



中华人民共和国国家标准

GB/T 32682—XXXX
代替GB/T 32682—2016

塑料 聚乙烯环境应力开裂（ESC）的测定 全缺口蠕变试验（FNCT）

Plastics-Determination of environment stress cracking (ESC) of polyethylene-
Full-notch creep test (FNCT)

(ISO 16770:2019,MOD)

（征求意见稿）

2025-06-16

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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GB/T 32682—2016《塑料 聚乙烯环境应力开裂(ESC)的测定 全缺口蠕变试验(FNCT)》。与GB/T 32682—2016相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了本文件的适用范围（见第1章，2016年版的第1章）；
- b) 增加了标称韧带面积、测量韧带面积、标称拉伸应力、实际拉伸应力、参考拉伸应力和参考拉伸应力下的破坏时间等术语和定义（见第3章）；
- c) 增加了加载速率保持稳定的要求（见5.1）；
- d) 增加了剃刀刀片厚度的要求（见5.5）；
- e) 更改了显微镜测量方式和精度（见5.6，2016年版的5.6）；
- f) 更改了试样尺寸的偏差和C型试样的缺口深度（见表1，2016年版的附录A）；
- g) 增加了试样缺口深度的偏差（见表1）；
- h) 增加了试样制备的方式并更改压塑试片条件（见6.3）；
- i) 增加了压塑试片退火处理的要求（见6.3.2）；
- j) 增加了铣制缺口速度，更改了刀片更换次数的要求（见6.4）；
- k) 更改了试样加载后在试验温度环境试剂中的调节时间（见6.5，2016年版的7.4）；
- l) 增加了一种2号环境试剂（见7.2.2）；
- m) 更改了试验条件和试样数量（见8.1和8.2，2016年版的附录A和附录B）；
- n) 增加了单个试样的取出要求（见8.5）；
- o) 增加了试样破坏后韧带区的测量（见8.6）；
- p) 增加了参考拉伸应力下破坏时间的计算公式（见9.2）。

本文件修改采用ISO 16770:2019《塑料 聚乙烯环境应力开裂(ESC)的测定 全缺口蠕变试验(FNCT)》。

本文件与ISO 16770:2019的技术差异及其原因如下：

- a) 更改了温度测量装置的精度（见5.3），提高数据准确性；
- b) 用规范性引用的GB/T 37426替换了ISO 20753（见6.3.1），以适应我国的技术条件，增加可操作性；
- c) 用规范性引用的GB/T 1845.2替换了ISO 17855-2（见6.3.2和6.3.3），以适应我国的技术条件，增加可操作性；
- d) 更改了预热压力的注2为表中的内容（见6.3.2），以增加可操作性。
- e) 用规范性引用的GB/T 17037.1替换了ISO 294-1（见6.3.3），以适应我国的技术条件，增加可操作性；
- f) 删除了热带地区试样状态调节的要求（见6.5），以符合我国实际地区分布状况；
- g) 更改了1号环境试剂溶液在试验温度下具体的老化时间为注（见7.2.1），以满足不同温度下的使用。

本文件与ISO 16770:2019相比，做了下列编辑性改动：

——更改了GB/T 37426中的注塑多用途试样的类型，由“1A”改为“A1”（见6.3.1和6.3.3）。
 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国塑料标准化技术委员会（SAC/TC 15）归口。

本文件起草单位：、、、、。

本文件主要起草人：、、、、。

本文件于2016年首次发布，本次为第一次修订。

征求意见稿

引 言

全缺口蠕变试验（FNCT）被广泛应用于表征聚乙烯（PE）材料再加速条件下的环境应力开裂（ESC）性能的测试方法之一。在当前的ESC测试中，FNCT相对简单、易于执行，并且仍然是表征PE材料抗ESC性能的灵敏实验室规模测试方法。FNCT的优点在于，它能够通过改变测试条件（试样几何形状、温度、介质和载荷条件）来评估整个PE产品系列。

由于新型PE管材料（如PE 100 RC）的开发显著提高了耐开裂性，有必要为这些材料规定试验条件。使用上版文件规定的条件对这些材料进行测试，断裂时间可达一年或更长。因此，本文件包括了扩展的试验条件，以覆盖具有显著提高耐开裂性的PE材料。与上版文件给出的常规试验条件相比，使用扩展试验条件的加速测试程序可显著缩短断裂时间。此外，加速试验方法与常规试验方法之间具有良好的相关性，见参考文献[4]、[7]和 [9]。

FNCT是一种材料表征和生产监控试验，通过严格遵守定义的试验条件，能够在类似的PE材料或PE材料组之间进行相关且可靠的比较。

塑料 聚乙烯环境应力开裂（ESC）的测定 全缺口蠕变试验（FNCT）

1 范围

本文件规定了在环境试剂中测定聚乙烯（PE）材料耐应力开裂性能的试验方法。该试验在模塑试片/试样或制品上切取带缺口试样，将试样浸入保持在规定温度的环境试剂，如表面活性剂溶液中，并施以静态拉伸载荷，测定破坏时间。

本文件适用于评价聚乙烯材料，也适用于评价危险物/化学品等侵蚀性环境对管道、熔接件、管件、吹塑容器等聚乙烯制品的影响。

本文件适用于由压塑试片或注塑试样或由制品，如模塑件和管道加工至选定尺寸的试样。当试样由挤出或模塑件加工而成时，结果不仅会受到材料特性的影响，还会受到加工过程中引入的应力或取向的影响。

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 1845.2 塑料 聚乙烯（PE）模塑和挤出材料 第2部分：试样制备和性能测定（GB/T 1845.2—2021, ISO 17855-2:2016, MOD）

GB/T 16825.2 静力单轴试验机的检验 第2部分：拉力蠕变试验机 施加力的检验（GB/T 16825.2—2018, ISO 7500-2:2006, IDT）

GB/T 17037.1 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第1部分：一般原理及多用途试样和长条形试样的制备（GB/T 17037.1—2019, ISO 294-1:2017, MOD）

GB/T 37426 塑料 试样（GB/T 37426—2019, ISO 20753:2018, MOD）

GB/T 39812 塑料 试样机加工制备（GB/T 39812—2021, ISO 2818:2018, IDT）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

