

中华人民共和国国家标准

电气绝缘无溶剂可聚合树脂复合物 试验方法

GB/T 15023—94

Test methods for solventless polymerisable resinous
compounds used for electrical insulation

本标准参照采用国际电工委员会(IEC)出版物 455-2(第一版 1974)《电气绝缘无溶剂可聚合树脂复合物规范 第二部分:试验方法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了除涂敷粉末外的电气绝缘无溶剂可聚合树脂复合物的试验方法。

本标准适用于除涂敷粉末外的电气绝缘无溶剂可聚合树脂复合物(以下简称复合物)。

2 引用标准

- GB 528—82 硫化橡胶拉伸性能的测定
- GB 1033—86 塑料密度和相对密度试验方法
- GB 1036—89 塑料线膨胀系数测定方法
- GB 1037—87 塑料薄膜和片材透水蒸气性试验方法(杯式法)
- GB 1043—79(1989 年确认) 塑料简支梁冲击试验方法
- GB 1408—89 固体绝缘材料工频电气强度的试验方法
- GB 1409—88 固体绝缘材料在工频、音频、高频(包括米波长在内)下相对介电常数和介质损耗因数的试验方法
- GB 1410—89 固体绝缘材料体积电阻率和表面电阻率试验方法
- GB 1634—79(1989 年确认) 塑料弯曲负载热变形温度(简称热变形温度)试验方法
- GB 1747—79(1985 年确认) 涂料灰分测定法
- GB 1763—79(1985 年确认) 漆膜耐化学试剂性测定法
- GB 1981—89 有溶剂绝缘漆试验方法
- GB 2411—80(1989 年确认) 塑料邵氏硬度试验方法
- GB 2423.16—90 电工电子产品基本环境试验规程 试验 J:长霉试验方法
- GB 2895—82(1989 年确认) 不饱和聚酯树脂酸值的测定
- GB 3399—82(1989 年确认) 塑料导热系数试验方法 护热平板法
- GB 4207—84 固体绝缘材料在潮湿条件下相比漏电起痕指数和耐漏电起痕指数的测定方法
- GB 4612—84 环氧化合物环氧当量的测定
- GB 5130—85 电气绝缘层压板试验方法
- GB 6031—85 硫化橡胶国际硬度的测定(30~85IRHD) 常规试验方法
- GB 6553—86 评定在严酷环境条件下使用的电气绝缘材料耐漏电起痕性和耐电蚀损的试验方法
- GB 7139—86 氯乙烯均聚物和共聚物中氯的测定

- GB 7193.2—87 不饱和聚酯树脂 羟值测定方法
GB 7193.4—87 不饱和聚酯树脂 80℃下反应活性测定方法
GB 9341—88 塑料弯曲性能试验方法
GB 9342—88 塑料洛氏硬度试验方法
GB 9866—88 低硬度硫化橡胶(10~35IRHD)的硬度测定
GB 10582—89 测定因绝缘材料而引起的电解腐蚀的试验方法
GB 11020—89 测定固体电气绝缘材料暴露在引燃源后燃烧性能的试验方法
GB 11026.1—89 确定电气绝缘材料耐热性的导则 制订老化试验方法和评价试验结果的总规程
GB 11207—89 高硬度(85~100IRHD)硫化橡胶硬度的测定
JB 3282—83 固体绝缘材料相对耐表面放电击穿性能试验方法

3 试验的一般说明

- 3.1 除非产品标准中另有规定,所有试验应在 $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $50\%\pm 5\%$ 的环境条件下进行。
- 3.2 试验项目应当在产品标准中明确规定,是测试个别组份还是测试配制的混合物,否则,应视为是对配制的混合物的测试。当对配制的混合物进行试验时,应注意这类混合物的使用期可能较短。应把它保存在合适的温度下,并尽快测试完毕。
- 3.3 试验报告
- 试验报告应包括下述内容:
- 依据的标准代号、名称;
 - 被试材料的名称、型号、批号、来源或生产厂;
 - 使用的仪器设备、名称、型号;
 - 测试结果值;
 - 与本标准规定的不同之处;
 - 异常现象或其它需要说明的内容;
 - 试验人员姓名或代号;
 - 试验日期。

第一篇 供货状态复合物的试验

4 外观

4.1 试管法

将复合物倒入内径约 15mm 的洁净、干燥、无色透明的玻璃试管中,静置到气泡消失。在白昼漫射光下。对光观察试样颜色,是否透明,有无机械杂质、不溶粒子及其它现象。

4.2 固化试片法

取符合测定电气强度性能要求的浇铸试片,用眼睛观察浇铸试片的颜色是否均匀透明,有无光泽,有无皱纹及其它现象。

5 密度

密度可以用试样在容积不小于 25mL 的广口比重瓶中于 $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ 时测定。首先用蒸馏水或纯度相同的去离子水标定出比重瓶容积,再装入试样称量,计算试样密度。

密度也可以用比重计测定。在有争议时,应使用比重瓶法。

以三次测量值的中值作结果,用 g/cm^3 表示,取三位有效数字,同时报告另外两个测量值。

采用的方法按产品标准规定。

6 粘度

按 GB 1981—89 中 2.2 条进行。采用的方法按产品标准规定。

7 胶凝时间

7.1 试验装置及器材

- a. 玻璃试管, 内径 18mm, 长约 180mm;
- b. 恒温浴装置, 控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$;
- c. 胶凝时间自动测试仪, 仪器装置通过电动机带动连接有直径 6mm 足够长的玻璃棒, 以低速 (1~2r/min) 绕轴旋转, 随着时间的延续, 试样粘度逐渐增大, 从而对玻璃棒产生的阻力也增大。当试样粘度达到 $50\text{Pa}\cdot\text{s}$ (或按产品标准规定的粘度值) 时, 停止转动, 并报警及指示时间。此类仪器基本组件及原理示例如图 1 所示。

- d. 记时器。

7.2 试验程序

7.2.1 自动测试仪测试法

首先将试管放在按产品标准规定温度的恒温浴中预热 5min 以上, 然后移入约 75mm 高的试样, 立即连接测量装置测量。连接时应保持试管垂直放置, 试样液面在恒温浴液面下 10mm 处, 玻璃棒处在试管中心, 并达到试样液面下 50mm。当试样达到胶凝时, 仪器自动报警并计时。

