



中华人民共和国国家标准

GB/T 1685—2008
代替 GB/T 13643—1992、GB/T 1685—1982

硫化橡胶或热塑性橡胶 在常温和 高温下压缩应力松弛的测定

Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of stress relaxation in
compression at ambient and at elevated temperatures

(ISO 3384:2005, MOD)

2008-05-15 发布

2008-11-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准修改采用国际标准 ISO 3384:2005《硫化橡胶或热塑性橡胶 在常温和高温下压缩应力松弛的测定》(英文版)。

本标准代替 GB/T 13643—1992《硫化橡胶或热塑性橡胶 压缩应力松弛的测定 环状试样》和 GB/T 1685—1982《硫化橡胶在常温和高温下压缩应力松弛的测定》。

本标准根据 ISO 3384:2005 重新起草。

本标准与国际标准 ISO 3384:2005 的主要差异及其原因、章条结构变化如下：

- 在规范性引用文件中,本标准用 GB/T 14838—1993《橡胶与橡胶制品 试验方法标准的精密度的确定》代替了 ISO/TR 9272,两者的对应关系为非等效；
- 增加了一个圆柱形 I 型试样,这样规定主要是结合我国的国情。

为便于使用,本标准做了编辑性修改：

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”；
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”；
- c) 删除国际标准的前言。

本标准与 GB/T 13643—1992 和 GB/T 1685—1982 相比,主要变化如下：

- 增加了引言(本版的引言)；
- 删除了环状试样试验方法中的 C 法(GB/T 13643—1992 的 6.5)；
- 试验方法作了新的规定(GB/T 13643—1992 的 6、GB/T 1685—1982 的 5)；
- 调整了压缩装置及测量装置的规定(GB/T 1685—1982、GB/T 13643—1992 的 3；本版的 5)；
- 增加了试样的热调节和机械调节的要求(本版的 6.5)；
- 增加了精密度和试验报告的内容(本版的 10、11)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶标委橡胶物理和化学试验方法分会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准由全国橡胶标委橡胶物理和化学试验方法分会(SAC/TC 35/SC 2)负责解释。

本标准主要起草单位：中橡集团沈阳橡胶研究设计院、西北橡胶塑料工业研究设计院。

本标准主要起草人：于凯江、朱伟、赵博丹。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 13643—1992；
- GB/T 1685—1979、GB/T 1685—1982。

引 言

当向橡胶施加一恒定应变时,保持该应变所需的力不是恒定不变的,而是随时间的增加而降低,这种现象称为应力松弛,相反当橡胶承受恒定的应力时,应变是随着时间的增加而增加,这种现象称为蠕变。

实质上,产生应力松弛的主要原因是物理及化学过程。而且在通常条件下两种过程会同时存在,但是在常温或低温下和(或)在短时间条件下,应力松弛主要是物理过程造成;当在高温和(或)长时间条件下,应力松弛主要是化学过程造成。

如果研究材料的寿命,可按 GB/T 20028《硫化橡胶或热塑性橡胶 应用阿累尼乌斯图推算寿命和最高使用温度》的规定,在空气干燥箱内进行老化试验。

应力松弛试验除需要规定温度和时间间隔外,还要规定初始应力和试样的受力情况,因为这些都会影响应力松弛的试验,特别是对于含有填充物的橡胶。

当进行应力松弛测试时,保持温度和压缩量的恒定是获得良好试验的重复性和再现性的最重要因素。

硫化橡胶或热塑性橡胶 在常温和 高温下压缩应力松弛的测定

1 范围

本标准规定了硫化橡胶或热塑性橡胶在规定的试验温度下压缩到并保持在一恒定应变状态下作用力降低的两种测定方法。

试样分为圆柱形和环形两种。不同的试样尺寸和形状,得到的试验结果不同,只有相同形状和尺寸的试样,其试验结果才能进行比较。

环形试样特别适用于在液体环境中测定应力松弛。

本标准没有规定低于标准实验室温度的试验。本方法可用于低温试验,但其试验结果的可靠性没有被证实。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 528 硫化橡胶或热塑性橡胶 拉伸应力应变性能的测定(GB/T 528—1998, eqv ISO 37:1994)