破坏 failure

试样两部分完全分离。

3.2

脆性破坏 brittle failure

断面显示出无肉眼可见的永久性材料形变，如延展、伸长或颈缩。

注1：如脆性面积小于总韧带区的20%，则为脆性破坏。

注2：示例见附录C。

注3：向韧性破坏（3.3）行为转变可能由中心形成的拉伸韧带开始（示例见附录C）。

3.3

韧性破坏 ductile failure

断面清晰可见由于延展、伸长和颈缩造成的永久性材料形变。

3.4

标称韧带面积 nominal ligament area

A_n

铣制缺口后的试样剩余横截面积。

注：以平方毫米（mm²）为单位。

3.5

测量韧带面积 meaasrued ligament area

A_L

试验后测量的缺口试样剩余的实际横截面积。

注：以平方毫米（mm²）为单位。

3.6

标称拉伸应力 nominal tensile stress

σ_n

试样每单位标称韧带面积（3.4）上所受的法向力。

注：以兆帕（MPa）为单位。

3.7

实际拉伸应力 actual tensile stress

σ_L

试样每单位测量韧带面积（3.4）上所受的法向力。

注：以兆帕（MPa）为单位。

3.8

参考拉伸应力 reference tensile stress

$\sigma_{L, ref}$

用于测定可比较的破坏时间（3.1）的试样每单位测量韧带面积（3.5）上所受的选定法向力。

注：以兆帕（MPa）为单位。

3.9

参考拉伸应力下的破坏时间 time to failure at the reference tensile stress

$t_{f, ref}$

对应于参考拉伸应力（3.8）的破坏时间，通过对单个试样的破坏时间与实际拉伸应力（3.7）的测量相关性进行插值计算得出。

注：以小时（h）为单位。

4 原理

在规定温度的环境试剂中，对一方形截面的长条试样施加静态拉伸载荷，试样中部四面刻有共平面的缺口。试样尺寸应使试样在合适的拉伸载荷和温度条件下得到平面应变状态，并发生脆性破坏。区分并记录试样破坏类型和脆性破坏时间。

5 仪器

5.1 加荷装置

按GB/T 16825.2设计和维护加荷装置，设备的等级应声明并记录。

合适的加荷装置是臂长比为4:1至10:1的杠杆加荷机构，典型示例见图1。杠杆臂长比 R 等于 L_1/L_2 。当杠杆与试样上部夹具和砝码盘组装后，杠杆应水平，即平衡。允许使用其他合适的加荷装置。

试样夹具的设计应防止试样滑动并确保载荷沿试样轴向传递，如通过低摩擦连接，防止试样在试验中弯曲和扭转。典型的试样夹具装配图见图2。

除上述例子外，施加拉伸载荷可直接使用静载荷、气动驱动载荷或其他能产生恒定载荷的任何方法。加荷装置精度应达到加荷的 $\pm 1\%$ 。可使用GB/T 43316.2^[3]中的平衡加荷装置。

由于所施加载荷是一个关键参数，因此应对仪器的运行和校准作定期检查。加载速率应尽可能保持稳定，以避免缺口试样的冲击加载。最好使用带速率控制的电机驱动装载系统。

杠杆加荷机构的校准可通过在杠杆的试样端挂上已知质量的系列荷重，测量平衡时杠杆臂加砝码端的标准砝码荷重。前后荷重之比提供了杠杆臂长比的直接测量值，进而检查仪器的荷载准确度情况。

在多个试样试验中，当一个或多个试样破坏后，应注意避免对剩余试样的影响。

注：测量试样伸长或杠杆臂运动能提供有用的信息。缺口破裂初始时，试样伸长速率将变快，破坏即将来临时，此速率会迅速变大。

5.2 恒温控制槽

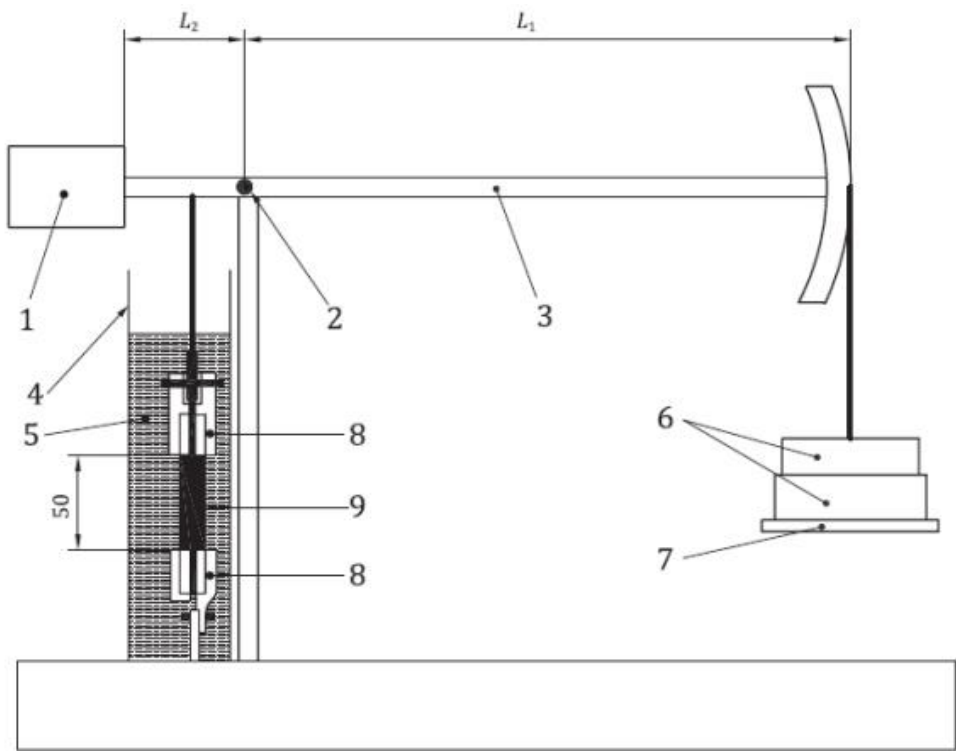
恒温控制槽用来盛装环境试剂，并确保试样的缺口部分浸入试剂。控制槽材料应与环境试剂无相互影响。环境试剂的温度应控制在规定的试验温度的 $\pm 1.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内。如果试验环境具有侵蚀性，控制槽可以很小，见图2。

应确保环境的均一和均匀分散，如果试剂溶液的浊点比试验温度低，将产生相分离，因此要求试剂保持适度的层流或足够的搅拌设备以确保分散的一致性，也就是确保恒温浴中任何位置温度都是相同的。

