

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

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

版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
http://www.spc.org.cn

标准号: GB/T 2951.41-2008
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100191031050007
防伪号: 2019-1031-1139-0396-9893
时 间: 2019-10-31
定 价: 24元 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

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

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 章未与 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-

- propylene 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 thermogravimetric analysis (TGA)—Assessment of carbon black dispersion in polyethylene using a microscope”;
- 第1章标题“范围”修改为“概述”，之下分为两条，第1.1条“范围”，新增第1.2条“规范性引用文件”(1997版的第1章；本版的第1章)；
 - 前版标准的第4章“定义”变更为本版的第2章“术语和定义”(1997版的第4章；本版的第2章)；
 - 前版标准的第2章“试验原则”变更为本版的第3章(1997版的第2章；本版的第3章)；
 - 前版标准的第3章“适用范围”变更为本版的第4章，并增加了“光缆”(1997版的第3章；本版的第4章)；
 - 8.2增加了“试验设备应包含下列部件：”；8.2.3增加了“两张”；8.2.5“C”改为“K”；8.2.6增加了“或其他合适装置”；8.2.12“如图6”改为“(如图6)”，同时删除了“Φ”(1997版8.2；本版的8.2)；
 - 增加了图1~图7名称和修订了图的注(1997版第8章；本版的第8章)；
 - 8.4增加了“试片的条件处理应由相关各方达成一致协议，因为其可能充分影响试验结果。如果没有协议，应采用本条给出的处理条件作为参考处理条件。”(1997版8.4；本版的8.4)；
 - 第8.8条增加了注(1997版第8.8条；本版的第8.8条)；
 - 第9章内容删除了(1997版第9章；本版的第9章)；
 - 10.1中“2.5 min”修订为“1.5 min”，同时增加了“注1”(1997版10.1；本版的10.1)；
 - 11.5.2中“加料后6 min，”修订为“加料后4 min。”(1997版10.5.2；本版的11.5.2)；
 - 10.5.3中增加了“单位 g/600 s”和“g”(1997版10.5.3；本版的10.5.3)；
 - 10.6.3中增加了“单位 g/150 s”和表1内容(1997版10.6.3；本版的10.6.3)；
 - 第11章修订为“聚乙烯中碳黑和/或矿物质填料含量的测定 直接燃烧法”；测温范围修订为“300℃~650℃”；“第三个10 min后加热到(500±5)℃”修订为“第三个10 min后加热到(600±5)℃”(1997版第11章；本版的第11章)；
 - 增加了第12章“热重分析法测量聚烯烃混合物中的碳黑含量”(1997版无；本版的第12章)；
 - 增加了第13章“聚乙烯中碳黑分散度的评估试验”(1997版无；本版的第13章)。
- 本部分的附录A为资料性附录。
- 本部分由中国电器工业协会提出。
- 本部分由全国电线电缆标准化技术委员会归口。
- 本部分起草单位：上海电缆研究所。
- 本部分主要起草人：李明珠、王申、朱永华、王春红、黄萱。
- 本部分所代替标准的历次版本发布情况为：
- GB/T 2951.8—1997；
 - GB 2951.36—1983、GB/T 2951.36—1994、GB/T 2951.39—1994、GB/T 2951.41—1994、GB/T 2951.42—1994。

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

1 概述

1.1 范围

GB/T 2951 的本部分规定了配电及通信用电缆和光缆,包括船舶及近海用电缆和光缆的聚合物绝缘和护套材料的试验方法。这些试验方法适用于聚乙烯(PE)和聚丙烯(PP)混合料,包括发泡绝缘和带皮泡沫绝缘。

1.2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 2951 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 2951.13—2008 电缆和光缆绝缘和护套材料通用试验方法 第 13 部分:通用试验方法——密度测定方法——吸水试验——收缩试验(IEC 60811-1-3:1993,IDT)

ISO 18553:2002 聚乙烯管材、装置和混合料中颜料和碳黑分散度的评估方法

2 术语和定义

为便于试验,应区分低密度、中密度和高密度聚乙烯:

