



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 29035—2022

代替 GB/T 29035—2012

## 柔性石墨填料环试验方法

Test method for flexible graphite ring

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 密度的测定 .....	1
4.1 仪器设备 .....	1
4.2 样品 .....	1
4.3 试验条件 .....	1
4.4 试验步骤 .....	1
4.5 试验数据处理 .....	1
5 摩擦系数的测定 .....	2
5.1 仪器设备 .....	2
5.2 样品 .....	3
5.3 试验步骤 .....	3
5.4 试验数据处理 .....	4
6 压缩率和回弹率的测定 .....	4
6.1 仪器设备 .....	4
6.2 样品 .....	5
6.3 试验步骤 .....	5
6.4 试验数据处理 .....	5
7 热失重的测定 .....	5
7.1 试验原理 .....	5
7.2 仪器设备 .....	5
7.3 样品调节 .....	6
7.4 试验步骤 .....	6
7.5 试验数据处理 .....	6
8 硫含量的测定 .....	6
8.1 试验原理 .....	6
8.2 试剂和材料 .....	7
8.3 仪器设备 .....	7
8.4 样品要求及其制备 .....	8
8.5 试验步骤 .....	8
8.6 试验数据处理 .....	9
8.7 精密度 .....	9
9 试验报告 .....	9

图 1	摩擦磨损试验机 .....	2
图 2	对磨环 .....	3
图 3	样品夹具 .....	3
图 4	压缩回弹测试装置 .....	4
图 5	定硫吸收瓶 .....	7
图 6	硫含量测定试验装置 .....	8

## 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 29035—2012《柔性石墨填料环试验方法》，与 GB/T 29035—2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了摩擦系数试验设备的要求(见 5.1.1,2012 年版的 3.1.1~3.1.3)；
- b) 增加了摩擦系数试验装置示意图(见图 1)；
- c) 增加了摩擦系数试验样品尺寸的要求(见 5.2)；
- d) 更改了压缩回弹装置示意图(见图 4,2012 年版的图 3)；
- e) 删除了对压缩回弹试验装置的尺寸限定(见 2012 年版的 4.1.2.1、4.1.2.2)；
- f) 删除了 250 °C 热失重试验步骤,修改了 450 °C 热失重试验步骤,增加了 670 °C 热失重试验步骤(见 7.4.1~7.4.3,2012 年版的 5.4.1、5.4.2)；
- g) 更改了热失重试验结果的允许误差范围(见 7.5.2、7.5.3,2012 年版的 5.5.2、5.5.3)；
- h) 增加了硫含量的测定方法(见第 8 章)。

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。

本文件由中国机械工业联合会提出。

本文件由全国填料与静密封标准化技术委员会(SAC/TC 350)归口。

本文件起草单位：合肥通用机械研究院有限公司、合肥通用机电产品检测院有限公司、宁波新艺密封件有限公司、浙江国泰萧星密封材料股份有限公司、台州市安源企业管理咨询有限公司。

本文件主要起草人：程云朗、何松、王静、鹿璐、宋国胄、吴益民、章佳红、杨奎。

本文件于 2012 年首次发布，本次为第一次修订。

# 柔性石墨填料环试验方法

## 1 范围

本文件规定了测定柔性石墨填料环密度、摩擦系数、压缩率、回弹率、热失重和硫含量的仪器设备、样品要求、试验步骤及试验结果的计算。

本文件适用于柔性石墨填料环的物理、机械性能和硫含量的测试。

## 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 1800.1—2020 产品几何技术规范(GPS) 线性尺寸公差 ISO 代号体系 第1部分：公差、偏差和配合的基础

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 密度的测定

### 4.1 仪器设备

4.1.1 天平：感量 0.001 g。

4.1.2 游标卡尺：精度为 0.02 mm。

### 4.2 样品

每组样品不少于 5 个，样品截面为矩形。

### 4.3 试验条件

环境温度为 $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

### 4.4 试验步骤

4.4.1 用游标卡尺测量样品的内径、外径（等弧测量 3 点，取算术平均值），精确至 0.1 mm。

4.4.2 用游标卡尺测量样品的高度（等距测量 3 点，取算术平均值），精确至 0.1 mm。

4.4.3 称取样品的质量，精确至 0.01 g。

### 4.5 试验数据处理

4.5.1 单个样品的密度按式(1)计算：

$$\rho = \frac{4m}{\pi(D^2 - d^2)h} \times 1\,000 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- $\rho$  ——样品的密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>)；
- $m$  ——样品的质量,单位为克(g)；
- $D$  ——样品的外径,单位为毫米(mm)；
- $d$  ——样品的内径,单位为毫米(mm)；
- $h$  ——样品的高度,单位为毫米(mm)。