5.3 温度测量装置

可使用经校准的精度为 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度计、热电偶或热敏电阻。

单位为毫米



标引序号说明：

1——配重；

2——低摩擦辊轴；

3——平衡杠杆；

4——环境试剂槽；

5——环境试剂；

注1：L1/L2表示杠杆臂长比。

注2：图中所示夹具间距离50 mm对应长度100 mm的试样。

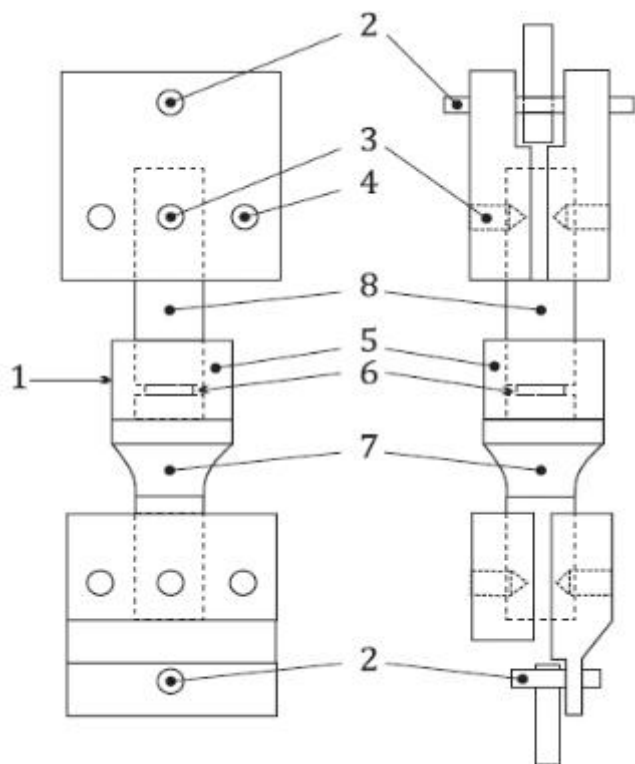
6——砝码；

7——砝码盘；

8——夹具；

9——试样。

图 1 加荷装置



标引序号说明：

- 1——小的试剂槽；
- 2——联结销；
- 3——防滑螺钉；
- 4——紧固螺栓；

- 5——玻璃管；
- 6——缺口；
- 7——热收缩管；
- 8——试样。

图 2 试样夹具装配图

5.4 计时器

计时器精度为 $\pm 1\text{ min}$ 。夹具位移过度增大表明试样发生破坏，计时器应自动显示或记录这一时间点。

5.5 缺口加工设备

该设备应使缺口共面，并使缺口平面与试样拉伸轴向垂直。同时，应使缺口位于试样的中心位置。缺口尖端半径应小于 $10\text{ }\mu\text{m}$ ，推荐使用厚度为 $0.15\text{ mm}\sim 0.25\text{ mm}$ 的剃刀刀片。只要能使缺口尖端半径小于 $10\text{ }\mu\text{m}$ ，也可使用带有类似拉削工具的切割设备。

注：使用类似于GB/T 21461.2—2023图C.1所示的具有合适尺寸的装置，可以达到满意的效果。

5.6 显微镜

精度应达到 0.01 mm^2 ，用来精确测量破坏后试样的实际韧带面积。

6 试样

6.1 通则

本文件规定了试样的优选尺寸。对不同尺寸或具有不同缺口的试样或在不同条件下制备的试样进行试验可能会得出不可比较的结果。其他因素，如测样的状态调节，也会影响测试结果。因此，应控制和记录所有这些因素。。

6.2 试样尺寸

图3给出了试样的几何形状，显示了缺口和韧带区域。

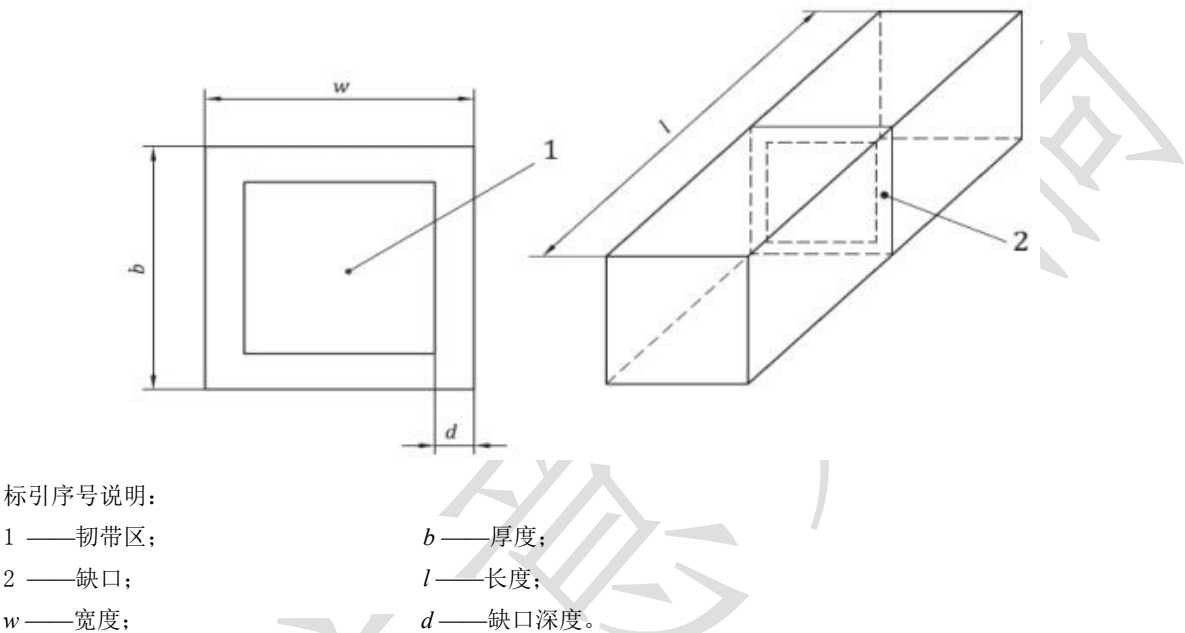


图 3 试样缺口和韧带区

试样的尺寸在表1中给出。根据聚合物最终用途选择合适的试样类型。

表 1 试样尺寸

试样类型	长度 mm	宽度 mm	厚度 mm	缺口深度 mm
A	100±2	10.0±0.1	10.0±0.1	1.6±0.1
B	90±2	6.0±0.1	6.0±0.1	1.0±0.1
C	100±2	10.0±0.1	4.0±0.1	1.6±0.1/0.6±0.1
A型试样适用于管材或片材。 B型试样适用于挤出或吹塑材料。 C型试样适用于注塑材料。				

如果使用其他试样，韧带区面积应约为试样横截面积的50%，以此确保试样可按预期的状态发生破坏。

注1：相同聚乙烯材料使用不同类型试样试验，会产生不同结果。

注2：仅当使用相同的试样类型、试样制备条件和试验条件时，材料之间的比较才有效。

6.3 试样制备

6.3.1 通则

试样应从压塑试片、GB/T 37426中的注塑A1型多用途试样或制品（管道、管件等）上制备。

6.3.2 以压塑试片制备试样

压塑试片应使用表2中给出的条件，压塑试片采用不溢式模具进行。GB/T 9352^[1]、GB/T 1845.2和GB/T 20461.2^[2]给出了压塑和冷却的一般条件。

