

中华人民共和国国家标准

GB/T 1685.2—2019/ISO 3384-2:2012

硫化橡胶或热塑性橡胶 压缩应力松弛的测定 第2部分:循环温度下试验

Rubber, vulcanized or thermoplastic—
Determination of stress relaxation in compression—
Part 2: Testing with temperature cycling

(ISO 3384-2:2012, IDT)

2019-12-10 发布

2020-11-01 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

GB/T 1685《硫化橡胶或热塑性橡胶 压缩应力松弛的测定》拟分为以下 2 个部分：

——第 1 部分：恒定温度下试验；

——第 2 部分：循环温度下试验。

本部分为 GB/T 1685 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 3384-2:2012《硫化橡胶或热塑性橡胶 压缩应力松弛的测定 第 2 部分：循环温度下试验》。

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 528—2009 硫化橡胶或热塑性橡胶 拉伸应力应变性能的测定(ISO 37:2005, IDT)

——GB/T 1690—2010 硫化橡胶或热塑性橡胶 耐液体试验方法(ISO 1817:2005, MOD)

——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)

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(SAC/TC 35)归口。

本部分起草单位：西北橡胶塑料研究设计院有限公司、广州合成材料研究院有限公司、双星集团有限责任公司、高特威尔科学仪器(青岛)有限公司、青岛竣翔科技有限公司、三角轮胎股份有限公司、上海振君化工科技有限公司、江苏明珠试验机械有限公司、上海瀚海检测技术股份有限公司、北京中天鹏宇科技发展有限公司、青岛科技大学、北京橡胶工业研究设计院有限公司。

本部分主要起草人：朱伟、黄蕾、王爽、易军、郭菲、黄朝晖、盛恩恬、郑雷、左继强、许秋焕、徐艺、卞正军、杨晨耘、包达飞、马浩、杨转青、邹新阳、朱丹、车伟、谢君芳、孙斯文。

引 言

当对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减小,这种现象称为“应力松弛”,相反当橡胶承受恒定的应力时,应变是随时间的增加而增大的,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。而且在通常条件下这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;在高温和(或)长时间条件下,应力松弛主要是化学过程造成。

当需要研究材料的寿命时,可使用 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》描述的方法进行测试。

应力松弛试验除需要规定试验温度和时间间隔外,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结果,特别是对于含有填料的橡胶。

规定的两种循环试验方法的设计目的如下:

——方法 A:通过应力松弛使试样老化,测定低温下试样的密封力;

——方法 B:通过应力松弛使试样产生热应力,测定低温下试样的密封力。

在户外应用的橡胶制品,所处的环境温度可能会在高温(例如 150 ℃)和低温(例如 -40 ℃)之间循环。评价这些橡胶制品的实际应用性能和寿命时,考虑其在低温下的收缩情况非常重要。

橡胶在低温时会有结晶现象,这就会进一步加剧其收缩程度。例如:用于汽车的橡胶软管和橡胶密封圈,在常温下能够保持良好的工作状态,但在低温下可能会出现泄漏的情况。

硫化橡胶或热塑性橡胶

压缩应力松弛的测定

第2部分:循环温度下试验

警示——使用本部分的试验人员应熟悉正规的实验室操作规程。本部分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:本部分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环境造成污染,试验后应按照相应文件进行安全处理和处置。

1 范围

GB/T 1685 的本部分规定了用于测定硫化橡胶或热塑性橡胶在循环温度下压缩到并保持在一恒定应变状态下压缩作用力降低的两种方法。

方法 A:试验温度在高温和低温间定期间隔交变,高温阶段评价橡胶材料的耐老化性能,低温阶段可以评价橡胶材料的密封性能。

方法 B:试验温度在高温和低温间连续交变,以使橡胶材料内部产生热应力。

压缩作用力通过连续测量系统来测定。

试样应为圆柱状和环状两种类型。不同形状和尺寸的试样,所得结果不同,只有相同形状和尺寸的试样,其试验结果可以进行比较。

环状试样特别适用于液体环境中应力松弛的测定。

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。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 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)

GB/T 25269—2010 橡胶 试验设备校准指南(ISO 18899:2004, IDT)

