha = 1.44$		$V_B < F_\alpha$	$\triangle\triangle$

从试验数据和分析结果可见:

1. 试验误差随试验温度提高而增大;
2. 耐油后重量变化、体积变化试验误差高于其他试验, 试验结果在  $\pm 0.1\mu$  区间分布概率低于 75%;
3. 试验用密封容器是影响试验误差的主要因素。也就是说, 同一样品的试验结果会因容器 (尽管是同一规格、同一人密封操作) 而有显著差异。但降低温度可以使该因素影响的显著性下降。

四、结 论

按 GB1690 规定的方法, 采用密封油杯—恒温箱进行硫化橡胶耐液体试验, 试验误差随试验温度升高而增大, 当试验温度高于 130℃ 时, 试验结果分散, 不能满足使用要求; 同一材料在同一条件下试验, 试验结果随密封油杯有显著差异, 重复性差。降低试验温度, 密封油杯影响显著性下降。

参考文献 (略)