表 2 试片压塑条件

厚度 mm	模塑温度 ℃	冷却速率 ℃/min	脱模温度 ℃	预热时间 min	全压压力 MPa	全压时间 min	预热压力 MPa
6	180	15±2	≤40	20	5	10	0.5
10	200	3.5±1.5	≤40	25	10	40	0.5

注1：较高的厚度公差上限可以使板材厚度采用其标称值。

在压塑试片过程中，参数的控制，尤其是冷却速率的控制至关重要。由于对结晶度的影响，不同的冷却速率会导致测试结果出现显著偏差。压塑能够保持恒定的冷却速率至关重要。

压塑试片后，试样的退火应在100℃的烘箱中调节3h，然后缓慢冷却至室温。

如果试验材料为粉料，压塑试片之前应进行压延或混合。此时应确保材料的热稳定性。使用不同的成型条件会影响测试结果。

模塑后至少放置24h，再按GB/T 39812的规定从压塑试片或试样上机加工切取试样。

6.3.3 以注塑 A1 型多用途试样制备试样

应通过机加工A1型多用途试样方式制备试样，A1型多用途试样是按照GB/T 17037.1和GB/T 1845.2制备的。

6.3.4 以制品制备试样

制品试验时，按GB/T 39812的规定从挤出或模塑的制品上切取试样。

6.4 缺口的铣制

应使用合适的缺口加工设备（5.5）对试样铣制缺口。应在室温下铣制缺口。试样制备后至少放置24h铣制缺口，以使应力松弛。操作中应注意避免使用过高的速度或力造成缺口钝化，钝化的缺口可使试验结果失效。

如果使用刀片，刀片压痕的速度不得高于0.5 mm/min，每片刀片可铣制缺口不超过64个。

无论使用何种装置铣制缺口，缺口深度偏差应不大于0.1 mm。

进行测试后，应在显微镜下检查缺口完整性。带有不合格缺口的试样应丢弃。

6.5 试样状态调节

除非另有规定，缺口试样应在（23±2）℃下存放。在其他温度下试验时，试样安装后，加载前，应在试验温度的环境试剂中调节16 h~24 h。试样调节应在试样铣制缺口后至少24 h开始。

含有填料或添加剂的吸水材料应在相应温度和（50±10）% 相对湿度下存放和状态调节。

7 试验环境（环境试剂）

7.1 通则

表面活性剂对聚乙烯的影响随PE材料的密度变化而变化。对于低密度PE材料，这种影响可能比单独使用水或空气时更严重。

为了保持恒定的试验条件，表面活性剂溶液的活性应通过测量 pH 值或其他相关参数，具体取决于表面活性剂的性质。

可在溶液中测试对照材料，以验证活性没有变化。使用不同表面活性剂的试验结果没有可比性。

7.2 推荐的试验环境

7.2.1 1号试验环境

非离子中性型壬基酚聚氧乙烯醚 (CAS No. 9016-45-9)¹⁾，其化学通式如图4所示：

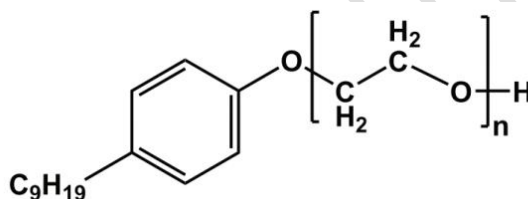


图4 1号环境试剂——壬基酚聚氧乙烯醚化学通式

n可以为10或11。

1号试验环境试剂适用于在高温下试验，并且具有足够的侵蚀性，可以在合理的时间内产生破坏。n为11的试剂比n为10的试剂破坏时间短。

用去离子水按质量分数2% 配制足够量的溶液，保证试样全部浸入。如果相关产品标准中有规定或相关方协商一致，可以使用其他表面活性剂。例如：使用TX-10，应在试验报告中应指明溶液浓度和规格，因为试验结果依赖于所用试剂。

为确保结果的一致性，溶液在使用前应在试验温度下老化。溶液建议使用2000h后，特别是在80℃和与空气接触时^[8]，由于表面活性剂的酸化，溶液应进行更换。建议避免在试验过程中更换溶液，防止对未破坏试样造成干扰。对于破坏时间很长的试样，允许在试验过程中更换溶液，但应尽可能防止其他试样受到干扰。如果在试验过程中更换溶液，应在试验报告中说明。试验过程中更换的溶液不需要老化，由于其更换的溶液未经过14天试验温度下的老化处理，因此不应在此溶液中加入新的试样。

注：ISO 16770中规定“老化”14天，不同试剂老化时间可能不同。

建议使用缓冲液将溶液的pH值保持在9~10，如可以使用碳酸钠。

7.2.2 2号测试环境

¹⁾ Arkopal®N100, N110 是 ISO 16770 中给出的市场上现有的一款适用产品示例。此信息旨在为本文件的使用者提供便利，并不意味着 ISO 对此产品予以认可。

含有烷基二甲基氧化胺的水溶液，如月桂胺氧化物 (CAS No. 85408-49-7)²⁾，其化学通式如图5所示：

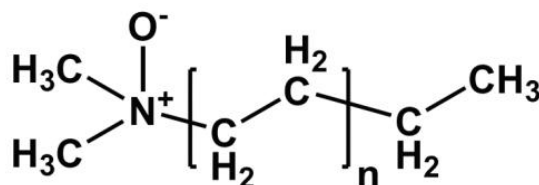


图 5 2 号环境试剂——月桂胺氧化物化学通式

与1号试验环境相比，2号试验环境在高温下更稳定，是一种更具腐蚀性的表面活性剂，破坏时间更短^[6]。由于这些原因，这种含有烷基二甲基氧化胺类的表面活性剂水溶液适用于测试具有更高耐ESC性的PE材料，如双峰或多峰PE管材料。

2号试验环境在pH值高于7时具有非离子特性，在pH值为3时具有阳离子特性。烷基链长度n范围为4~8，其中，大部分长度集中在5和6。

用去离子水按质量分数2 %配制足够量的溶液，保证试样全部浸入。

使用新配制的某些表面活性剂溶液进行的试验，可能会产生不同的结果，因此，溶液应在测试温度下老化4天后再使用。

注：测试开始时pH值的变化并不代表表面活性剂混合物的侵蚀性发生了变化。

建议在每次测试后更换溶液，以便每个测试样品在新配制的溶液中进行测试。如果做不到这一点或认为这样做不合适，建议在2000h后更换溶液，以排除可能的变化，尽管2号试验环境的老化程度亦有限。

7.3 其他试验环境

如果相关产品标准中有规定或相关方协商一致，也可以使用其他表面活性剂。

通常，FNCT 适用于用其他化学试剂（包括蒸馏水/去离子水）对PE材料进行对比试验。因此，可以进行PE基容器与潜在腐蚀性环境（如危险品）接触的ESC性能测试。

试验报告应包含化学试剂的特性、浓度、厂商以及聚乙烯规格的详细信息。在较高温度的环境，尤其是高于80 °C的环境下试验时，必须考虑到，由于聚乙烯自身的吸收、化学侵蚀或结晶变化导致不同的试验结果。