ISO 37:2011 硫化橡胶或热塑性橡胶 拉伸应力应变性能的测定(Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of tensile stress-strain properties)

ISO 1817 硫化橡胶或热塑性橡胶 耐液体试验方法(Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of the effect of liquids)

ISO 23529 橡胶 物理试验方法试样制备和调节通用程序(Rubber—General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

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

在施加恒定压缩变形之后,压缩作用力随时间增加而减小的现象,用压缩作用力的减少值与初始值

的百分比表示。

3.2

热应力 thermal stress

在温度改变时,物体由于外在约束以及内部各部分之间的相互约束,使其不能完全自由胀缩而产生的应力。

4 原理

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,测量压缩作用力的降低。

试验温度在规定的高温和低温间循环,以检验低温下橡胶材料的密封力。橡胶材料从高温到低温的过程中发生收缩使压缩作用力降低。

5 仪器

5.1 压缩装置

由两块平行、平整且高度抛光的平板组成。平板由镀铬材料、不锈钢或其他耐腐蚀材料制成,试样在两块平板之间进行压缩。平板的平整度、表面光洁度、平行度和刚度都很重要。

压缩板的表面应打磨和抛光。压缩板应是平整、平行的,且在施加测试负载时,不应发生任何变形。

注:适宜的表面粗糙度 Ra 不大于 $0.4\ \mu\text{m}$ (见 ISO 4287),可以通过对压缩板表面打磨或抛光处理来实现。

当压缩装置组装后,没有安装试样时,两压缩板之间的间隙应保持在 $\pm 0.01\ \text{mm}$ 之内。

当安装上试样并施加负荷后,两个压缩板弯曲都不应超过 $0.01\ \text{mm}$ 。

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。

对于环状试样,在压缩板中心位置上应有直径不小于 $2\ \text{mm}$ 的通孔,以提供平衡的压力和环状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,并测量压缩作用力且精确到 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。应注意确保试样没有热量损失,例如,通过与试验箱外部连接的金属部件产生的热传导。

5.2 压缩作用力测量装置

能在所需的范围内测量作用力,测量精度为 1% 。

作用力测量装置应能在整个试验过程中连续测量压缩作用力。通过此装置可测量压缩作用力随时间连续变化的过程,在整个试验过程中,试样的应变应保持在 $\pm 0.01\ \text{mm}$ 之内。

5.3 试验箱

对于在空气中的试验,应使用设计良好、加热均匀的试验箱,对于温度高于标准实验室温度的试验,应使用符合 GB/T 3512—2014 方法 A 要求的试验箱。

对于循环温度下的试验,试验箱应能制冷和制热,并能以 $1.0\ ^\circ\text{C}/\text{min} \pm 0.5\ ^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温或降温。

对于高温试验且需要避免试样表面发生氧化时,可选择其他环境氛围,例如氮气环境。对于在液体介质中进行的试验,压缩装置应完全浸入试验规定的液体中,这样可以保证液体能通过压缩板的中心孔自由循环;对于易挥发或有毒的液体,应使用完全密闭的容器。用加热器将试验液体的温度控制在规

定的试验温度范围内,并能够在容器中良好的循环;另一种方法是将试验液体容器和压缩装置一同置于上述规定的试验箱中。

注:建议气体进入试验箱前预先经过空气干燥器进行干燥,使其露点不高于 $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$,以避免结冰对测量系统产生影响。

5.4 测温装置

具有适当精度的传感器元件。温度传感器应安装在能够精确测量试样温度的位置。

注:Pt100 传感器适用于温度测量。

6 校准

试验仪器的校准要求见附录 A。

7 试样

7.1 试样的类型和制备

7.1.1 一般要求

试样应按照 ISO 23529 规定通过模压或者从模压胶片或产品上裁切制备。

注:不同尺寸试样所测结果不可进行比较。

7.1.2 圆柱状试样

试样为直径 $13.0\text{ mm}\pm 0.5\text{ mm}$,高度 $6.3\text{ mm}\pm 0.3\text{ mm}$ 的圆柱体。