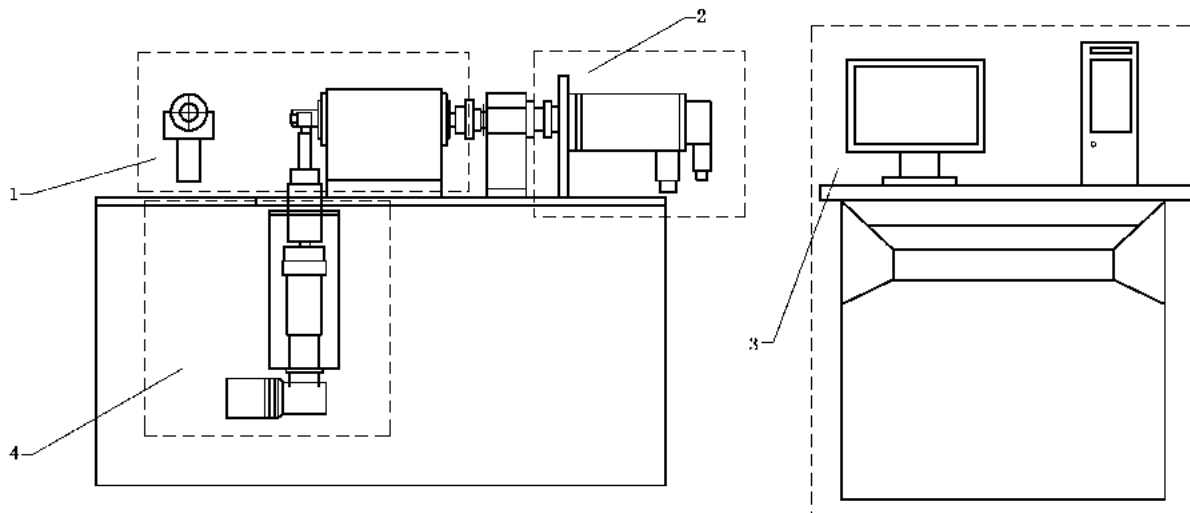
4.5.2 试验结果以一组样品测试值的算术平均值表示,取 2 位有效数字。

## 5 摩擦系数的测定

### 5.1 仪器设备

#### 5.1.1 磨损试验机(如图 1 所示)

- 5.1.1.1 传动系统:能带动对磨环以给定的速度(精确到±3%以内)旋转,对磨环安装部位轴的径向跳动小于 0.01 mm。
- 5.1.1.2 加载系统:能对样品和对磨环施加法向力,精确到±3%以内。
- 5.1.1.3 测试系统:能测试和记录摩擦力矩,精确到±3%以内。



- 标引序号说明：
- 1——测试系统；
  - 2——加载系统；
  - 3——数据采集系统；
  - 4——传动系统。

图 1 摩擦磨损试验机

#### 5.1.2 对磨环

对磨环尺寸如图 2 所示,材质要求硬度为 40 HRC~45 HRC 的牌号为 45 的碳素结构钢或马氏体不锈钢。对磨环可以重复使用,对磨环不光滑时应磨削,但外径削减量不应大于 0.5 mm。