如使用7.2以外的试验环境，老化条件应由相关方协商确定。

8 试验步骤

8.1 表面活性剂、标准拉伸应力和试验温度的选择

应使用相关产品标准给出的测试参数。如果没有给出，除非相关方另有约定，否则应根据要测试的PE材料类型从表3中选择去污剂、参考拉伸应力和测试温度。

²⁾ Dehyton®PL 是 ISO 16770 中给出的一款可供商业销售的适用产品示例。测试开始时 pH 值的变化并不代表表面活性剂混合物的侵蚀性发生了变化。此信息旨在为本文件的使用者提供便利，并不意味着 ISO 对此产品予以认可。

表 3 试样和试验条件

试样类型	试验环境	参考拉伸应力 MPa	试验温度 ℃
A	1号	4.0	80
A	2号	5.0或4.0 ^a	90
B	1号	9.0	50
C	1号	6.0	50

^a 如拉伸应力 5.0 MPa 会产生韧性破坏（见 8.6），则应使用 4.0 MPa 的拉伸应力重新进行试验。

- 注1：如果测试未知PE材料，则允许采用不同拉伸应力多次进行试验，以获得合理的试验时间。多次试验的结果与使用表3中参考拉伸应力的试验结果没有可比较性。
- 注2：温度越低，试样的破坏时间越长；温度越高，试样的破坏时间越短。然而，当使用的温度过高时，可能会发生韧性破坏、结晶度变化和热氧老化。在不同试验环境下，此结论同样适用。
- 注3：为确保脆性破坏，有必要在特定条件下研究更大范围的应力，并确定韧性破坏和脆性破坏的转变点，如8.2和图6所示。

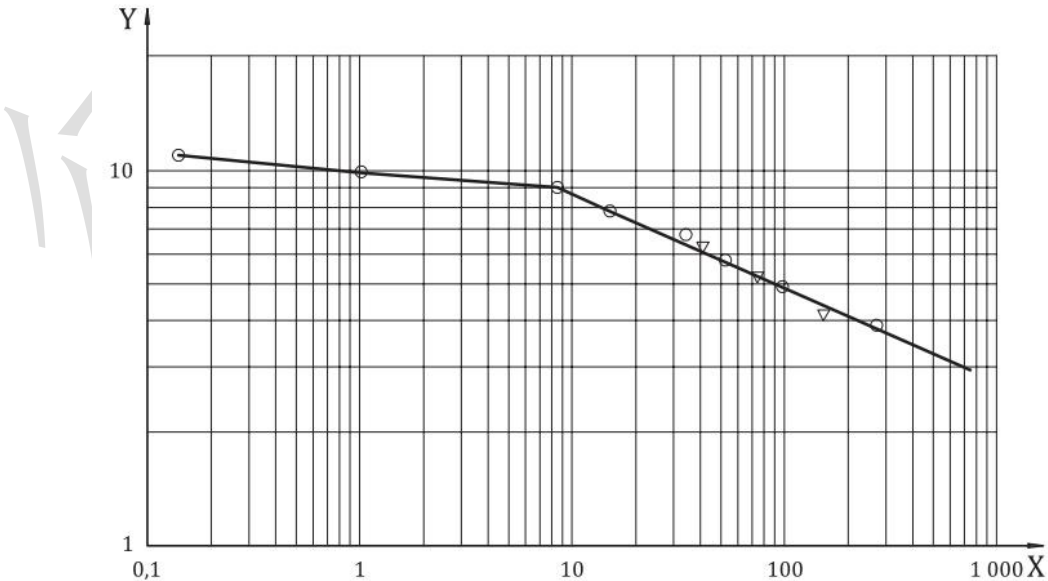
8.2 试样数量

对于一种材料，应至少测试八个试样，选四个标称拉伸应力，其中，两个应力低于选定值，另外两个高于选定值，每一标称值至少测试两个试样，以此抵消缺口铣制过程中引入的韧带区面积偏差。例如，选定应力4MPa，推荐试验使用的的标称拉伸应力为3.25MPa、3.75MPa、4.25MPa和4.75MPa。

对于内部常规测试可使用四个试样，即每个标称应力下测试一个试样，四个标称拉伸应力的选择与上文保持一致。如有争议，至少要测试8个试样。

在选择标称拉伸应力最大值时应考虑到应力过大可能导致韧性破坏的发生。韧性破坏的试样应舍弃。

对于完整的材料表征，绘制出一定测试环境和某一试验温度下、较宽应力范围内的性能曲线可能是有用的。典型曲线示例见图6。



标引序号说明：
X ——破坏时间（h）；
Y —— 实际拉伸应力（MPa）；
○ ——拉削缺口；
▽ ——刀片压制缺口。

图 6 典型应力-破坏时间图

8.3 试验载荷的计算

试验载荷按公式（1）计算：

$$M = \frac{A_n \times \sigma_n}{9.81 \times R} \dots\dots\dots (1)$$

式中：
M ——试验载荷所用砝码的质量，单位为千克（kg）；
A_n ——标称韧带区面积，单位为平方毫米（mm²）；
σ_n ——标称应力，单位为兆帕（MPa）；
R ——杠杆臂长比（静态载荷，该值为1）；
9.81 ——质量（kg）与载荷（N）间的换算系数。

8.4 试样载荷的施加

将缺口试样置于杠杆加荷装置的夹具中。应注意避免试样弯曲或扭转。夹具间距离为试样长度的一半，并且使缺口平面位于两夹具中间。试样应用夹具固定浸入试验环境中，确保缺口部分与环境试剂接触，并按6.5进行状态调节。状态调节后，应将计算出的载荷逐渐加载到杠杆臂上，避免对试样产生冲击载荷，同时，应启动计时器计时。

- 注1：施加载荷可能是产生误差的主要原因。
- 注2：建议使用千斤顶等工具缓慢降下配重架。
- 对于其他加载装置，应以类似方式施加载荷。
- 注3：如果试样是从制品上切取的，可能因含有内应力而使试样略微弯曲。可参见具体的产品标准以获得更多的指导。

8.5 单个试样的取出

当同一恒温控制槽（5.2）中其他试样未发生破坏时，不建议从中取出任何试样。这是为了防止环境对未破坏试样可能造成的干扰，使其提前破坏。只有当同一个试验箱中的所有试样都破坏时，才宜从试验箱中取出试样。

