

附录 A
(资料性附录)
仪器和试剂

A.1 仪器

购买 8.2.8、8.2.9 及 8.2.10 所述的试验仪器的地址:

MM Custon Scientific Instruments Inc.

541 Deven Street

Arlington, N. J.

U. S. A.

索取试验仪器的地址:

American Society for Testing and Materials (ASTM) 1916 Race Street.

Philadelphia 19103, Pa

U. S. A

A.2 试剂

购买 25 °C 时密度为 1.06 的 100% IGEPAL CO-630 的试剂的地址:

GAF Corp. , Dyestuff and Chemical Div.

140 West 51 Street

New York, N. Y. 10020

U. S. A.

试剂的含水量必须小于 1%, 因为它是吸湿的, 应贮存在密闭的金属或玻璃容器内。

GB/T 2951.41—2008/IEC 60811-4-1:2004



中华人民共和国国家标准

GB/T 2951.41—2008/IEC 60811-4-1:2004
代替 GB/T 2951.8—1997

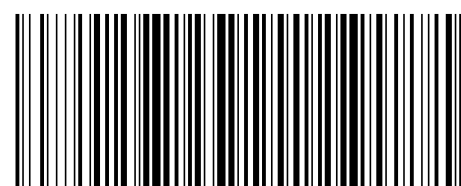
电缆和光缆绝缘和护套材料通用试验方法 第 41 部分: 聚乙烯和聚丙烯混合料专用试验方法 ——耐环境应力开裂试验——熔体指数 测量方法——直接燃烧法测量聚乙烯中碳黑 和(或)矿物质填料含量——热重分析法(TGA) 测量碳黑含量——显微镜法评估聚乙烯中 碳黑分散度

Common test methods for insulating and sheathing materials of electric and optical cables—
Part 41: Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds—
Resistance to environmental stress cracking—Measurement of the melt flow index—
Carbon black and/or mineral filler content measurement in polyethylene by direct
combustion—Measurement of carbon black content by thermo gravimetric analysis (TGA)—
Assessment of carbon black dispersion in polyethylene using a microscope

(IEC 60811-4-1:2004, IDT)

2008-06-26 发布

2009-04-01 实施



GB/T 2951.41-2008

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-33427

定价: 16.00 元

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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

电缆和光缆绝缘和护套材料通用试验方法
第 41 部分：聚乙烯和聚丙烯混合料专用试验方法
——耐环境应力开裂试验——熔体指数
测量方法——直接燃烧法测量聚乙烯中碳黑
和(或)矿物质填料含量——热重分析法(TGA)
测量碳黑含量——显微镜法评估聚乙烯中
碳黑分散度

GB/T 2951.41—2008/IEC 60811-4-1:2004

*

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 1 字数 28 千字

2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-33427 定价 16.00 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)68533533

12.4 试验步骤

12.4.1 设备参数

- a) 起始温度 100 °C;
- b) 加热速率 20 K/min;
- c) 终止温度 950 °C;
- d) 称重试样 5 mg~10 mg;
- e) 低于 850 °C 的吹洗气体:氮气;
- f) 850 °C~950 °C 的吹洗气体:“混合空气”。

12.4.2 操作

按仪器制造商的说明书和 12.4.1 所述参数操作设备。将尽可能薄的片状试样放在坩埚底部。开始加热前用氮气吹洗至少 5 min, 确保获得无氧气氛。

12.4.3 试验结果评定

混合物的碳黑含量由每一单独试样在 850 °C~950 °C 干燥“混合空气”中燃烧时的质(重)量改变确定。950 °C 同时产生的燃烧残渣是灰分。

13 聚乙烯中碳黑分散度的评估试验

13.1 概述

评估试验应按 ISO 18553 进行。本方法适用于聚乙烯混合物或挤包层(例如护套)。

注: 本方法仅适用于碳黑含量小于 3% 的聚乙烯。

ISO 18553 给出两种准备样品的步骤。任一种都可以使用, 但推荐使用下述步骤:

