

中华人民共和国国家标准

电缆绝缘和护套材料通用试验方法

第5部分:填充膏专用试验方法

第1节: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

GB/T 2951.10—1997
idt IEC 811-5-1:1990

Common test methods for insulating

and sheathing materials of electric cables

Part 5: Methods specific to filling compounds

Section one: Drop-point—Separation of oil—Lower temperature
brittleness—Total acid number—Absence of corrosive components

—Permittivity at 23℃—D. C. resistivity at 23℃ and 100℃

1 范围

GB/T 2951.10 规定了填充膏的滴点测定方法、油分离测定方法、低温脆性试验方法、总酸值测定方法、腐蚀性试验方法、23℃时介电常数测定方法、23℃和100℃时的直流电阻率测定方法等试验方法。

2 试验原则

本标准规定的任何试验要求都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。

3 适用范围

本标准规定的试验条件和试验参数适用于通信电缆中的填充膏材料。

4 滴点

注:本试验的目的仅用于分类。

4.1 概述

滴点试验可用来确定一种填充膏可经受的最高温度而不完全液化或过度油分离。

4.2 方法 A(基准方法)

4.2.1 试验设备

——镀铬黄铜杯,尺寸如图1所示;

——耐热玻璃试管,内有三个凹槽以支撑镀铬黄铜杯,尺寸如图2所示;

——温度计,按摄氏度分度,分度准确至1℃,测温范围为-5~300℃。水银球长为10~15 mm,直径为5~6 mm(浸入部分为76 mm);

——400 mL 烧杯和适量油组成的油浴、环形架和支撑油浴的环、温度计夹子、两只图2所示的软木

塞、直径为 1.2~1.6 mm,长度为 150 mm 的抛光金属棒以及加热和搅拌油浴的合适装置。

4.2.2 试验步骤

在软木塞中插入一支温度计如图 2 所示,调整上面软木塞的位置使测温头的底端高于杯底 3 mm,装好仪器准备试验。将第 2 支温度计挂入油浴中使其测温头与试管中温度计的测温头大致在同一水平面上。

向镀铬黄铜杯大口中充入填充膏,直至充满。尽量小心避免使填充膏晃动,刮去多余的填充膏。此杯应垂直放置,其小口朝下,轻轻地按压金属棒使其伸出大口以上约 25 mm,向杯子的水平方向按压金属棒,使其与杯子的上下口边缘接触。保持这种状态使杯子绕其轴旋转,并同时使杯子沿金属棒下落直至穿过金属棒的下端。这种螺旋式运动将使填充膏粘附在金属棒上,而在杯子里留下一个圆锥形空穴,并且在杯内留下可重复产生几何形状的填充膏层。

将黄铜杯和温度计装在试管里,再将试管悬挂在油浴中,油面距试管口边缘不超过 6 mm。如适当调整试管中放置温度计的软木塞,可使温度计上 76 mm 浸没标记与软木塞底边齐平。装配试件应浸到此点。

搅拌油浴并以 4~7 K/min 的速度加热。直到油浴温度比预计的填充膏滴点低约 17℃时降低加热速率,使油浴温度再增加 2.5 K 之前,试管温度比油温低 2℃及以下。

继续加热油浴,其速率应保持试管温度与油浴温度之差为 1~2℃。当油浴以大约 1~1.5K/min 的速率加热时,就可达到此要求。随着温度增加,填充膏将逐渐从杯子的小孔流出。当第一滴试样滴下时,记录下两个温度计的温度值。

4.2.3 试验结果评定

两个温度计的温度值的平均值为填充膏的滴点。

4.3 方法 B

4.3.1 试验设备

一个符合图 3 所示尺寸的镀铬黄铜杯,杯子也可以用其他不受被测填充膏影响的合适的金属制成。杯子顶部和试管底部的开口应光滑,互相平行,且与杯子轴线垂直,杯子大口部分的下部为近似半球形,且具有一定的内部深度,使得当一直径为 7.0 mm 的钢球放入杯内后钢球顶部与试管底部开口相距 (12.2 ± 0.15) mm。开口底部边缘应无凹槽和圆角。

一个固定温度计的圆柱形金属套和与金属套螺旋连接的金属盒,尺寸如图 4 和图 5 所示。将金属套固定在温度计上,使得金属盒旋到此金属套后,温度计的测温头底部低于搁止环口 (8.0 ± 0.1) mm,温度计杆与金属套及金属盒同轴。温度计用适合其温度范围的水泥与金属套固定住。