聚乙烯类型	23 ℃时密度 ^a /(g/cm ³)
低密度聚乙烯	≤0.925
中密度聚乙烯	>0.925, ≤0.940
高密度聚乙烯	>0.940

^a 这些密度是指未填充树脂。测定方法按 GB/T 2951.13—2008 第 8 章的规定。

3 试验原则

本部分没有规定全部的试验条件(诸如温度、持续时间等)以及全部的试验要求,它们应在有关电缆产品标准中加以规定。

本部分规定的所有试验要求可以在有关电缆产品标准中加以修改,以适应特殊类型电缆的需要。

4 适用范围

本部分规定的试验条件和试验参数适用于电缆、光缆、电线和软线的最常用类型的绝缘和护套材料。

5 型式试验和其他试验

本部分规定的试验方法首先是作为型式试验用的。某些试验项目其型式试验和经常进行的试验(如例行试验)的条件有本质上的区别,本部分已指明了这些区别。

6 预处理

所有的试验应在绝缘和护套料挤出或硫化(或交联)后存放至少 16 h 方可进行。

7 中间值

将获得的应有个数的试验数据以递增或递减次序排列,若有效数据的个数是奇数时,则中间值为正中间一个数值;若是偶数,则中间值为中间两个数值的平均值。

8 耐环境应力开裂

8.1 概述

这些试验步骤仅适用于电缆护套的原始粒料。

步骤 A:适用于不太苛刻的电缆使用条件和环境下的材料。

步骤 B:适用于较苛刻的电缆使用条件和环境下的材料。

8.2 试验设备

试验设备应包含以下部件:

8.2.1 热压机 用来制作模压试片,热压机的压板要大于模板。

8.2.2 两块硬质金属模板 厚度为 (6 ± 0.5) mm,面积约为 $200 \text{ mm} \times 230 \text{ mm}$ 。每块板应从一边钻一个孔到板中心 5 mm 范围内,在孔内放置温度传感器。

8.2.3 两张隔离片 面积约 $200 \text{ mm} \times 230 \text{ mm}$ 。例如厚度为 0.1 mm~0.2 mm 的铝箔。

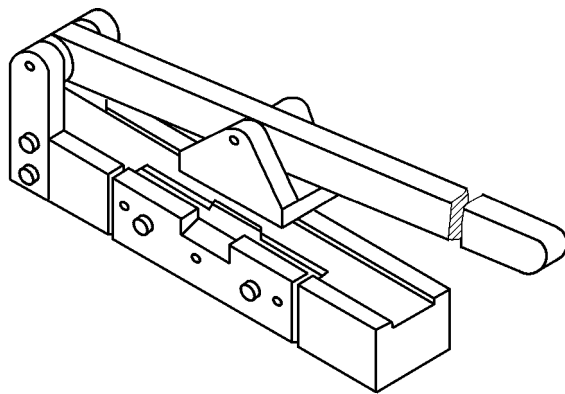
8.2.4 合适的压模 可制作尺寸为 $150 \text{ mm} \times 180 \text{ mm} \times (3.3 \pm 0.1)$ mm,内圆角半径约 3 mm 的试片。

8.2.5 电热空气烘箱 强迫空气循环并附有降温速率为 (5 ± 0.5) K/h 的程序装置。

8.2.6 冲模及冲片机 冲模应清洁、锐利、无损伤,能冲切 (38.0 ± 2.5) mm \times (13.0 ± 0.8) mm 的试片,或其他合适装置。

8.2.7 指针式测厚仪 测量平面的直径为 4 mm~8 mm,测量压力为 $5 \text{ N/cm}^2 \sim 8 \text{ N/cm}^2$ 。

8.2.8 装有刀片的刻痕装置,如图 1,刀片的形状和尺寸如图 2。



注:刀片为“Gem”刀片,如图 2 所示,同时参见附录 A。

图 1 刻痕装置

尺寸单位为毫米

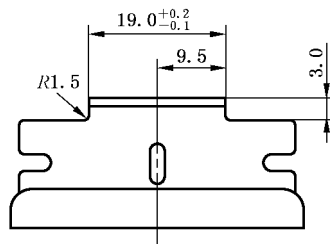
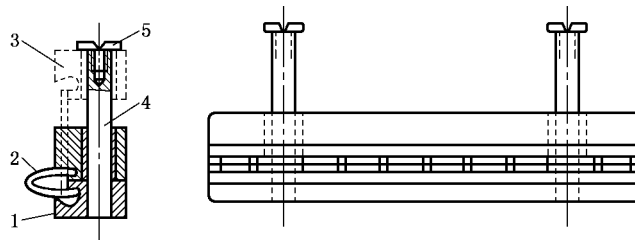


