

ICS 83.060
G 40



4521

中华人民共和国国家标准

GB/T 7759.1—2015/ISO 815-1:2008
代替 GB/T 7759—1996

硫化橡胶或热塑性橡胶 压缩永久变形的测定 第 1 部分：在常温及高温条件下

Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of compression set—
Part 1: At ambient or elevated temperatures

(ISO 815-1:2008, IDT)

2015-05-15 发布

2015-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 7759《硫化橡胶或热塑性橡胶 压缩永久变形的测定》分为两部分：

- 第 1 部分，在常温及高温条件下；
- 第 2 部分，在低温条件下。

本部分为 GB/T 7759 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 7759—1996《硫化橡胶、热塑性橡胶 常温、高温和低温下压缩永久变形测定》。

本部分与 GB/T 7759—1996 相比主要技术变化如下：

- 增加警告语；
- 修改了规范性引用文件(见第 2 章,1996 年版第 2 章)；
- 删除对钢板尺寸的规定(见 4.1.1,1996 年版 4.1.1)；
- 删除使用多个限制器时对限制器高度误差的规定；删除表 1,改用文字叙述；删除“建议用环状的限制器”的规定(见 4.1.2,1996 年版 4.1.3)；
- 删除试验容器的内容(见 1996 年版 4.3)；
- 更改对厚度计的要求,压足直径由原来的 4~10 mm 改为 4 mm±0.5 mm；压力由原来的 22 kPa±5 kPa 改为根据橡胶硬度分为 22 kPa±5 kPa 和 10 kPa±2 kPa 两种(见 4.4,1996 年版 4.5)；
- 更改计时装置精度,由±0.2 s 改为±1 s；
- 更改试验装置图例,由原来的圆形装置改为两种装置,一种是长方形装置,另一种为圆形装置；原标准规定了压缩装置的具体尺寸,新版本未规定具体尺寸,只给出两种压缩装置示意图(见图 1,1996 年版图 1)；
- 删除试样高度测量时“三个试样高度相差不超过 0.01 mm”的要求(见 7.2,1996 年版 7.2)；
- 增加了一种试验结束后的试样停放方法,即方法 C(见 7.5.2)；
- 删除耐液体试验的试验步骤(见 1996 年版 7.7)；
- 删除了低温下试验的内容；
- 增加附录 A 和附录 B。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 815-1:2008《硫化橡胶或热塑性橡胶 压缩永久变形的测定 第 1 部分：在常温及高温条件下》。

与本部分中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 3505—2009 产品几何技术规范(GPS) 表面结构 轮廓法 术语、定义及表面结构参数(ISO 4287—1997, IDT)
- GB/T 14838—2009 橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定(ISO/TR 9272:2005, IDT)

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会通用试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本部分起草单位：上海橡胶制品研究所、中国航空工业集团公司北京航空材料研究院、常州朗博汽车零部件有限公司、青岛双星集团技术开发中心、北京橡胶工业研究设计院。

GB/T 7759.1—2015/ISO 815-1:2008

本部分主要起草人：卞正军、杨晨耘、章菊华、朱华、张美玲、沙淑芬、谢君芳、李静。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 7759—1987、GB/T 7759—1996。

硫化橡胶或热塑性橡胶 压缩永久变形的测定 第1部分：在常温及高温条件下

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

注意：本标准涉及的一些操作可能使用、生成一些物质或产生废物而对当地的环境有污染影响，应制定使用后处置这些物质的适当的文件。

1 范围

GB/T 7759的本部分规定了在常温和高温条件下测定硫化橡胶或热塑性橡胶压缩永久变形性能的试验方法。

本方法用于测量硬度在10 IRHD~95 IRHD范围内的橡胶在规定的温度和压缩率(通常为25%)条件下,经持续压缩后保持其弹性的能力。当橡胶硬度大于80 IRHD时,应选用较低的压缩率;80 IRHD~89 IRHD压缩率为15%,90 IRHD~95 IRHD压缩率为10%。

注1:橡胶在压缩状态下,会发生物理和化学变化,当压缩力消失后,这些变化阻止橡胶恢复到其原来的状态,于是就产生了压缩永久变形。压缩永久变形的大小,取决于压缩作用的深度和时间,以及恢复高度时的温度和时间。在高温下,化学变化是导致橡胶发生压缩永久变形的的主要原因。