7.2.2 手动测试法

首先, 将试管放在按产品标准规定的恒温浴中预热 5min 以上, 然后移入约 75mm 高的试样, 开动记时器开始计时。试管放入恒温浴中, 应使试样液面低于恒温液面 10mm。测试时用直径 6mm 的玻璃棒对试样缓慢地进行上下搅拌 (注意不使产生气泡), 随时观察试样变化情况, 直至试样呈现出初始胶凝状态即出现块状物时为止, 停止记时器, 该时间即为胶凝时间。

7.3 结果

进行两次测试, 取两次测试值的算术平均值作结果, 以分钟表示。两次测试值之差不得大于平均值的 5%。

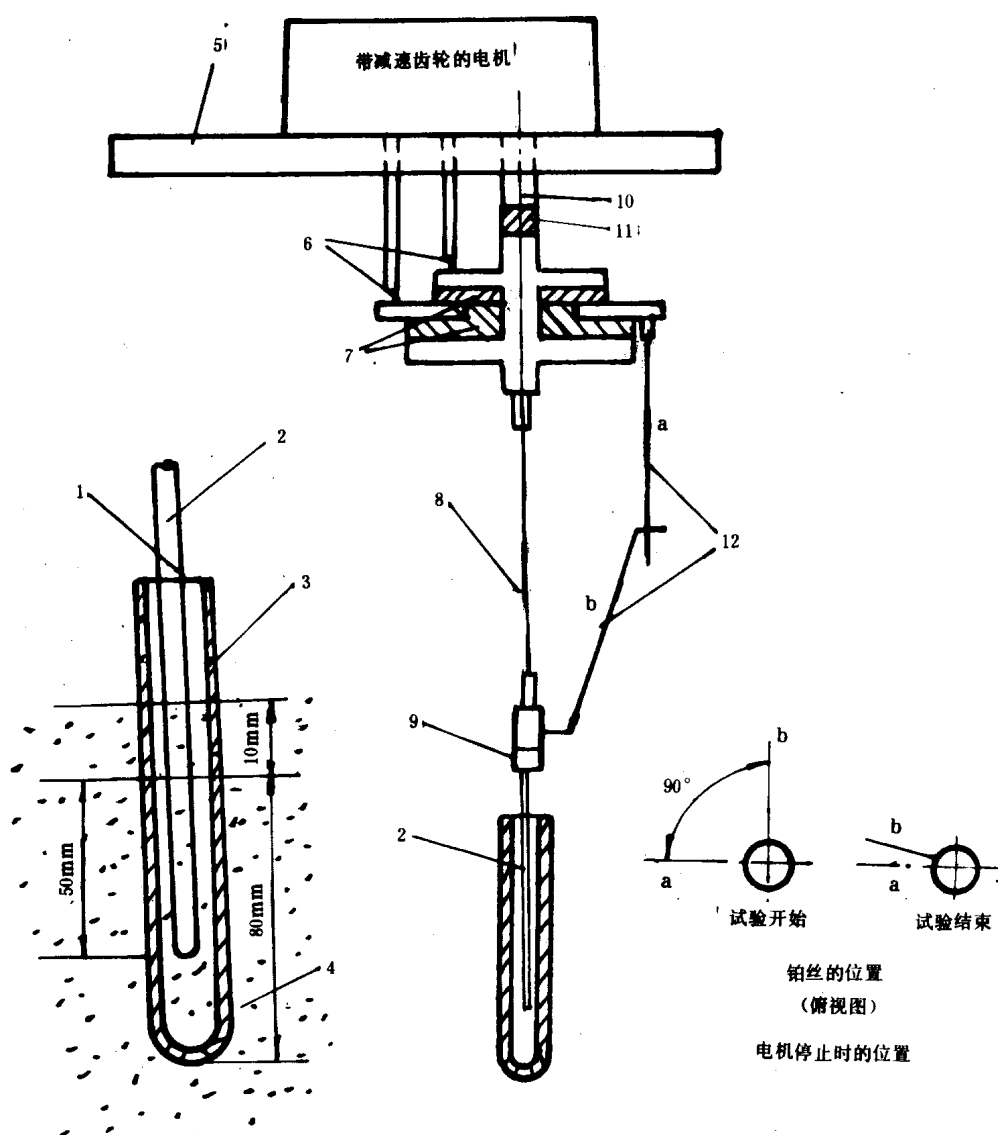


图1 用旋转玻璃棒测量胶凝时间的适宜装置示例图

- 1—玻璃棒标记;2—玻璃棒, $\phi 6\text{mm}$;3—试管;4—恒温浴;5—可调高度的支架;6—接点;
7—绝缘片;8—扭力丝;9—玻璃棒支撑;10—以 $1\sim 2\text{r/min}$ 速度转动的薄片轴;
11—绝缘接头;12—铂丝(试验结束时的位置)

8 针入度与时间的关系

8.1 试验装置

a. 钢针,如图2所示。钢针应满足下述要求,直径 $1.00\sim 1.02\text{mm}$,尖端对称磨成长为 $5.9\sim 6.7\text{mm}$ 的锥体,锥度角为 $8^{\circ}40'\sim 9^{\circ}40'$,截去针尖使成直径为 $0.14\sim 0.16\text{mm}$ 的平头,截锥体长为 $5.0\sim 5.8\text{mm}$,淬火精磨后,装在同轴同心的黄铜柄上。

b. 针入度计,装配在针入度计上的针杆,应可沿垂直的导轨做无显著摩擦的上下滑动。滑动部分(即针、针杆和配重块)的质量应为 $100\pm 0.25\text{g}$,针入深度读数可精确到 0.1mm 。