单位为毫米，表面粗糙度单位为微米

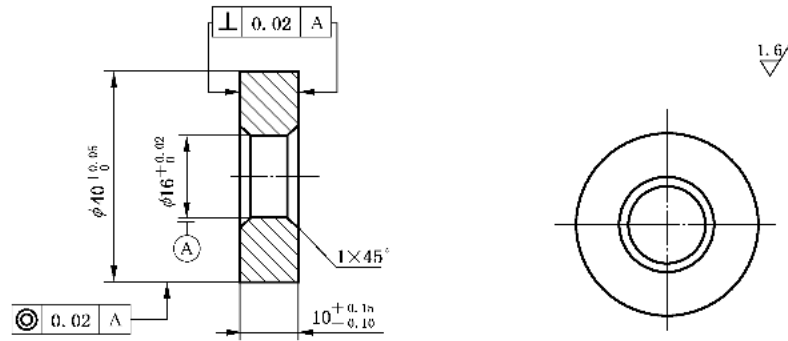


图2 对磨环

### 5.1.3 样品夹具

样品夹具应保证样品安装后无轴向窜动和径向跳动，结构和尺寸如图3所示。

单位为毫米，表面粗糙度单位为微米

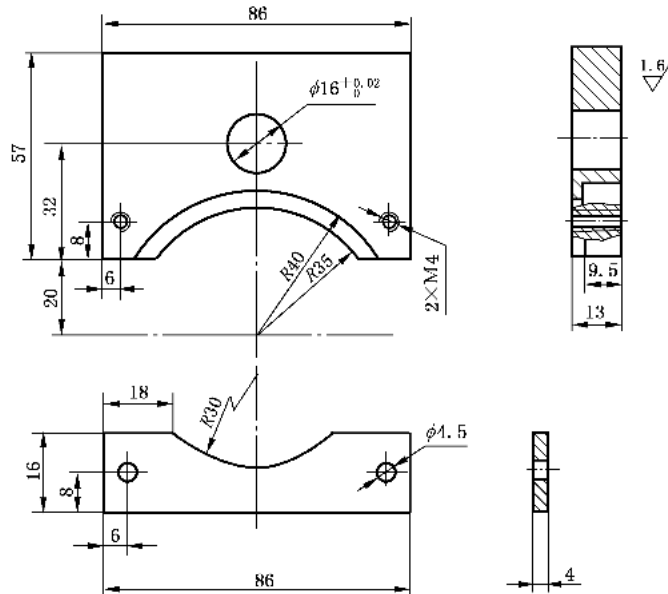


图3 样品夹具

## 5.2 样品

样品规格为  $\phi 60 \text{ mm} \times \phi 40 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$  或  $\phi 50 \text{ mm} \times \phi 30 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ ，样品表面应平整，无油污及明显杂质等缺陷。每组样品不少于3个。

## 5.3 试验步骤

5.3.1 将样品按照仪器操作说明牢固地固定于试验夹具上，安装于试验机上轴，并使样品摩擦面与对磨环的交线处于样品正中。

5.3.2 用95%（体积分数）的乙醇溶液轻轻擦拭对磨环与样品摩擦面，确保无油污。

5.3.3 开机校好零点。试验中，样品保持静止，对磨环以200 r/min 转速运行1 h。负荷200 N。平稳地施加负荷至规定值，记录时间及摩擦力矩，然后每隔15 min 记录一次摩擦力矩。1 h后停机，以各次记录值的算术平均值为摩擦力矩值。

5.4 试验数据处理

5.4.1 单个样品摩擦系数按式(2)计算：

$$\mu = \frac{M}{rF} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- $\mu$  ——摩擦系数；
- $M$  ——摩擦力矩,单位为牛米(N·m)；
- $r$  ——对磨环半径,单位为米(m)；
- $F$  ——试验负荷,单位为牛(N)。

5.4.2 试验结果以一组样品测试值的算术平均值表示,取2位有效数字。

6 压缩率和回弹率的测定

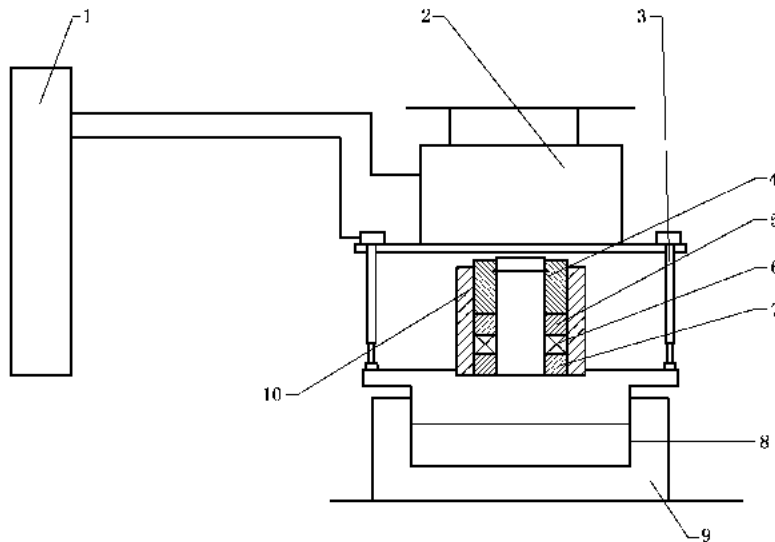
6.1 仪器设备

6.1.1 试验设备

- 6.1.1.1 能够匀速施加载荷,负荷测量精度为±1%的材料试验机；
- 6.1.1.2 百分表:精度为0.01 mm；
- 6.1.1.3 游标卡尺:精度为0.02 mm。