注2:短时间压缩永久变形试验,一般选用22 h,在高温下试验通常用于判断橡胶的硫化程度,作为材料分级和确定橡胶质量的手段。长时间试验,一般选用1 000 h,在高温下试验用于研究老化的影响,并且通常用于预测橡胶的使用性能,包括密封材料的性能。常温下短时间压缩试验主要反映物理变化(分子链重新排列,添加剂重新分布)的影响。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注明日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

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

GB/T 3512—2014 硫化橡胶或热塑性橡胶 热空气加速老化和耐热试验(ISO 188:2011, IDT)

ISO 4287 产品几何技术规范(GPS) 表面结构 轮廓法 术语、定义及表面结构参数(Geometrical product specifications (GPS)—Surface texture, Profile method—Terms, definitions and surface texture parameters)

ISO/TR 9272 橡胶和橡胶制品 试验方法标准的精确测定(Rubber and rubber products—Determination of precision for test method standards)

3 原理

在标准实验室温度下,将已知高度的试样,按压缩率要求压缩到规定的高度,在标准实验室温度或高温条件下,压缩一定时间,然后在一定温度条件下除去压缩,将试样在自由状态下,恢复规定时间,测量试样的高度。

4 装置

4.1 压缩装置,包括压缩板、钢制限制器和紧固件。典型的压缩装置见图1。

4.1.1 压缩板,由一对平行、平整、高磨光的镀锌板或不锈钢板组成,试样在两压缩板中间进行压缩。压缩板表面粗糙度 R_a 应不大于 $0.4 \mu\text{m}$ (见 ISO 4287)。压缩板应具备:

- 足够的刚度,以确保压缩板受压时,压缩板的弯曲不超过 0.01 mm ;
- 足够的尺寸,以确保在两压缩板之间受压时,整个试样仍能位于压缩板区域内部。

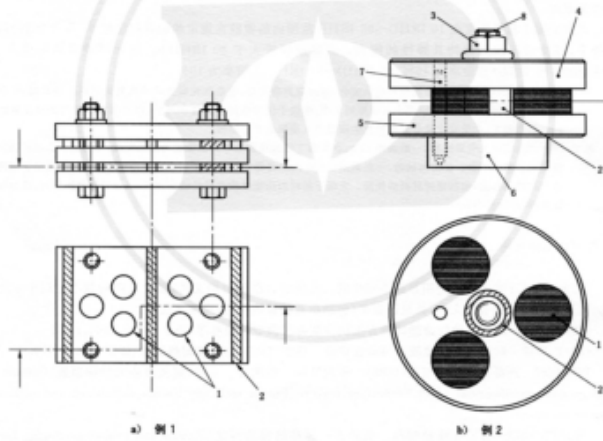
4.1.2 钢制限制器,提供要求的压缩量。

限制器的形状和尺寸应避免限制器与压缩后的试样接触。

限制器高度的选用应使试样的压缩率满足如下规定:

- 硬度低于 80 IRHD 对应 $(25 \pm 2)\%$;
- 硬度在 80 IRHD 至 89 IRHD 之间对应 $(15 \pm 2)\%$;
- 硬度大等于 90 IRHD 对应 $(10 \pm 1)\%$ 。

4.1.3 紧固件,一个简单的螺杆装置(见图1)即可满足要求。



说明:

- 1—试样;
- 2—限制器;
- 3—螺母;
- 4—上压板;

- 5—下压板;
- 6—紧固于台眼中的部件;
- 7—定位销;
- 8—螺栓。

图1 测量压缩永久变形的装置图例

4.2 老化箱

应符合 GB/T 3512—2014 中方法 A 或方法 B 的要求,能保持压缩装置和试样在 6.2 所推荐的试验温度的公差范围内。

注,方法 A 的老化箱得到的试验结果可能与方法 B 的老化箱得到的试验结果不同。

老化箱达到平衡温度的时间取决于它的型号和压缩装置的热容量。为了使在高温下持续时间为 24 h 的试验结果具有可比性,试样内部温度达到稳定的允许公差范围内的试验温度,不应超过 3 h。

4.3 镊子,用于装取试样。

4.4 厚度计,精确至 ± 0.01 mm(见 GB/T 2941—2006 中 7.1),有一个直径为 $4\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$ 的平坦的圆形压足和一个平面测量台,对于硬度大于或等于 35 IRHD 的橡胶施加压力应为 $22\text{ kPa} \pm 5\text{ kPa}$,对于硬度小于 35 IRHD 的施加压力应为 $10\text{ kPa} \pm 2\text{ kPa}$ 。在进行对比试验时应使用相同直径的压足。