GB/T 1690 硫化橡胶或热塑性橡胶 耐液体试验方法(GB/T 1690—2006, ISO 1817:2005, MOD)

GB/T 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序(GB/T 2941—2006, ISO 23529:2004, IDT)

GB/T 3452.1 液压气动用 O 形橡胶密封圈 第 1 部分:尺寸系列及公差(GB/T 3452.1—2005, ISO 3601-1:2002, MOD)

GB/T 3512 硫化橡胶或热塑性橡胶 热空气加速老化和耐热试验(GB/T 3512—2001, eqv ISO 188:1998)

GB/T 14838 橡胶与橡胶制品 试验方法标准的精密度的确定(GB/T 14838—1993, neq ISO/TR 9272:1986)

ISO 4287 产品几何量技术规范(GPS)表面结构:轮廓法 表面结构的术语、定义及参数

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

压缩应力松弛 **compression stress relaxation**

是指在施加恒定压缩变形之后,压缩作用力随时间增加而减少的现象,用初始力的百分率表示。

4 原理

在规定的试验温度下,将硫化橡胶或热塑性橡胶试样压缩到并保持在一恒定应变的状态下,测量压缩力的降低。

方法 A, 在试验温度下压缩试样, 并在试验温度下测量所有的压缩力。

方法 B, 在标准实验室温度下压缩试样, 并测量所有的压缩力, 试样在试验温度下进行贮存。

注 1: 方法 A 和方法 B 两种方法测量所获得的试验结果不能比较。方法的选用取决于试验目的。因此, 对于基础研究和在高温密封方面应用中首选 A 法, 如果应用中存在温度是从常温到高温循环问题的, 推荐使用 B 法。

注 2: 对于特定目的, 可以使用其他方法, 如在标准实验室温度下压缩试样, 并在不同温度下测量其压缩力。

5 仪器

5.1 压缩装置

由两块平行且高度抛光的平板材组成。平板应具有较高的表面粗糙度、平行度和刚度、压缩板由镀铬材料、不锈钢或其他耐腐蚀材料制造而成, 试样在两块板之间压缩。

当压缩装置被拆开后, 压缩板的平面度应在 0.01 mm 范围内。表面粗糙度 Ra 不能低于 0.4 μm (见 ISO 4287)。当压缩装置组装后, 没有安装试样时, 两压缩板之间的间隙不应超过 0.01 mm。

当安装上试样并施加负荷后, 两个压缩板弯曲度都不得超过 0.01 mm。

压缩板应有足够的尺寸, 以保证整个压缩试样全部处在压缩板的压缩范围之内, 并能自由横向伸展。

对于环形试样, 在压缩板中心位置上应有直径至少为 2 mm 的贯穿孔, 以提供平衡的压力和环形试样内部液体的循环。

将压缩装置连接到适当的设备上, 在规定的速度下, 将试样压缩到规定的压缩量, 并测量压缩力且精确到 1%。

在整个试验期间, 此装置能够调节并保持一定的压缩量, 而且此装置可置于规定试验温度的恒温箱中。

5.2 作用力的测量装置

作用力测量装置能在所需的范围内测量作用力, 测量精度为 1%。应首选具有能在整个试验过程中监测压缩力的装置。通过这个装置可测量压缩应力随时间连续变化的过程, 在整个试验过程中, 试样的形变应保持在 ± 0.01 mm 之间。