7.1.3 环状试样

适宜的环状试样是用旋转式裁刀从平整的试样片上裁取,截面为方形。适用于制备小环状试样的设备,见 ISO 37:2011 的附录 A。

试样尺寸应为:

——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: $2.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ 。

试样片可通过模压或从成品上通过切割和打磨制备。

此外,内径为 14.0 mm ,截面直径为 2.65 mm 的 O 形圈也可用做标准试样。

只要适合,其他尺寸的 O 形圈,及其他形状的密封件或垫圈可用做非标准试样。

7.2 试样尺寸的测量

试样尺寸应按 ISO 23529 的规定进行测量。

7.3 试样的数量

试样的数量以 3 个为宜,对于常规试验和筛选试验也可使用 2 个试样。

7.4 硫化与试验间的时间间隔

试样硫化与试验之间的时间间隔应符合 ISO 23529 的规定。

7.5 试样的调节

7.5.1 试验前,试样应先进行热调节,然后进行机械调节,见 7.5.2 和 7.5.3。当使用方法 A 在高温条件下开始试验时,热调节步骤可以省略,可以将试样压缩前的预热过程作为热调节。

7.5.2 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:某些样品,特别是热塑性弹性体,可能存在模压应力,通过热调节可减小此应力以提高试验结果的再现性。

7.5.3 机械调节应在 ISO 23529 规定的标准实验室温度下进行,具体步骤如下:

将试样压缩至规定的压缩量,然后立即恢复到零应力状态,循环此过程 5 次。

机械调节后,试样应在标准实验室温度下停放不少于 16 h,但最多不超过 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,但有时不适用于成品,可能会产生与预测不同的结果。这种情况下,只要进行了热调节,机械调节可以省略,但是应在试验报告中注明。

8 试验时间、温度和试验液体

8.1 试验时间

如果没有其他的规定,试验时间为 1680_{-2}^{+0} h(一周)或者两周及多周。

试验时间从初始压缩之后开始计算。如果试验时间超过一周,应绘出时间对数曲线。

8.2 试验温度

试验温度应从 ISO 23529 所列温度中选择。应避免使用能引起液体迅速降解或蒸发的试验温度。试验期间温度应尽可能保持恒定,符合以下公差要求(根据 ISO 23529):标准实验室温度(23 ± 2)°C 或 (27 ± 2)°C,公差为 ± 2 °C;标准实验室温度至 100 °C 时,公差为 ± 1 °C;高于 100 °C 时,公差为 ± 2 °C;当试验温度低于 0 °C 时,公差为 ± 2 °C。

对于本部分规定在循环温度下的试验,应选择一个高温和一个零度以下的低温。

8.3 试验液体

试验液体应根据具体应用情况进行选择,但推荐选用 ISO 1817 所列的液体。

9 试验步骤

9.1 准备

仔细清洗压缩装置的工作面,当试验在气体介质中进行,应涂抹较薄一层对橡胶没有影响的润滑剂。

注:硅油或氟硅酮油(运动黏度约为 $0.01 \text{ m}^2/\text{s}$)和二硫化钼是经常应用的润滑剂。

9.2 厚度测量

9.2.1 圆柱状试样

在 ISO 23529 规定的标准实验室温度下,热调节之后和机械调节之前,在每个试样的中心部位测量其厚度,精确到 0.01 mm。

9.2.2 环状试样

在 ISO 23529 规定的标准实验室温度下,在热调节之后和机械调节之前,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要的压缩量。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。

9.3 方法 A

9.3.1 在方法 A 中,试样在高温下进行老化,每周一次将温度降至规定低温,在低温下测量剩余的压缩作用力。材料或产品的规范可规定试验温度以及每个温度下要求的最小剩余压缩作用力(或 F_{ix}/F_0 的最小值)(见第 10 章)。

图 1 是使用方法 A 的一个温度循环示例。

9.3.2 使压缩装置和试验箱的温度保持在试验选择的高温条件下。

9.3.3 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涂抹。当在气体中试验时,应涂抹较薄一层对橡胶不产生影响的润滑剂(见 9.1)。