c. 试样容器,容器底面直径 25mm 、顶面直径 37mm 、高 32mm 的平底容器。

d. 计时装置,应保证使针入时间为 $5.0\pm 0.2\text{s}$ 。

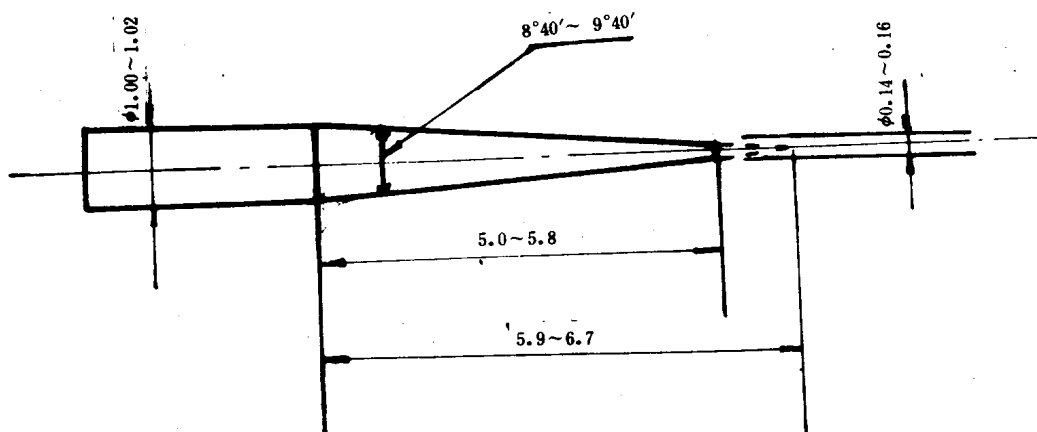


图2 针入度计的针

8.2 试验程序

按产品标准规定的组成配制复合物,复合物的量应足以填满试样容器。配制前各组份应在 $23 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 或产品标准规定的固化温度下放置 1h,然后将各组份混合后压入试样容器,注意不要裹入气泡,试样顶面应是水平状态。从试样混合完成后 5min 开始测量针入度依一定的时间间隔(视试样固化速度而定)重复进行测量,直至针入度小于 0.5mm 时结束。测量针入度时,将滑动针杆缓慢降低至针尖刚好与试样的顶面接触,测量点应距离容器壁及以前的测量点 4mm 以上,记录针入度计标记上的读数或把指示器调在零位(根据所用仪器类型而定)。然后迅速松开滑动杆,使其自由落下,经过 $5 \pm 0.2\text{s}$ 后,从标记上读取并记录针入深度,精确至 0.1mm。试验时仔细观察,如果发现试样容器有任何移动,则该次试验无效。测量三个试样。

8.3 结果

画出每一试样的针入度与时间的关系图。

9 放热温度峰

按 GB 7193.4 进行。并作如下补充规定:

- a. 各组份混合前应预热到与试验所规定的槽温一致。
- b. 对于一般类型的聚酯树脂类体系,恒温槽温度为 $80 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$,其它类型树脂体系,恒温槽温度按产品标准规定。
- c. 当树脂体系反应只放出少量热时,可加大试样量,这时可选用 250mL 的长颈圆底烧瓶,试样可装至烧瓶长颈的起始处。

10 贮存稳定性

10.1 粘度变化测定法

10.1.1 密闭容器中贮存

10.1.1.1 试验器材

- a. 干燥箱,容积 50L,自然通风;
- b. 可密闭容器,容积 250mL,可用磨口玻璃锥形烧瓶或不易被腐蚀、对试样呈惰性的金属容器;
- c. 粘度计,具有适合于测量贮存前后粘度范围的量程。

10.1.1.2 试验程序

首先,测量试样在 $23\pm 1^{\circ}\text{C}$ 时的初始粘度,然后称取 $200\pm 10\text{g}$ 试样放入可密闭容器中,确认密封后,放入 $50\pm 2^{\circ}\text{C}$ (或产品标准规定的温度) 温度的干燥箱中,经 96h (或产品标准规定的时间) 后,取出冷至 $23\pm 1^{\circ}\text{C}$,用测试初始粘度同一粘度计测试粘度。

10.1.1.3 结果

稳定性以贮存后粘度增加倍数来表示,按下式计算:

$$X_1 = \frac{\eta_2 - \eta_1}{\eta_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: X_1 ——试样贮存后粘度增加的倍数;

η_1 ——试样初始粘度;

η_2 ——试样贮存后的粘度。

10.1.2 敞口容器中贮存

10.1.2.1 试验器材

- a. 干燥箱,容积 50L,自然通风;
- b. 烧杯,500mL;
- c. 粘度计,具有适合于测量贮存前后粘度范围的量程。

10.1.2.2 试验程序

首先,测量试样 $23\pm 1^{\circ}\text{C}$ 时的初始粘度,然后称取 $350\pm 10\text{g}$ 试样放入烧杯中。将其放入 $50\pm 2^{\circ}\text{C}$ (或产品标准规定温度) 温度的干燥箱中,经 96h (或按产品标准规定的时间) 后取出,冷至 $23\pm 1^{\circ}\text{C}$,用测试初始粘度的同一粘度计测试粘度。如果产品所用活性稀释剂贮存时挥发损失,可在贮存时间到达后,按质量计添加失去的稀释剂,充分搅拌均匀后,再测量粘度。

10.1.2.3 结果

稳定性以贮存后粘度增加倍数来表示。按下式计算:

$$X_2 = \frac{\eta_4 - \eta_3}{\eta_3} \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_2 ——试样贮存后粘度增加的倍数;

η_3 ——试样初始粘度;

η_4 ——试样贮存后的粘度。

10.2 针入度变化测定法

10.2.1 试验器材

- a. 针入度测定装置,同 8.1;
- b. 干燥箱,容积 50L,自然通风。

10.2.2 试验程序

首先按 8.2 条方法制备好试样,并按该条测定试样在 $23\pm 1^{\circ}\text{C}$ 下的针入度。再将试样放入产品标准规定温度的干燥箱中贮存,经产品标准规定的时间后,取出冷却至 $23\pm 1^{\circ}\text{C}$,按 8.2 条测定针入度。

10.2.3 结果

稳定性以贮存后针入度降低的百分数表示。按下式计算:

$$X_3 = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_3 ——试样贮存后针入度降低的百分数, %;

L_1 ——试样的初始针入度, mm;

L_2 ——试样贮存后的针入度, mm。

11 高温下挥发份含量

11.1 试验器材

- a. 称量椅,如图 3 所示,上板和下板用不锈钢板或对试样呈惰性的材料制成。
- b. 分析天平,分度值 0.001g;
- c. 干燥箱,容积 50L,自然通风;
- d. 干燥器。