8.6 破坏后韧带区的测量

在试样冷却至室温后，检查每个试样的断裂面，确保为脆性破坏。使用光学显微镜或扫描电子显微镜（SEM）或激光显微镜来计算脆性和韧性区域。如果脆性面积小于韧带总面积的20%，则认为是韧性破坏，舍弃试样。
使用合适的光学仪器（5.6）测量破坏后的实际韧带面积（A_l）。

9 结果表示

9.1 实际拉伸应力的计算

实际拉伸应力， σ_L ，按公式（2）进行计算：

$$\sigma_L = \frac{9.81 \times R \times M}{A_L} \quad (2)$$

式中：

σ_L ——实际拉伸应力，单位为兆帕（MPa）；

R ——杠杆臂长比（静态载荷，该值为1）

M ——试验载荷，所用砝码的质量，单位为千克（kg）；

A_L ——实际韧带区面积，单位为平方毫米（mm²）；

9.81——质量（kg）与载荷（N）间的换算系数。

9.2 参考拉伸应力下破坏时间的计算

以试样的破坏时间 t_f 与施加的实际拉伸应力 σ_L 作图。

分别在参考拉伸应力值上下选择实际拉伸应力大小，但两者的比例均不得低于25 %。如果达不到，则需要补充实验点以满足该条件；否则，试验无效。

建议通过绘制 $\log t_f - \log \sigma_L$ 图来计算参考拉伸应力下的破坏时间。绘制一条 $\log t_f = A \log \sigma_L + B$ 的直线，根据所得数据确定 A、B 和相关系数 r^2 的值。

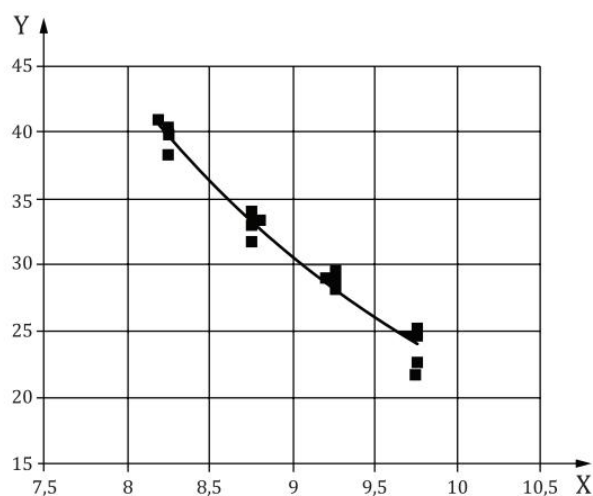
参考拉伸应力下的破坏时间为 $\log(t_{f,ref})$ 的反对数，按公式（3）和（4）进行计算：

$$\log(t_{f,ref}) = A \log(\sigma_{L,ref}) + B \quad (3)$$

$$t_{f,ref} = \log^{-1}[\log(t_{f,ref})] \quad (4)$$

或者，也可以使用幂律曲线(见图 7)。在这种情况下，对数据拟合幂律曲线，以确定常数 C、n 和相关系数 r^2 的值。参考拉应力 $\sigma_{L,ref}$ 处的破坏时间按公式（5）计算：

$$t_{f,ref} = C \times (\sigma_{L,ref})^n \quad (5)$$



标引序号说明：

X ——实际施加的应力 (MPa) ；

Y ——破坏时间 (h) 。

图 7 典型应力破坏时间图 (PE, 50°C, 1 号试验环境)

采用的计算方法(对数-对数或幂律)应记录在试验报告中。

10 精密度

附录A给出了精密度数据。

主要误差来源如下所述：

- a) 未严格遵守试样制备条件要求；
- b) 若加载速度过快，可能会导致缺口钝化现象发生，从而使测试结果失效；
- c) 削切后，缺口处的边缘太钝，而且/或者缺口的各个部分不共面；
- d) 试验环境的温度指标未遵守；
- e) 环境试剂不均匀或已经老化；
- f) 试样从温度控制槽中取出时，其他同槽试样还没有破坏。

11 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 注明采用本文件，即 GB/T 32682；
- b) 受试材料的详细说明，如生产商，产品数据等；
- c) 试样的详细信息，如试样制备的方法和状态调节；
- d) 试样尺寸；
- e) 缺口制备的方法，即刀片压制或拉削方法；
- f) 环境试剂的详细信息；
- g) 环境试剂的温度和浓度；
- h) 以韧带区面积计算的拉伸应力；
- i) 破坏时间（如未破坏，试验持续时间）；
- j) 计算方法（对数或幂律）；
- k) 任何偏离本标准规定方法的情况，如模塑条件；
- l) 试验开始和结束的日期、时间。

附录 B 给出了推荐试验报告的示例。

附 录 A

(资料性)

ISO 16770:2019 精密度

A.1 概述

A.1.1 A型试样(10mm×10 mm横截面)的重现性

A.1.1.1 2008 年,用 10 mm 厚的试样进行了实验室间试验,试样由压塑试样机加工而成(见表 1, A 型)。试验的目的是验证所使用的改动过的压塑条件。与前一版(即 ISO 16770:2004)中的模塑条件获得的结果相比,本文件给出了更均匀的试验结果。随后,2013 年进行的小型实验室间试验证实了该结论。

A.1.1.2 2008 年的实验室间试验是来自八个欧洲国家的 13 个实验室对一个牌号高密度聚乙烯(PE-HD)挤出材料进行试验。所有试样均由一个实验室进行模压和缺口铣制,并且由该实验室向所有参与实验室分发了用于稀释的表面活性剂。试验严格遵循 ISO 16770:2004 的要求。采用表 2 中给出的 A 型试样的模塑条件。按照每个标称拉伸应力水平(3.25 MPa、3.75 MPa、4.25 MPa 和 4.75 MPa)测试三个试样,即每个参与实验室共测试 12 个试样。

A.1.1.3 2013 年的实验室间试验验证了 2008 年的试验结果。试验由五个欧洲国家的五个实验室进行,采用相同的 PE-HD 材料和相同的试验条件。使用更先进的设备进行压塑,从而能够控制冷却速率(压塑参数)。由于测试数量不足,未进行全面统计分析;但试验结果平均值的标准偏差比 2008 年的结果更低。

A.1.1.4 表 A.1 为 2008 年进行的实验室间试验。由于 FNCT 方法的特性,仅考虑以下假设,就本试验而言,可得到相关的统计评估(95%重复性限 r):将回归分析得出的单个应力水平的破坏时间作为相应置信区间的算术平均值。基于此原则,确定了 FNCT 的基本统计数据,并确定了重复性。

