(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104020279 B
(45)授权公告日 2015.11.04

(21)申请号 201410277741.4

(22)申请日 2014.06.20

(73)专利权人 中国石油大学(华东)
地址 266555 山东省青岛市经济技术开发区长江西路66号

(72)发明人 胡松青 廉兵杰 王志坤 吕强 张田田 陈生辉

(74)专利代理机构 济南舜源专利事务所有限公司 37205
代理人 张红凤

(51)Int.Cl.
G01N 33/44(2006.01)

(56)对比文件
CN 102879321 A,2013.01.16,
CN 201372765 Y,2009.12.30,
中华人民共和国化学工业部．硫化橡胶恒定形变压缩永久变形的测定方法．《中华人民共和国国家标准GB 1683—81》.1981,

审查员 王鹏

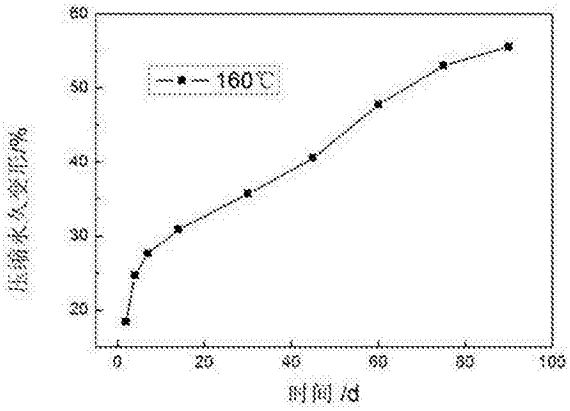
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54)发明名称

模拟封隔器胶筒在实际工况条件下的老化试验方法

(57)摘要

本发明公开了一种模拟封隔器胶筒在实际工况条件下的老化试验方法，其将氢化丁晴橡胶加工为一定尺寸的橡胶试样，然后对该试样施加应力，并将其浸泡在液体老化介质中，控制老化温度，进行不同天数的老化实验，即展开对橡胶试样力学性能分析及使用寿命的研究。本发明试验方法可以从实验室模拟加速试验结果近似推测橡胶在实际环境中的老化实验结果，本发明老化试验方法在保证模拟性和重现性的同时具有显著的加速老化性，可达数十倍，其可应用于研究封隔器胶筒橡胶在其实际工况环境条件下的老化行为和规律，还可以应用于其他类型橡胶在相应环境下的老化性能研究。



CN 104020279 B

1. 一种模拟封隔器胶筒在实际工况条件下的老化试验方法，其特征在于，依次包括以下步骤：

a 选取封隔器胶筒所用的氢化丁晴橡胶材料，并将其加工成圆柱形的橡胶试样；

b 准备反应装置，所述反应装置包括反应釜和压缩夹具，所述反应釜包括釜体和用于密封釜体的盖体，所述压缩夹具包括底板和位于所述底板上方、并与所述底板平行的上板，所述底板和上板两边的边缘处设置有用于限定所述底板和上板的螺栓，所述螺栓的顶部用螺母旋紧；所述底板和上板之间设置有限位器，所述限位器卡设在所述螺栓的螺杆上，所述压缩夹具的底板和上板之间设置有若干个压板，每两个相邻的压板平行设置，所述每个压板和上板、底板之间均设置有限位器，所述螺栓依次竖穿于所述上板、每个压板和底板的边缘处；

c 将所述橡胶试样放于底板与压板、压板与压板、压板与上板之间的区域，然后在每个区域放入所述限位器设定压缩高度，压缩橡胶试样，取一定量的液体老化介质，加入上述釜体中，将压缩后的橡胶试样浸入所述老化介质中，封闭反应釜；

d 接步骤 c，将反应釜放入恒温老化实验箱中进行加热，在一定温度下进行老化实验，老化时间分别设定为 2 天、4 天、7 天、14 天、30 天、45 天、60 天、75 天、90 天；

e 接步骤 d，老化完成后取出试样，自由状态下放置 30 分钟，测量试样恢复高度，即可展开对不同时间以及不同温度条件下老化后的橡胶试样压缩永久变形力学性能分析。

2. 根据权利要求 1 所述的老化试验方法，其特征在于：步骤 a 中，所述橡胶试样的尺寸为 Φ29×12.5mm。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的老化试验方法，其特征在于：所述橡胶试样的变形量为 25%。