11.2 试验程序

将称量椅于 $110 \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥处理 15min 后,取出放入干燥器中,冷却至室温,称量,精确至 0.001g。将约 0.3g 的试样放在称量椅的下板上,并立即盖上上板进行称量,精确至 0.001g,然后取下上板悬挂在弯杆上,放入 $110 \pm 2^\circ\text{C}$ 自然通风的干燥箱中处理 15min (或按产品标准规定的温度和时间处理)后,把上板取下重新放在下板上,然后从干燥箱中取出称量椅放入干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.001g。

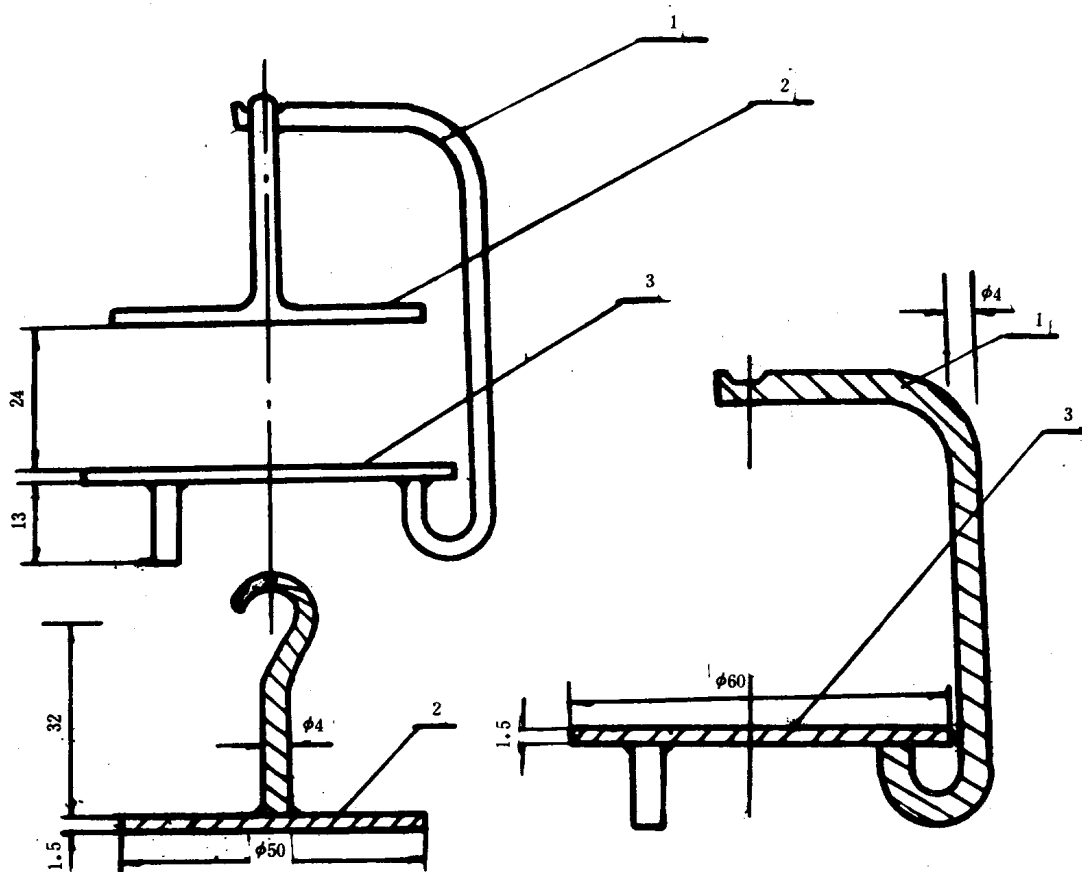


图 3 称量椅示意图

1—上、下板支撑架;2—上板及挂钩;3—下板

11.3 结果

高温下挥发份含量按下式计算:

$$X_4 = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: X_4 ——挥发份含量, %;

m_1 ——称量椅质量, g;

m_2 ——烘焙前称量椅和试样的总质量, g;

m_3 ——烘焙后称量椅和试样的总质量, g。

以三次测量值的中值作结果, 取两位有效数字, 同时报告另外两个测量值。

12 灰份

按 GB 1747 进行。灼烧温度 $900 \pm 25^\circ\text{C}$ 、时间 2h 或按产品标准规定。

13 填料含量

13.1 灼烧测定法

按本标准第 12 章进行。灼烧温度和时间按产品标准规定。

13.2 萃取测定法

13.2.1 试验器材

- 锥形烧瓶, 容量 100mL;
- 砂芯坩埚及抽滤装置, 砂芯坩埚孔径号为 G3;
- 分析天平, 分度值 0.001g;
- 丙酮、二氯甲烷或产品标准规定的溶剂, 化学纯;
- 干燥箱, 自然通风;
- 干燥器。

13.2.2 试验程序

首先将砂芯坩埚于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的干燥箱中干燥 30min 后, 取出放入干燥器中冷却至室温, 称量, 精确到 0.001g。然后称取 $3 \pm 0.1\text{g}$ 试样, 精确到 0.001g, 放入锥形烧瓶中, 加入 50mL 丙酮或二氯甲烷或产品标准规定的溶剂, 搅拌, 使可溶物完全溶解, 然后倒入称量过的砂芯坩埚中抽滤, 分离填料和溶液, 再用 100mL 溶剂分多次洗涤填料, 将盛有填料的坩埚在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 或与所用溶剂相适应的温度下干燥至恒重(经相隔 1h 的干燥时间, 变化不大于 0.01g 止), 称量, 精确到 0.001g。

13.2.3 结果

填料含量按下式计算:

$$X_5 = \frac{m_6 - m_4}{m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: X_5 ——填料含量, %;

m_4 ——坩埚质量, g;

m_5 ——试样质量, g;

m_6 ——坩埚和萃取后残存试样总质量, g。

以三次测量值的中值作结果, 取两位有效数字, 同时报告另外两个测量值。

14 酸值

按 GB 1981—89 中附录 C 进行, 聚酯树脂的酸值按 GB 2895 进行。

15 羟基含量

聚酯树脂的羟基含量按 GB 7193.2 进行。

16 环氧当量

按 GB 4612 进行。

17 卤素含量

按 GB 7139 中的 A 法进行。

18 表面干燥时间

按 GB 1981—89 中第 2.4 条进行。称取 5 ± 0.1 g 的试样,放入直径 75mm,深约 8mm 的平底铝箔器皿中,布满器皿底面。按产品标准规定的温度和时间烘焙。