另一方法, 是用压缩试验机在规定的时间内测量作用力, 在这种情况下, 测量试样使压缩有轻微地增加的力, 这种增加的压缩应尽量减小, 任何情况下对于杠杆式应力松弛仪器所施加的力不能大于 1 N。对于应力-应变式的应力松弛仪器, 所施加的力不大于 0.05 mm 应变所对应的应力。额外的压缩使试样产生的所有的力都应作用在测力装置上, 每次测量时, 压缩装置的测量精度应保持在 ± 0.01 mm 以内。

5.3 试验箱

符合 GB/T 3512 的要求。对于在空气中的试验, 应使用具有良好的均匀加热的空气烘箱, 并配备适当的温度控制装置, 其温度控制精度应达到 7.2 规定的公差范围。对于在液体中的试验, 压缩装置应完全浸泡在试验所规定的液体中, 而对于有挥发性或有毒性的液体, 压缩装置应完全浸在密闭的容器中。这样就可以保证液体能通过压缩板的中心孔自由循环, 用适合控制的加热器将试验液体的温度控制在规定的温度范围内。另一种方法是将液体和压缩装置放在规定的烘箱中。

5.4 测温装置

用符合要求的传感器元件, 温度传感器应安装在距试样表面不超过 2 mm 的压缩板内。

6 试样

6.1 试样的类型和制备

6.1.1 要求

试样通过模压或者按照 GB/T 2941 从模压胶片或产品上裁取。

注：用不同尺寸试样获得的数据不能比较。

6.1.2 圆柱形试样

圆柱形试样。Ⅰ型：直径 ϕ 为 $10.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ ，高度 h 为 $10.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ 。Ⅱ型：直径 ϕ 为 $13.0\text{ mm}\pm 0.5\text{ mm}$ ，高度 h 为 $6.3\text{ mm}\pm 0.3\text{ mm}$ 。

注：两种规格的试样，测得的结果不能进行比较。

6.1.3 环形试样

环形试样可用旋转式切刀从平整的测试材料上裁取，断面为方形。适用于制备小环形试样的设备，见 GB/T 528 附录 B。

试样尺寸：

厚度： $2.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$

内径： $15.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$

径向宽度： $2.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$

试样可通过模压制成或从成品上通过切割和打磨制备。

此外，符合 GB/T 3452.1 规定的代码为 BO140G 的 O 形圈（断面直径： 2.65 mm ，内径： 14.0 mm ）可用做标准试样。

只要适合，其他尺寸的 O 形圈，及其他形状的密封件或垫片也可用做非标准试样。

注：大部分试验设备都有夹紧装置，试样被压缩是通过旋紧螺丝使钢板向下直至停止，使试样厚度产生变形。处于上述公差范围内的试样在这种夹紧装置中试验时，能达到所需的压缩应变，所以需要认真匹配夹紧装置和试样，使装置和试样通过良好的配合而达到 8.3.4 和 8.4.3 规定的压缩应变。