4. 根据权利要求 3 所述的老化试验方法，其特征在于：步骤 d 中温度为 160℃～200℃。

5. 根据权利要求 4 所述的老化试验方法，其特征在于：步骤 b 中，所述釜体的进口处设置有凸缘盘，所述凸缘盘与所述盖体之间铺设一层不锈钢密封圈，所述凸缘盘和盖体之间通过螺栓连接。

模拟封隔器胶筒在实际工况条件下的老化试验方法

技术领域

[0001] 本发明属于封隔器胶筒老化模拟技术领域，具体涉及一种模拟封隔器胶筒在实际工况条件下的老化试验方法。

背景技术

[0002] 橡胶材料及其制品由于其独特、优异的性能，已被广泛应用于石油、建筑、汽车、航天等多个领域。油井封隔器是石油勘探开发过程中井下作业的重要工具之一，封隔器在各油田的生产实践中广泛应用，其密封元件——胶筒，是封隔器的核心部件。然而胶筒的使用工况复杂而苛刻：高温、高压、处于腐蚀介质中，同时还受到硫化氢、酸等的侵蚀。在这种环境下，胶筒橡胶材料会发生溶胀、老化等现象，其性能会随着时间的增加而逐渐下降，甚至丧失使用性能，导致密封失败。

[0003] 采用实验方法进行胶筒橡胶老化研究可以明确封隔器胶筒橡胶老化规律及老化机理，并能预测其使用寿命。自然条件下橡胶的老化通常需要几年的时间，因此利用加速老化方法以进行橡胶材料的老化性能研究成为一种切实可行的办法。常用的加速老化有热空气加速老化、氧弹加速老化、人工气候加速老化、湿热老化、臭氧加速老化、烟雾腐蚀等试验方法。

[0004] 目前常用的橡胶老化实验方法存在一些不足之处：其一，某些特殊橡胶，如封隔器胶筒橡胶在使用过程中会受到较大的应力作用，而关于应力条件下的橡胶老化实验却鲜有报道。其二，封隔器胶筒所处实际工况温度可达150℃，而且处于液体介质中，而普通的橡胶老化实验方法难以实现高温条件下橡胶在液体介质中的老化。

发明内容

[0005] 为了解决现有技术中存在的缺陷本发明提出了一种模拟封隔器胶筒在实际工况条件下的老化试验方法，该方法可用于对封隔器胶筒橡胶在高温、应力以及液体老化介质条件下的老化性能进行评价，该方法具有模拟性和重现性。

[0006] 本发明技术方案包括：

[0007] 一种模拟封隔器胶筒在实际工况条件下的老化试验方法，依次包括以下步骤：

[0008] a 选取封隔器胶筒所用的氢化丁晴橡胶材料，并将其加工成圆柱形的橡胶试样；

[0009] b 准备反应装置，所述反应装置包括反应釜和压缩夹具，所述反应釜包括釜体和用于密封釜体的盖体，所述压缩夹具包括底板和位于所述底板上方、并与所述底板平行的上板，所述底板和上板两边的边缘处设置有用于限定所述底板和上板的螺栓，所述螺栓的顶部用螺母旋紧；所述底板和上板之间设置有限位器，所述限位器卡设在所述螺栓的螺杆上；

[0010] c 将所述橡胶试样放于上述底板和上板之间，然后放入所述限位器设定压缩高度，压缩橡胶试样，取一定量的液体老化介质，加入上述釜体中，将压缩后的橡胶试样浸入所述老化介质中，封闭反应釜；

[0011] d 接步骤 c，将反应釜放入恒温老化实验箱中进行加热，在一定温度下进行老化实验，老化时间分别设定为 2 天、4 天、7 天、14 天、30 天、45 天、60 天、75 天、90 天；

[0012] e 接步骤 d，老化完成后取出试样，自由状态下放置 30 分，测量试样恢复高度，即可展开对不同时间以及不同温度条件下老化后的橡胶试样压缩永久变形力学性能分析。