9.3.4 润滑之后立即按照 ISO 23529 规定在试验温度下调节试样,调节至少 30 min。试验温度超过 150 °C 时,根据 ISO 23529 的规定需要延长调节时间。

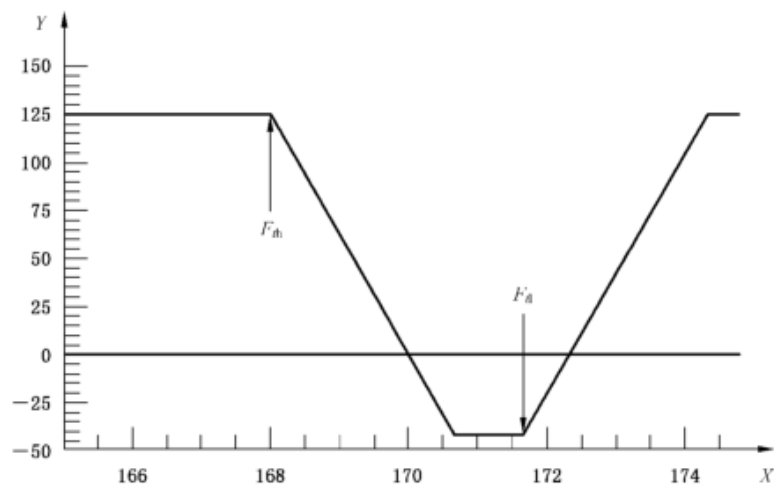
9.3.5 将预热好的试样放在已经预热的压缩装置(5.1)里,或者把试样放在压缩装置里一起预热。在这两种情况下,在压缩前检查试验装置和试样是否达到试验温度是很重要的。必要时可适当增加预热时间。

9.3.6 在试验温度下,通过压缩装置将试样进行压缩,压缩率为 $25\% \pm 2\%$ 。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%。压缩试样的过程应在 30 s~120 s 内完成,并在整个试验周期内保持这个压缩量。

9.3.7 在高温下,试样压缩 30 min $\pm$ 1 min 后,测量初始压缩作用力 F_0 ,并精确到测量值的 1%。

9.3.8 168 h 后,以 1 °C/min $\pm$ 0.5 °C/min 的速率降低温度到规定的低温。保持低温稳定 1 h。然后以 1 °C/min $\pm$ 0.5 °C/min 的速率升高温度到规定的高温。每一周期结束后重复上一周期,直至试验结束。试样老化时间不包含降温时间和低温阶段时间,但升温时间包含在内。

9.3.9 连续测量压缩作用力 F_{ix} ,测量间隔如下:开始的第二天每隔 1 min 进行测量,后续的第一周每隔 10 min 进行测量,剩余的试验期间每隔 60 min 进行测量。



说明:

X —— 时间, h;

Y —— 温度, °C。

图 1 使用方法 A 的一个温度循环示例

9.4 方法 B

9.4.1 在方法 B 中,使用温度循环产生热应力,从标准实验室温度开始,然后在高温和低温之间循环。材

料或产品规范可以规定循环次数、温度和每个温度下要求的最小剩余压缩作用力(或 F_{tx}/F_0 的最小值)。

图 2 是使用方法 B 的一个温度循环示例。

9.4.2 将压缩装置和试验箱置于标准实验室温度环境中。

9.4.3 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涂抹。当在气体中试验时,应涂抹较薄一层对橡胶不产生影响的润滑剂(见 9.1)。