6.1.2 测试装置

6.1.2.1 测试装置如图4所示,装置底座表面淬火硬度40 HRC~50 HRC,表面粗糙度Ra3.2 μm。



- 标引序号说明：
- |            |             |
|------------|-------------|
| 1——数据采集系统； | 6 —— 填料环样品； |
| 2——载荷传感器；  | 7 —— 下垫圈；   |
| 3——位移传感器；  | 8 —— 压力源；   |
| 4——压套；     | 9 —— 油缸；    |
| 5——上垫圈；    | 10——模具。     |

图4 压缩回弹测试装置



6.1.2.2 端面淬火硬度 40 HRC~50 HRC,表面粗糙度  $Ra3.2 \mu\text{m}$ ,压头上端面和压头下端面与压杆轴线垂直度不低于 0.025 mm,与底座上端面平行度不低于 0.025 mm。

6.1.2.3 模具与样品之间的基本偏差为 H8/f8,应符合 GB/T 1800.1 中 H8/f8 的规定,模具壁厚不低于 10 mm。

6.1.2.4 模具的上、下垫圈两端面平行度不低于 0.025 mm,压套上、下两端面平行度不低于 0.025 mm。

## 6.2 样品

每组样品不少于 3 个。

## 6.3 试验步骤

6.3.1 将测试装置平稳放在材料试验机中。

6.3.2 用游标卡尺测量样品的高度(等距测量 3 点,取算术平均值)作为初始高度,精确至 0.1 mm。

6.3.3 把装有样品的模具放入压头和底座之间,使负荷通过压头轴线匀速施加初载至 0.35 MPa,保持 15 s 后记录变形量,然后在 10 s 内匀速加载至 35 MPa,保持 60 s 后记录终载下变形量,随即卸载至初载,保持 60 s 后记录变形量。

## 6.4 试验数据处理

6.4.1 压缩率和回弹率分别按式(3)和式(4)计算:

$$C = \frac{t_2 - t_1}{t_0 - t_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$R = \frac{t_2 - t_3}{t_2 - t_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$C$  —— 压缩率, %;

$t_2$  —— 终载下变形量,单位为毫米(mm);

$t_1$  —— 初载下变形量,单位为毫米(mm);

$t_0$  —— 样品初始高度,单位为毫米(mm);

$R$  —— 回弹率, %;

$t_3$  —— 卸至初载后的变形量,单位为毫米(mm)。

6.4.2 试验结果取一组样品测试值的算术平均值,取 2 位有效数字。

## 7 热失重的测定

### 7.1 试验原理

将干燥后的样品在规定温度下灼烧至规定时间,以失去的质量与样品原质量的比率作为样品的热失重。

### 7.2 仪器设备

7.2.1 电热恒温干燥箱。

7.2.2 马弗炉。

7.2.3 天平:感量 0.001 g。

7.2.4 干燥器。

### 7.3 样品调节

7.3.1 将样品在 $(100\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥 1 h,放入干燥器内冷却至室温。

7.3.2 每组样品不少于 3 个,除另行要求或特殊尺寸的填料外,样品规格宜为 $\phi 60\text{ mm}\times\phi 40\text{ mm}\times 10\text{ mm}$ 或 $\phi 50\text{ mm}\times\phi 30\text{ mm}\times 10\text{ mm}$ 。

### 7.4 试验步骤

#### 7.4.1 450 °C 热失重试验步骤

准确称量样品的质量(精确到 0.001 g)后,放置于预先在 800 °C 灼烧至恒重的坩埚中,将坩埚置入 $(450\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中,关闭炉门灼烧 1 h 后取出,冷却 1 min~2 min,移入干燥器中冷却至室温称量。

#### 7.4.2 600 °C 热失重试验步骤

准确称量样品的质量(精确到 0.001 g)后,放置于预先在 800 °C 灼烧至恒重的坩埚中,将坩埚置入 $(600\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中,关闭炉门灼烧 1 h 后取出,冷却 1 min~2 min,移入干燥器中冷却至室温称量。

#### 7.4.3 670 °C 热失重试验步骤

准确称量样品的质量(精确到 0.001 g)后,放置于预先在 800 °C 灼烧至恒重的坩埚中,将坩埚置入 $(670\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中,关闭炉门灼烧 4 h 后取出,冷却 1 min~2 min,移入干燥器中冷却至室温称量。