[0013] 进一步的，步骤 b 中，所述压缩夹具的底板和上板之间设置有若干个压板，每两个相邻的压板平行设置，所述每个压板和上板、底板之间均设置有限位器，所述螺栓依次竖穿于所述上板、每个压板和底板的边缘处。

[0014] 进一步的，步骤 a 中，上述橡胶试样的尺寸为 Φ29×12.5mm。

[0015] 进一步的，上述橡胶试样的变形量为 25%。

[0016] 进一步的，步骤 d 中温度为 160℃～ 200℃。

[0017] 进一步的，步骤 b 中，上述釜体的进口处设置有凸缘盘，上述凸缘盘与上述盖体之间铺设一层不锈钢密封圈，上述凸缘盘和盖体之间通过螺栓连接。

[0018] 本发明所带来的有益技术效果：

[0019] 本发明提出了一种模拟封隔器胶筒在实际工况条件下的老化试验方法，其将氢化丁晴橡胶加工为一定尺寸的橡胶试样，然后对该橡胶试样施加应力，并将其浸泡在液体老化介质中，由于封隔器胶筒中所选用的材质通常为氢化丁晴橡胶，其将氢化丁晴橡胶加工为橡胶试样更具模拟性，本发明老化介质选用的是油田现场水样，控制老化温度，进行不同天数的老化实验，即可展开对橡胶试样力学性能分析及使用寿命的研究，可以从实验室模拟加速试验结果近似推测橡胶在实际环境中的老化实验结果，本发明老化试验方法在保证模拟性和重现性的同时具有显著的加速老化性，可达数十倍。

[0020] 本发明通过压缩夹具给试样施加应力，可模拟胶筒老化的实际力学工况条件；通过密封反应釜可以使釜体内保持较大压力，使橡胶试样可以在较高温度下，例如 150℃以上仍能在液体老化介质中长时间老化，更为真实的模拟胶筒橡胶所处的老化环境。

[0021] 本发明方法可应用于研究橡胶试样在其实际工况环境条件下的的老化行为和规律，还可以应用于其他类型橡胶在相应环境下的老化性能研究。

附图说明

[0022] 下面结合附图对本发明做进一步清楚、完整的说明：

[0023] 图 1 为本发明盖体的俯视图；

[0024] 图 2 为本发明老化试验装置的剖面图；

[0025] 图 3 为本发明实施例 1 橡胶试样在油田污水老化介质中在 160℃下压缩永久变形随老化时间的变化曲线图；

[0026] 图 4 为本发明实施例 2 橡胶试样在油田污水老化介质中在 180℃下压缩永久变形随老化时间的变化曲线图；

[0027] 图 5 为本发明实施例 3 橡胶试样在油田污水老化介质中在 200℃下压缩永久变形随老化时间的变化曲线图；

[0028] 图中，1、紧固螺栓，2、凸缘盘，3、釜体，4、螺母，5、橡胶试样，6、螺栓，7、不锈钢密封圈，8、液体老化介质，9、限位器，10、压板。

具体实施方式

[0029] 本发明公开了一种模拟封隔器胶筒在实际工况条件下的老化试验方法，为了使本发明的优点、技术方案更加明确，下面结合具体实施例对本发明做进一步清楚、完整的说明。

[0030] 下面对本发明所选部分原料做如下说明：

[0031] 本发明所选液体老化介质是选用的油田现场水样；封隔器胶筒其是由氢化丁晴橡胶制作而成的，将生胶硫化后用磨具加工成圆柱形试样作为本发明的橡胶试样，本发明以下实施例均优选尺寸为 Φ29mm×12.5mm，将加工好的橡胶试样放入图 2 所示的橡胶压缩装置施加应力。

[0032] 下面对本发明橡胶老化装置的结构及其工作方法作如下说明：

[0033] 在图 2 中，将圆柱型试样放在四个压板 10 之间，通过限位器 9 来确定每两个板之间的高度，通过拧紧螺栓 6 顶部的螺母 4 来压缩橡胶试样，使其达到限位器 9 所限定的高度。

[0034] 在反应釜釜体 3 中加入橡胶老化所用液体老化介质 8，将压缩夹具浸入老化溶液当中，反应釜的盖体与釜体 3 凸缘盘 2 上通过十个周向均匀分布的紧固螺栓 1 相连接，两个凸缘盘 2 中间夹有不锈钢密封圈 7，对称拧紧十个螺栓，使反应釜密封。