图2 刀片

8.2.9 图3所示的弯曲夹持装置,用虎钳或其他合适的装置使其对称地闭合。



- 1——后夹头;
- 2——装入的试样;
- 3——前夹头;
- 4——导杆;
- 5——螺丝。

图3 弯曲夹持装置

8.2.10 转移装置如图4所示,将弯曲好的试件从弯曲夹持装置中一次转移到黄铜槽试样架内。

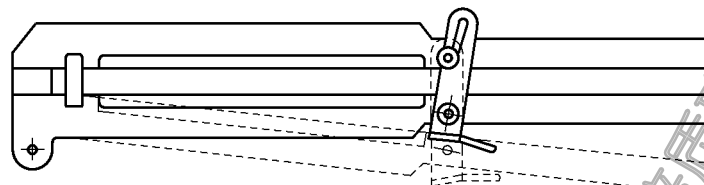
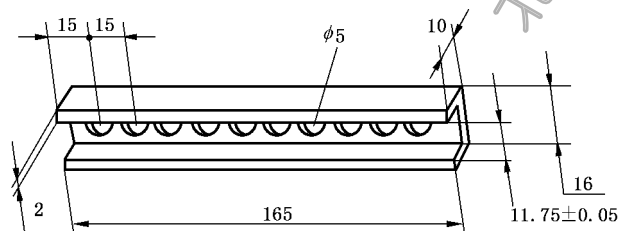


图4 转移工具装置

8.2.11 图5所示的带槽黄铜试样架,可容纳10个弯曲好的试件。

尺寸单位为毫米



尺寸 11.75 mm±0.05 mm 为试样架槽内宽尺寸。

图5 带槽黄铜试样架

8.2.12 硬质玻璃试管尺寸为 200 mm×32 mm,应能容纳装有试件的试样架,并采用包有铝箔的软木塞塞住试管口(见图6)。

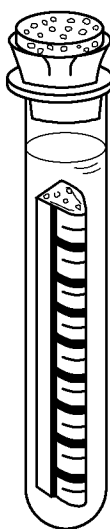


图 6 试管及可装 10 个试件的带槽黄铜试样架(如 8.2.11 条所述)

8.2.13 试剂

程序 A:100% Igepal CO-630 (Antarox CO-630) 或其他具有相同化学组分的试剂(参见注 1、注 2 以及附录 A)。

程序 B:10% Igepal CO-630 (Antarox CO-630) 水溶液(按体积计算)或任何其他具有相同化学组分的水溶液。

注 1: 试剂只能用一次。

注 2: 碰到意外短的失效时间应当检查试剂的含水量,因为含水量略微超过规定的最大值的 1%,试剂的活性就会明显增大。

注 3: Igepal CO-630 或类似试剂的水溶液应当在 60 °C~70 °C 时,用搅拌器搅拌制取,搅拌时间至少为 1 h,试剂应当在制取后一周内使用。

8.2.14 加热容器应具有足够尺寸和深度,内可放置支架以支撑装有试件的玻璃试管(如图 6),应采用合适的设备使温度保持在(50±0.5) °C。设备的热容量应足够大,以保证在放入试管后温度不会降低到 49 °C。

8.3 试片的制备

8.3.1 为准备试验,将一个干净的如 8.2.3 所述的隔离片放在 8.2.2 所述的模板上,在 8.2.4 所述的压模中放入(90±1) g 的粒料或粉料,此料在压模中形成一均匀薄层,然后放上另一隔离片再放上另一块模板,应不使用脱模剂。

8.3.2 模具应放到 8.2.1 所述的模压机里,模压机应预热到 170 °C,并用不大于 1 kN 的力合上压机。

8.3.3 当模板里的传感器指示的温度达到 165 °C~170 °C 时,应用压机将 50 kN~200 kN 的全压力加到模具上,保持 2 min,这期间压机的温度应保持在 165 °C~170 °C 范围内,在加全压力阶段结束时停止加热,即可将压模从压机上取下来,也可在全压力下快速冷却。