温度计以摄氏温度分度,范围为 20~120℃,刻度精确至 1℃,测温头最大长度为 6 mm,直径为 3.35~3.65 mm(浸入部分为 100 mm)。

耐热玻璃试管,长为 (110 ± 2) mm,内径为 (25 ± 1) mm。

足够大的烧杯,可让试管垂直浸入加热介质中达三分之二的长度,并且距离烧杯底 25 mm。用搅拌器搅拌以保证整个油浴温度均匀一致。

用试样架夹住试管及油浴温度计并支撑烧杯置于加热源上。

煤气喷灯,能以一定速率加热液浴。

注:对滴点 80℃以下的填充膏,推荐以水作为加热介质;对滴点高于 80℃的填充膏,推荐以甘油或轻油作为加热介质。

4.3.2 试验步骤

用刮刀将填充膏填满黄铜杯并刮去多余部分,仔细地去除气泡,但不能使填充膏熔化。

将杯子推入金属盒中到不能动为止,避免横向移动。刮去从杯子底部挤出的多余填充膏。注意不要使金属盒侧面的小孔被堵住,装上温度计及相配的黄铜杯,使其处于试管中心位置穿过有边齿的软木塞中心孔,使黄铜杯底部高于试管底部 (25 ± 1.0) mm,然后,将试管垂直地置于盛液体加热介质的烧杯

中,使其三分之二的长度浸没,试管底部应高于烧杯底部 25 mm,如图 6 所示。

加热液浴并不断搅拌,在温度到试样滴点以下 20℃时用滴点温度计指示以 1 K/min 的速率升温。记录下从杯中滴出第一滴试样时的温度,而不论其组分如何。或者记录下形成连续流体到达试管底部时的温度。

4.3.3 试验结果评定

记录到的滴点温度计的温度即为填充膏的滴点,精确到 1.0℃。

5 油分离

5.1 概述

本试验用来测定填充膏在 50℃下的油分离量。

5.2 试验设备

直角形箱体,由两个矩形盒组成,尺寸如图 7 所示,其加工的表面光洁度要求使分离的油流动时不会受阻。

5.3 试验步骤

将填充膏加热到透明状态,并搅拌均匀。将熔化的填充膏填满直角形箱体中的一个盒体。然后放入预热至 100℃的烘箱内,然后将烘箱门打开使其冷却到室温。

至少冷却 24 h 后,将直角箱体翻转 90°,再将烘箱加热到(50±2)℃,保持 24 h。加热结束从烘箱内取出直角箱体进行检测。

5.4 试验结果评定

分离的油应不扩展到直角箱体未放填充膏盒体的中心 5 mm 范围外(不考虑沿盒体边缘油的渗出)。

6 低温脆化

6.1 概述

本试验用来检验填充膏与电缆其他元件间的粘合性。

注:本方法不适用于滴点高于 80℃的填充膏。

6.2 试验设备

尺寸为 170 mm×14 mm×0.9 mm 的铝合金片。

尺寸为 160 mm×160 mm×1 mm 的黄铜型板,上有一个 100 mm×10 mm 的长方形开口,并有防止铅片移动的定位边。

6.3 试验步骤

用钢丝刷清洁每个铝合金片,并置于平的底板上,然后将黄铜型板放在铝合金片上面,使其对称地覆盖铝合金片的长度方向边缘,被试填充膏在室温下刮到黄铜型板的开口处,用加热的刮刀或其他合适的工具将多余的填充膏刮去,然后移去黄铜型板。

按上述方法制备十个试样条。

将试样置于室温下处理 16 h,然后冷却到(-10±1)℃至少 1 h。应立即将每个试样在固定于水平位置的金属试轴上螺旋状缠绕。金属试轴的直径为 10 mm,并已预冷到-10℃。缠绕速率约每秒一圈。

应以正常或矫正视力而不用放大镜检查每个试样有无开裂。

6.4 试验结果评定

10 个试样中应不超过 2 个试样有裂纹,若有 2 个以上试样不合格,试验应重复进行一次。

注:填充膏边角有轻微脱开是允许的。

7 酸值

7.1 概述

本试验用来检验填充膏的腐蚀性组分。

总酸值定义为滴定 1 g 试样中全部酸的组分所需的氢氧化钾(KOH)的碱量,以 mg 计。

7.2 试验设备

50 mL 滴定管一支,最小分度为 0.1 mL;或者 10 mL 滴定管一支,最小度为 0.05 mL。

7.3 试剂

试剂应为确认的分析纯级,整个过程中均应使用蒸馏水。

7.3.1 氢氧化钾无水异丙醇标准溶液(0.1N)