[0035] 将反应釜放入老化试验箱中，老化温度设为 160℃～200℃，进行 2～90 天时间的老化试验，即可分析橡胶试样在老化不同温度、不同时间后的压缩永久变形等老化性能参数，压缩永久变形的计算方法按照式 (1) 计算：

[0036] $$\varepsilon(\%)=\frac{h_0-h_1}{h_0-h_s}\times 100\% \quad (1)$$

[0037] 式 (1) 中：ε —橡胶压缩永久变形，%；h_0—橡胶试样原高，mm；h_1—试样恢复后的高度，mm；h_s—限制器的高度，mm。

[0038] 实施例 1：

[0039] 本发明，一种模拟封隔器胶筒在实际工况条件下的老化试验方法，具体包括以下步骤：

[0040] 步骤 1、选取氢化丁晴橡胶材料，并将其加工成圆柱形的橡胶试样，本发明优选试样的尺寸为 Φ29×12.5mm；

[0041] 步骤 2、准备反应装置，本发明所选用的反应装置包括反应釜和压缩夹具，具体结合图 1、图 2 所示，一种模拟封隔器胶筒在实际工况条件下的老化试验装置，其包括反应釜和橡胶压缩夹具，反应釜包括釜体 3 和用于密封釜体 3 的盖体，进行模拟试验时将压缩夹具放置于釜体 3 内，通过向釜体 3 内加入老化介质来进行模拟；

[0042] 压缩夹具用于橡胶试样 5 施加应力，其主要包括底板和位于底板上方、并与底板平行的上板，在底板和上板两边的边缘处设置有用于限定底板和上板的螺栓，在螺栓的顶部用螺母 4 旋紧；优选在压缩夹具的底板和上板之间设置有若干个压板 10，每两个相邻的压板平行设置，上述螺栓的螺杆竖依次竖穿于上板、每个压板和底板的边缘处，螺栓能达到对上板、每个压板和底板进行限位的目的，上述每个压板和上板、底板之间均设置有限位器，在底板和上板之间设置有限位器，限位器呈半月形，其与边缘处螺栓的螺杆卡设在一起；橡胶试样 5 放置在限位器 9 附近；

[0043] 釜体 3 的进口处设置有凸缘盘 2，凸缘盘 2 与盖体之间铺设一层不锈钢密封圈 7，凸缘盘 2 和盖体之间通过紧固螺栓 1 连接，优选上述凸缘盘和盖体之间通过至少 8 个螺栓连接；

[0044] 步骤 3、将橡胶试样 5 放于上述限位器附近，调整限位器高度达到橡胶要求压缩高度，拧紧螺母压缩橡胶试样，试样变形量为 25%，然后取一定量的液体老化介质，加入上述釜体，将带有橡胶试样的压缩夹具浸入所述老化介质中，拧紧盖体上的螺母封闭反应釜；

[0045] 步骤 4、接步骤 3，将反应釜放入恒温老化实验箱中进行加热，加热到 160℃进行老化实验，老化时间分别设定为 2 天、4 天、7 天、14 天、30 天、45 天、60 天、75 天、90 天；

[0046] 步骤 5、接步骤 4，老化不同天数后取出试样，自由状态下放置 30min，测量试样恢复高度 (h_1)，即可通过公式 (1) 计算橡胶试样在 160℃老化不同时间后的压缩永久变形。计算得到的压缩永久变形如图 3 所示，从图中可以看出，在该温度下，氢化丁晴橡胶 ε 值随着老化时间的延长而增大。

[0047] 实施例 2：

[0048] 与实施例 1 不同之处在于：步骤 4 中，氢化丁晴橡胶的老化温度为 180℃，其压缩永久变形随老化时间的变化如图 4 所示。从图中可以看出，在该温度下，随着老化时间的延长，橡胶的 ε 值增大；对比图 4 和图 3 可以看出，温度升高，橡胶的压缩永久变形增大。

[0049] 实施例 3：

[0050] 与实施例 1 不同之处在于：步骤 4 中，氢化丁晴橡胶的老化温度为 200℃，其压缩永久变形随老化时间的变化如图 5 所示。从图中可以看出，在该温度下，随着老化时间的延长，橡胶的 ε 值增大；对比图 5 和图 4、图 3 可以看出，氢化丁晴橡胶 ε 值随着温度的升高而增大。