8.4 试片的条件处理

试片的条件处理应由相关各方达成一致协议,因为其可能实质性影响试验结果。如果没有协议,应采用本条给出的处理条件作为参考处理条件。

在不移动隔离片的情况下移去模板后,将模压的试片放在 8.2.5 所述的烘箱里使试片周围空气自由循环,这样模压试片能很好地放置在水平的导热面上,使得隔离片与聚乙烯之间保持良好的接触。

在模压试片表面的中心以上不超过 5 mm 的地方测得的温度应按下述规定控制:

对低密度聚乙烯,烘箱试验温度应保持(145±2) °C;对中密度聚乙烯,试验温度应保持(155±2) °C;

对高密度聚乙烯,试验温度应保持 $(165\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。烘箱试验温度应保持 1 h,然后以 (5 ± 2) K/h 的速率降低至 $(29\pm 1)^{\circ}\text{C}$,也可在压机上冷却试片,实际的冷却速率应用绘图记录仪记录。

注:试片是否需条件处理可自定,在有争议的情况应采用经条件处理的试片。

8.5 试片外观的检查

在距试片边缘 10 mm 以外范围内试片表面应光滑,并不应有气泡、突起或凹陷。

8.6 试验步骤

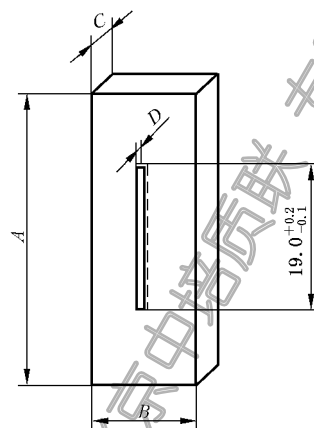
8.6.1 试件的制备

用 8.2.6 所述的冲模和冲片机或其他合适的装置,在距试片边缘大于 25 mm 的地方切取 10 个如 8.6.2 规定的试件,切取试件时,应使试片上留下的孔之间的网状部分不至于损坏。

用 8.2.7 所述的指针式测厚仪测量试件的厚度,应符合 8.6.2 的规定。所切取的试件的边缘应成直角,斜的边缘可能导致错误的结果。

8.6.2 刻痕及插入试件

在将试件放到试剂中之前,每个试件都应用 8.2.8 所述的刻痕装置刻痕(见图 7),刀片应锋利并没有损坏,并按要求调换,即使在很好的条件下刀片最多只能刻 100 个刻痕。



聚乙烯护套材料的密度 ^a	A/mm	B/mm	C/mm	D ^b /mm
$\leq 0.940 \text{ g/cm}^3$	38.0 ± 2.5	13.0 ± 0.8	$3.00 \sim 3.30$	$0.50 \sim 0.65$
$> 0.940 \text{ g/cm}^3$	38.0 ± 2.5	13.0 ± 0.8	$1.75 \sim 2.0$	$0.30 \sim 0.40$

^a 这些密度是指未填充树脂,按第 2 章的规定。
^b 深度 D 在长度方向应均匀。

图 7 已刻痕试件

将刻痕朝上的 10 个试件放入 8.2.9 所述的弯曲夹持装置,然后用台钳或恒速电动压床在 30 s~35 s 的时间内闭合夹持装置。

将弯曲好的试样用 8.2.10 所述的转移工具从夹持装置中提出并放入 8.2.11 所述的黄铜槽试样架内。如有的试件在试样架中抬得太高,应用人力将它们压下去。

在试件弯曲 5 min~10 min 之后,将试样架插入到 8.2.12 所述的试管里。试管应充以 8.2.13 所述的适当的试剂,所有试件都应浸入到试剂里。用软木塞将试管塞住。

充以试剂的试管应立即放到 8.2.14 所述的加热容器中的架子上并开始计算时间。应注意试验时不使试件碰到试管壁。

8.7 试验结果评定

通常环境应力开裂应在刻痕的地方开始,并向它的直角方向发展。当用正常视力或校正视力而不用放大镜检查时,试件上出现第一个裂纹时,即表明该试件失效。

步骤 A:经 24h 加热,容器中失效试片不能超过 5 个,如有 6 个试件失效,则作为未通过试验。允许从一个新试片上再切取 10 个试件重复进行一次试验。重复试验不能有多于 5 个试件失效。

步骤 B:经 48 h 加热,容器中不能有试片失效。如有一个试件失效,则作为未通过试验。允许从一个新试片上再切取 10 个试件重复进行一次试验。重复试验不能有一个试件失效。

8.8 步骤 A 和步骤 B 的试验要求及条件

试验条件和要求	步骤 A	步骤 B
试片的制备:		
——温度	℃	165~170
——压力	kN	50~200
——时间	min	2
试片的处理:		
——温度范围 ^a	℃	见注 a
——冷却速度	℃/h	5±2
试验条件:		
——试剂浓度 ^b	%	100
——温度	℃	50.0±0.5
——时间(最少)	h	24
要求:		
——最多失效数	5 个试样(F50)	0 个试样(F0)
^a 起始温度按聚合物类型: 低密度聚乙烯: 145℃±2℃; 中密度聚乙烯: 155℃±2℃; 高密度聚乙烯: 165℃±2℃。 终止温度为 29℃±1℃		
^b Igepal CO-630 或其他任何具有相同化学成分的试剂。		

9 空气热老化后的卷绕试验

注:空气热老化后的卷绕试验现在按 GB/T 2951.42—2008 第 10 章进行。

10 熔体指数测定

10.1 概述

聚乙烯和聚乙烯混合物的熔体指数(MFI)是指在 190℃ 温度下,按采用的方法确定的在负荷作用下通过一个规定的出料模,在 1.5 min 或 10 min 时间内所挤出的材料的数量。

注 1:ISO 1133 规定了同样的方法。

注 2:熔体指数不适用于阻燃聚乙烯。

10.2 试验设备

试验设备主要是一个挤塑仪,通常结构如图 8 所示,装在立式料筒里的聚乙烯在可控温度下,由一个加压活塞通过一个出料模孔挤出。试验设备上所有与材料接触的表面都应具有高光洁度。

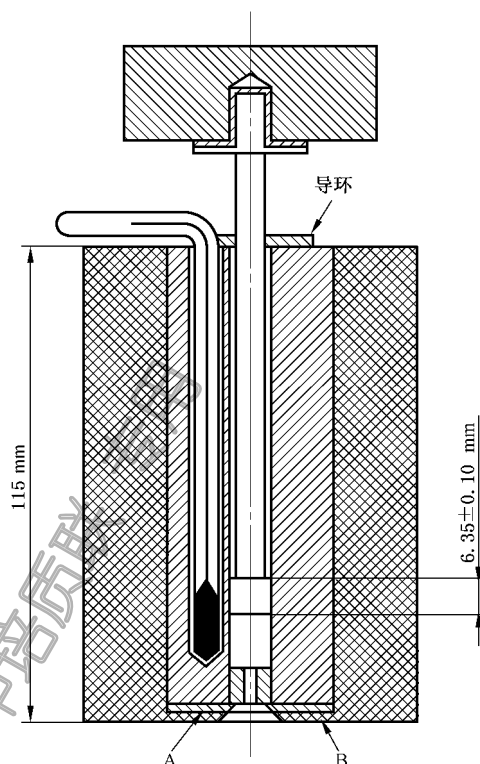


图 8 熔体指数测定仪(图示大外径钢筒,出料模固定板 A 和绝热板 B)