A.1.1.5 表 A.2 为 2013 年使用相同材料和试验条件进行的验证试验。

A.1.2 B型试样(6 mm×6 mm横截面)的重现性

A.1.2.1 ISO 16770:2004 中包含了部分精密度数据,该数据为 2000 年采用压塑试片机加工成的试样进行的实验室间试验结果(见表 1, B 型)。压塑条件如表 1 所示。2005 年,四个欧洲实验室采用了类似的 PE-HD 材料,对 2000 年的实验室间测试结果进行了小规模试验验证。针对这两次试验,试验条件都是相同的——每个标称拉伸应力下(8.25 MPa、8.75 MPa、9.25 MPa 和 9.75 MPa)测试三个试样,即每个参与实验室共测试 12 个试样。两次实验室间实验,均由一个实验室将无缺口试样分发给参与实验室进行缺口铣制和试验,与用于稀释的表面活性剂相同。

A.1.2.2 根据 2000 年的实验室间试验:确定了 B 型试样在四种不同应力下的重复性。对于 9MPa 的参考拉伸应力,破坏时间为 30.9h,95%置信限为 ± 0.5 h。回归线的标准偏差为 1h。

A.1.2.3 根据 2005 年实验室间试验:针对类似 PE-HD 材料,确定了四种不同应力水平下 B 型试样的重复性。对于 9 MPa 的参考拉伸应力,破坏时间为 24.2 h。确定了置信限和回归线的标准偏差。因此,ISO 16770:2004 中定义的压塑条件满足要求,保留在本文件中。

A.2 统计评估

注意——由于实验室和试验材料的数量以及FNCT的具体情况有限，以下对 r 的解释（见a. 2. 1）仅旨在提供一种有效的方式来考虑本方法的近似精密度（重复性）。表A. 1和A. 2中的数据不应严格应用于材料的验收或拒收，因为这些数据特定于实验室间试验，可能并不代表其他条件、材料或实验室的情况。

A.2.1 r 的定义

重复性：如果在一个实验室内获得的两个试验结果的差异超过该材料的 r 值，则应判定其不等效。 r 是代表相同材料的两个试验结果之间临界差的间隔，由同一操作员在同一实验室使用相同设备获得。表A. 1和A. 2中的判断正确率约为95%（0.95）。

A.2.2 统计特性

在表A. 1至A. 3中，使用的统计特性为：

S_r 实验室内标准偏差

r 95%重复性限= $2.8S_r$

n 实验室数量

A.2.3 A类试样的统计参数

表 A.1 — 2008 年 FNCT（纤维增强复合材料）失效时间 $t_{f,ref}$ 在 $\sigma_f = 4$ MPa 时的精密度数据

材料	计算	n	破坏时间 h	S_r h	r
PE-HD1	幂函数	13	86.4	9.6	26.8
	对数函数	13	84.6	6.5	18.3

表 A.2 — 2013 年 FNCT 失效时间数据确认（针对 2008 年数据） $\sigma_f = 4$ MPa

材料	计算	n	破坏时间 h	S_r h	r
PE-HD1	幂函数	5	81.9	2.13	6.0
	对数函数	5	81.9	2.07	5.8

A.2.4 B类试样的统计参数

表 A.3 — FNCT 失效时间的精密度数据 $\sigma_f = 9$ MPa

材料	计算	n	破坏时间 h	S_r h	$S_{r,rel}$ %
PE-HD2	对数函数	8	30.9	5.3	17.1
PE-HD3	对数函数	4	24.2	3.4	14.0

附录 B
(资料性)
FNCT 测定试验报告推荐示例

检测实验室：
材料标识：
试样制备方法：
模塑条件：
缺口铣制方法：
测试环境识别：
表面活性剂类型和浓度：
试验开始时的表面活性剂老化：
表面活性剂老化日期：
测试设备标识：
在加载前对夹持的试样进行状态调节：
任何偏离GB/T 32682的情况：
试样尺寸/缺口：
试验开始： 试验温度：
试验结束： 参考拉伸应力：

试样	标称韧带面积 mm ²	标称拉伸应力 MPa	载荷 g	实际韧带面积	实际拉伸应力	破坏时间 ^a
1A						
1B						
2A						
2B						
3A						
3B						
4A						
4B						
^a 如试样未破坏，记录试验持续时间。						

计算方法	参考拉伸应力下的破坏时间， $t_{f,ref}$ h	修正系数 r^2	备注

附录 C
(资料性)