[0051] 本发明室内模拟橡胶试样在实际工况条件下的老化，能够研究封隔器胶筒橡胶材料在高温、应力以及溶液介质条件下的老化性能与老化规律，重复试验证明具有很好的再现性。

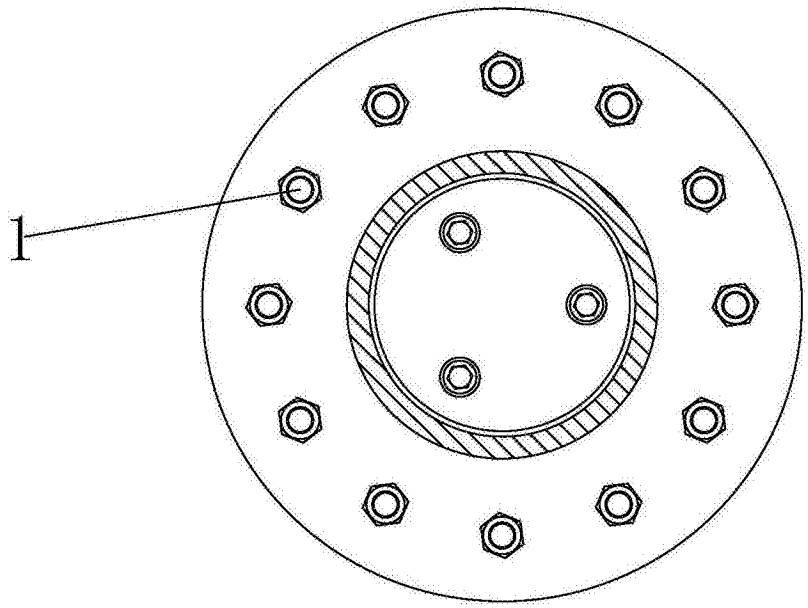


图 1

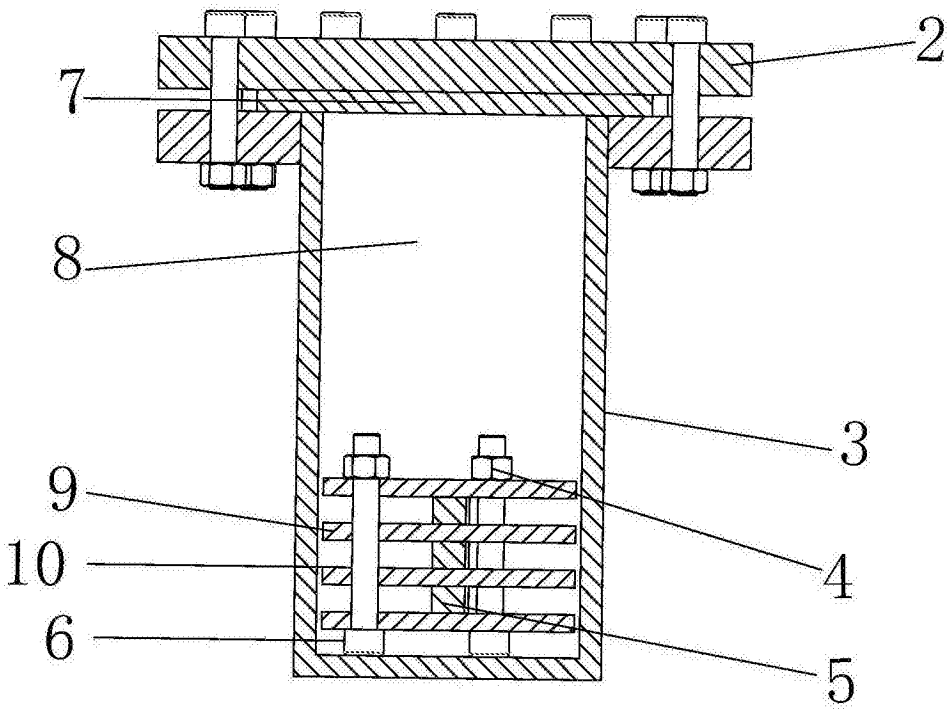


图 2

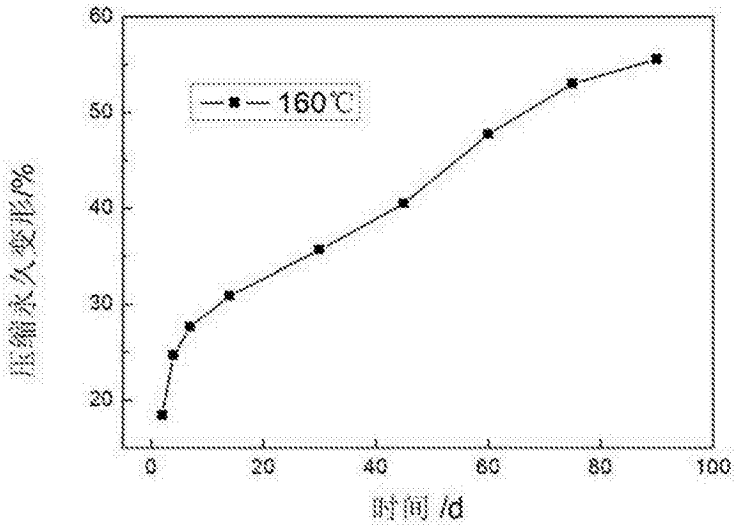