6.2 试样尺寸的测量

试样尺寸应按 GB/T 2941 的规定进行测量。

6.3 试样的数量

试样的数量 3 个，但对于常规试验和筛选试验可使用 1 个或 2 个试样。

6.4 硫化与试验之间的时间间隔

硫化与试验之间的时间间隔应符合 GB/T 2941 的规定。

6.5 试样的调节

6.5.1 试验前，试样首先进行热调节，然后进行机械调节。详见 6.5.2 和 6.5.3。

6.5.2 热调节是将试样放在 70°C 下预热 3 h。热调节后，使试样在标准实验室温度下停放不少于 16 h，最多不超过 48 h，然后进行机械调节或试验。

注：有些试验样品，尤其是热塑性弹性体样品可能含有模压应力，通过热调节消除这些应力以提高试验结果的再现性。

6.5.3 机械调节在 GB/T 2941 规定的一种标准实验室温度下进行，具体如下：

将试样循环压缩 5 次，压缩至规定的压缩量（试验期之外所使用的），然后立即恢复到零应变。

机械调节后，试样应在标准实验室温度下停放不少于 16 h，最多不超过 48 h，然后再进行试验。

机械调节可以改善试验的再现性，尤其是对于填料含量较高的胶料，但有时不适用于产品，产生不可预见的结果。只要进行热调节这种机械调节可以省略，但应在试验报告中注明。

7 试验周期、温度和试验液体

7.1 试验周期

如果没有其他的规定，试验周期为 168_{-2}^{+0} h 。

如果使用过渡时间，可用 $3\text{ h}_{-10}^{+0}\text{ min}$ 、 $6\text{ h}_{-20}^{+0}\text{ min}$ 、 $24_{-0.5}^{+0}\text{ h}$ 和 72_{-1}^{+0} h 。试验时间计算从初始压缩之后开始。如果使用较长的试验周期，应使用对数时间坐标。

在方法 B 中，当在标准实验室温度下将试样压缩完成后，每次试验时，试样在标准实验室温度下调

节 2 h(不包括在试验时间内)。

7.2 试验温度

试验温度应从 GB/T 2941 温度中选择。应避免使用能引起液体迅速降解或蒸发的试验温度。

在试验期间,应尽可能地保持温度恒定,温度公差为 $\pm 1^{\circ}\text{C}$,包括标准实验室温度。

7.3 试验液体

试验液体应根据试验的具体规定进行选择,但推荐选用 GB/T 1690 所列的液体。

8 试验步骤

8.1 准备

仔细清洗压缩装置的工作面,当试验在气体中进行,应涂一薄层对橡胶没有影响的润滑剂。

注:硅油或氟硅铜油(运动黏度约为 $0.01\text{ m}^2/\text{s}$)和二硫化钼是已经发现的合适润滑剂。

8.2 厚度的测量

8.2.1 圆柱形试样

按 GB/T 2941 方法的规定,在标准实验室温度下,在热调节之后和机械调节之前,在每个试样的中心部位测量厚度,精确到 0.01 mm 。

8.2.2 环形试样

按 GB/T 2941 的规定,在标准实验室温度下,在热调节之后机械调节之前,在环形试样圆周上大约相隔 90° 的 4 个点上测量每个试样的轴向厚度,准确到 0.01 mm 。取测量值的平均值计算所需的压缩量。在单个试样上的各个测量值相差不应超过 0.05 mm ,否则试样将不能用于试验。

8.3 方法 A

8.3.1 使压缩装置和试验环境处于试验温度中。

8.3.2 当在液体中试验时,试样和压缩装置的工作面应用试验液体轻轻润滑。当在气体中试验时,应涂一薄层对橡胶没有影响的润滑剂(见 8.1)。

8.3.3 润滑之后立即在 GB/T 2941 规定的试验温度下调节试样。建议至少调节 30 min 。试验温度超过 150°C 时,根据 GB/T 2941 的规定则需要调节更长的时间。

8.3.4 将调节好的试样放在预热的压缩装置(5.1)里,如果试样预热是在压缩装置上进行,则把试样放在压缩装置里一起预热,在试验温度下把试样压缩到规定变形的 $25\% \pm 2\%$ 。如果试样不能压缩到 $25\% \pm 2\%$ 的压缩量,则使用 $15\% \pm 2\%$ 或更低的压缩量,分步压缩,每步压缩 5% ,压缩试样应在 $30\text{ s} \sim 120\text{ s}$ 的时间内完成,并在整个试验周期内保持这个压缩量(除了 5.2 中另一方法提到的情况)。

8.3.5 在试验温度中,在压缩 $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 后,测量作用力并精确到测量值的 1% 。