在一个盛有大约 1 L 无水异丙醇(含水量低于 0.9%)的锥形烧瓶中加入 6 g 固体 KOH。缓缓地煮沸溶液 10~15 min,不断地搅拌以防止 KOH 在瓶底结块,加入至少 2 g 氢氧化钡[Ba(OH)₂],再缓缓地煮沸溶液 5~10 min,冷却至室温并静置数小时,然后用细的烧结玻璃或陶瓷漏斗过滤上层清液。过滤时应避免将溶液过多地暴露于二氧化碳中,将此试液盛放在耐化学腐蚀的试剂瓶中,不要与软木塞,橡皮或可皂化的润滑剂接触,并用含纯碱、石灰或碱性石棉的保护套防护。试液应足够进行多次标定,最好用酚酞判别终点,对 100 mL 无 CO₂ 的水中的纯苯二甲酸钾滴定以便能检测出 0.000 5 N 的变化。

注

1 为简化计算,可调整标准 KOH 溶液使其 1.00 mL 等价于 5.00 mg KOH。

2 NaOH 可代替 KOH。

7.3.2 对-萘酚苯(p-Naphtholbenzein)指示剂溶液

按 7.3.3 条规定的滴定液中溶解 10 g/L 对萘酚苯。

对-萘酚苯应符合附录 A 规定。

7.3.3 滴定液

在 495 mL 无水异丙醇中加进 500 mL 甲苯和 5 mL 水。

7.4 试验步骤

将约 25 g 填充膏试样(称重精确到 0.1 g)加入到 250 mL 锥形烧瓶中,加入 100 mL 滴定液及 0.5 mL 指示剂溶液,不停地摇动,使试样完全溶于滴定液中。在低于 30℃ 的温度下立即滴定。逐渐加入 0.1 N KOH 溶液,尽可能摇动使 KOH 分散。近终点时,剧烈摇动烧瓶,但要避免将二氧化碳(CO₂)溶于滴定液中。

若溶液颜色改变持续 15 s 或用两滴 0.1 N HCl 可使其颜色反变化时,可认为已达到滴定终点。

注:当为酸性填充膏时,从橙色变为绿色或棕绿色时,认为达到终点。

进行一次空白滴定,在 100 mL 滴定液和 0.5 mL 指示剂溶液中以 0.05 mL 或 0.1 mL 为增量加入 0.1 N KOH 溶液,记录达到终点(由橙色变为绿色)所需的 0.1 N KOH 溶液的量。

7.5 计算

总酸值按下式计算:

$$\text{总酸值,每克溶液所需 KOH 的毫克数} = \frac{(A - B)N \times 56.1}{W}$$

式中: A——滴定试样所需的 KOH, mL;

B——空白滴定所需的 KOH, mL;

N——KOH 液当量浓度;

W——所用试样克数, g。

8 腐蚀性

8.1 概述

本方法用于指出填充膏与电缆金属部分接触时的作用。

8.2 试验设备

一片厚度不小于 0.5 mm, 纯度至少为 99.5% 的铝带, 切成 50 mm 长, 20 mm 宽的小片;

一片厚度不小于 0.5 mm 的工业冷轧铜带, 切成 50 mm 长, 20 mm 宽的小片。

注: 通常用的铜有三个等级: 高导电铜, 磷化还原铜和无氧高导电铜, 其结果类似。

8.3 试验步骤

将铜片两面抛光以获得无缺陷的均匀光洁表面, 用乙醚清洗此片使其干燥, 进一步操作时用清洁的镊子。

将在 $(80 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下预热的约 120 g 填充膏放入至少 200 mL 容积的高型玻璃烧杯中。将制备好的铝片和铜片完全浸入填充膏, 金属片之间不应互相接触, 也不应与烧杯壁接触, 然后将此烧杯放入 $(80 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱内保持 14 天。

烧杯在烘箱中到规定时间后取出, 使其冷却到室温。取出金属片, 擦去多余的填充膏, 先用石油醚清洗, 再用乙醚清洗。

用正常或矫正视力而不用放大镜检查金属片表面是否有侵蚀, 锈斑或变色。

8.4 试验结果评定

金属片应显示无腐蚀。

9 23°C时的介电常数

9.1 概述

本试验用来测定填充膏的相对介电常数

本试验方法应与 IEC 247 规定有三电极试验杯测试方法一致。

9.2 对 IEC 247 方法有补充

将填充膏加热到透明点, 并倒入已预热到相同温度的电极杯内, 注意避免气泡进入电极。

试验应在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 温度下进行。

10 23°C和 100°C时的直流电阻率

10.1 概述

本试验用来测定填充膏在一定温度范围内的直流电阻率。

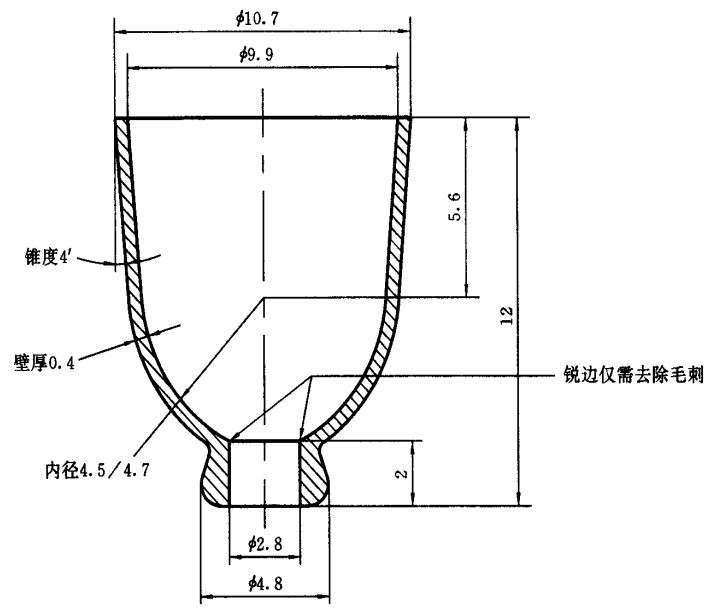
本试验方法应与 IEC 247 规定的三电极杯测试方法一致。

10.2 对 IEC 247 方法的补充

应按 9.2 条的方法充入填充膏。

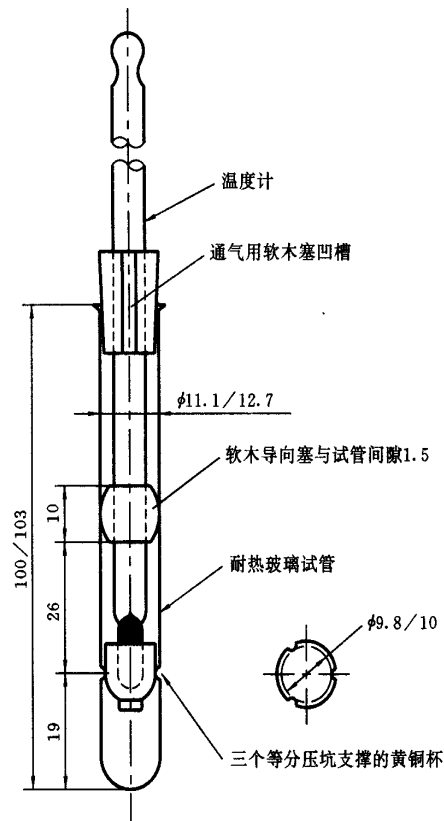
试验应在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 和 $(100 \pm 3)^\circ\text{C}$ 温度下进行。

试验电压为直流 100 V。



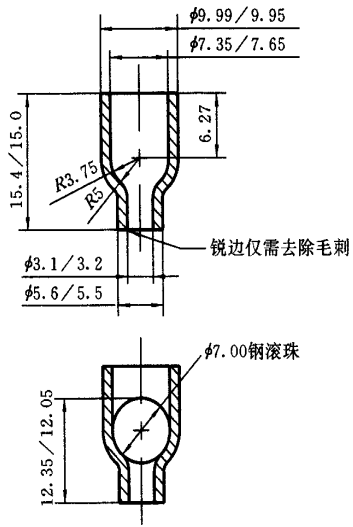
尺寸单位: mm

图 1 杯



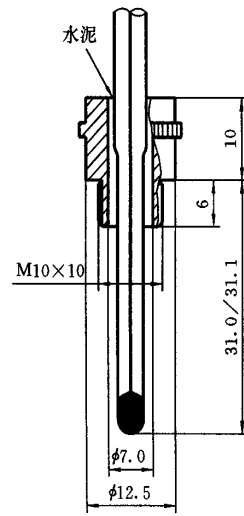
尺寸单位: mm

图 2 仪器装配图



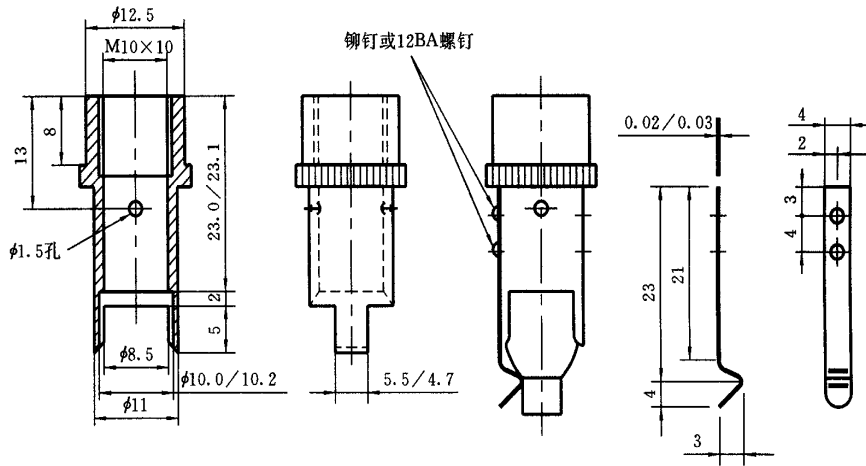
尺寸单位:mm

图3 杯



尺寸单位:mm

图4 温度计和金属套



尺寸单位:mm

图5 金属盒体

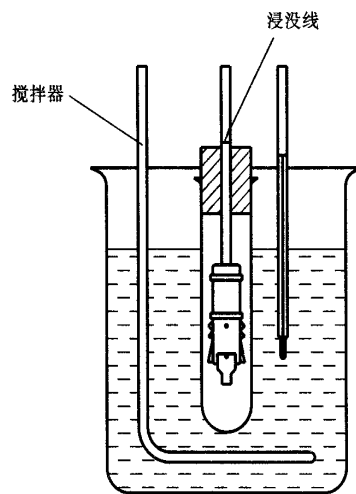
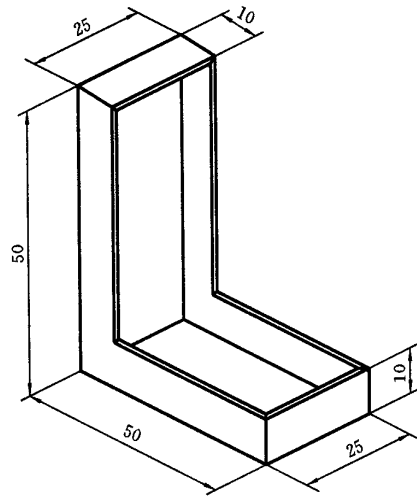


图6 仪器装配图



尺寸单位:mm

图7 带两垂直盒体的直角箱体

附录 A

(提示的附录)

对-萘酚苯偶姻的技术规范

A1 外观

对-萘酚苯应为红色无定形粉末。

A2 氯化物

氯化物含量应低于 0.5%。

A3 可溶性

10 g 对-萘酚苯应完全溶解在 1 L 按 7.3.3 条规定的滴定液中。

A4 最小吸收系数

将 0.100 0 g 试样溶解于 250 mL 甲醇中,用 pH 值为 12 的缓冲剂将 5 mL 的该溶液稀释成 100 mL。此最终的稀释液在 Beckmann DU 或其他替代类型的分光光度计上以 1 cm 样品杯和水为空白试样,在 6.50 μm 峰处读取的最小吸收值应为 1.20。

A5 pH 范围

当用 7.3.2 条规定的对-萘酚苯偶姻指示剂的 pH 值范围的方法测试时,指示剂应在 pH 为 11 ± 0.5 时变为清晰的绿色。

在空白试样中加入不超过 0.5 mL 的 0.01 N KOH,应使指示剂溶液变为清晰的绿色,在空白试样中加入不超过 1.0 mL 的 0.01 N KOH 时,应使指示剂溶液变为蓝色。

指示剂溶液的初始 pH 值至少与空白试样一样高。