19 薄层固化性

19.1 试验装置及器材

- a. 分析天平,分度值 0.001g;
- b. 带回流冷凝管的锥形烧瓶,容量 250mL;
- c. 平纹玻璃布,50mm×150mm,标重 55~75g/m²,密度 19~24 根/cm;
- d. 丙酮或产品标准规定的溶剂,化学纯;
- e. 静重测厚仪,测量头直径 6~8mm,压强 0.1MPa,分度值 0.01mm;
- f. 干燥箱,自然通风;
- g. 干燥器。

19.2 试验程序

19.2.1 试样制备

将玻璃布置于 $110 \pm 2^\circ\text{C}$ 的干燥箱中干燥 1h 后,取出放入干燥器中冷至室温,称量,精确至 0.001g,将玻璃布浸入待试复合物中,并随时摇动以排除气泡,使之充分浸透,约 5min 后取出,滴干 3~5min 后,将试样垂直挂在干燥箱中,按产品标准规定的温度和时间进行固化,固化时间到达后,取出试样,放入干燥器中冷却至室温,称量,精确到 0.001g,用静重测厚仪测量试样上、中、下部位的厚度。

19.2.2 测量试样中可溶物含量

将制备的试样放入带回流冷凝器的烧瓶中,加入 50mL 丙酮(或产品标准规定的溶剂),加热至沸腾,并在微沸下回流 1h,然后,从烧瓶中取出试样,在 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ (或与所用溶剂相适应的温度)下干燥 2h 后,取出放入干燥器中冷至室温,称量,精确至 0.001g。

19.3 结果

薄层固化性以固化试样中可溶物含量对固化试样量比百分数表示,按下式计算:

$$X_6 = \frac{m_8 - m_9}{m_8 - m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中: X_6 ——可溶物含量, %;

m_7 ——玻璃布质量, g;

m_8 ——浸渍复合物和玻璃布的总质量, g;

m_9 ——萃取后浸渍复合物和玻璃布总质量, g。

以三个试样测量值的中间值作结果,取两位有效数字,同时报告另外两个测量值以及每个试片上、中、下三部位的厚度。

20 厚层固化性

20.1 方法 A 试饼观察法

按 GB 1981—89 中 2.7 条进行,试样质量约为 10g,但需确保固化后试样厚度大于 4mm 厚,固化温度和时间按产品标准规定。

20.2 方法 B 硬度测定法

按本标准第 41 章进行。

20.3 方法 C 负荷下热变形温度测定法

按本标准第 42 章进行。

20.4 方法 D 可溶物含量测定法

20.4.1 试验装置及器材

- a. 分析天平,分度值 0.001g;
- b. 筛具,45 目和 60 目;
- c. 带回流冷凝管的锥形烧瓶,容量 250mL;
- d. 丙酮或产品标准规定的溶剂,化学纯;
- e. 砂芯坩埚及抽滤装置,砂芯坩埚孔径号为 G3;
- f. 干燥箱,自然通风;
- g. 干燥器。

20.4.2 试验程序

首先将砂芯坩埚于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥处理 30min,取出放入干燥器中冷至室温,称量,精确至 0.001g。然后,将按产品标准规定的温度和时间固化的试样饼(厚度大于 4mm)粉碎、过筛,称取 45 目筛孔至 60 目筛孔筛分试样 $3 \pm 0.1\text{g}$,放入锥形烧瓶中,加入 50mL 丙酮或产品标准规定的溶剂,加热至沸腾,并在微沸下回流 1h,冷至室温后,倒入已知质量的砂芯坩埚中,进行过滤,并用 100mL 所用溶剂分多次洗涤烧瓶和坩埚内容物。然后,将坩埚置于 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ 或产品标准规定溶剂相应的温度下,干燥 2h,取出放入干燥器中冷至室温,称量,精确至 0.001g。

20.4.3 结果

厚层固化性以固化试样可溶物含量对固化试样量比百分数表示,按下式计算:

$$X_7 = \frac{m_{11} - (m_{12} - m_{10})}{m_{11}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中: X_7 ——可溶物含量, %;

m_{10} ——坩埚质量, g;

m_{11} ——固化试样质量, g;

m_{12} ——萃取后固化试样和坩埚总质量, g。

以三个试样测量值的中值作结果,取两位有效数字,同时报告另外两个测量值。

21 复合物对铜的作用

按 GB 1981—89 中 2.8 条进行。只浸涂固化一次。

22 复合物对漆包线的作用

按 GB 1981—89 中 2.11 条进行。

23 浸渍树脂的浸渍

23.1 试验器材

- a. 螺旋线圈,制备方法按 GB 1981—89 中 3.2.1 条规定,所用漆包线的类型依复合物的耐热等级而定,推荐按表 1 选取。

表 1

被试复合物的耐温指数	130	155	180
螺旋线圈用漆包线类型	聚 酯	聚酯亚胺	聚酰亚胺或聚酰胺酰亚胺

- b. 天平,分度值 0.01g;
- c. 干燥箱,自然通风;
- d. 干燥器。

23.2 试验程序

先将螺旋线圈(内径 6.3mm,长 75mm)于 105℃下干燥 30min,取出后放入干燥器中冷至室温,称量,精确至 0.01g。然后将线圈垂直浸入复合物中,并仔细晃动消除气泡,浸渍 5min 后,以 10cm/min 的速度将线圈从复合物中取出,垂直悬挂在室内,滴干 3~5min 后,以垂直状态悬挂在干燥箱中,按产品标准规定的温度和时间进行固化,固化后取出放入干燥器中冷至室温,称量,精确至 0.01g。

23.3 结果

浸渍树脂浸渍量按下式计算:

$$X_8 = m_{14} - m_{13} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中: X_8 ——浸渍量,g;

m_{13} ——螺旋线圈质量,g;

m_{14} ——螺旋线圈浸渍试样固化后总质量,g。

以五个试样测量值的中值作结果,精确到 0.01g,并报告最大值和最小值。

24 总收缩率

24.1 试验器材

- a. 分析天平,分度值 0.001g,具有宽范围投影刻度的快速天平;
- b. 沉锤,质量 25 ± 5 g,已知 23℃的体积和所用材质的热膨胀系数;
- c. 硅油,已知 23℃温度下的密度。也可以用对试样无影响的其它已知密度的液体;
- d. 盛样容器。