8.3.6 在 7.1 规定的时间之后,在试验温度下重复测量所有作用力。

注 1:在试验温度下最后一次测量后,可使试样冷却到标准实验室温度,再次测量作用力。

注 2:松弛试验完成后,可获得额外的有价值的信息。研究表明,恢复量在试验温度下是随物理松弛而出现的永久化学反应。

8.4 方法 B

8.4.1 试验环境处于试验温度中。

8.4.2 当在液体中试验时,试样和压缩装置的工作面应用试验液体轻轻润滑。当在气体介质中试验时,应涂覆一薄层对橡胶没有影响的润滑剂(见 8.1)。

8.4.3 在标准实验室温度下把试样压缩到规定变形的 $25\% \pm 2\%$,如果试样不能压缩到 25% 的压缩量,则使用 $15\% \pm 2\%$ 或更低的压缩量,分步压缩,每步压缩 5% ,压缩试样在 $30\text{ s} \sim 120\text{ s}$ 内完成,并在整个试验期间保持这个压缩量(随后需要在较小的变形下测量作用力,可选用 5.2 中的方法)。

8.4.4 在标准实验室温度下,在压缩 $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 后,测量作用力并精确到测量值的 1% 。

8.4.5 测量作用力之后,立即将带有试样的压缩装置,放入规定的试验环境中(见 5.3)。

8.4.6 当达到规定的时间(见 7.1)之后,测量压缩力时,将压缩装置从试验环境里取出,在标准实验室温度下调节 2h 后,测量压缩力,然后将其返回到试验环境再保持一段时间。试验装置和试样在 2 h 之内达到热平衡,这个温度将由 5.4 中规定的温度传感器进行检测。

9 结果表述

在规定的试验时间 t 之后的压缩应力松弛 $R(t)$,以初始作用力的百分数表示,计算公式如式(1):

$$R(t) = \frac{F_0 - F_t}{F_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

F_0 ——30 min 之后测量的初始作用力;

F_t ——当达到规定的试验时间 t 之后测量的作用力。

应取试验结果的中值,试样的各个测量值与中值的偏差应在 10 %之内。否则,重新进行试验。

不同试验时间之后测量的作用力可依据时间在对数坐标上绘制曲线图,以便于对试验数据进行解释。对于有些应用,计算不同试验时间之后的压缩应力比值,也就是 F_t / F_0 比应力松弛值更有用。在这种情况下,压缩应力比值应该以一个对数时间函数图的形式来表示。

10 精密度

10.1 总则

依据 GB/T 14838 的规定用实验室间方案(ITP) 和精度计算来完成重复性和再现性。有关精密度的术语和定义查阅此标准。附录 A 给出了有关精密度的使用指南。

10.2 细节

10.2.1 ITP 是在 1998 年实施的,在对一种材料如 IR/SBR 共聚橡胶混合物测试时,方法 A 是在 23℃ 和 100℃ 的条件下使用。方法 B 是在 100℃ 的条件下使用。每个测试结果取两个试样在初始的作用力之后经 168 h 的松弛百分率的减少的平均值。12 个实验室将在 23℃ 的条件下使用方法 A 进行试验,11 个实验室将在 100℃ 的条件下使用方法 A 进行试验,7 个实验室将在 100℃ 的条件下使用方法 B 进行试验。

10.2.2 这个精密度定义为 1 型的精密度。将全部准备好的试样交给所有参与测试的实验室。精密度总是取 2~3 周内的两次重复试验中值(intermediate-term)的精度。对于每次重复试验的周期应为 168 h。这个特性通常更多的是在第 1 天和第 2 天反复试验与少数几天间的反复试验。

10.2.3 分析数据依据所有试验(3 个试验)测试的结果:

3 个被公认的非利益方实验室在 23℃ 的条件下使用方法 A 测试的结果;

2 个被公认的非利益方实验室在 100℃ 的条件下使用方法 A 测试的结果;

1 个被公认的非利益方实验室在 100℃ 的条件下使用方法 B 测试的结果。

舍弃以上测试结果,对剩余的数据进行最后分析处理,即:

在 23℃ 的条件下使用方法 A,从 9 个实验室测得的结果;

在 100℃ 的条件下使用方法 A,从 9 个实验室测得的结果;