### 7.5 试验数据处理

7.5.1 热失重按式(5)计算:

$$w_1 = \left[ \left( \frac{m_0 - m_1}{m_0} \right) / h \right] \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$w_1$ ——热失重,%;

$m_0$ ——灼烧前样品质量,单位为克(g);

$m_1$ ——灼烧后样品质量,单位为克(g);

$h$ ——灼烧时长,单位为小时(h)。

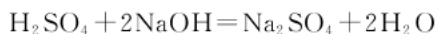
7.5.2 试验结果取一组样品测试值的算术平均值,在一组样品的测试数据中,如有一个数据高于或低于其他两个相近数据平均值的 10%时,则该数据作废,以相近两个数据的平均值作为试验结果,保留 3 位有效数字。

7.5.3 如果 3 个样品的测试值的相对误差均大于 10%,则该次试验无效。

## 8 硫含量的测定

### 8.1 试验原理

样品在 1 200 °C~1 250 °C 氧化气氛中燃烧,使各种形态的硫被氧化成硫的氧化物,捕集于过氧化氢吸收液中,生成硫酸,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。根据滴定溶液的消耗量,计算样品中的全硫含量。其主要反应式为:



## 8.2 试剂和材料

8.2.1 除非另有说明,在试验中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水。

8.2.2 硫标样:采用含硫 1%(质量分数)以下的焦炭标样(尽量与待测样品硫含量接近)。

8.2.3 硫酸溶液(1:2 000):将 0.05 体积硫酸加入 100 体积水中混匀。

8.2.4 过氧化氢吸收液:

于 100 mL 水中加入过氧化氢(质量分数为 30%)1 mL,加甲基红-亚甲基蓝混合指示剂(8.2.6) 5 滴~10 滴,用硫酸溶液(8.2.3)调至溶液呈红紫色。

8.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液,其中  $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ :

称取 0.40 g 氢氧化钠溶解于 1 000 mL 水中,加入 1 mL 新配置氢氧化钡饱和溶液,搅拌、静置,滤去沉淀后装入密闭聚乙烯瓶中。

8.2.6 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂(2:1):

将 2 体积 0.1%甲基红乙醇溶液和 1 体积 0.1%亚甲基蓝乙醇溶液混合,置于棕色瓶中。

8.2.7 硫酸( $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ )。

8.2.8 氢氧化钾溶液(质量分数为 40%)。

8.2.9 氧气:纯度大于 99.5%。

## 8.3 仪器设备

8.3.1 管式电阻炉。

8.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

8.3.3 干燥器。

8.3.4 坩埚。

8.3.5 不锈钢剪刀。

8.3.6 石英管(或瓷管)。

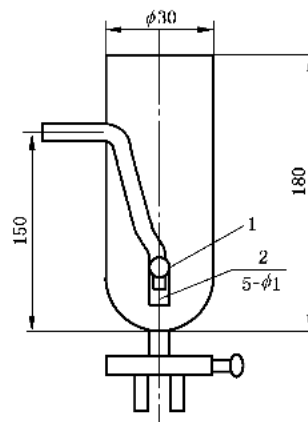
8.3.7 石英舟(或瓷舟)。

8.3.8 碱式滴定管。

8.3.9 定硫吸收瓶(见图 5)。

8.3.10 电热恒温干燥箱。

单位为毫米



标引序号说明:

1——浮子(经磨砂不漏水);

2——喷孔(向下)。

图 5 定硫吸收瓶

## 8.4 样品要求及其制备

8.4.1 本方法仅适用于不含金属增强材料的柔性石墨填料环,如含有金属增强材料,应将金属材料去除后进行测定。

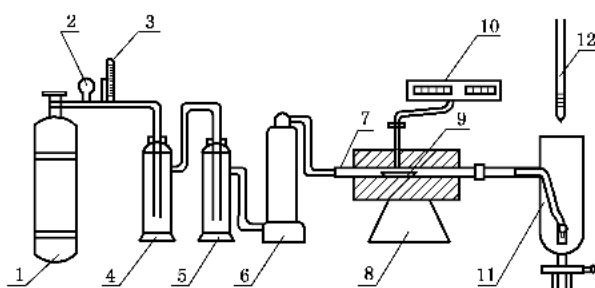
8.4.2 待测样品表面应清洁,无油污。

8.4.3 用不锈钢剪刀将填料环样品沿  $z$  轴方向剪开后逐层剥离,压平后再剪成不大于  $3\text{ mm} \times 3\text{ mm}$  的碎片,用四分法均分成 2 份,一份作为样品,一份作为保留样。