注,当使用数字厚度计,要求分辨率达到 0.001 mm ,以满足精度要求。

高温老化结束后,试样可能会出现不可预知的变形。有时产生试样两个表面均变形的情况,使得高度测量变得复杂。在这种情况下,应小心地选用厚度计测量压足的直径,以提供精确的测量。

4.5 计时装置,用于计算恢复时间,精度为 $\pm 1\text{ s}$ 。

5 试样

5.1 尺寸

试样为下列两种类型之一:

—A 型:试样直径为 $29.0\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$,高度为 $12.5\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$ 的圆柱体;

—B 型:试样直径为 $13.0\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$,高度为 $6.3\text{ mm} \pm 0.3\text{ mm}$ 的圆柱体。

这两种试样所得试验结果不一定相同,试验结果不可进行比较。

A 型适用于具有较低压缩永久变形的试样,主要由于使用大尺寸试样可以获得较高的精度。

B 型适用于从成品中裁切的试样。这种情况下,除非另有规定,应尽可能从成品的中心部位裁取试样。如可能,在裁切时,试样的中轴应平行于成品在使用时的压缩方向。

5.2 试样制备

试样应尽可能通过模压法进行制备,也可以通过裁切法或薄片叠合(不超过三层)的方法进行制备。当使用薄片叠合法制备的试样来控制成品性能时,应征得各方的同意。

试样的裁切应符合 GB/T 2941—2006 的规定。当发生裁切面变形(形成凹面)时,将裁切分为两步进行可以改善试样的形状:第一步先裁切一个大尺寸的试样,第二步用另一把裁刀将试样修整到规定尺寸。

由薄片叠合的试样尺寸应符合 5.1 的规定。试样应从薄片上裁切后叠合在一起,每个试样叠合不超过三层,不需粘接。将叠合好的试样略微压缩 1 min ,使试样附着成一个整体。然后测量总的高度。

按以上不同方法制备的试样可能会得到不同的试验结果,试验结果不可比较。

注,应注意硫化程度对压缩永久变形结果有显著影响,因此,对于不同厚度的胶片或硫化试样应当调整硫化条件。

5.3 试样数量

至少测试 3 个试样,单个或者一起进行试验。

5.4 硫化到试验之间的时间间隔

所有的试验,硫化到试验之间的最短时间是 16 h 。

对非成品试验,从硫化到试验之间的最长时间为4周。对于对比试验,时间间隔应尽可能相同。

对成品试验,在可能情况下,从硫化到试验之间的时间间隔不应超过3个月。在其他情况下,试验应在需方从收货日起2个月内进行(见GB/T 2941—2006)。

5.5 调节

硫化到试验之间的间隔时间内,样品和试片应尽可能避开光和热。

制备好的试样在试验之前应在GB/T 2941—2006规定的一种标准实验室温度下调节至少3h。为了结果可比的目的,在整个试验期间也应保持同一温度。

对于热塑性橡胶试样,在试验前,应放入一定温度的老化箱中进行规定时间的热处理,以释放材料在成型过程中产生的内部应力。

注:对大多数材料 $70\text{ }^{\circ}\text{C}\times 30\text{ min}$ 是适宜的。

6 试验条件

6.1 试验时间

试验时间从压缩装置放入老化箱(见4.2)时开始计时。试验时间为 $24\text{ }^{\circ}\text{A}$ 、 $72\text{ }^{\circ}\text{A}$ 、 $168\text{ }^{\circ}\text{A}$ 或者168h的倍数。

6.2 试验温度

在常温条件下的试验,试验温度应是标准实验室温度 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2$ 或 $27\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2$ 中的一个。

在高温条件下的试验,试验温度应是下列温度之一, $40\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1$ 、 $55\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1$ 、 $70\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1$ 、 $85\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1$ 、 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1$ 、 $125\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2$ 、 $150\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2$ 、 $175\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2$ 、 $200\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2$ 、 $225\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2$ 或 $250\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2$ 。

注:随着老化温度升高,试验结果越来越依靠橡胶耐热性能。在持续的高温下,试样表面氧化对所得压缩永久变形结果起重要作用。高温下得到的压缩永久变形和室温下得到的压缩永久变形没有简单的关联性。

7 试验步骤

7.1 压缩装置的准备

将压缩装置(见4.1)置于标准实验室温度下,仔细清洁操作表面。在压缩板(见4.1.1)与试样接触的表面上涂一层润滑剂。在试验过程中,所用的润滑剂应对橡胶试样没有任何影响,并在试验报告中注明所用的润滑剂(见第10章)。