组成试验设备的主要部件如下:

a) 钢筒

钢筒垂直固定,并有热绝缘以便在 $190\text{ }^{\circ}\text{C}$ 工作,钢筒长至少 115 mm ,内径在 $9.5\text{ mm}\sim 10\text{ mm}$ 之间,并且符合 10.2 中 b) 项要求。如果裸露的金属表面积超过 4 cm^2 ,则钢筒底座应绝热,并推荐用聚四氟乙烯作为绝热材料(厚约 3 mm)以避免粘住挤出料。

b) 空心钢活塞

空心钢活塞长度至少与钢筒一样。钢筒轴线应与活塞轴线重合,活塞的有效长度最大为 135 mm 。活塞头长度为 $(6.35\pm 0.10)\text{ mm}$,直径应比钢筒工作长度上各处的内径小 $(0.075\pm 0.015)\text{ mm}$ 。此外,为计算负载(见 10.2 中 c) 项),活塞头的直径应为已知值,公差为 $\pm 0.025\text{ mm}$ 。活塞头下边缘有 0.4 mm 半径的圆角,上边缘磨去锐边,在活塞头上方的活塞的直径缩小至约为 9 mm ,活塞顶部有螺栓以支撑可卸负载。但活塞与负载之间应有隔热层。

c) 活塞顶的可卸负载

负载与活塞的总重量应能达到施加的力 P 为:

用方法 A 时(见 10.5) $P=21.2\text{ N}$

用方法 C 时(见 10.6) $P=49.1\text{ N}$

d) 加热器

使钢筒里的聚乙烯保持在 $(190\pm 0.5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度下,推荐使用自动控温装置。

e) 温度测量装置

测温装置应尽可能靠近出料模,但位于钢筒筒体内。此装置应经过校准使其温度测量准确到 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

f) 出料模

用硬质钢制成的出料模的长度为 $(8.000\pm 0.025)\text{ mm}$,其平均内径在 2.090 mm 和 2.100 mm

之间并在其长度上保持均匀,偏差在 ± 0.005 mm 范围内(见图 9)。出料模不应伸出钢筒的底座之外。

g) 天平

精确到 ± 0.0005 g。

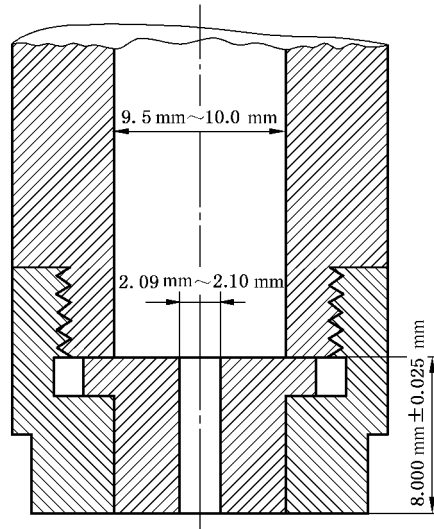


图 9 出料模(小外径钢筒及固定出料模的示例)

10.3 试样

应从电缆或电线的一端取一个足够重量的绝缘或护套试样。试样应切成小块,小块在任一方向上的尺寸都不应超过 3 mm。

注:如果需要,可从不同的绝缘线芯上取绝缘料。

10.4 设备的清洁和保养

每次试验后,设备应清洁。

在清除表面的聚乙烯或清理操作设备的任意部件时,决不能使用可能损坏活塞、钢筒或出料模表面的磨料或类似的材料。

适合于清洗设备的溶液是二甲苯、四氯化萘或无气味的煤油。活塞尚热时用布浸溶液进行清洗。钢筒也应在尚热时用绒布浸溶液清洗。出料模应用紧配的黄铜绞刀或木栓子清洗。然后浸入沸腾的溶剂里。

推荐定期(如常用的设备每周一次)对设备进行清洗,对绝热板、出料模挡板和钢筒进行彻底清洗,如装配在一起时可拆下来清洗(见图 8)。

10.5 方法 A

10.5.1 概述

方法 A 适用于测定未知 MFI 的聚乙烯试样的熔体指数。

10.5.2 试验步骤

试验设备应经清洗(见 10.4)。试验开始之前钢筒及活塞的温度应在 $(190 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 温度下保持 15 min,并在聚乙烯挤出期间一直保持这个温度。

推荐的测温装置[见 10.2 中 e)项]是永久置于钢筒筒体内的水银玻璃温度计(见注解),推荐采用低熔点的合金(如伍德合金)来改善接触。

注:如果使用其他的测温装置,在开始试验前,这种测温装置应在 $(190 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 温度下与符合 10.2 中 e)项的水银温度计进行校准,这时水银温度计应放在钢筒中并插在聚乙烯料中至适当深度。