在 100℃ 的条件下使用方法 B,从 6 个实验室测得的结果。

被处理的这些基本数据表明那些实验室有好的试验控制装置(这些结果保持相对好的一致性)。

10.3 精密度的结果

精密度的数据可从表 1 给出的基本数据获得,实际上在 100℃ 的条件下使用方法 B 测得的精密度(重复性和再现性)比用方法 A 测得的数据要差一些。本标准给出了精密度的关系式(r)和(R)。

使用的符号如表 1 所示。

S_r : 重复性标准偏差;

r : 重复性, 测量值的单位(如: 松弛率为%);

S_R : 再现性标准偏差;

R : 再现性, 测量值的单位(如: 松弛率为%)。

表 1 精密度的结果

方法 A 23℃×168 h					
胶料	平均松弛率/%	S_r	r	S_R	R
A	10.9	0.795	2.22	1.21	3.40
方法 A 100℃×168 h					
胶料	平均松弛率/%	S_r	r	S_R	R
A	50.5	0.845	2.37	2.15	6.03
方法 B 100℃×168 h					
胶料	平均松弛率/%	S_r	r	S_R	R
A	67.5	2.07	5.8	8.66	24.3

11 试验报告

试验报告应包含以下内容:

- a) 引用的标准;
- b) 样品说明:
 - 1) 样品的完整描述及其来源(如适用的配方和硫化条件);
 - 2) 获取试样的制备方法,例如模制或剪切。
- c) 试验说明:
 - 1) 使用的试验方法(方法 A 或方法 B);
 - 2) 使用的试样类型;
 - 3) 有关仪器的特殊数据,例如测量压缩力所使用的方法;
 - 4) 使用的标准实验室温度;
 - 5) 试验前,试样的调节时间和温度;
 - 6) 试验的时间和温度;
 - 7) 使用的压缩量:25%或其他(应陈述细节);
 - 8) 使用的试验环境;
 - 9) 使用的润滑剂;
 - 10) 与规定的试验程序一致性的差异。
- d) 试验结果:
 - 1) 使用试样的数量;
 - 2) 每次试验的结果及其中值。
- e) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
精密度结果使用指南

- A.1 使用精密度结果的一般程序是首先计算任意两个测量值的正差,用符号 $|X_1 - X_2|$ 表示。
- A.2 查相应的精密度表(无论所研究的是什么试验参数),在测得参数的平均值与正在研究的试验数据平均值最近处画一横线,该线将给出判断过程中所用的相应的 r 、 (r) 、 R 或 (R) 。
- A.3 下列一般重复性陈述和相应的 r 和 (r) 值来判定精密度。
- A.3.1 绝对差:在正常和正确操作的试验程序下,用标称相同材料的样品得到的两个试验平均值间的差 $|X_1 - X_2|$,平均每20次中不得多于一次超过表中重复性 r 。
- A.3.2 两个试验平均值间的百分数差:在正常和正确的试验程序下,在标称相同材料的样品上得到两个试验值间的百分数差 $\{|X_1 - X_2| / [(X_1 + X_2) / 2]\} \times 100$,平均每20次不应多于一次超过表中重复性 (r) 。
- A.4 用下列一般再现性陈述和相应的 R 和 (R) 值判定精密度。
- A.4.1 绝对差:在两个试验室用正常和正确操作的试验程序,在标称相同材料的样品上得到的两个独立测量的试验平均值间的绝对差 $|X_1 - X_2|$,平均每20次中不应多于一次超过表中再现性 R 。
- A.4.2 两个试验平均值间的百分数差:在两个实验室用正常和正确操作的试验程序,在标称相同材料的样品上得到的两个独立测量的试验平均值称的百分数差 $\{|X_1 - X_2| / [(X_1 + X_2) / 2]\} \times 100$,平均每20次中不得多于一次超过表列中再现性 (R) 。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硫化橡胶或热塑性橡胶 在常温和
高温下压缩应力松弛的测定
GB/T 1685—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-32226

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 1685—2008