——压缩步骤主要用于聚乙烯混合物, 但挤包层也可使用;

——显微镜用薄片切片机步骤用于聚乙烯挤包层。

13.2 试验步骤

按照 ISO 18553, 准备规定数量的样品。

采用 ISO 18553 所述显微检测技术, 检查试件以确定:

- a) 分散度;
- b) 外观等级。

13.3 试验结果表示方法

用 ISO 18553 所述方式表示检查结果。

13.4 标准要求

除非相关电缆标准有规定, 应采用 ISO 18553 附录 D 推荐的极限来指示可接受的碳黑分散度。

注: ISO 18553 附录 D 提供了:

推荐采用下述极限:

等级: 平均值(见 5.1) ≤ 3。

外观等级: 不能差于附录 B 的 B 显微图(即: 相当于显微图 A. 1, A. 2, A. 3 和 B 的分散等级才可以接受)。

(1.0±0.1) g 重的聚乙烯试样放到燃烧舟中,再一起称重,精确到 0.000 1 g,减去燃烧舟的质(重)量即得到聚乙烯试样的质(重)量(质(重)量 A),精确到 0.000 1 g。

将装有试样的燃烧舟放到硬质玻璃、石英或陶瓷燃烧管的中部。管子内径约为 30 mm,管子长度为 (400±50) mm。然后将一个带温度计(测温范围为 300 ℃~650 ℃)的塞子和一根可供氮气的管子插在燃烧管的一端,使温度计的端头与燃烧舟接触。使含氧量小于 0.5% 的氮气以 (1.7±0.3) L/min 的流速通过燃烧管,并在以后的加热过程中保持这个流速。

有疑问时,氮气中的含氧量应限制在 0.01%。

将燃烧管放入炉里,管子的出口串联到两个含有三氯乙烯的冷凝器上,第一个冷凝器用固体二氧化碳冷却,第二个冷凝器的出口管应通到通风橱或户外大气中,或者也可将燃烧管的出口直径接到户外大气中。

将炉子在 10 min 内加热到 300 ℃~350 ℃,再加热 10 min 到约 450 ℃,第三个 10 min 后加热到 (600±5) ℃。然后在此温度下保持 10 min。再将出口管从冷凝器(若有)脱开,将装有燃烧舟的燃烧管从炉子中取出,冷却 5 min,氮气流速与前相同。

然后将燃烧舟通过氮气进口端从燃烧管中取出,在干燥器中冷却 20 min~30 min 并重新称重,测定残留物的质(重)量精确到 0.000 1 g(残留物质(重)量 B)。

然后,再将此燃烧舟放入燃烧管,在 (600±20) ℃ 的温度下将空气或氧气取代氮气以适当的流速通到燃烧管内,使残留碳黑燃烧。在试验装置冷却之后,再取出燃烧舟并称重,测定残留物的质(重)量精确到 0.000 1 g(残留物质(重)量 C)。

11.3 试验结果表示方法

$$\text{碳黑含量} = \frac{B-C}{A} \times 100\%$$

$$\text{矿物质填料含量} = \frac{C}{A} \times 100\%$$

$$\text{填料含量} = \frac{B}{A} \times 100\%$$

12 热重分析法测量聚烯烃混合物中的碳黑含量

注:测量聚乙烯中碳黑含量时,本方法可以作为第 11 章的替代方法。在有争议的情况下,第 11 章所述的直接燃烧法应作为基准方法。

12.1 原理

在热重分析仪中加入一份已称重的试样,从 100 ℃ 开始加热到 950 ℃,升温速率 20 K/min。

注 1:起始温度 100 ℃ 是实用的,由于冷却时间缩短,后续的试验能较早完成。

首先,用不含氧气的干燥氮气吹洗试样。温度达到 850 ℃ 时,将干燥氮气切换到“混合空气”。此时碳黑开始燃烧。

注 2:氮气吹洗期间,温度接近 800 ℃ 前的质(重)量损失由聚合物的降解和少量组分损失引起。

12.2 试剂

——含氧量小于 10 mg/kg 的干燥氮气。

——干燥“混合空气”(80%氮气和 20%氧气的混合气体)。

12.3 试验设备

——热重分析仪;