8.4.4 将样品送入  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$  电热恒温干燥箱中干燥 1 h 后,取出,放入干燥器中冷却备用。

## 8.5 试验步骤

8.5.1 按图 6 安装试验装置。



标引序号说明:

- 1 —— 氧气瓶;
- 2 —— 氧气压力表;
- 3 —— 流量计;
- 4 —— 40% (质量分数) 氢氧化钾洗气瓶;
- 5 —— 硫酸洗气瓶;
- 6 —— 干燥塔 (内装变色硅胶);
- 7 —— 石英管 (或瓷管);
- 8 —— 管式电阻炉;
- 9 —— 石英舟 (或瓷舟);
- 10 —— 温度控制装置;
- 11 —— 定硫吸收瓶;
- 12 —— 碱式滴定管。

图 6 硫含量测定试验装置

8.5.2 接通电源,调节温度控制器,使炉温升至  $1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 1\ 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,打开氧气瓶阀,检查装置气密性。

8.5.3 向定硫吸收瓶中加入  $80\text{ mL} \sim 100\text{ mL}$  过氧化氢吸收液(8.2.4),以  $700\text{ mL}/\text{min} \sim 900\text{ mL}/\text{min}$  的流量通氧气(8.2.9)5 min。

8.5.4 向定硫吸收瓶中滴加氢氧化钠标准滴定溶液(8.2.5),使吸收液呈亮绿色。

8.5.5 称取  $0.5\text{ g} \sim 1.0\text{ g}$  样品(视硫含量高低而定),精确至  $0.2\text{ mg}$ ,放入预先在  $1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 1\ 250\text{ }^{\circ}\text{C}$  灼烧过的石英舟(或瓷舟)中,用镍铬丝钩将石英舟(或瓷舟)推入瓷管中心高温部位,迅速塞紧橡胶塞(特别注意密封)。以  $700\text{ mL}/\text{min} \sim 900\text{ mL}/\text{min}$  的流量通氧燃烧  $12\text{ min} \sim 15\text{ min}$  后,用氢氧化钠标准滴定溶液(8.2.5)滴定吸收液由红紫色变为亮绿色为止。停止通氧,记录氢氧化钠标准滴定溶液消耗量。

8.5.6 称取  $0.2\text{ g} \sim 1.0\text{ g}$  硫标样(8.2.2)(视标样的含硫量确定),精确至  $0.2\text{ mg}$ ,按 8.5.3~8.5.5 的步骤操作。

8.5.7 用一个预先在  $1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 1\ 250\text{ }^{\circ}\text{C}$  灼烧过的空石英舟(或瓷舟),按 8.5.3~8.5.5 的步骤进行空白

试验。

## 8.6 试验数据处理

8.6.1 氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度按式(6)计算：

$$T = \frac{m_3 \omega_S}{(V_1 - V_0) \times 100} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$T$  ——氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度，单位为克每毫升(g/mL)；

$m_3$  ——硫标样的质量，单位为克(g)；

$\omega_S$  ——硫标样的硫含量，%；

$V_1$  ——滴定硫标样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

$V_0$  ——滴定空白样品所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)。

取两个平行测定值的算术平均值为本试验中氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度。

8.6.2 硫含量按式(7)计算：

$$\omega_S = \frac{(V_2 - V_0) T}{m_4} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$\omega_S$  ——样品中全硫含量，单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ )；

$V_2$  ——滴定样品所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

$V_0$  ——滴定空白样品所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

$T$  ——氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度，单位为克每毫升(g/mL)；

$m_4$  ——样品质量，单位为克(g)。

计算结果表示至整数位。

8.6.3 试验结果取两个平行测定值的算术平均值。

## 8.7 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测定方法，并在短时间内对同一被测样品相互独立进行测定获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于表 1 规定，否则应重新测定。

表 1

单位为微克每克

硫含量	精密度
$\leq 200$	50
$> 200 \sim 1\ 000$	90
$> 1\ 000 \sim 5\ 000$	200
$> 5\ 000$	500

## 9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 注明按照本文件测试；
- b) 样品的型号规格、牌号、生产厂；
- c) 样品个数、编号；

GB/T 29035—2022

- d) 试验条件；
  - e) 试验机型号；
  - f) 试验结果；
  - g) 试验日期、人员。
-