然后在钢筒中加入一份试样(见表 1),并将无载的活塞重新插入钢筒顶部。

加料后 4 min,此时的钢筒温度应回升到 $(190 \pm 0.5)^\circ\text{C}$,在活塞上施加负载以使聚乙烯通过出料模

挤出。在出料模处用适当的锐利工具按一定时间间隔截取短段挤出料作为一次“取料量”。用截取挤出料来测量挤出速度,每次取料的时间间隔列于表 1。

在料加入钢筒的 20 min 内应取数次料,第一次取料及任何含有空气泡的取出料都应作废。其余接连取料数次(至少三次),应分别称重,精确至 mg,并计算平均质(重)量。

如果分别称得的最大质(重)量与最小质(重)量之差大于平均值的 10%,则试验结果应作废,并重新取样进行试验。

10.5.3 试验结果表示方法

MFI 应计算到两位有效数字(见注 1),并以 MFI. 190. 20. A(见注 2)的符号表示,单位 g/600 s。

$$\text{MFI. 190. 20. A} = \frac{600 \times m}{t}$$

式中:

MFI——每 10 min 的克数;

m ——取料质(重)量的平均值,单位为克(g);

t ——取料的时间间隔,单位为秒(s)。

注 1: 聚乙烯的 MFI 可能受以前加热处理和机械处理的影响,特别是氧化会引起 MFI 下降。通常试验过程中发生的氧化将引起连续取料质(重)量的系统性下降。这种现象在含有抗氧剂的聚乙烯料中不会出现。

注 2: 190——试验温度,℃;

20(或 50,对方法 C)——施加在熔体上的近似负载,以 N 表示。

10.6 方法 C

10.6.1 概述

方法 C 适用于测定 MFI 小于 1 的聚乙烯样品,测量按方法 A。

10.6.2 试验步骤

试验程序与方法 A 相同。

取料的时间间隔及投入钢筒中试样的质(重)量按表 1 规定。

表 1 方法 A 和方法 C 的取料时间间隔(作为熔体指数的函数)及投入钢筒试料质(重)量

熔体指数 MFI	投入料筒的试料的质(重)量/g	取料时间间隔/s
0.1~0.5	4~5	240
0.5~1	4~5	120
1~3.5	4~5	60

10.6.3 试验结果表示方法

MFI 应记录到两位有效数字(见上述的注 1)并以 MFI. 190. 50. C(见上述的注 2)符号表示,单位 g/150 s。

$$\text{MFI. 190. 50. C} = \frac{150 \times m}{t}$$

注: 用较重的负载(50 N)和较短的取料时间(150 s)所得的以标记 C 表示的结果,与方法 A 和以标记 A 表示的结果基本相同。但在标记 A 和 C 之间没有直接相互关系。

11 聚乙烯中碳黑和/或矿物质填料含量的测定——直接燃烧法

11.1 取样

从电缆的一端取一段足够重量的绝缘和护套试样。

将试样切成小块,任一方向上的尺寸应不大于 5 mm。

11.2 试验步骤

将长约 75 mm 的燃烧舟加热到灼热,然后在干燥器中冷却至少 30 min,称重精确到 0.000 1 g,将

(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,将干燥氮气切换成“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。

12.4 试验步骤

12.4.1 设备参数

- a) 起始温度 100 ℃；
- b) 加热速率 20 K/min；
- c) 终止温度 950 ℃；
- d) 称重试样 5 mg~10 mg；
- e) 低于 850 ℃的吹洗气体：氮气；
- f) 850 ℃~950 ℃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 ℃~950 ℃干燥“混合空气”中燃烧时的质(重)量改变确定。950 ℃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)。

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℃时密度为 1.06 的 100% IGEPAL CO-630 的试剂的地址：

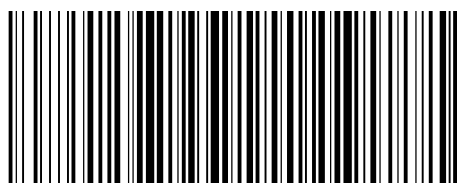
GAF Corp., Dyestuff and Chemical Div.

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

版权专有 侵权必究

*

书号：155066·1-33427