注:在标准实验室温度下硅油或氟硅油的动摩擦系数是 $0.01\text{ m}^2/\text{s}$,是适用于大多数试样的一种润滑剂。

由于某些原因没有使用润滑剂,应在试验报告中注明。

7.2 高度测量

在标准实验室温度下,测量每个试样中心部位的高度,精确到 0.01 mm 。

注:三个试样高度相差不超过 0.05 mm 。

7.3 施加压缩

将试样与限制器(见4.1.2)置于两压缩板之间适当的位置,应避免试样与螺栓或限制器相接触。慢慢旋紧紧固件,使两压缩板均匀地靠近直到与限制器相接触。所施加的压缩应为试样初始高度的 $(25\pm 2)\%$,对于硬度较高的试样则应为 $(15\pm 2)\%$ 或 $(10\pm 1)\%$ (见4.1.2)。

7.4 开始试验

对于在高温下进行的试验,将装好试样的压缩装置立即放入已达到试验温度(见 6.2)的老化箱(见 4.2)中间部位。

对于在常温下进行的试验,将装好试样的压缩装置置于温度调节至标准实验室温度(见 GB/T 2941—2006)的房间。

7.5 结束试验

7.5.1 在常温下

对于在常温下进行的试验,到达规定试验时间(见 6.1)后,立即松开试样,将试样置于木板上。让试样在标准实验室温度下恢复 $30 \text{ min} \pm 3 \text{ min}$,然后测量试样高度。

7.5.2 在高温下

方法 A:到达规定试验时间后,将试验装置从老化箱中取出,立即松开试样,并快速地将试样置于木板上,让试样在标准实验室温度下恢复 $30 \text{ min} \pm 3 \text{ min}$,然后测量试样高度。

方法 B:到达规定试验时间后,将试验装置从老化箱中取出,让装置在 $30 \text{ min} \sim 120 \text{ min}$ 时间内冷却至标准实验室温度,然后松开试样,在标准实验室温度下再恢复 $30 \text{ min} \pm 3 \text{ min}$,测量试样高度。

方法 C:到达规定试验时间后,不将试验装置从老化箱中取出,而是立即松开试样,并保持在老化箱中。让试样在试验温度下恢复 $30 \text{ min} \pm 3 \text{ min}$,然后在标准实验室温度下再放置 $30 \text{ min} \pm 3 \text{ min}$,测量试样高度。

注:试样从压缩状态释放后的温度,会影响其恢复的速度和恢复程度,从而影响压缩永久变形结果。在高温下恢复通常比在标准实验室温度下恢复得快,其压缩永久变形结果也较低。

除非另有说明,应使用方法 A。

7.6 内部检查

试验完成后,沿着直径方向将试样切成两部分。若有内部缺陷,如有气泡,应重新进行试验。

8 结果表示

压缩永久变形 C 以初始压缩的百分数来表示,按式(1)计算:

$$C = \frac{h_0 - h_1}{h_0 - h_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

h_0 ——试样初始高度,单位为毫米(mm);

h_1 ——试样恢复后的高度,单位为毫米(mm);

h_2 ——限制器高度,单位为毫米(mm)。

计算结果精确到 1%。

9 精密度

参见附录 A。

10 试验报告

试验报告应包含下列内容：

- a) 样品说明：
 - 1) 样品及其来源的详细说明；
 - 2) 混炼及硫化的详细说明(如需要)；
 - 3) 制备试样的方法,例如模压或裁切。
- b) 试验方法：
 - 1) 使用的试验方法的详细说明,例如本部分的编号；
 - 2) 使用的试样类型,例如 A 型或 B 型,是否是薄片叠合；
 - 3) 试验后的冷却方法,例如方法 A、方法 B 或方法 C,以及方法 B 准确的冷却时间；
 - 4) 使用润滑剂的性质；
 - 5) 试样是单个试验的还是一起试验的。
- c) 试验说明：
 - 1) 使用的标准实验室温度；
 - 2) 调节和恢复的温度和时间；
 - 3) 试验温度和试验时间；
 - 4) 使用的压缩率；
 - 5) 本部分中未规定的任何操作的说明。
- d) 试验结果：
 - 1) 使用的试样数量；
 - 2) 试样的初始高度(如需要)；
 - 3) 试样恢复后的高度(如需要)；
 - 4) 压缩永久变形的中值和单个试验结果。
- e) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)
精 密 度