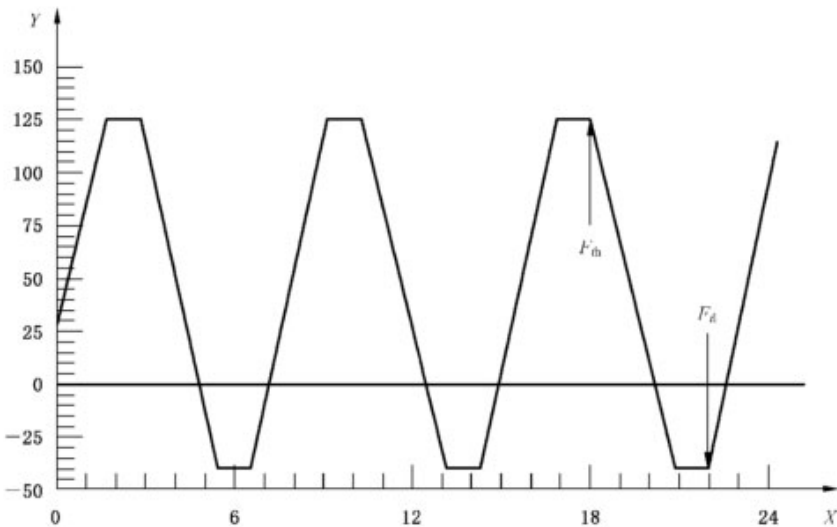
9.4.4 在标准实验室温度下,将已经调节好的试样放置于压缩装置中(5.1),在施加压缩力前,应确保试验装置和试样已达到试验所需温度。

9.4.5 通过压缩装置将试样进行压缩,压缩率为 $25\% \pm 2\%$ 。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%。压缩试样的过程应在 30 s~120 s 内完成,并在整个试验周期内保持这个压缩量。

9.4.6 在标准实验室温度下,试样压缩 30 min $\pm$ 1 min 后,测量初始压缩作用力 F_0 ,并精确到测量值的 1%。

9.4.7 以 $1.0\text{ }^\circ\text{C}/\text{min} \pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至高温。试样在此高温下保持 1 h。然后以 $1.0\text{ }^\circ\text{C}/\text{min} \pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率降低温度至低温,并保持试样在该低温下 1 h。每日重复此循环 2~4 次,总计为 3~5 个循环。每天具体的循环次数取决于试验选用的高温、低温以及降温、升温的速率。

9.4.8 连续测量压缩作用力 F_{tx} ,最大的测量时间间隔为 5 min。



说明:

X —— 时间, h;

Y —— 温度, $^\circ\text{C}$ 。

图 2 使用方法 B 的一个温度循环示例

10 结果表述

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

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

式中:

F_0 —— 30 min 之后测量的初始压缩作用力;

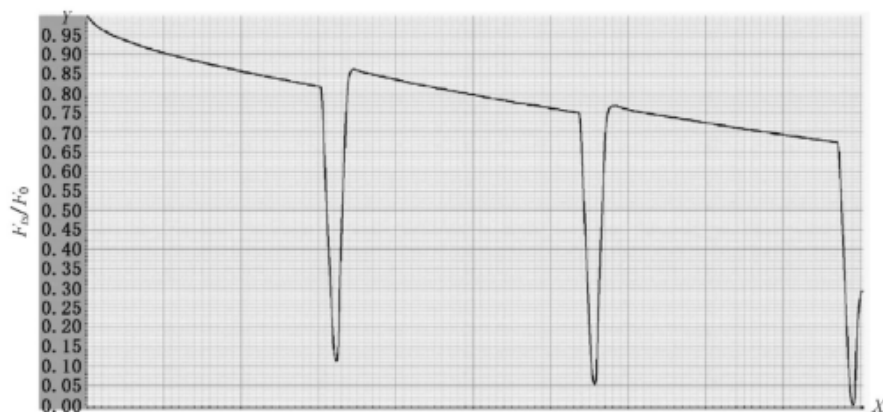
F_{tx} —— 当达到规定的试验时间 t 之后测量的压缩作用力;

x —— 高温时用 h 代替,低温时用 l 代替。

应取试样测试结果的中值,单个试样测量值与中值的偏差应在 10% 之内。否则,重新进行试验。

高温下的压缩作用力 F_{th} 是在高温下规定时间(如 168 h)后的测量值;低温下的压缩作用力 F_{tl} 是在随后温度循环的低温部分,保持 1 h 低温后的测量值。

为便于分析测试数据,应绘制经过不同时间测定的应力松弛值与时间的对数函数坐标图。对于有些应用,计算不同试验时间之后的压缩应力比值,即 F_{tx}/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,如图 3。



说明:

X —— 时间, h;