——气体转换开关;

——自动绘图仪;

——分析天平。

前 言

GB/T 2951《电缆和光缆绝缘和护套材料通用试验方法》分为 10 个部分:

——第 11 部分:通用试验方法——厚度和外形尺寸测量——机械性能试验;

——第 12 部分:通用试验方法——热老化试验方法;

——第 13 部分:通用试验方法——密度测定方法——吸水试验——收缩试验;

——第 14 部分:通用试验方法——低温试验;

——第 21 部分:弹性体混合料专用试验方法——耐臭氧试验——热延伸试验——浸矿物油试验;

——第 31 部分:聚氯乙烯混合料专用试验方法——高温压力试验——抗开裂试验;

——第 32 部分:聚氯乙烯混合料专用试验方法——失重试验——热稳定性试验;

——第 41 部分:聚乙烯和聚丙烯混合料专用试验方法——耐环境应力开裂试验——熔体指数测量方法——直接燃烧法测量聚乙烯中碳黑和/或矿物质填料含量——热重分析法(TGA)测量碳黑含量——显微镜法评估聚乙烯中碳黑分散度;

——第 42 部分:聚乙烯和聚丙烯混合料专用试验方法——高温处理后抗张强度和断裂伸长率试验——高温处理后卷绕试验——空气热老化后的卷绕试验——测定质量的增加——长期热稳定性试验——铜催化氧化降解试验方法;

——第 51 部分:填充膏专用试验方法——滴点——油分离——低温脆性——总酸值——腐蚀性——23 ℃ 时的介电常数——23 ℃ 和 100 ℃ 时的直流电阻率。

本部分为 GB/T 2951 的第 41 部分。

本部分等同采用 IEC 60811-4-1:2004《电缆和光缆绝缘和护套材料通用试验方法 第 4-1 部分:聚乙烯和聚丙烯混合料专用试验方法——耐环境应力开裂试验——熔体指数测量方法——直接燃烧法测量聚乙烯中碳黑和/或矿物质填料含量——热重分析法(TGA)测量碳黑含量——显微镜法评估聚乙烯中碳黑分散度》(英文版)。

为便于使用,本部分做了下列编辑性修改:

——用“第 41 部分”代替“第 4-1 部分”;

——用小数点“.”代替作为小数点的“,”;

——删除国际标准的前言;

——本部分 1.2 引用了采用国际标准的我国标准而非国际标准;

——本部分在 IEC 60811-4-1 原文第 4 章末与 IEC 60811-4-1 的标准名称中增加的“和光缆”相协调处增加了“光缆”。

本部分代替 GB/T 2951.8—1997《电缆绝缘和护套材料通用试验方法 第 4 部分:聚乙烯和聚丙烯混合料专用试验方法 第 1 节:耐环境应力开裂试验——空气热老化后的卷绕试验——熔体指数测量方法——聚乙烯中碳黑和/或矿物质填料含量的测量方法》。

本部分与 GB/T 2951.8—1997 相比主要变化如下:

——本部分名称修改为:“电缆和光缆绝缘和护套材料通用试验方法 第 41 部分:聚乙烯和聚丙烯混合料专用试验方法——耐环境应力开裂试验——熔体指数测量方法——直接燃烧法测量聚乙烯中碳黑和/或矿物质填料含量——热重分析法(TGA)测量碳黑含量——显微镜法评估聚乙烯中碳黑分散度”;

——与本部分名称相对应,英文名称修改为:“Common test methods for insulating and sheathing materials of electric and optical cables—Part 41:Methods specific to polyethylene and poly-