断裂面实例及对应的破坏类型定义

C.1 破坏的类型（如图所示）

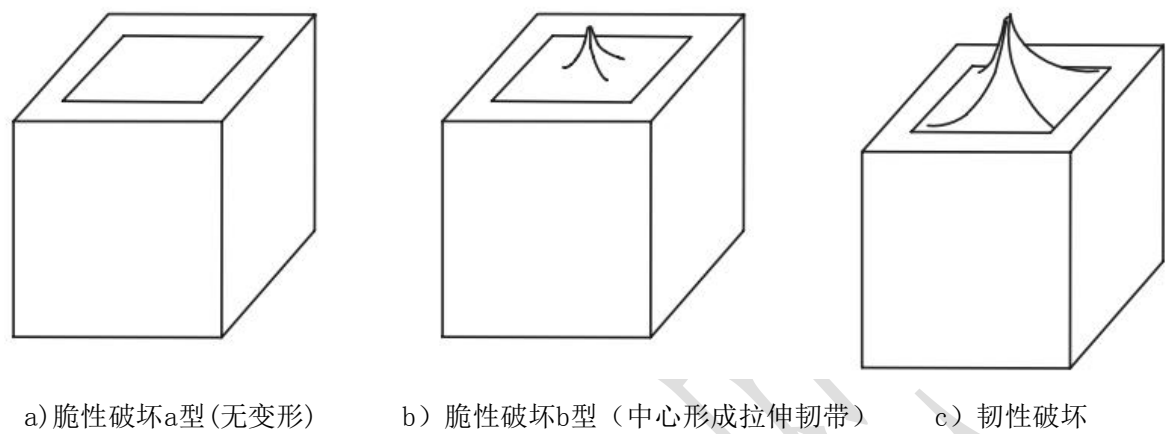


图 C.1 破坏类型（示意图）

注2：不同的PE-HD材料，脆性破坏或韧性破坏的断裂面特征可能会有显著变化，如参考文献[8]所述。

C.2 材料 A

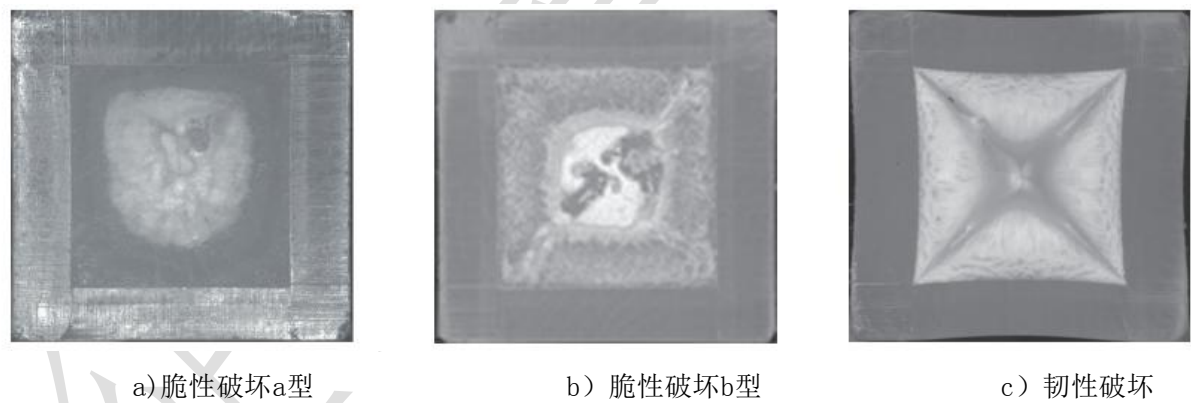
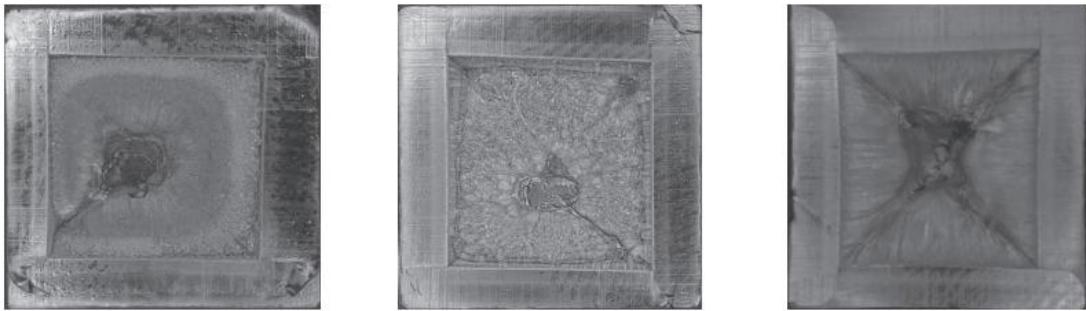


图 C.2 材料 A 不同破坏类型示例图

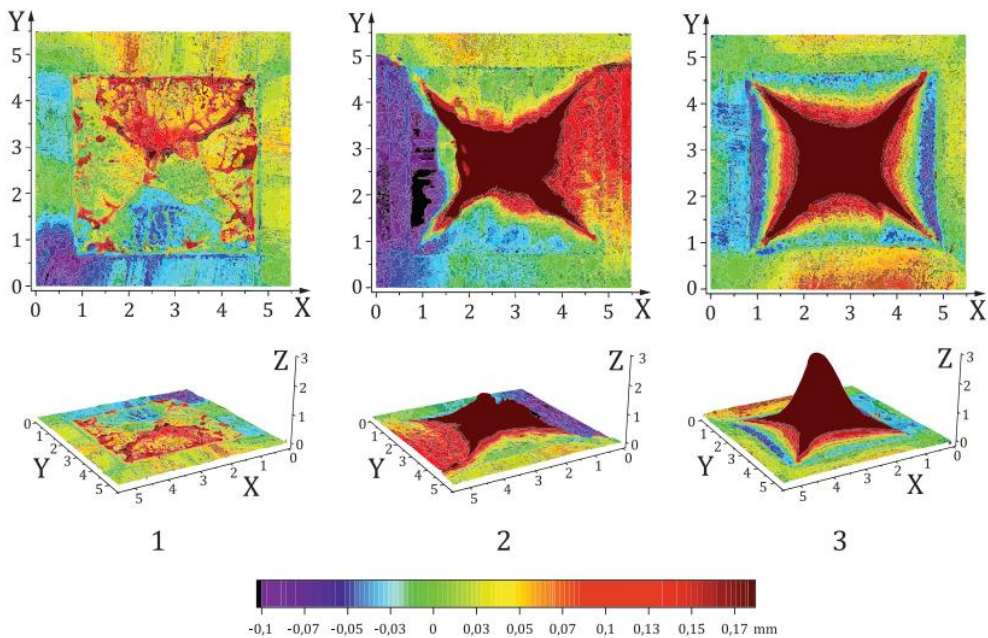
C.3 材料 B



a) 脆性破坏a型 b) 脆性破坏b型 c) 韧性破坏

图 C.3 材料 B 不同破坏类型示例图

C.4 材料 C



标引序号说明：

1 —— 脆性破坏

2 —— 脆性破坏/韧性破坏转化

3 —— 韧性破坏

X —— 长/mm

Y —— 宽/mm

Z —— 高/mm

图 C.4 材料 C 不同破坏类型示例图

通过激光扫描显微镜获得高度轮廓[8]。“脆性破坏/韧性破坏转化”指“膝盖”附近的破坏，代表脆性和韧性行为之间的过渡区（见图6）。

参 考 文 献

- [1] GB/T 9352 塑料 热塑性塑料材料试样的压塑
- [2] GB/T 21461.2 塑料 超高分子量聚乙烯 (PE-UHME) 模塑和挤出材料 第2部分: 试样制备和性能测定
- [3] GB/T 43316.2 塑料 耐环境应力开裂 (ESC) 的测定 第2部分: 恒定拉伸负荷法
- [4] Wenzel M., Gerets B., Scholten F., van der Stok E., Kratochvilla T., Determining limits and minimum requirements for materials and pipes for rough-beddable pipes made from PE 100 RC, DVGW Research Project G201418
- [5] Scholten F.L., Pistors J., Venema B., A More Reliable Detergent for Constant Load Experiments on Polyethylene, Polymer Testing (1989), 385-405
- [6] Scholten F.L., van der Stok E.J.W. Predicting the Lifetime of PE50 Gas Pipes Under Point Loading, 18th plastic pipes conference, September 12-14, 2016, Berlin, Germany
- [7] Gerets B., Wenzel M., Engelsing K., Bastian M. Slow Crack Growth of Polyethylene - Accelerated and alternative Test Methods, in: Grellmann, W., Langer, B. (Eds.), Deformation and Fracture Behaviour of Polymer Materials, Springer International Publishing AG, Springer Series in Material Science 247, DOI 10.1007/978-3-319-41879-7_12, Cham (CH), 2017, pp. 177-187
- [8] Schilling M., Niebergall U., Böhning M., Full notch creep test (FNCT) of PE-HD — Characterization and differentiation of brittle and ductile fracture behavior during environmental stress cracking (ESC), Polym. Test., 64 (2017) 156-166
- [9] Gerets M., Wenzel M., Engelsing K. Zeitstand-Zugversuch unter Netzmitteleinfluss — Entwicklung eines beschleunigten Prüfverfahrens, Tagung „Nutzungsdauer von Rohren und Geokunststoffen aus Polyolefinen“, Würzburg (2013)
-