A.1 总则

描述重复性和再现性的精密度计算基于 ISO/TR 9272。概念和术语参考 ISO/TR 9272。重复性和再现性的使用指导见附录 B。

A.2 精密度说明

A.2.1 1986 年由 LRCCP 安排了一个实验室间试验计划 (ITP)，使用了三种材料 (硫化橡胶混炼胶)，SBR、NBR 和 EPDM。

试片分配给每个实验室，并按 ISO 815 中这个部分在 100 °C 下进行试验。

A.2.2 使用 A 型试样和 B 型试样。

A.2.3 试验时间 24 h，压缩 25%，压缩 3 个试样。压缩永久变形试验结果取中位数。按照方法 A 的要求，从装置中取出试样室温停放 30 min ± 3 min 后测量压缩永久变形。

A.2.4 ITP 以 1 级精密度进行评价。重复性和再现性的时间段是按天数的比例。共 19 个实验室参与这个试验。

A.3 精密度的结果

A.3.1 精密度结果见表 1，压缩永久变形在 100 °C 下进行。

A.3.2 表 A.1 中使用的符号 r 、 (r) 、 R 、 (R) ，定义如下：

- r —— 重复性，测量单位；
- (r) —— 重复性，%(相对的)；
- R —— 再现性，测量单位；
- (R) —— 再现性，%(相对的)。

表 A.1 100 °C 下压缩永久变形 1 级精密度

| 材料 | 平均值 | 实验室内重复性 | | 实验室间的再现性 | |
|-------|------|---------|-------|----------|-------|
| | | r | (r) | R | (R) |
| A 型试样 | | | | | |
| EPDM | 10.3 | 2.7 | 26 | 4.0 | 38 |
| NBR | 19.8 | 3.3 | 17 | 4.3 | 21 |
| SBR | 41.1 | 4.7 | 11 | 13.6 | 33 |
| 合并值 | 23.7 | 3.6 | 15 | 8.6 | 36 |
| B 型试样 | | | | | |
| EPDM | 14.8 | 3.3 | 22 | 4.5 | 30 |

表 A.1 (续)

| 材料 | 平均值 | 实验室内重复性 | | 实验室间的再现性 | |
|------|------|----------|--------------|----------|--------------|
| | | <i>r</i> | (<i>r</i>) | <i>R</i> | (<i>R</i>) |
| NBR | 24.4 | 4.3 | 18 | 7.7 | 32 |
| SEBR | 44.9 | 5.1 | 11 | 14.0 | 33 |
| 合并值 | 28.0 | 6.0 | 15 | 10.0 | 35 |

附录 B
(资料性附录)

精密度的使用指南

- B.1** 使用精密度的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。
- B.2** 查相对的精密表(无论所研究的是什么试验参数),在测定参数的平均值与正在研究的试验数据评价值最近处画一横线,该线将给出判断过程中所用的相应的 r 、 (r) 、 R 或 (R) 。
- B.3** 可用下列一般重复性陈述和相应的 r 和 (r) 值判定精密度(即不考虑正负号)。
- B.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两个试验平均值间的差 $|x_1 - x_2|$,平均20次中不得多于一次超过表列重复性 r 。
- B.3.2** 两个试验平均值间的百分数差,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两个试验值间的百分数差 $[|x_1 - x_2| / (x_1 + x_2) / 2] \times 100$,平均20次中不得多于一次超过表列重复性 (r) 。
- B.4** 可用下列一般再现性陈述和相应的 R 和 (R) 值判定精密度。
- B.4.1** 绝对差,在两个实验室用正常和正确的试验程序,在标称相同材料的样品上得到两个独立测量的试验平均值间绝对差 $|x_1 - x_2|$,平均20次中不得多于一次超过表列再现性 R 。
- B.4.2** 两个试验平均值的百分数差,在两个实验室用正常和正确的试验程序,在标称相同材料的样品上得到两个独立测量的试验平均值的百分数差 $[|x_1 - x_2| / (x_1 + x_2) / 2] \times 100$,平均20次中不得多于一次超过表列再现性 (R) 。

GB/T 7759.1—2015/ISO 815-1:2008

中华人民共和国
国家标准
硫化橡胶或热塑性橡胶
压缩永久变形的测定
第1部分：在常温及高温条件下
GB/T 7759.1—2015/ISO 815-1:2008

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64775323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 1 字数 20 千字
2015年3月第一版 2015年3月第一次印刷
书号: 155066·1-50938 定价 18.00 元

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)68510107



GB/T 7759.1-2015

打印日期: 2015年7月22日 F025