24.2 试验程序

24.2.1 高温固化的复合物混合起始时间密度的测定

在空气中称量沉锤和吊线的质量。

对于混合时发生反应的复合物,将试样各组份分别加热到固化温度,然后混合,取各组份混合开始的瞬间作为时间起始点。混合后立即将复合物倒入盛样容器中,然后将已预热到试样固化温度的沉锤悬没在复合物中,测定沉锤(包括吊线)的表观质量与时间的函数关系,测定的时间间隔取决于复合物的固化反应特性。根据所测数据,用图解外推法确定沉锤(包括吊线)在时间起始点时的表观质量。

对于混合时不加引发剂不发生反应的复合物,则将各组份(除引发剂之外)混合在一起,加热到固化温度,然后倒入盛样器中,将预热到固化温度的沉锤悬挂在复合物中,测定沉锤(包括悬线)的表观质量。

注:①过氧化物引发剂由于有爆炸危险不允许加热。

②引发剂少量(1%~2%),对密度的影响可忽略不计。

24.2.2 室温固化的复合物起始密度的测定

按本标准第 5 章测量各组份密度。

24.2.3 固化浇铸件密度的测定

称取 25 ± 5 g 已混合好的复合物,倒入涂有脱模剂的试管中,按产品标准规定的温度时间进行固化。固化完成后,脱去试管,除净脱模剂,放入干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.001g。然后在 23 ± 0.5 ℃ 已知密度的硅油中,用浸渍法测定浇铸件(包括吊线)的表观质量和吊线在硅油中的表观质量。先用滤纸

吸净浇铸件上的硅油,再用石油醚彻底清洗,然后再在 $110 \pm 2^\circ\text{C}$ 或产品标准规定的温度下后固化 1h,取出浇铸件放入干燥器中冷至室温,再次测定浇铸件在空气中和 $23 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 的硅油中的表观质量。如果后固化浇铸件在空气中的表观质量和在硅油中的表观质量的差值与该次后固化前得到的差值变化超过后者的 0.2%,则重复清洗和后固化操作,直到变化小于 0.2%。

24.3 密度的计算

24.3.1 高温固化复合物混合起始时密度的计算

24.3.1.1 固化温度下沉锤体积按下式计算:

$$V_s = V_{23} + 3dV_{23}(T_g - 23) \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中: V_s ——沉锤在固化温度下的体积, cm^3 ;

V_{23} —— 23°C 时沉锤体积, cm^3 ;

d ——沉锤所用材质的线性热膨胀系数, $1/^\circ\text{C}$;

T_g ——复合物固化温度, $^\circ\text{C}$ 。

24.3.1.2 高温固化复合物混合起始密度(ρ_0)按下式计算:

$$\rho_0 = \frac{m_s + m_w - m_{s+w}}{V_s} \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中: ρ_0 ——复合物混合起始时的密度, g/cm^3 ;

m_s ——沉锤质量, g ;

m_w ——吊线质量, g ;

m_{s+w} ——沉锤和吊线在固化温度下复合物中混合起始时的表观质量, g ;

V_s ——沉锤在固化温度下的体积, cm^3 。

24.3.2 室温固化复合物混合起始时密度(ρ_0)按下式计算:

$$\rho_0 = \frac{(m_A + m_B) \times \rho_A \times \rho_B}{(m_A \times \rho_B) + (m_B \times \rho_A)} \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中: ρ_0 ——复合物混合起始时的密度, g/cm^3 ;

m_A ——A 组份质量, g ;

m_B ——B 组份质量, g ;

ρ_A ——A 组份密度, g/cm^3 ;

ρ_B ——B 组份密度, g/cm^3 。

24.3.3 固化浇铸件密度(ρ_g)按下式计算:

$$\rho_g = \frac{m_g \rho_i}{m_g + m_w - m_{g+w}} \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中: ρ_g ——固化浇铸件密度, g/cm^3 ;

m_g ——固化浇铸件质量, g ;

m_w ——吊线在硅油中的表观质量, g ;

m_{g+w} ——固化浇铸件和吊线在硅油中的表观质量, g ;

ρ_i ——硅油 23°C 时的密度, g/cm^3 。

24.4 结果

总收缩率以复合物在各组份开始混合时的密度与固化后的浇铸件在 23°C 时的密度变化量对复合物在各组份开始混合时密度比百分数表示,按下式计算:

$$X_g = \frac{\rho_g - \rho_0}{\rho_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中: X_g ——总收缩率, %;

ρ_0 ——复合物混合起始时的密度, g/cm^3 ;

ρ_s ——固化浇铸件密度, g/cm³。

第二篇 固化后复合物的试验

25 试样的一般说明

固化试样的制备按产品标准规定,一般应规定:

25.1 浇铸成型试样

a. 浇铸模具,对可聚合环氧胶一般用钢制浇铸模,并用硅脂或硅橡胶作脱模剂;对不饱和聚酯胶可用玻璃制浇铸模,并用1%~2%大豆卵磷脂溶液作脱模剂。

b. 浇铸条件,如温度、真空度、温度-时间程序以及后处理条件等。

c. 对于含填料的可聚合物,浇铸时应注意试样厚度及位置(水平或垂直),避免因填料沉降而影响结果。

d. 试样从浇铸板材上制取时,切削面应无影响性能的缺口及与切削方向成直角的擦痕。机械加工时,应避免过热损坏试样及污染试样表面。

e. 退火或后处理条件。

25.2 浸渍成型试样

所用底材及底材处理条件,浸渍温度及时间,固化温度及时间等。

25.3 固化试样的正常化处理

试验前试样应在23±2℃和相对湿度50%±5%条件下处理,处理时间为24h或按产品标准规定。

26 耐绝缘液体性

按GB 1981—89中3.3条进行,采用以玻璃布为底材,尺寸为100mm×50mm,经一次浸渍固化制成的任意涂膜厚度的试样。如复合物固化时挥发份较大,也可采用同电气性能试验用的浇铸试片。试片固化条件按产品标准规定。