160℃
压缩永久变形/%
时间 /d
60
50
40
30
20
0
20
40
60
80
100

图 3

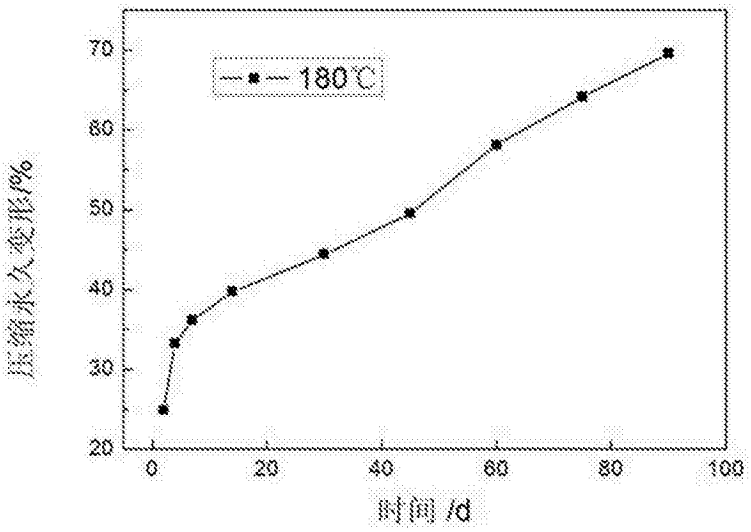

180℃
压缩永久变形/%
时间 /d
70
60
50
40
30
20
0
20
40
60
80
100

图 4

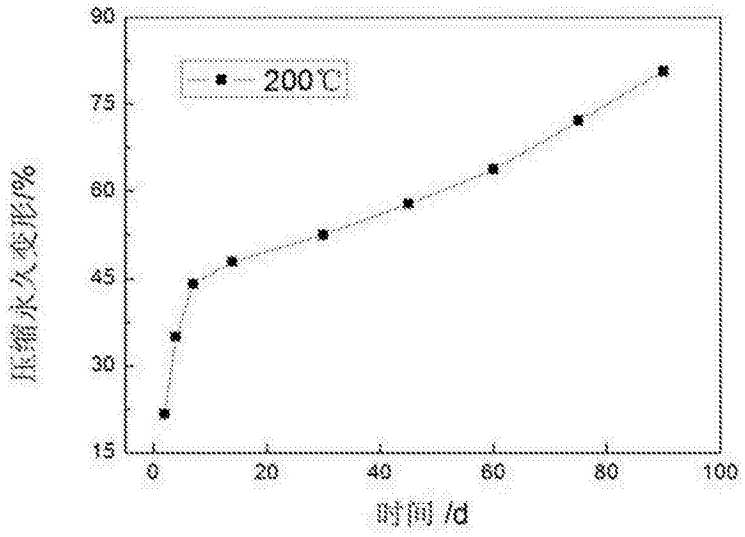


图 5