Y —— F_{tx}/F_0 。

图 3 方法 A 试验过程中记录的以 F_{tx}/F_0 表示的力值曲线

11 精密度

实验室间测试程序尚未进行。

12 试验报告

试验报告应包含以下内容:

a) 样品说明:

- 1) 样品及其来源的详细说明;
- 2) 混炼和硫化的详细说明(如需要);
- 3) 制备试样的方法,例如模压或裁切。

b) 使用的具体的试验方法。

c) 试验说明:

- 1) 使用的试样类型;
- 2) 使用的试样数量;
- 3) 有关仪器的特殊说明,例如测量压缩作用力所使用的方法;
- 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) 试验时间和使用的高、低温;
- 7) 温度循环的次数;

- 8) 使用的压缩率,25%或其他(详细说明);
 - 9) 试验箱的类型;
 - 10) 使用的润滑剂;
 - 11) 与规定的试验步骤的任意差异。
- d) 高温 $R(t_h)$ 和低温 $R(t_l)$ 的单个试验结果及其中值。
- e) 试验日期。

附录 A
(规范性附录)
校准时间表

A.1 核查

在进行任何校准之前,应通过核查确认需校准项目的状况,并记录在校准报告或证书上。报告中应记录校准是在试验设备“验收”状态下进行的,还是在纠正异常或故障维修后进行的。

应确认试验设备能够达到正常的预期目的,包括规定的所有参数和不需要正式校准的参数。如果这些参数有可能发生变化,则应在校准程序中写明需要进行期间核查。

A.2 时间表

试验设备的验证、校准是本标准的强制性部分。除非另有规定,校准的频率和程序由各实验室根据 GB/T 25269—2010 的规定自行决定。

表 A.1 列出了本试验方法中涉及的所有参数,包括规定的要求。(这些)参数和要求涉及主要的试验设备、设备的部件或试验所需的附件。

对于每项参数,校准程序由 GB/T 25269—2010、其他出版物或专门针对该试验方法的详细程序给出(如有比 GB/T 25269—2010 更详细的校准程序,则应优先采用)。

每项参数的校准频率都由一个字母代码表示,校准时间表中使用的字母代码如下:

C 需要确认,但不需测量;

N 仅需初始校准;

S GB/T 25269—2010 中指定的标准的时间间隔。

表 A.1 校准时间表

参数	要求	GB/T 25269—2010 中的章条编号	校准频率	备注
作用力的测量装置	1 级精度	21.2	S	
试样的形变(例如 上板的位置)	试验期间保持在 ± 0.01 mm 之间	15.2	N	
压缩板	平行度,例如:当没有安装试样时,两压缩板之间的间隙应保持在 ± 0.01 mm 之间。 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。 平面度: 压缩板表面经高度抛光处理。 压缩板材质为耐腐蚀材料。 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 的通孔	C	N	

表 A.1 (续)

参数	要求	GB/T 25269—2010 中的章条编号	校准频率	备注
试验箱	对于试验温度高于标准实验室温度的试验， 应使用符合 GB/T 3512—2014 方法 A 要求的 试验箱	C	S	
温度传感器	应能够准确测量试验时试样的温度	C	N	

除表 A.1 中所列的条目外，以下所使用工具也需按时进行校准：

- 计时器；
- 试样尺寸的测量工具。

参 考 文 献

- [1] ISO 4287 Geometrical Product Specifications (GPS)—Surface texture: Profile method—Terms, definitions and surface texture parameters
- [2] ISO 11346 Rubber, vulcanized or thermoplastic—Estimation of life-time and maximum temperature of use
-

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

硫化橡胶或热塑性橡胶

压缩应力松弛的测定

第2部分:循环温度下试验

GB/T 1685.2—2019/ISO 3384-2:2012

*

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.org.cn

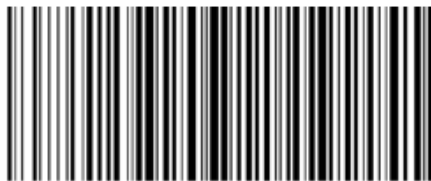
服务热线:400-168-0010

2019年11月第一版

*

书号:155066·1-63976

版权专有 侵权必究



GB/T 1685.2-2019