27 耐溶剂蒸气性

按GB 1981—89中附录E进行。试样制备按本标准第26章进行。

28 耐化学试剂性

按GB 1763进行,试样制备按本标准第26章进行。

29 耐霉菌性

按GB 2423.16进行。

30 吸水性

按GB 5130—85中11章进行,采用正方形试样,边长为50±1mm,厚为3±0.2mm。试样制备和固化条件按产品标准规定。

31 水蒸气透过量

按GB 1037进行。

32 可燃性

按GB 11020—89中第7章进行。其结果也可以用平均有焰燃烧时间和平均破坏长度表示。

33 密度

按 GB 1033—86 中 A 法进行。

34 线性热膨胀系数

按 GB 1036 进行。试样应经后固化处理,以免测量时发生进一步收缩,除 GB 1036 中推荐的膨胀仪之外,任何用于测定线性膨胀系数精度为 $\pm 10\%$ 的膨胀仪均可使用,所用装置的精确度在所考虑的温度范围内测定的长度变化应在 $\pm 20\%$ 以内,对试样施加的压力应不大于 56kPa。在测试时以 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速度升温,读出并记录试样长度变化与对应的温度,作出试样长度变化与温度的关系曲线。曲线将能指出在试验温度范围内线性热膨胀系数是否发生变化,但不允许将结果通过转折点外推。从曲线上取两点确定长度变化和相应的温度范围,可计算该温度范围内的平均线性热膨胀系数,按下式计算:

$$X_{10} = \frac{\Delta L}{L_3 \cdot \Delta Q} \dots\dots\dots (14)$$

式中: X_{10} ——平均线性热膨胀系数, $1/^\circ\text{C}$;

ΔQ ——所取平均线性热膨胀系数的温度范围, $^\circ\text{C}$;

L_3 ——试样室温时的长度, mm;

ΔL ——所取温度范围内试样长度的增量, mm。

报告平均线性热膨胀系数时,同时注明适用的温度范围。

35 热导率

按 GB 3399 进行。

36 热冲击性

36.1 试验仪器与器材

a. 干燥箱,控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$,强制通风;

b. 冷却浴,干冰-乙醇浴或其它能达到规定温度的冷却媒质浴,冷却浴应有足够的热容量,以使试样浸入后其温度能保持在规定的范围内,冷却媒质对被试材料应是惰性的。

36.2 试样

36.2.1 八柱空心圆片嵌件(图 4 所示)试样

八柱空心圆片嵌件由 A3 钢机加工而成,形状及尺寸如图 4 所示。将嵌件充分脱脂后放置在直径约 45mm 的涂有脱模剂的平底铝箔器皿中部,然后将铝箔皿放在干燥箱中的水平台上,预热到产品标准规定的浇铸温度,然后将已预热到浇铸温度充分混合均匀和脱气的复合物灌入铝皿中,灌入时复合物的表面应与嵌件上部的四个支柱的顶部齐平,应小心操作,不得裹入气泡。按产品标准规定的温度和时间进行固化。固化时间到达后,趁热除去铝皿。共制备 5 个试样。

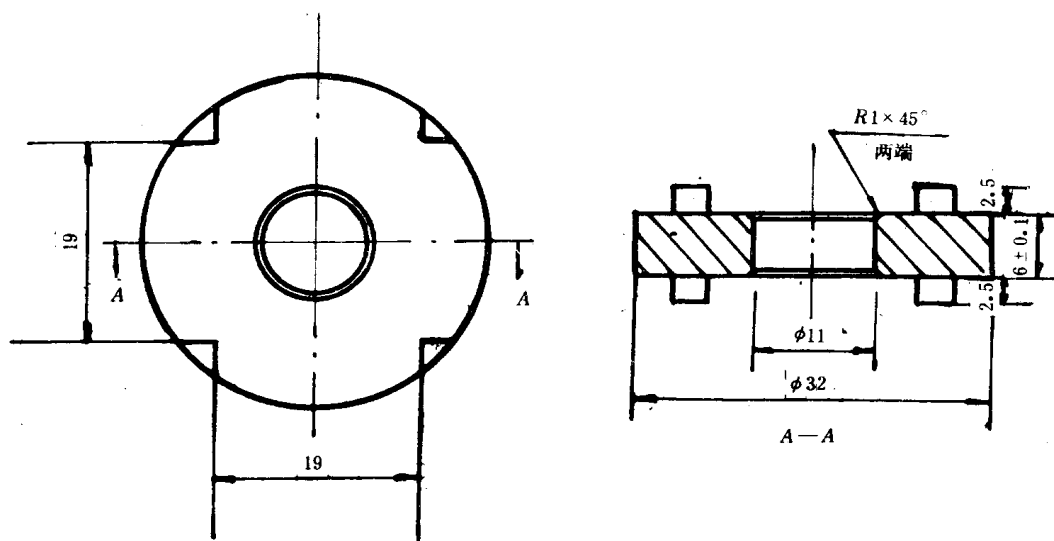


图4 八柱空心圆片嵌件

36.2.2 螺栓螺母嵌件试样

螺栓螺母嵌件由一个 M12×40 的六角平头钢制螺杆和一个在螺杆端部完全啮合的钢制六角螺母组成。螺栓螺母应加工光滑,无涂(镀)层,并充分脱脂。将嵌件悬挂在内径约 40mm 高度合适、内部涂有脱模剂的模具中,用复合物浇铸成直径 40mm,长 60mm 的圆柱形试样。浇铸时应使螺杆轴线与圆柱形试样同轴,并处在中间位置。浇铸固化操作同 36.2.1 条。共制备 5 个试样。

36.3 试验程序

将制备好的 5 个试样,放入按产品标准规定温度的干燥箱中,保持 30min(或按产品标准规定的时间)后取出立即放入配制好的干冰-乙醇浴(或按产品标准规定的冷浴媒质)中,经 10min(或按产品标准规定的时间)后取出,迅速吸去试样表面上的冷却媒质,检查试样是否出现开裂,如此为一个试验周期。重复上述操作,直至有两个试样出现开裂为止。

对于采用八柱空心圆片嵌件试样,允许在嵌件的四个三角柱处发生长度未超过产品标准规定的开裂现象。

36.4 结果

报告发生开裂的周期数及所用嵌件类型,冷、热温度及冷浴媒质。

37 粘结力

按 GB 1981—89 中 3.2 条进行。具体方法按产品标准规定。

38 弯曲强度

按 GB 9341 进行。并作如下补充规定:

- 试样宽度和厚度应测量精确至 0.01mm;
- 负荷应平稳增加,其速度应使试样在 15~45s 内破坏。

39 冲击强度

按 GB 1043 进行。

40 拉伸强度和断裂伸长率

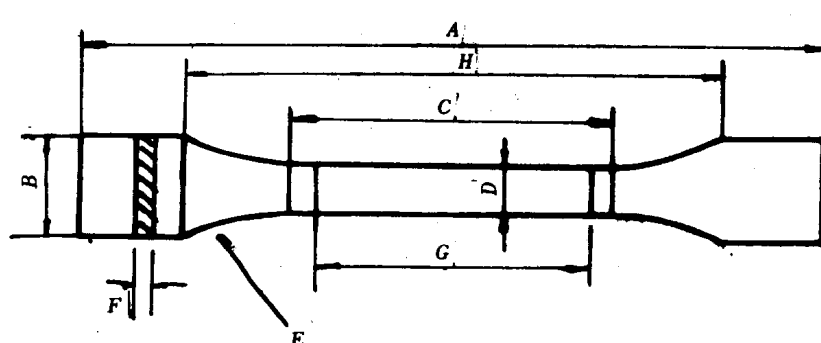


图5 拉伸试样尺寸

A—总长,最小值 150mm; B—端部宽度 $20 \pm 0.5\text{mm}$; C—窄的平行部分的长度 $60 \pm 0.5\text{mm}$;
 D—窄的平行部分的宽度 $10 \pm 0.5\text{mm}$; E—半径,最小值 60mm; F—厚度 $3.5 \pm 0.5\text{mm}$;
 G—标线间距离 $50 \pm 0.5\text{mm}$; H—夹具间的初始距离 $115 \pm 5\text{mm}$

40.1 刚性材料

按 GB 5130—85 中第 5 章进行。试样由浇铸固化而成,具体尺寸如图 5 所示。试验时同时测量拉伸前后标线之间的距离,以计算伸长率。

40.2 弹性材料

按 GB 528 进行。采用该标准规定的 I 型或 II 型试样,具体按产品标准规定。

41 硬度

41.1 刚性材料

邵氏硬度按 GB 2411 进行。

洛氏硬度按 GB 9342 进行。

41.2 弹性材料

硬度在 85~100IRHD 范围按 GB 11207 进行。

硬度在 30~85IRHD 范围按 GB 6031 进行。

硬度在 10~35IRHD 范围按 GB 9866 进行。

42 负荷下热变形温度

按 GB 1634 进行。试样尺寸为长 120mm,高 9.8~12.8mm,厚 3.0~4.2mm。浇铸成型。试样受载后最大弯曲正应力为 1.8MPa,也可按产品标准规定采用更高的弯曲负荷。

43 体积电阻率和表面电阻率

按 GB 1410 进行。并作如下补充规定:

a. 试样,除非产品标准另有规定,推荐采用直径 100mm 或 $100\text{mm} \times 100\text{mm}$,厚度为 $1.0 \pm 0.1\text{mm}$ 的浇铸片。试样固化条件按产品标准规定。每组试样至少 3 个。

b. 电极,推荐采用金属箔电极,电极直径 50mm;环电极内径 54mm,外径 74mm;下电极直径 74mm。

c. 测量电压,推荐采用 500V 试验电压。

44 电气强度

按 GB 1408 进行,并作如下补充规定:

- a. 试样,同本标准第 43 章中 a 条,试样至少 5 个。
- b. 电极,由黄铜或不锈钢制成,上电极直径 25mm,下电极直径 75mm。
- c. 升压方式,20s 逐级升压法。
- d. 试样处理及试验温度,媒质按产品标准规定。

45 介质损耗因数和相对介电常数

按 GB 1409 进行,并作如下补充规定:

- a. 试样和电极,工频和音频下测试时,试样和电极同本标准第 43 章的 a 和 b,高频下测试时,试样为直径 55mm 或 55mm×55mm 的浇铸片,电极为直径 50mm 的二电极系统。
- b. 试样处理、试验温度、试验频率、试验电压按产品标准规定。

46 耐漏电痕迹性

相比漏电起痕指数或耐漏电起痕指数按 GB 4207 进行;

恒定漏电起痕电压等级或逐级升压漏电起痕电压等级按 GB 6553 进行。

47 电解腐蚀

按 GB 10582 进行,具体方法按产品标准规定。

48 耐放电性

按 JB 3282 进行。

49 热失重

49.1 试验设备

- a. 分析天平,分度值 0.001g;
- b. 热老化箱,控温精度±2℃,强制通风。

49.2 试样

试样为 51mm×51mm×6.4mm 的浇铸片,厚度偏差为±0.1mm,长度和宽度的偏差为±1mm。每一样品进行三个温度点的试验,每一试验温度最少三个试样。制样时采用合适的模具浇铸成型,按产品标准规定的条件进行固化,固化后从模具中取出试样,应清洗净脱模剂,放入干燥器待用。

49.3 试验程序

49.3.1 从干燥器中逐个取出浇铸试样片,进行称量,精确至 0.001g。

49.3.2 将试样置于热老化箱内的网架上,根据材料的预计使用温度,按表 2 的规定进行三个温度点的热失重试验。试验时间,一般推荐为 96h。当需要较多数据时,可采用如下的时间周期:24,48,72,96,168h 或更长。也可按产品标准规定。

49.3.3 试验周期结束,将试样从热老化箱中取出,放入干燥器内冷却至室温,称量,精确至 0.001g。

49.4 结果

热失重以试样经高温作用后的质量损失量对高温热作用前的质量比百分数表示,按下式计算:

$$X_{11} = \frac{m_{15} - m_{16}}{m_{15}} \times 100 \dots\dots\dots (15)$$

式中: X_{11} ——热失重, %;

m_{15} ——试样高温作用前的质量, g;

m_{16} ——试样高温作用后的质量, g。

表 2

材料预计使用温度,℃	试 验 温 度,℃		
105	130	150	180
130	150	180	200
155	180	200	220
180	200	220	240
200	220	240	260
220	240	260	280

以每个试验温度点的三个试样测试结果的算术平均值作为这一试验温度点的试验结果,报告三个试验温度点的测试结果。

50 长期耐热性

按 GB 11026.1 进行。试验方法和失效标准按产品标准规定。

附加说明:

本标准由中华人民共和国机械电子工业部提出。

本标准由全国绝缘材料标准化技术委员会归口。

本标准由机电部桂林电器科学研究所负责起草。

本标准主要起草人李秉松: