

前 言

本标准自 1997 年 7 月 1 日起实施，1998 年 1 月 1 日起电工级氧化镁及其制品均应符合本标准的规定。

本标准由全国工业电热设备标准化技术委员会提出。

本标准由机械工业部西安电炉研究所归口。

本标准起草单位：上海振泰化工厂、扬州江都星光电器有限公司。

本标准主要起草人 李再兴 宗巍

本标准于 1996 年 11 月 7 日首次发布。

本标准委托机械工业部西安电炉研究所负责解释。

电工级氧化镁

1 范围

本标准规定了电工级氧化镁及其制品的各项要求，包括产品分类、技术要求、试验方法、检验规则及订购和供货等。

本标准适用于按 JB 4088 和 JB/T 2379 制造的管状电热元件用或其他电工产品用的电工级氧化镁。

供在特殊场合下使用的管状电热元件中的电工级氧化镁，除符合本标准外，还应符合相应标准的特殊要求。

2 引用标准

下列标准包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1234—85 高电阻电热合金

JB 4088—85 日用管状电热元件

JB/T 2379—93 金属管状电热元件

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 电工级氧化镁

指电熔结晶氧化镁块经破碎并对不同颗粒尺寸(目数)按一定比例配合，直接或改性后用于管状电热元件中作为在高温下导热的绝缘介质，以下简称氧化镁。

3.2 电工级氧化镁制品

由于结构设计与工艺加工上的需要，将氧化镁先加工成具有一定形状和强度，又基本不损坏氧化镁性能的成品，以下简称制品。

3.3 测试用电热元件

为进行氧化镁有关性能的测试，按规定的设计与制作方法加工成的专用管状电热元件，以下简称元件。

3.4 氧化镁改性

指有针对性地在氧化镁电熔时掺杂、对氧化镁包裹一层物质或对氧化镁掺杂等以改善氧化镁的某些性能而不影响它的使用，或整体改善氧化镁性能的处理过程。

3.5 灼烧减量，%

通过加热灼烧去除氧化镁中的水份以及任何含炭杂质或挥发物，其减量占原重量的百分比称为灼烧减量。

3.6 流率，s/100 g

100 g 氧化镁自然地通过一个标准漏斗孔所需的时间。

3.7 振实密度，g/cm³

氧化镁通过一个与测流率时相同的漏斗孔口，流入一根按规定的频率、振幅和时间作振动的标准管

中而测算的密度。

3.8 压实密度, g/cm^3

在元件中截取一段测算出的密度。

3.9 烧结指数, g

表示氧化镁在规定的温度下烧结程度的数值。其值等于用特制形状的探针穿过经烧结的氧化镁达到预定的深度时加在探针上的重物和探针的质量之和。

3.10 吸水率, %

指氧化镁在蒸汽侵蚀下的吸水能力。用增量占原重量的百分比来表示。

3.11 工作温度(T), $^{\circ}\text{C}$

通电内加热使元件在规定的寿命期内均无损坏的元件发热表面所允许的最高温度。

3.12 过热试验

通电内加热使元件表面的温度超过工作温度 200°C (但元件表面的温度不得高于 1000°C), 并保持 0.5 h 的试验。

3.13 热冲击试验

通电内加热使元件表面温度迅速达到工作温度, 并保持 0.5 h 的试验。升温速率不低于 $200^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

3.14 氧化镁绝缘电阻, $\text{M}\Omega$

按规定的方法测试出元件的绝缘电阻称为氧化镁绝缘电阻, 分为工作温度下、室温下和潮态下的绝缘电阻。

3.15 绝缘耐压强度

按规定的方法测试出元件的绝缘耐压强度称为氧化镁绝缘耐压强度, 分为工作温度下、室温下和潮态下的绝缘耐压强度。

3.16 泄漏电流, mA

按规定的方法测试出元件的泄漏电流称为氧化镁的泄漏电流, 分为工作温度下、室温下和潮态下的泄漏电流。

3.17 寿命, h

元件在工作温度下通电内加热直到损坏的累计工作时间。

3.18 加速寿命试验

通电内加热使元件的表面温度达到 927°C , 在加热冷却的循环中测出元件的电气绝缘阻抗(主要是绝缘电阻)或测量氧化镁的泄漏电流, 直到损坏的试验。

3.19 损坏

元件有下列情况之一即被视为损坏:

- 绝缘耐压强度低于 2000 V , 泄漏电流值大于 5 mA 或绝缘电阻低于 $1\text{ M}\Omega$, 又不可恢复;
- 外壳有火焰发射熔融物, 表面严重腐蚀或其他不允许恢复的损坏。

4 产品分类

4.1 分类

氧化镁按制作方法与主要用途分为以下四类:

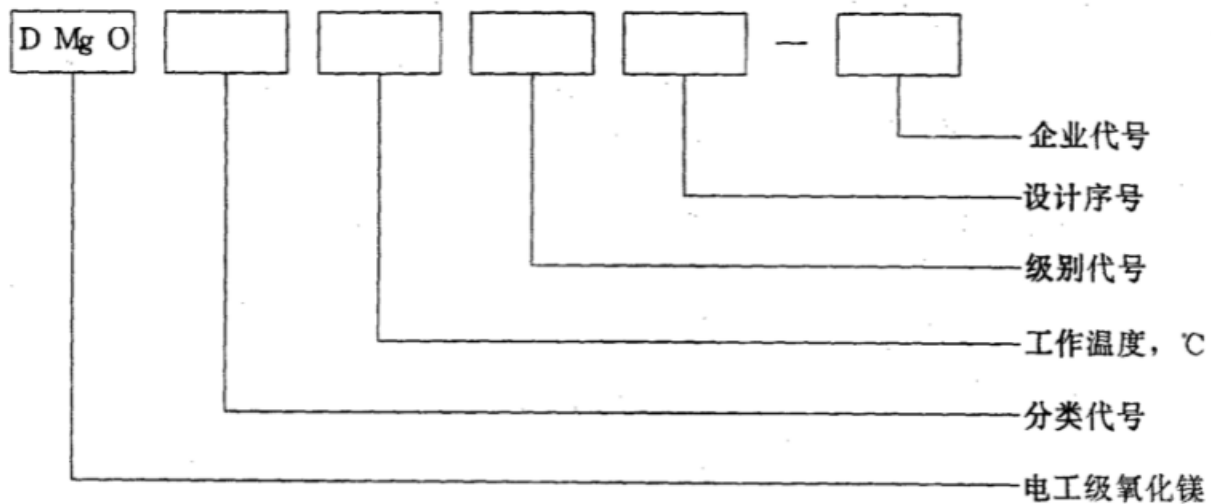
- 普通氧化镁 分类代号 P;
- 低温防潮氧化镁 分类代号 D;
- 中温防潮氧化镁 分类代号 Z;
- 高温氧化镁 分类代号 G。

4.2 分级

氧化镁按铁磁杂质的含量分为 A、B、C 三级。

4.3 型号

氧化镁的型号及其所代表的含义规定如下：



5 氧化镁的技术要求

5.1 化学成份

各类氧化镁的主要化学成份应符合表1的要求。

表 1

%

类 别	MgO	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂ 等
普通氧化镁	≥97	<1.2	<0.7	<0.2	
低温防潮氧化镁	≥94	<1.0	<0.7	<0.2	
中温防潮氧化镁	≥92	<0.6	<0.5	<0.2	
高温氧化镁	≥90	<0.6	<0.5	<0.15	

5.2 铁磁杂质的含量

氧化镁的铁磁杂质的含量应符合以下规定：

A 级：≤0.030%

B 级：≤0.015%

C 级：≤0.005%

5.3 颗粒配比

供方必须提供颗粒配比。

需方可要求供方提供特别的配比。

本标准推荐下列颗粒配比：

40~60 目 32±7%

40~80 目 55±7%

40~140 目 80±6%

40~200 目 90±6%

40~325 目 97±3%

5.4 灼烧减量

氧化镁的灼烧减量应不大于 0.2%。

5.5 吸水率

氧化镁的吸水率不得高于下列规定：

普通氧化镁 1.50%

低温防潮氧化镁 0.05%

中温防潮氧化镁 0.10%

高温氧化镁 0.10%

5.6 烧结指数

氧化镁的烧结指数应为 100 ± 20 g。需方可以要求供方提供特别的烧结指数。

5.7 流率

氧化镁的流率应不大于 45 s/100 g。

5.8 振实密度

氧化镁的振实密度应不小于 2.3 g/cm³。

5.9 压实密度

氧化镁的压实密度应不小于 3.05 g/cm³。

5.10 工作温度

供方必须提供氧化镁的工作温度。

本标准规定各类氧化镁的工作温度范围如下：

普通氧化镁 300~600℃

低温防潮氧化镁 300~500℃

中温防潮氧化镁 >500~800℃

高温氧化镁 >800~1100℃

5.11 绝缘电阻

各类氧化镁的绝缘电阻应不低于表 2 规定的值。

表 2

MΩ

类 别	工 作 温 度	室 温	潮 态
普通氧化镁	2	1000	0.5
低温防潮氧化镁	10	1000	50
中温防潮氧化镁	10	1000	2
高温氧化镁	10	1000	2

5.12 绝缘耐压强度

氧化镁应能承受频率 50 Hz，基本正弦波的下列规定试验电压历时 1 min，动作电流为 2 mA 的耐压试验而不闪络和击穿。

工作温度 2000 V

室 温 3000 V

潮 态 2000 V

注：需方亦可要求用 60 Hz 测试。

5.13 泄漏电流

氧化镁的泄漏电流不得超过表 3 规定值。

5.14 热冲击

氧化镁应能承受热冲击试验，试验后元件不得损坏，且电性能仍应符合 5.11、5.12、5.13 要求。

表 3

mA

类 别	工 作 温 度	室 温	潮 态
普通氧化镁	0.2	0.1	0.5
低温防潮氧化镁	0.1	0.1	0.1
中温防潮氧化镁	0.2	0.1	9.2
高温氧化镁	0.2	0.1	0.5

5.15 过热

氧化镁应能承受过热试验，试验后元件不得损坏，且电性能仍应符合 5.11、5.12、5.13 要求。

注：若要求同时做热冲击和过热试验，可将两者合并成先做热冲击，后做过热试验。

5.16 导热系数

氧化镁的导热系数应不低于 $2 \text{ W/m}^\circ\text{C}$ ，测试温度在 T 减 100°C 至 T 加 50°C 区间内选择两点 T_1 和 T_2 ，且 T_2 减 T_1 之差为 110°C ，高温氧化镁测试温度 T_2 等于 925°C ， T_1 等于 815°C 。

5.17 电阻率

氧化镁的电阻率不得低于表 4 规定值。

表 4

温度 $^\circ\text{C}$	600	700	800	875	900	975	1000	1100
电阻率 $\Omega \cdot \text{cm}$	5.0×10^3	1.5×10^3	3.0×10^3	8.0×10^3	5.0×10^3	1.4×10^3	1.0×10^3	3.0×10^3
注： 1 选择的测试温度介于上述温度点之间，用线性内插法定电阻率。 2 测试温度在 T 减 50°C 至 T 加 100°C 区间内选择两点，且 T_2 减 T_1 等于 100°C ，高温氧化镁 T_2 等于 975°C ， T_1 等于 875°C 。								

5.18 寿命

氧化镁工作温度下的寿命应不少于 10000 h。但高温氧化镁寿命由供方自定。供方亦可同时提供测试温度为 927°C 时的加速寿命。

6 制品的技术要求

6.1 制品原料

制品必须采用合格的氧化镁制造，但 5.6、5.7、5.8 不作考核。

6.2 粘合剂

粘合剂经过 1000°C 灼烧应没有残留物，并对氧化镁没有侵蚀作用。

6.3 烧结温度

制品的烧结温度应不低于 1200°C 。

6.4 硬度

制品的硬度，以手捏不碎，但能用锉刀加工为准。

6.5 表面

制品表面光洁平整，不可有深度大于 1.5 mm 的缺陷。

6.6 密度

制品烧结后的密度不低于 2.3 g/cm^3 。

6.7 方形制品的平面倾斜度

方形制品的平面倾斜度应不大于 3° 。

6.8 抗压强度

制品的抗压强度应不低于 1.5 MPa。

6.9 外形尺寸

制品的外形尺寸必须符合按规定程序批准的图样要求。

7 试验方法

本章各试验方法均未涉及操作过程中的安全问题，试验者应自行确定一种安全的操作方法。

7.1 抽样和减少到试验重量的方法

7.1.1 设备

a) 分离机含有由单一加料漏斗供料的一系列斜槽，这些斜槽应适当地布置，使每一个隔开的斜槽能送料到抽样的一侧，两板之间的间隔必须在 1.6~3.2 mm 之间，分离机应能得到均匀的分离；

b) 不锈钢勺；

c) 拌和器，任何适合商用的拌和器，最小用量为 45 kg。

7.1.2 步骤

a) 大量(约 45 kg)的减少；

b) 任意从产品的一个或多个包装中抽取氧化镁放置在合适的拌和器内，至少拌和 15 min；

c) 从拌和器的各个部分，至少分 5 勺取满 1 dm³ 的氧化镁试样；

d) 对 1 dm³ 试样的减少；

e) 通过分离机的孔口把上述 1 dm³ 试样均匀地倒入分离机；

f) 当全部试样倒入后轻拍分离机的侧面，以确认没有堆积现象。分离开始时和结束时的那部分氧化镁除去不用；

g) 如果要求较小的试样，就重复分离过程。

7.1.3 分离精度

从分离机的两边得到的试样，按 7.4 测试留在任何一个筛子上的试样百分比重量，其值应不超过留在筛子上平均百分比重量的 3%。

7.2 化学成份的分析方法

7.2.1 仪器与设备

a) 滴定管 50 mL, 5mL；

b) 容量瓶 1000 mL, 500 mL, 250 mL, 100 mL；

c) 移液管 50 mL, 25 mL；

d) 锥形瓶 250mL；

e) 烧杯 1000 mL, 500 mL, 250 mL, 100 mL, 50mL；

f) 瓷皿 500 mL, 250 mL, 100 mL；

g) 铂坩埚 25 mL；

h) 氧化铝或瓷坩埚 500 mL；

i) 分析天平，感量 0.1 mg；

j) 马弗炉 1300℃；

k) 721 型分光光度计；

l) 比色皿。

7.2.2 试剂

a) 盐酸 12 mol/L, 6 mol/L, 1+20(1 mL 浓盐酸+20 mL 水)；

b) 氨水：浓氨水，6 mol/L, 1+3(1 mL 氨水+3 mL 水)；

c) 氨—氯化铵缓冲剂溶液，pH 等于 10；

d) 甲基红指示剂，0.1%乙醇溶液；

- e) 铬黑 T 指示剂, 0.5%乙醇溶液;
- f) 三乙醇胺溶液, 三乙醇胺与水的比是 1 比 1;
- g) EDTA 标准溶液, 0.02 mol/L、0.05 mol/L;
- h) 甘露醇;
- i) 氢氧化钾, 15%水溶液;
- j) 钙羧指示剂 [2-羧-1-(2-羧-4-磺酸-1-萘基偶氮)-3-萘甲酸] 1%固体指示剂;
- k) 氢氟酸 48%;
- l) 碳酸钠固体;
- m) 硫酸, 18 mol/L, 6 mol/L;
- n) 标准铁溶液 0.01 mg/mL;

称取 0.8634 g $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 置于杯中, 加入 20 mL 水和 20 mL 1 比 1 的盐酸, 溶解后转移到 1000 mL 容量瓶中, 以水稀释到刻度, 摇匀, 得到 0.1 mg/mL 溶液, 需用时, 用容量瓶稀释 10 倍, 即得到 0.01 mg/mL 溶液。

- o) 邻二氮菲, 0.15%溶液新鲜配制;
- p) 盐酸羟胺, 10%水溶液, 临用时配制;
- q) 醋酸钠, 1 mol/L。

7.2.3 抽样

按 7.1 方法抽取 20 ± 1 g 的氧化镁。

注: 若氧化镁改性后会对化学成份分析带来不便, 可对试品进行灼烧预处理, 即把 20 g 试品放入氧化铝或瓷坩埚内, 然后放入马弗炉灼烧, 灼烧的温度 $1000 \pm 25^\circ\text{C}$, 时间 2 h, 随炉冷却到 600°C , 打开炉门随炉冷却到室温, 在整个灼烧的过程中要防止杂质掺入氧化镁。

7.2.4 氧化镁(MgO)含量的测定

称取 0.5 ± 0.0001 g 样品置于 100 mL 烧杯中, 加 10 mL 水湿润, 加 10 mL 浓盐酸, 用小火加热样品完全溶解, 加一滴甲基红指示剂和 20 mL 水, 用 6 mol/L 氨水中和至刚现黄色, 再过量一点滴, 转移到 250 mL 容量瓶中, 加水稀释到刻度, 摇匀, 把干滤纸置于漏斗, 过滤入干燥的容器中, 弃去最初的 20 mL, 正确移取澄清液 25 mL 置于 250 mL 锥形瓶中, 加 50 mL 水和 10 mL 氯化铵缓冲溶液(pH 为 10), 加热到 $50 \sim 60^\circ\text{C}$, 在摇动下用 0.05 mol/L 的 EDTA 溶液滴定, 在临近终点时加入 3~4 滴铬黑指示剂, 继续滴定至溶液由紫红变成蓝色为终点, 根据下列公式计算氧化镁的含量:

$$\text{MgO}\% = \frac{V \times M \times 0.04032}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 - \text{CaO}\% \times \frac{40.32}{56.08} \quad \text{..... (1)}$$

式中: V——耗用 EDTA 标准溶液的体积, mL;

M——EDTA 标准溶液的摩尔浓度, mol/L;

m——称取的氧化镁样品的质量, g;

0.04032——每毫摩尔质量, g;

40.32/56.08——氧化钙换算成氧化镁的质量系数;

CaO%——见式(2)。

7.2.5 氧化钙(CaO)含量的测量

量取氧化镁溶液 50 mL, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入水 20 mL, 甘露醇 0.5 g, 三乙醇胺(1 比 2)溶液 5 mL, 15%氢氧化钾溶液 15 mL 和钙羧指示剂 0.1 g, 溶解后从微量滴定管中以 0.02 mol/L EDTA 溶液滴定至溶液由酒红色转变为蓝色为终点, 根据下列公式计算氧化钙含量:

$$\text{CaO}\% = \frac{V \times M \times 0.05608}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad \text{..... (2)}$$

式中: V ——滴定耗用 EDTA 标准溶液的体积, mL;

M ——EDTA 标准溶液的摩尔浓度, mol/L;

m ——称取的氧化镁样品质量, g。

7.2.6 二氧化硅(SiO_2)含量测定

7.2.6.1 称取氧化镁试样 1 ± 0.0001 g 置于铂坩埚中, 加入 5 g 无水碳酸钠与氧化镁充分混合, 盖上盖子, 在大煤气灯上加热熔融至溶解, 然后冷却, 坩埚放入有 200 mL 纯水的瓷皿中, 充分浸洗坩埚。

取出浸洗后的坩埚, 用水洗净外壁, 洗液应入瓷皿中, 在坩埚中小心加入少量浓盐酸再次洗涤坩埚内壁。

7.2.6.2 在瓷皿上盖上表面皿, 在瓷皿中小心加入浓盐酸 30 mL, 把瓷皿放在水浴上蒸发到干, 冷却后再用 20 mL 盐酸和少量水洗涤内壁, 然后再在水浴上蒸发至干, 从水浴上取下冷却, 在瓷皿中加入浓硫酸 25 mL, 水 175 mL 充分搅拌溶解, 然后将溶液和沉淀物用漏斗过滤, 过滤后用 (1+20) 盐酸洗滤纸 5~6 次, 沉淀物作为测定 SiO_2 含量用, 滤液作测定铁铝氧化物用。

7.2.6.3 将沉淀物转移到清洁恒重的铂坩埚中, 进行烘干, 碳化, 灰化和灼烧, 在 1200°C 下保温 20 min, 冷却称量。残渣用少量水湿润, 加 5 滴浓 H_2SO_4 和 15 mL 氢氟酸 (HF) 蒸发到 H_2SO_4 完全失去, 在 1200°C 下灼烧 5 min, 冷却称量求出失去的 SiO_2 重量, 根据下列公式计算出 SiO_2 的含量:

$$\text{SiO}_2\% = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: W_1 ——原残渣的重量, g;

W_2 ——用 HF 处理后残渣的重量, g;

W_0 ——称取原试样的重量, g。

7.2.7 三氧化二铁(Fe_2O_3)和三氧化二铝(Al_2O_3)含量的测定。

称取氧化镁 (MgO) 2.5 ± 0.0001 g 置于洁净的 100 mL 烧杯中, 加入少量的水, 使氧化镁成稀浆状。然后在烧杯中加入浓盐酸 10 mL, 边加热边搅拌, 使氧化镁溶解。若发现氧化镁未完全溶解可在烧杯中再加入少量盐酸, 使之完全溶解。当氧化镁完全溶解后, 加热煮沸溶液 5 min, 乘热过滤, 将溶液滤入 250 mL 洁净烧杯中, 过滤后用纯水洗涤滤纸 4~5 次, 每次用水 10 mL 左右, 在滤液中滴入氨水至溶液成微碱性 (也可在溶液中加入几滴酚酞溶液, 加氨至溶液刚出现红色), 煮沸溶液 2 min 乘热过滤, 将沉淀物转入滤纸中, 用稀氨水洗涤沉淀物 4~5 次, 洗涤完毕后滤纸放入预先称重的坩埚中灼烧至恒重, 根据算出的重量计算铁铝的含量:

$$\text{R}_2\text{O}_3\% = \frac{W_2 - W_1}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: W_1 ——空坩埚的重量, g;

W_2 ——空坩埚加沉淀物的重量, g;

W ——氧化镁的重量, g。

7.2.8 三氧化二铁(Fe_2O_3)含量的测定

该测定方法分两个步骤进行:

a) 测绘标准曲线

- 1) 系列标准溶液的配制显色。在 5 只 5 mL 容量瓶中, 用吸量管分别加入 2 mL, 4 mL, 6 mL, 8 mL, 10 mL 标准铁溶液 (0.01 mg/mL), 再分别加入 1 mL 10% 盐酸羟胺, 2 mL 0.15% 邻二氮菲和 5 mL 醋酸钠溶液, 以水稀释至刻度, 摇匀。
- 2) 参比试剂溶液的配制。在 50 mL 容量瓶中分别加入 1 mL 10% 盐酸羟胺, 2 mL 0.15% 邻二氮菲和 5 mL 1 mol 醋酸钠溶液, 以水稀释至刻度, 摇匀。
- 3) 最佳吸收波长的选择。取前述某一溶液 (如含标准铁溶液 6 mL 的溶液), 用 1 cm 比色皿以试剂溶液作参比溶液, 在 440~560 nm 间隔内, 每隔 10 nm 测定一次吸光度, 在最大吸收区域内, 每隔 5 nm 测定一次, 以吸光度为纵座标, 波长为横座标, 绘制吸收曲线, 从而选

择测量铁的适宜波长。

- 4) 标准曲线的制作。在选择适宜的波长下,用 1 cm 比色皿以试剂溶液作为参比溶液,测定上述各溶液的吸光度,以标准铁的毫升数作横座标,相应的吸光度为纵座标,绘制吸光度对毫升数的标准曲线。

b) 测定含量

称取氧化镁 0.25 ± 0.0001 g 置于 100 mL 烧杯中,加入水 5 mL,浓盐酸 5 mL,加热溶解氧化镁,完全溶解后,将溶液全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,取溶液 4 mL 置于 50 mL 容量瓶中,在瓶中分别加入 1 mL 10% 盐酸羟胺,2 mL 0.15% 邻二氮菲和 5 mL 1 mol/L 醋酸钠溶液,以水稀释至刻度,摇匀。

在所选择的最适宜的测铁波长下,用 1 cm 比色皿以试剂溶液作参比溶液,测定上述溶液的吸光度,根据测得的吸光度值,在标准曲线上找出相对应横座标上的标准溶液的毫升数,计算氧化镁中含铁百分数。

$$\text{Fe}_2\text{O}_3\% = \frac{0.01 \times V_1 \times 14.3}{W V_2} \dots\dots\dots (5)$$

式中: 0.01——标准铁溶液浓度;

14.3——换算因子;

W——氧化镁重量, g;

V_1 ——被测溶液吸光度相对应的横座标上毫升数, mL;

V_2 ——被测溶液取样体积(4 mL)。

7.2.9 三氧化二铝含量的计算

根据 7.2.7 测定的 $(\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3)$ 含量和 7.2.3 测定的 Fe_2O_3 含量用下式计算:

$$\text{Al}_2\text{O}_3\% = R_2\text{O}_3\% - \text{Fe}_2\text{O}_3\% \dots\dots\dots (6)$$

7.2.10 精度与偏差

7.2.10.1 氧化镁化学成份分析应做两次,并以它们的平均值为结果。

7.2.10.2 重复测定应处于平均值的 $\pm 1.0\%$ 内。

7.2.10.3 如果发现变动过大应做第三次测定。

7.3 铁磁杂质含量的测定方法

7.3.1 设备

- 磁分析仪,根据仪器的使用手册,进行校准;
- 实验室天平,称重能力为 130 ± 0.1 g。

7.3.2 步骤

- 按 7.1 方法获取试样样品;
- 称 130 ± 0.1 g 样品;
- 将重量刻度调整到 130 g;
- 令分类选择开关到 0.1;
- 在样品管中流空的情况下调整仪器零点;
- 将试验样品转移到样品管中;
- 把样品管插入仪器样品分解器中,直接从显示器上读出磁性材料含量的百分数,精确到 0.001%。

7.4 筛子分析方法

7.4.1 方法概述

通过一连串筛子筛分氧化镁试样,称出留在每个筛子上的重量,并将其占试样的百分比记录下来。

7.4.2 设备

- a) 摇动筛分机;
- b) 不锈钢标准筛子、底盘和盖子;
筛网目数(网眼尺寸): 40(425 μ), 60(250 μ), 80(180 μ), 140(110 μ), 200(75 μ), 325(45 μ);
- c) 定时器;
- d) 天平;
- e) 不锈钢接受盘子若干。外形尺寸不小于与筛子配套的底盘的尺寸;
- f) 非金属刷子;
- g) 小型橡胶棒或小锤。

7.4.3 筛子的校准

- a) 试验站应备有两套筛子, 正常使用时用第一套, 第二套作为校准筛子, 当第一套筛子作过 50 次筛分后, 用第二套筛子进行试样比较;
- b) 当第一套筛子磨损后就用第二套筛子来代替, 同时再准备一套新筛子替换第二套校准筛子;
- c) 筛子网眼的检查采用与新筛子作比较的方法, 即从同一批材料中抽取两个相同的 100 g 的氧化镁试样, 然后用同样的步骤通过筛子比较, 通过正在测试的筛子的氧化镁的量与通过新筛子的量, 其重量的允差应在 $\pm 3\%$ 之内, 或送计量鉴定单位检查;
- d) 筛子网眼有下述情况之一就应进行检查:
 - 1) 如果筛子松动;
 - 2) 如果筛子阻塞;
 - 3) 当筛子用过 200 次或 6 个月后;
- e) 用于测试的筛子不能用于其他用途;
- f) 筛子应该用软刷保持清洁, 如果有必要, 则可采用下列方法清洗:
 - 1) 用三氯乙烯脂剂清洗;
 - 2) 用超声波清洗;
 - 3) 用橡皮锤轻敲。

不应使用钢丝刷清洁筛子。

7.4.4 步骤

- a) 把所有的筛子依次叠起来, 粗的在上, 盘子在底部;
- b) 按 7.1 的方法抽取试样 100~125 g;
- c) 称重精确到 1 mg, 并记录;
- d) 把试样放置在最粗的筛子上, 用盖子盖住顶部, 再把筛子组件装在筛子箱中;
- e) 开动筛分机 15 min;
- f) 按下法称出各部分氧化镁的重量:
 - 1) 把每个筛子中的氧化镁倒入接受盘中, 然后用刷子轻刷筛子的反面, 让氧化镁从筛子的正面落入盘中, 用一个小型橡胶棒或小锤轻敲筛子框架的四周, 把剩余的氧化镁全部收集到盘中;
 - 2) 分别称出下列部分氧化镁的重量: 10, 60, 80, 140, 200, 325 目和底盘;
 - 3) 记录各种目数氧化镁的重量, 精度要求达到 0.1 g。
- g) 按下式计算各种目数和底盘中氧化镁的百分比:

$$\text{MgO}\% = (F/S) \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中: F——各部分重量, g;

S——试样重量, g。

百分比计算精确到 0.1%。

7.5 灼烧减量测定方法

7.5.1 设备

- a) 天平, 称重的感量为 ± 0.1 mg;
- b) 铂金坩埚, 容量为 15 cm^3 , 附有盖子;
- 注: 供方在出厂检验时允许用同样容量的氧化铝坩埚或瓷坩埚代替。
- c) 工作温度达 1300°C 的马弗炉;
- d) 真空干燥器;
- e) 真空泵, 能获得 266.6 Pa 压力的真空;
- f) 钳子。

7.5.2 步骤

- a) 按 7.1 方法抽取 20 ± 1 g 的氧化镁试样;
- b) 把带有盖子的坩埚在马弗炉内加热到 $1000\pm 25^\circ\text{C}$, 至少保持 10 min , 把坩埚从炉子中取出, 在干燥器内冷却到室温, 称出坩埚和盖子的重量, 精确到 0.1 mg ;
- c) 把试样放入坩埚, 立刻盖好, 称出其重量, 精确到 0.1 mg ;
- d) 把有试样的坩埚, 放在马弗炉内, 其温度为 $t\pm 25^\circ\text{C}$ 。 t 等于工作温度加 200°C , 但不超过 1000°C , 灼烧时间为 1 h ;
- e) 把坩埚从炉中取出, 立刻放置在干燥器中, 松动坩埚盖, 让它敞开。关闭干燥器抽真空到 266.6 Pa , 一直保持到试样件冷却到室温为止;

注:

- 1 避免把干燥器突然抽成真空, 因这样会引起粉末损失。
- 2 在正常条件下, 冷却时间至少需 12 h 。

- f) 把装有试样的坩埚和盖子一起取出, 立刻称出其重量, 精确到 0.1 mg 。

7.5.3 计算

用下式计算灼烧减量:

$$\text{灼烧减量}\% = [(B-C)/(B-A)] \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中: A——坩埚和盖子的重量, g;

B——坩埚和盖子和原来试样的重量, g;

C——坩埚、盖子和灼烧后的试样的重量, g。

百分比计算精确到 0.01% 。

7.5.4 精度与偏差

7.5.4.1 灼烧减量的测定应是两次, 并以它们的平均值为结果。

7.5.4.2 第二次测定的值与平均值的偏差应不超过 $\pm 5\%$ 。

7.5.4.3 如果发现变动过大, 应做第三次测定。

7.6 吸水率测定方法

7.6.1 设备

- a) 天平, 称重的感量为 0.1 mg ;
- b) 不锈钢盘子, 应尽可能光滑;
- c) 蒸汽发生器及汽室;
- d) 小型烘箱, 可在 $20\sim 150^\circ\text{C}$ 之间设定温度。

7.6.2 步骤

- a) 按 7.1 方法抽取 20 ± 1 g 氧化镁试样;
- b) 把不锈钢盘放入烘箱, 烘箱温度为 120°C , 然后在打开烘箱门放入硅胶的条件下, 随箱冷却到室温, 取出盘子立刻称出其重量, 精确到 0.1 mg ;

注: 由于不锈钢盘子的重量是长期稳定的, 因此在第一次试验后, 在盘子上打上永久性重量标记后可以免去 b) 这个步

骤，但要定期校准重量。

c) 把试样放入盘中，尽量铺开，再放入烘箱，温度为 120℃，在 2 h 后打开烘箱放入硅胶，随炉冷却到室温，取出盘子和试样，立刻称出其重量，精确到 0.1 mg；

d) 将盘子和试样放入汽室内，打开蒸汽发生器蒸 2 h，注意不要让水滴滴到试样上，并且在 1 h 后翻动氧化镁一次；

e) 将盘子和试样放入烘箱，温度 100℃，干燥 1 h，然后冷却到室温，取出；

f) 称盘子和试样的重量，精确到 0.1 mg。

7.6.3 计算

用下列方法计算吸水率

$$\text{吸水率}\% = [(C-B)/(B-A)] \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中：A——不锈钢盘子的重量，g；

B——不锈钢盘子和试样烘干后的重量，g；

C——不锈钢盘子和试样吸水干燥后的重量，g。

百分比计算精确到 0.01%。

7.6.4 精度与偏差

7.6.4.1 吸水率的测定应是两次，并以它们的平均值为结果。

7.6.4.2 第二次测定的值与平均值的偏差应不超过±5%。

7.6.4.3 如果发现变动过大就应做第三次测定。

7.7 烧结指数测定方法

7.7.1 方法概述

把氧化镁试样放置在烧舟上，并将它置于高温的自然气氛内，保持一定的时间，然后让其冷却，让称重过的有特殊形状的探针刺入试样。

7.7.2 设备

a) 电炉，能把整个烧舟(见图 2)加热到 1093±5℃的炉子，具体炉型如下：

管式炉——直孔，端部开口，陶制炉胆，能够同时加热 5 个烧舟；

马弗炉——能够同时加热 12 个烧舟，炉膛应平整。

b) 熔铸二氧化硅衬垫，厚度为 12.5 mm，供支撑烧舟用；

c) 烧舟使用前应先把它加热到 1093℃，历时 1 h，以除去会影响以后测试过程的微量杂质，烧舟可以反复使用直至开裂为止；

d) 烧结测试探针(见图 1)；

e) 无柄加料漏斗，侧面的最小斜度为 60°，漏口孔径为 2.5 mm，也可用 7.8 中所用的加料漏斗和孔径；

f) 不锈钢直尺，长度至少为 102 mm；

g) 光学高温计或电位差计，Φ1 mm Ni—Cr，Ni—Si 偶丝的铠装热电偶；

h) 计时器，可计时 1 h；

i) 天平，最大称量不小于 2000 g，感量±0.5 g；

j) 约 Φ3 mm 铅丸(或钢珠)1400 g。

7.7.3 抽样和加工试件

a) 按 7.1 抽取氧化镁试样 75~100 g；

b) 充分拌匀试样，然后将它倒入漏斗，同时用一只手指堵住漏斗口；

c) 将氧化镁通过漏斗口，从烧舟的一端开始填装，直到填满舟的这一端，然后再这样连续填装直到另一端，一次填满，不要一层层填；

d) 用不锈钢直尺竖起来，并使其垂直于烧舟的纵向轴线，连续一次刮下过量的氧化镁，使其与烧

舟顶面齐平。

注：应细心准备试件，以防止由于振动和其他操作不当而引起颗粒间的分离。

7.7.4 步骤

a) 管式炉法

- 1) 预热炉子，直到温度稳定在 $1093 \pm 5^\circ\text{C}$ ，用插入一惰性陶瓷材料制的塞子或用其他适当的方法，消除任何穿过炉管的气流；
- 2) 用光学温度计对准加热区域中心壁上测量温度或者用热电偶测量温度，热电偶的结点应位于加热区域中心，且应让装有氧化镁的烧舟自由通过；
- 3) 把填满氧化镁的烧舟置于炉子中央，启动计时装置，炉子应在 20 min 内回升到测试温度；
- 4) 1 h 后把烧舟移入管子的延长部分冷端，冷却 5 min；
- 5) 将烧舟取出，缓慢地冷却到室温，以防温度骤降。

b) 马弗炉法

- 1) 把热电偶结点置于电炉中心处及烧舟上方距盘子 12.5 mm 处，预热炉子直到温度稳定在 $1093 \pm 5^\circ\text{C}$ ，排除所有的气流，并记下此状态下的电功率调整值；
- 2) 把三个盛有烧结指数为 100 的标准氧化镁烧舟放在炉中，一个在中心，二个在两端；
- 3) 把装有氧化镁的烧舟置于衬垫上，再把衬垫和烧舟滑入炉子，采用无级调功方式把电炉输入功率提高到 1.25 倍左右，在 20~30 min 内使电炉温度回升到 $1093 \pm 5^\circ\text{C}$ ，然后用调功器调回到初始稳定值，并恒温；
- 4) 1 h 后，将烧舟和衬垫从炉中取出，将它们在空气中冷却到室温。

c) 把烧结试验架平稳地置于水平的平面上；

d) 在冷却到室温后的 1 h，把烧舟放在测试器的平台上，这样可以使测试探针留在砂粒表面中心部位处；

e) 把质量杯置于平台的顶部；

f) 把铅丸慢慢地倒入测试探针的质量杯中，直到测试探针穿破氧化镁表面，继续向测试探针增加质量，直到探针穿透氧化镁到达探针的肩部，细小的测试探针的起始穿透可忽略不计。对于高烧结程度的材料，在小心地加入铅丸以前，把固定质量加到测试探针顶部，以减少所需铅丸的总量；

g) 取出探针、杯及其内含物(包括任何附加质量)，测出总质量，精确到 1 g，并记录；

h) 沿着试样纵向中心线，在第一次穿透点的两侧各 19 mm 的两个附加点上重复 a) 到 g) 的测试步骤；

i) 计算至少 3 个测试试样烧舟(最好 5 个)的算术平均值(总读数至少为 9 个)，它就代表所测试样的烧结指数，将值圆整到整数并记录；

j) 采用马弗炉法时，标准烧舟中任何一个舟中的指数读数与已知值的误差应不大于 20%，如果达不到这个要求，就应放弃全部操作结果并重复测试过程。

7.7.5 精度与偏差

本测试方法的重演误差应在名义值的 15% 之内。

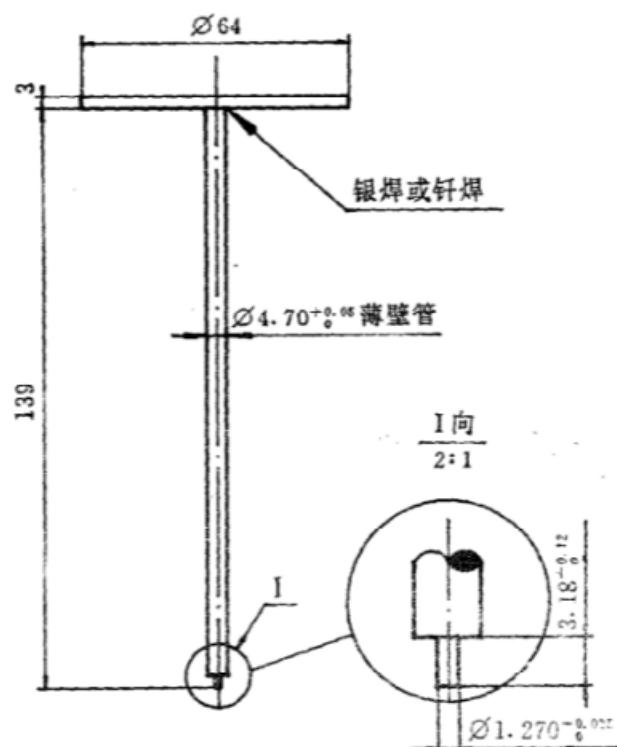
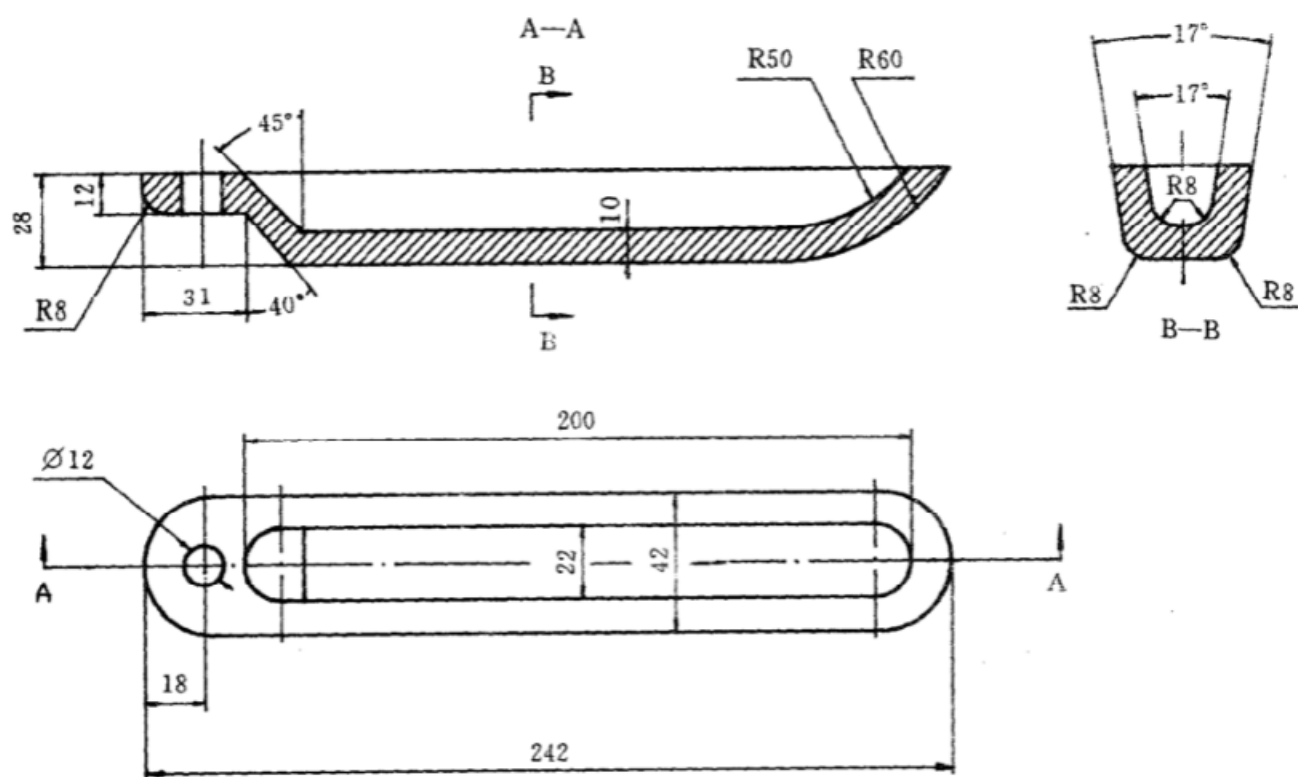


图1 烧结测试探针



注:

- 1 材料用纯度至少为 94% 的电熔少孔氧化镁。
- 2 尺寸公差 $\pm 1\%$ ，但最小是 ± 0.127 mm，角度公差 $\pm 2\%$ 。
- 3 底部挠度不大于 0.127 mm。

图2 烧舟

7.8 流率与振实密度测定方法

7.8.1 方法概述

7.8.1.1 将称好重量的氧化镁通过一个标准孔口，试样通过孔口所需的时间(s)即为测定的氧化镁流率。

7.8.1.2 将上述测试过程中的氧化镁流进能同时进行振实的管子，当流动停止时，振实动作也停止，再

把有刻度的塞子放进管子中，置在氧化镁的表面上，用塞子相对于管子的最终位置来表示氧化镁的振实密度。

7.8.2 设备

- 天平，能称到 100 ± 0.02 g；
- 流率和振实密度测试机(见图 3 和 4)；
- 秒表；
- 标准管，外径 10 mm，壁厚不小于 0.5 mm，长度 250 ± 1 mm，容积已知。

7.8.3 步骤

- 按 7.1 抽取氧化镁试样，然后称 100 ± 0.02 g 的氧化镁 3 份；
- 把接收器管和漏斗放置在机器上，开动机器振动；
- 把试样尽可能快地倒入漏斗，同时按动秒表；
- 仔细观察氧化镁流过孔口，当流动一停止，就停掉秒表，关掉机器，记录流动时间(s)，精确到 1 s；
- 轻击漏斗，以去除任何粘附在漏斗壁上的氧化镁；
- 把有刻度的塞子插入标准管中，重新开动机器，让标准管振实 5 次，每次 5 min，从位于接收器标准管顶部塞子上的刻度读出振实密度，要精确到 0.01 g/cm^3 。

7.8.4 精度与偏差

7.8.4.1 流率和振实密度的测定应是三次，并以它们的平均值为结果。

7.8.4.2 每次流率的测定值与平均值的偏差应不超过 $\pm 2\%$ ，每次振实密度测定值与平均值的偏差应不超过 $\pm 0.01 \text{ g/cm}^3$ 。

7.8.4.3 在两个地方用同一种设备各测三次，所得到的两个平均值与该两值平均值的偏差，对流率应不超过 $\pm 4\%$ ，对振实密度应不超过 0.02 g/cm^3 。

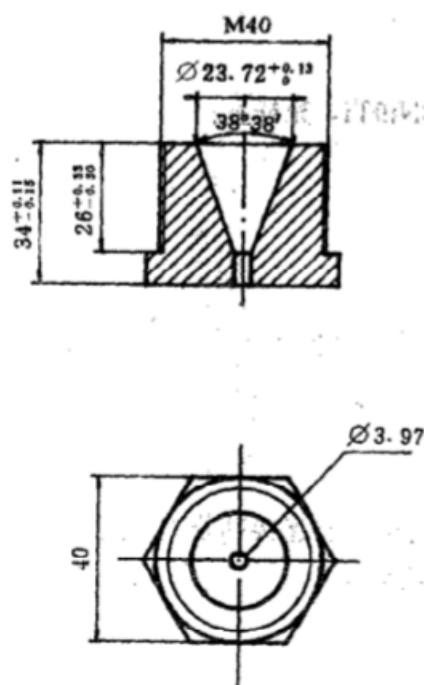


图 3 流率和振实密度测试孔口

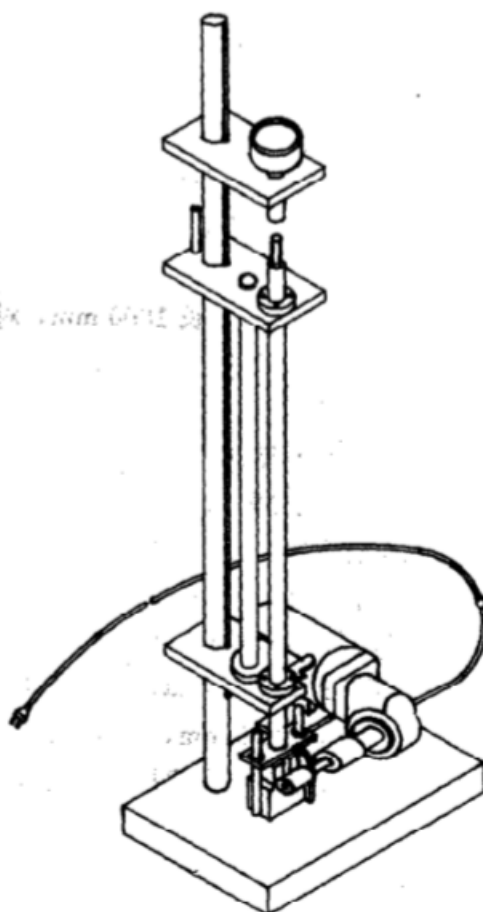


图 4 流率和振实密度测试仪器

7.9 测试用电热元件的设计与制作方法

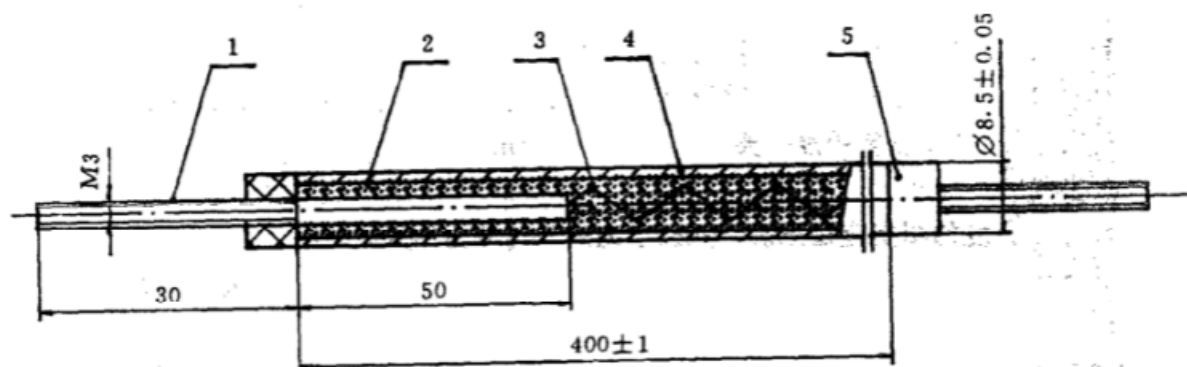
7.9.1 范围

本设计与制作方法是用来加工测试压实密度、工作温度、过热、热冲击、绝缘电阻、绝缘耐压强度、泄漏电流、寿命和加速寿命用的标准元件。

7.9.2 元件

元件(见图5)的技术要求(冷态)为:

- 电阻 $21.6\ \Omega$;
- 绝缘电阻应符合 5.11 要求;
- 绝缘耐压强度应符合 5.12 要求;
- 泄漏电流应符合 5.13 要求;
- 发热体沿管子轴线方向电热丝圈数, 在任何一段上都不超过平均数的 10%, 偏心不超过 10%;
- 其余按 JB/T 2379 的要求。



- 1、引出棒 2 根, 10 号钢或类似材料, 表面镀镍 2、氧化镁 3、电热丝 1 支 Cr20Ni80
4、外管 1 支, Incoloy 800 或类似材料 5、绝缘子 2 只, 高频瓷或 95% 氧化铝瓷

图5 元件

7.9.3 主要设备及工具

- a) 具有合适加料装置的振动式加料机;
- b) 减径机, $\Phi 10 \rightarrow \Phi 8.5\text{ mm}$, 或旋转模锻机;
- c) 熔焊或点焊机;
- d) 芯杆直径 $\Phi 1.8\text{ mm}$, 长 1000 mm, 材料为冷拔 1Cr18Ni9Ti, 光杆直径 $\Phi 4.3\text{ mm}$, 长 500 mm, 材料为冷拔 1Cr18Ni9Ti;
- e) 车床;
- f) 电性能测试仪表等。

7.9.4 除氧化镁外的主要材料

- a) 电热丝直径 $\Phi 0.3\text{ mm}$, 材料 Cr20Ni80, 应符合 GB 1234 标准要求;
- b) 外管, 材料 Incoloy 800 或类似材料, 光亮焊接;
外径 $\Phi 10 \pm 0.05\text{ mm}$, 壁厚 $0.8 \pm 0.05\text{ mm}$;
落料长约 310 mm, 直线度 0.42 mm/m ;
- c) 引出棒, 直径 $\Phi 2.6\text{ mm}$, 长 80 mm, 材料 10 号钢。与电热丝连接部分加工成 $M2.5 \times 15$, 另一端加工成 $M3 \times 25$, 与加料装置相配。需要挂头的, 在 M3 一端加长 5 mm, 加工挂头, 表面镀镍;
- d) 碗形端塞;
- e) 丙酮或类似溶剂;
- f) 脱脂纱布条;
- g) 绝缘子;

h) 紧固螺帽、垫片、电气连接件。

7.9.5 元件加工

a) 按 7.1 方法抽取氧化镁试样。应避免重复抽样, 即一批元件所用的氧化镁试样应一次性抽样;

b) 在 $\Phi 1.8$ mm 芯杆上绕制紧密的螺旋电热丝, 螺旋方向应与引出棒 M2.5 旋进方向一致;

c) 把螺旋电热丝旋到引出棒上, 然后用熔焊法或点焊法焊接, 以加强引出棒与电热丝的连接。轻拉螺旋电热丝, 用丙酮清洗电热丝和引出棒。清洗之后, 只能握住引出棒端部, 在 150°C 烘箱内干燥 2 h, 再把碗形端塞置于底部引出棒上;

d) 外管落料, 管口内倒角, 外去毛刺。用计算法测算管子内的净体积, 以立方厘米计。管子内的净体积等于管子内部的体积减去螺旋电热丝的体积和管内的引出棒和碗形端塞的体积;

e) 先清洁管子外面, 再用脱脂纱布条裹在 $\Phi 4.3$ mm 光杆上, 浸润丙酮后清洗管子内部, 然后在 150°C 烘箱内干燥 2 h;

f) 在加装氧化镁之前, 测定除氧化镁之外的元件总重量, 精确到 0.1 g;

g) 在振动加料机上加氧化镁, 引出棒外露 19 mm (不包括挂头), 把元件从加料机上取下, 用碗形端塞封住端部, 称出元件总重量, 精确到 0.1 g;

h) 测算氧化镁的加料密度 (加料密度随着所测的氧化镁不同有所不同) 应大于等于 2.3 g/cm^3 ;

i) 可用下述二种方法之一将元件外径减小到 $\Phi 8.5 \pm 0.05$ mm;

1) 在 8 滚轮减径机上一次减到 $\Phi 8.5 \pm 0.05$ mm, 元件可反复通过 8 滚轮减径机, 以保证外径尺寸;

2) 在旋转模锻机上分三次将元件平稳插入旋转模具, 减径到 $\Phi 8.5 \pm 0.05$ mm;

第一次: 模具 $\Phi 9.5$ mm, 减径到 $\Phi 9.5 \pm 0.1$ mm, 先插入 20 mm, 调头插入元件的一半, 再调头插入过半。

第二次: 模具 $\Phi 9.0$ mm, 减径到 $\Phi 9 \pm 0.1$ mm, 先插入元件一半, 调头插入过半;

第三次: 模具 $\Phi 8.5$ mm, 减径到 $\Phi 8.5 \pm 0.05$ mm, 先插入元件一半, 调头插入过半。可重复第三次模锻, 以保证外径尺寸;

注: 为保证成形元件的要求, 有时需要调整外管落料长和绕丝电阻值等, 直到符合要求为止。

j) 元件电性能检测及电热丝均匀性和偏心 X 光检查。两张 X 光片旋转 90° , 全拍片;

k) 用车床等把元件加工成图纸要求尺寸;

l) 装上绝缘子和电气连接件, 清洁元件表面, 进行包装。包装袋中应有氧化镁鉴定标记。

7.10 电阻率和导热系数测试元件的设计与制作方法

7.10.1 范围

本设计与制作方法是用来加工测试电阻率和导热系数用的元件。

7.10.2 测试电阻率用元件

测试电阻率用元件的设计见图 6。加工中应记录:

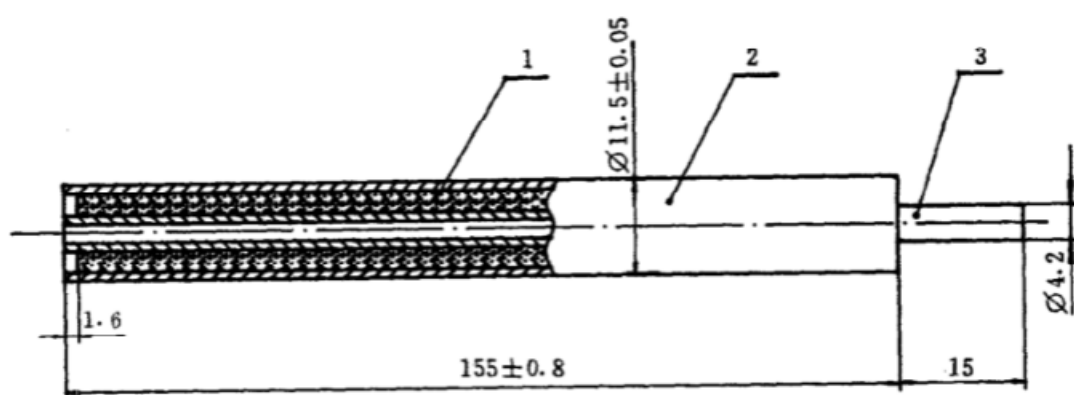
a) OD_1 ——管子的起始外径;

b) OD_2 ——管子成形后外径;

c) ID_1 ——管子起始内径;

d) 管子成形长与起始长之比。

亦可用测量导热系数后的测试元件改制。

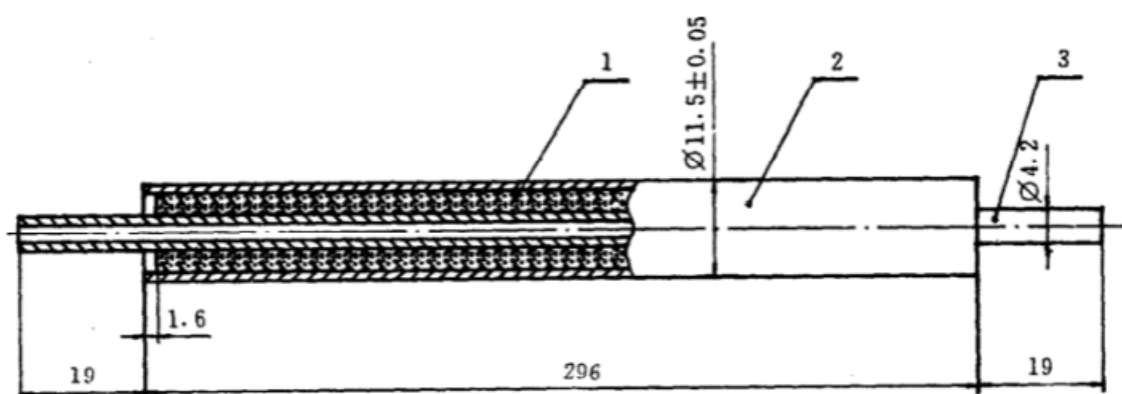


1、氧化镁 2、外管, Incoloy 800 或类似材料 3、中心管或实心杆, Cr20Ni 80

图 6 测试电阻率用元件

7.10.3 测试导热系数用元件

测试导热系数用元件的设计见图 7。



1、氧化镁 2、外管, Incoloy 800 或类似材料 3、中心管, Cr20Ni80

图 7 测试导热系数用元件

7.10.4 主要设备与工具

- 具有合适加料装置的振动式加料机;
- 旋转式模锻机;
- 车床。

7.10.5 除氧化镁外的主要原材料

a) 中心管

材料: Cr20Ni80;

外径: $\Phi 4^{+0.05}_0$ mm;

壁厚: $1^{+0.05}_0$ mm;

落料长: 205 ± 0.08 mm (测试电阻率用元件);

410 ± 0.08 mm (测试导热系数用元件);

直线度: 0.42 mm/m;

b) 外管

材料: Incoloy 800 或类似材料, 光亮焊接;

外径: $\Phi 13 \pm 0.08$ mm;

壁厚: 1 ± 0.08 mm;

落料长: 180 ± 0.08 mm (测试电阻率用元件);

360 ± 0.08 mm (测试导热系数用元件);

直线度：0.42 mm/m；

- c) 橡皮塞；
- d) 丙酮或类似溶剂；
- e) 脱脂纱布条。

7.10.6 测试元件加工

- a) 按 7.1 方法抽取氧化镁试样。应避免重复抽样，即一批测试元件所用的氧化镁试样应一次抽样；
- b) 外管落料，管口内倒角，外去毛刺；
- c) 先清洗管子外面，然后用脱脂纱布条裹包中心管浸润丙酮后清洗管子内部。同时清洗中心管外面，放在 150℃ 烘箱内干燥 2 h，清洗过的中心管，只能握住两头；
- d) 外管、中心管和上、下加料装置(见图 8 a)、图 8 b)) 组装后装进加料机中，振动加装氧化镁，加满后，中心管均匀外露在外管外；
- e) 把第一次加装的氧化镁倒出，用新的氧化镁重复 d) 操作，振动时间为 7~10 min；
- f) 拆除顶部加料装置，使氧化镁达到约 8 mm 深度，把橡皮塞压入管子紧紧地压在氧化镁上，调头在管子另一头重复上述过程；
- g) 在旋转模锻机上分三次将测试元件平稳地插入旋转模具减径到 $\Phi 11.5 \pm 0.05$ mm。操作方法同 7.9.5 的 i) 中的 2)；

第一次：模具 $\Phi 12.5$ mm，减径到 $\Phi 12.5 \pm 0.1$ mm；

第二次：模具 $\Phi 12.0$ mm，减径到 $\Phi 12.0 \pm 0.1$ mm；

第三次：模具 $\Phi 11.5$ mm，减径到 $\Phi 11.5 \pm 0.05$ mm；

h) 用车床等把测试元件加工成图样要求；

i) 清洁测试元件表面后包装。包装袋中应有氧化镁的鉴定标记。

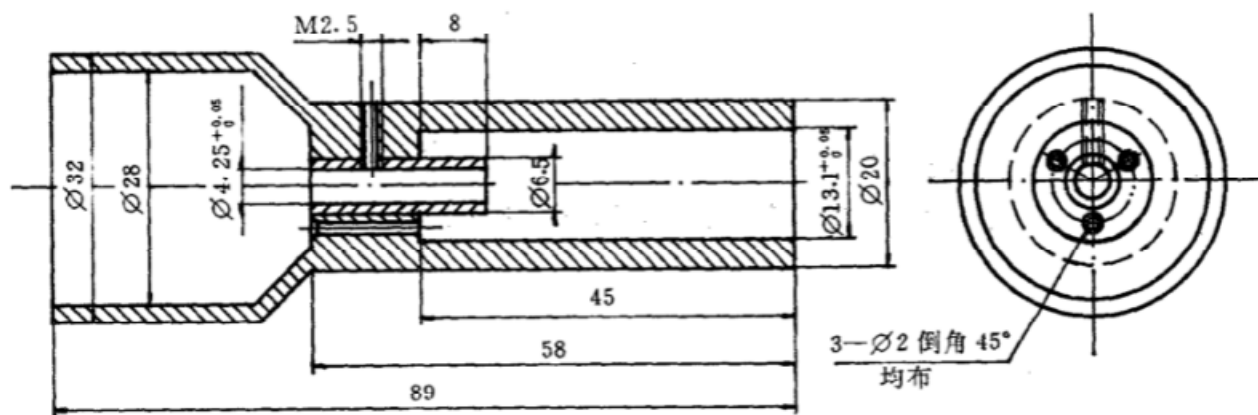


图 8 (a) 测试元件上加料装置

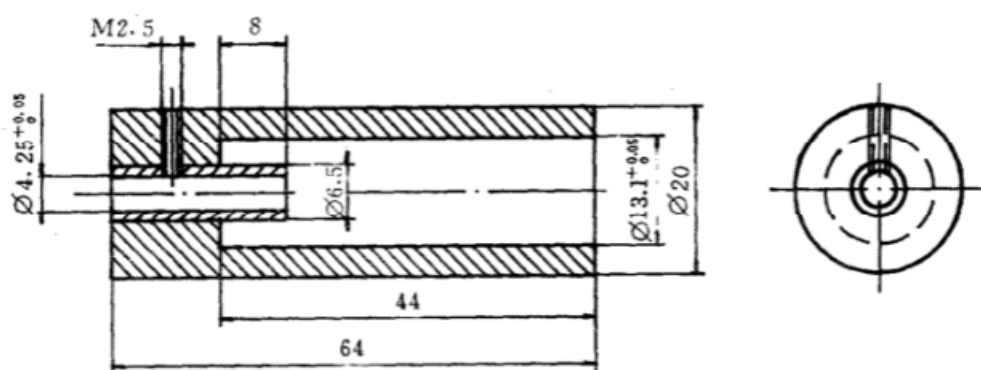


图 8 (b) 测试元件下加料装置

7.11 氧化镁制品测试元件的设计与制作方法

7.11.1 范围

本设计与制作方法是用来加工在出厂检验中测试氧化镁制品的电阻率、绝缘耐压强度和导热系数用的测试元件。

- 测试电阻率和绝缘耐压强度用的测试元件与 7.10.2 相同。
- 测试导热系数用的测试元件与 7.10.3 相同。
- 主要设备与工具与 7.10.4 相同。
- 除氧化镁外主要原材料与 7.10.5 相同。

7.11.2 测试元件加工

除下述规定外与 7.10.6 相同。

- a) 用氧化镁试样中的一部分按被检查的氧化镁制品的配方与工艺加工标准氧化镁制品(见图 9)。

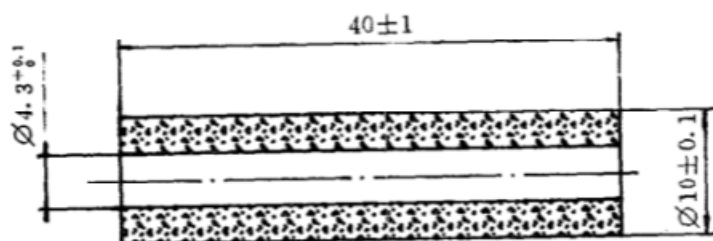


图 9 标准氧化镁制品

另一部分用作填充氧化镁料；

- b) 外管、中心管、氧化镁制品及加料装置组装后，装进加料机中。振动加装氧化镁，加满后；中心管均匀外露在外管外；

- c) 把第一次加装的氧化镁及制品倒出，用新的氧化镁及制品重复 b) 的操作，振动时间为 7~10 min。

7.12 温度测量方法

7.12.1 设备

- a) 点焊机；
- b) 50 Hz 交流电源，电压约 124 V，可调，容量 2 kVA，带电压测量仪表，电压分辨率 ± 1 V；
- c) $\Phi 0.5$ mm Ni—Cr, Ni—Si 热电偶丝及相应的温度测量仪表。

7.12.2 步骤

- a) 将热电偶丝头锤扁，相隔 25 mm，点焊在元件发热段的 1/4, 1/2, 3/4 处，并把热电偶丝紧紧绕在元件上一圈，以把测量点的热传导降低到最小；

注：为了提高精度，3 组热电偶丝要用同一卷丝制成，焊前把焊点处氧化物除去。

- b) 把元件水平放置在敞开的无气流的地方，在外管的冷端处，把元件支靠在绝缘支架上，该支架

应不限制由于热胀冷缩引起的纵向位移。安置元件使其相互间隔至少 50 mm。元件应置于隔热良好的表面上方, 间距至少 100 mm;

c) 接通电源, 调整供电电压, 使元件的表面温度(三个测量点的平均温度, 但每个点的温度偏离平均温度不得超过 10%)达一稳定值(供电电压不变的情况下, 10 min 内测得表面温度应保持不变);

d) 记录供电电压和各点的测量温度。

7.13 热冲击试验方法

7.13.1 设备

同 7.12.1。

7.13.2 抽样

随机抽取用被试氧化镁加工的元件。

7.13.3 步骤

a) 根据 7.12.2.a) 在元件的 1/2 处焊上热电偶;

b) 同 7.12.2.b) 放置元件;

c) 接通电源, 调整供电电压, 使元件的表面温度以不低于 200℃/min 的速率升到工作温度 $T=25^{\circ}\text{C}$, 保持 0.5 h 后进行热态、室温、潮态的电性能检测。

7.14 过热试验方法

7.14.1 设备

同 7.12.1。

7.14.2 抽样

同 7.13.2。

7.14.3 步骤

a) 同 7.13.3.a);

b) 同 7.13.3.b);

c) 接通电源, 调整供电电压, 使元件的表面温度升到过热温度, 即工作温度加 200℃, 但不超过 1000℃, 允差 $\pm 25^{\circ}\text{C}$, 保持 0.5 h, 然后降温, 进行热态、室温、潮态的电性能检测。

7.15 导热系数测定方法

7.15.1 设备

a) 点焊机;

b) 交流电压表, 额定电压 10 V, 满刻度读数误差 $\pm 1\%$;

c) 交流电流表, 额定电流 300 A, 满刻度读数误差 $\pm 1\%$;

d) $\Phi 0.5\text{ mm}$ Ni—Cr, Ni—Si 热电偶丝, 配有合适的电位差计和热电偶开关;

e) 50 Hz 交流电源, 8 V 以下, 电压可调, 电流 250 A;

f) 管式炉, 1300℃, 水平式, 其均匀加热区长不小于 400 mm。

7.15.2 抽样

随机抽取用被试氧化镁加工的导热系数测试元件 1 支。

注: 导热系数测试元件至少加工 2 支。

7.15.3 步骤

a) 按 5.16 选择测试温度 T_2 、 T_1 ;

b) 把测试元件放在自然气氛的炉内, 在比测试温度 T_2 高 25℃ 的温度下老化 16 h;

例: 选定的 T_2 为 925℃, 则老化温度为 950℃;

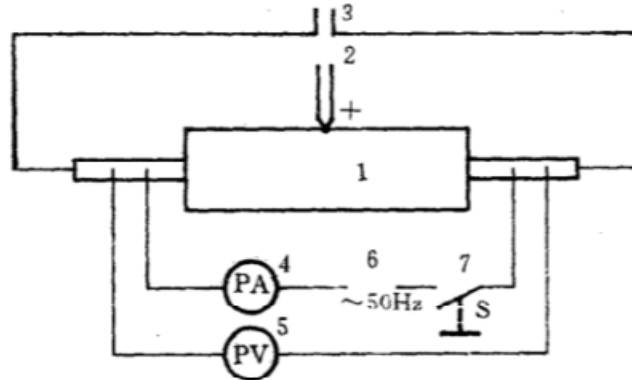
c) 按 7.12.2.a) 的方法在测试元件的 1/2 处焊上热电偶;

d) 把热电偶金属丝焊成一对, 拉直, 用氧化铝瓷管绝缘, 把热电偶穿过测试元件中心管, 焊点圆珠位于元件的中心;

注：为了提高精度，两个热电偶丝要用同一卷丝制成，且对于每一个测试元件都要用新的热电偶丝。

e) 把测试元件水平地安置在敞开的但无气流的地方，将外管热电偶安置在测试元件的顶部，如果需要可加荷重以保证表面接触，通过开关，把热电偶接到电位差计上；

f) 按图 10 连接电源及电压电流表；



1、测试元件 2、外管测温热电偶 3、中心管测温热电偶 4、电流表
5、电压表 6、交流电源 7、电源开关

图 10 导热系数测定原理图

注：

1 为了保证测量精度，电压测量线应接在中心管上。

2 最好使用带冷却的铜夹，把电源线连接到引出棒管上。

g) 根据表 5(高温氧化镁)，给测试元件通电，(对于低温度的氧化镁，使用另选定的温度，但表中的时间不变，同时初始通电时要降低电压)；

表 5

经过时间 min	测 试 步 骤
0	通电，约 5 V，165 A
10	调整供电，使外管温度稳定在 $925 \pm 10^\circ\text{C}$
20	调整供电，使外管温度稳定在 $T_2 = 925 \pm 3^\circ\text{C}$
30	保持外管温度在 $T_2 = 925 \pm 3^\circ\text{C}$ ，观察和记录外管和中心管温度、电压、电流
60	保持外管温度在 $T_2 = 925 \pm 3^\circ\text{C}$ ，观察和记录所有的读数
90	保持外管温度在 $T_2 = 925 \pm 3^\circ\text{C}$ ，观察和记录所有的读数
	在 5 min 内降低功率，使外管温度降到 $T_1 = 815 \pm 3^\circ\text{C}$
120	保持外管温度在 $T_1 = 815 \pm 3^\circ\text{C}$ ，观察和记录所有的读数
150	保持外管温度在 $T_1 = 815 \pm 3^\circ\text{C}$ ，观察和记录所有的读数

h) 完成测试后，在中心处附近切开测试元件，测量中心管的外径；

i) 按 7.21 测定测试元件中心处的压实密度。

7.15.4 计算

7.15.4.1 按下述公式计算绝缘材料的导热系数

$$K = UI \ln(d_2/d_1) / 2\pi L(t_1 - t_2) \dots\dots\dots (10)$$

式中：K——导热系数，W/m℃；

U——电压，V；

I——电流，A；

- d_2 ——成形后的外管内径, mm;
 d_1 ——成形后的中心管外径, mm;
 L ——氧化镁内中心管的长, m;
 t_1 ——中心管的温度, $^{\circ}\text{C}$
 t_2 ——外管温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

7.15.4.2 可以假定成形后的外管内径(d_3)在压缩过程中壁厚增加 0.064 mm, 然后根据压缩后外管的外径来计算成形后的内径。

注: 也可以用 7.16.3.f) 方法计算 d_2 。

7.16 电阻率测定方法

7.16.1 设备

- 管式炉, 1300°C , 水平式, 其均匀的加热区至少有 178 mm 长;
- 炉子均热插件(见图 11);
- 点焊机;
- 外包 1Cr18Ni9Ti $\Phi 2$ mm, Ni—Cr Ni—Si 铠装热电偶 3 个。配有适当的电位差计;
- 测试电路(见图 12), 其中主要电气元件如下:
 - 50 Hz 交流电源, 容量 100 VA 以上;
 - 隔离变压器(T_1), 输出电压 500 V, 额定容量 100 VA 以上;
 - 多量程电子电压表 PV, 能测量交流电压 500 V, 输入阻抗 0.8 M Ω 以上, 测量精确度 $\pm 1\%$ 以上;
 - 固定电阻 R_1 为 300 Ω , 最小功率额定值为 100 W, 实际电阻值的相对误差不大于 0.5%。

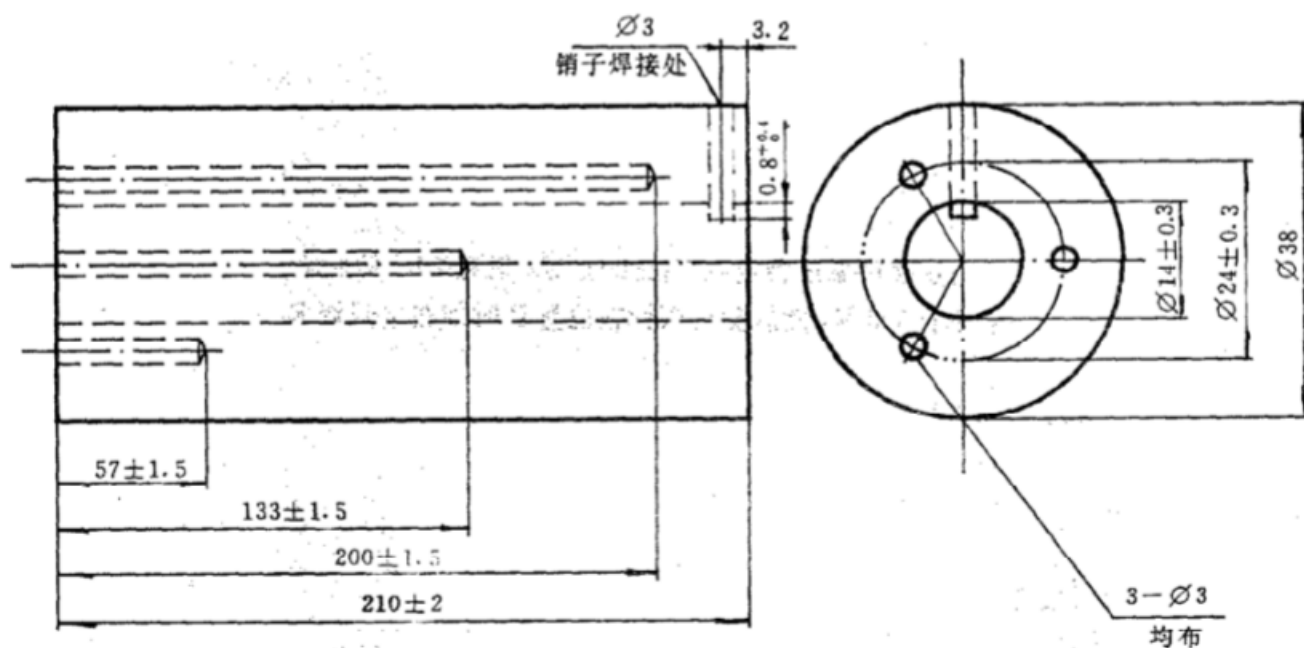


图 11 炉子均热插件

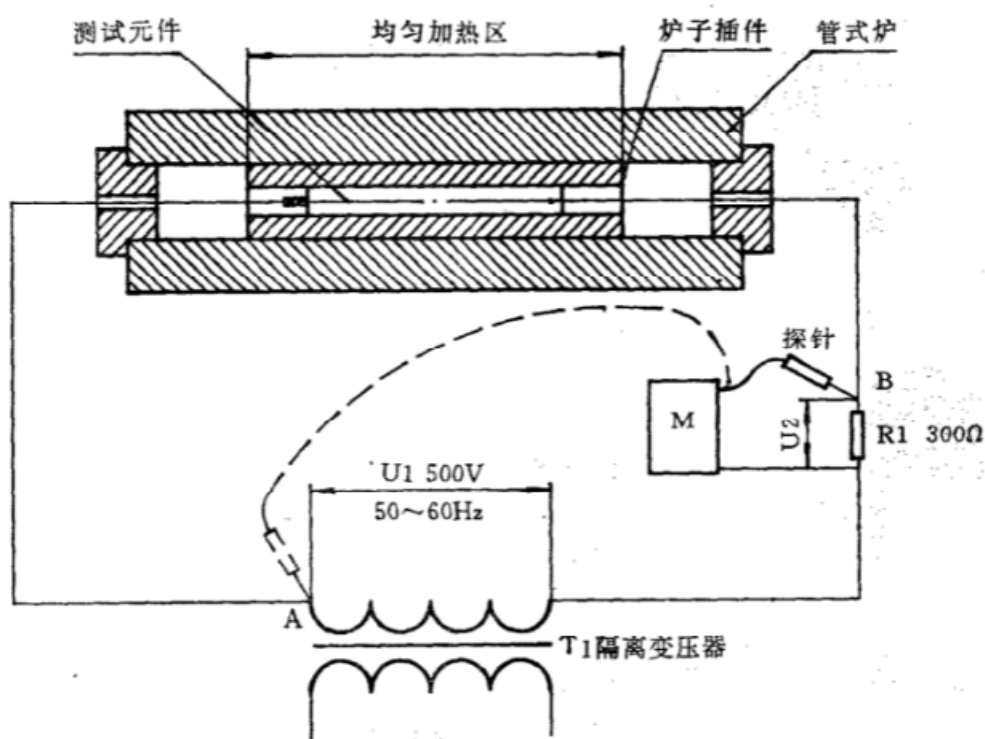


图 12 电阻率测试电路

7.16.2 抽样

随机抽取用被试氧化镁加工的电阻率测试元件 1 支。

注：电阻率测试元件至少加工 2 支。

7.16.3 步骤

- 按 5.17 选择测试温度；
- 把 $\Phi 0.5$ mm Cr20Ni80 热偶丝点焊到外露中心管与外管上；
- 把测试元件放在自然气氛的电炉内，在比 T_2 高 25°C 的温度下老化 16 h；

例：选定测试温度 T_2 为 975°C ，则老化温度是 1000°C ；

d) 将带有三支热电偶的均热插件装于炉子加热区中心，预热炉子，直到几乎稳定在 T_3 的温度上，这个温度值是用 3 个热电偶的平均值测定的（允许 3 个热电偶的温度差为 $\pm 5^\circ\text{C}$ ），然后插入测试元件；

e) 当炉子温度即炉子均热插件温度稳定在 $T_2 \pm 20^\circ\text{C}$ 时，恒温 1 h，然后给测试电路通电。当探针在位置 A 时调节输入电压 U_1 等于 500 V，然后测出探针在位置 B 时加在电阻器 R_1 两端的电压 U_2 ，记录电压和实际平均温度值；

注：如果测量仪表一直接在位置 B 并处于低刻度段，则绝缘物被击穿会损坏仪表。

f) 在炉温降到 $T_1 \pm 20^\circ\text{C}$ 时恒温 0.5~1 h。按 c) 重复测量；

g) 把测试元件从炉子中取出，让它冷却后在中心附近将测试元件切开，测出管子成形后内径 ID_2 和中心管或实心杆外径 D_2 。

也可按下式计算成形后的 ID_2 ：

$$ID_2 = \sqrt{[(OD_2)^2 K + (ID_1)^2 - (OD_1)^2] / K} \dots\dots\dots (11)$$

式中： OD_1 ——管子的起始外径，mm；

OD_2 ——管子的成形后外径，mm；

ID_1 ——管子的起始内径，mm；

K ——管子的成形后长与起始长的比。

7.16.4 计算

7.16.4.1 按下式计算测试元件的阻抗:

$$Z = [(U_1 - U_2)/U_2] R_1 \times 10^{-6}, \text{ M}\Omega \quad (12)$$

式中: U_1 ——加在测试元件和测试电阻 R_1 两端的电压, V;

U_2 ——加在测试电阻 R_1 两端的电压, V;

R_1 ——固定的测试电阻, Ω 。

7.16.4.2 按下式计算测试元件的几何形状系数:

$$F = 2.73 L \lg(ID_2/D_2) \quad \text{cm} \quad (13)$$

式中: L ——绝缘物长度, cm

ID_2 ——管子成形后内径, cm;

D_2 ——中心管的成形后直径, cm。

7.16.4.3 按下式计算两个测试温度下的阻抗率:

$$Z_s = Z \times F \quad \Omega \cdot \text{cm} \quad (14)$$

7.16.4.4 把点 (Z_{s1}, T_1) 、 (Z_{s2}, T_2) 绘制在半对数坐标上, 以 Z_s 为对数标度, T 为线性标度, 将实际平均温度标上, 把这些点用直线连接起来。

7.17 潮湿试验方法

7.17.1 设备

对试验箱(室)的要求:

a) 在试验箱(室)的有效工作空间中应装有温度和湿度传感器, 用于监控试验条件;

b) 试验箱(室)的有效工作空间中各处温度应均匀, 并尽可能和控温点的温度一致, 应能保持在 $40 \pm 2^\circ\text{C}$ 范围内, 相对湿度应能保持在 $(93 \pm 3)\%$ 的范围内;

注: $\pm 2^\circ\text{C}$ 的温度允差包括测量绝对误差以及有效工作空间内的温度不均匀差值。为了保持所要求的湿度, 控制点的温度波动应保持在 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 范围内。

c) 试验箱(室)内的冷凝水要不断排出, 排出的冷凝水在净化处理前, 不得再作为湿源的水使用;

d) 直接用来产生湿度的水的电阻率应不小于 $500 \Omega \cdot \text{m}$;

e) 元件的特性及电气负载不应明显影响试验箱(室)内的条件;

f) 试验箱(室)壁上和顶上的凝结水不得滴到元件上。

7.17.2 试验方法

7.17.2.1 元件应在不包装、不通电和正常工作位置或按有关标准规定的状态放入试验箱。首先在箱内 40°C 条件下预热, 当元件温度稳定后再加湿, 以防止在元件上产生凝结水。

7.17.2.2 试验时间 48 h。

7.17.2.3 在试验结束后, 从试验箱(室)内取出元件, 放在环境温度为 $20 \pm 5^\circ\text{C}$, 无风, 无强烈热辐射, 相对湿度不小于 60% 环境里, 然后依次进行绝缘电阻测量、泄漏电流测量和绝缘耐压强度测试。

7.17.2.4 从元件取出到绝缘耐压强度测试结束的总时间不得超过 10 min。

7.18 泄漏电流测量方法

7.18.1 设备

a) 电流表, mA 级, 精确度不低于 1.5 级;

b) 同 7.12.1 的 b);

c) 同 7.12.1 的 c)。

7.18.2 室温和潮态泄漏电流的测量

7.18.2.1 测量应在元件不通电的情况下进行。

7.18.2.2 使元件的外管与大地绝缘, 然后将试验电压加在元件的任一引出棒与外管之间, 用接在连线中的电流表测量电流 I , 则泄漏电流 I_s 为 $4I$ 。

7.18.2.3 试验电压 U_s 为 124 V。

7.18.2.4 试验电路的原理见图 13。

注：在室温泄漏电流测量前，允许对被测元件在 200℃ 下进行 2 h 干燥，但在测量时元件的温度必须降到室温。

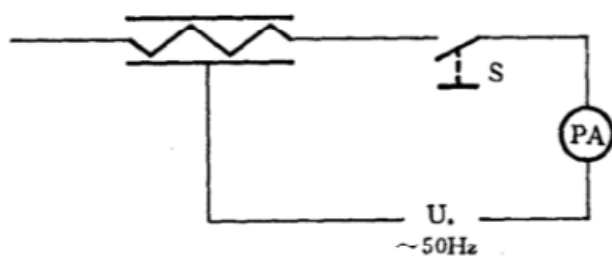


图 13 室温和潮态泄漏电流测试电路原理图

7.18.3 工作温度下泄漏电流测量

- a) 按 7.12 方法测量元件在工作温度下的供电电压值 U ；
- b) 调整好供电电压 U_1 等于 $1.07 U$ ；
- c) 按 7.12.2.b) 放置元件；
- d) 接通电源，使元件达到工作温度，继续通电 10 min，开始测量泄漏电流，测量时应通过开关 S 的转换，分别在两引出棒端测量，并取其中较大值为准，进行考核。

7.18.4 试验电路的原理图见图 14。

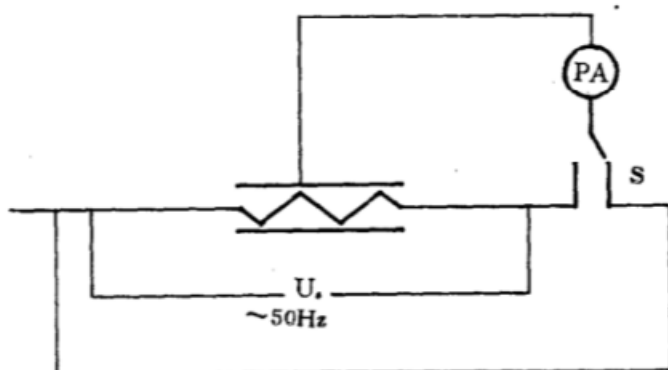


图 14 工作温度泄漏电流测试电路原理图

7.19 绝缘电阻测量方法

7.19.1 设备

- a) 1000 V 兆欧表；
- b) 同 7.12.1 的 b)；
- c) 同 7.12.1 的 c)。

7.19.2 试验电路要求

- a) 在测量时元件外管与兆欧表不得通过大地构成回路，以免影响测量精度，同时要考虑环境对测量精度的影响；
- b) 兆欧表应接在元件任一引出棒与外管之间。

7.19.3 室温绝缘电阻测量

允许将被测元件在 200℃ 下进行 2 h 干燥，但在测量时元件的温度必须降到室温。

7.19.4 潮态绝缘电阻测量

将需进行潮态绝缘电阻测量的元件或氧化镁制品的绝缘电阻测试元件先按 7.17 潮湿试验方法进行试验，然后进行潮态绝缘电阻测量。

7.19.5 工作温度下绝缘电阻测量

- a) 同 7.18.3 的 a)；

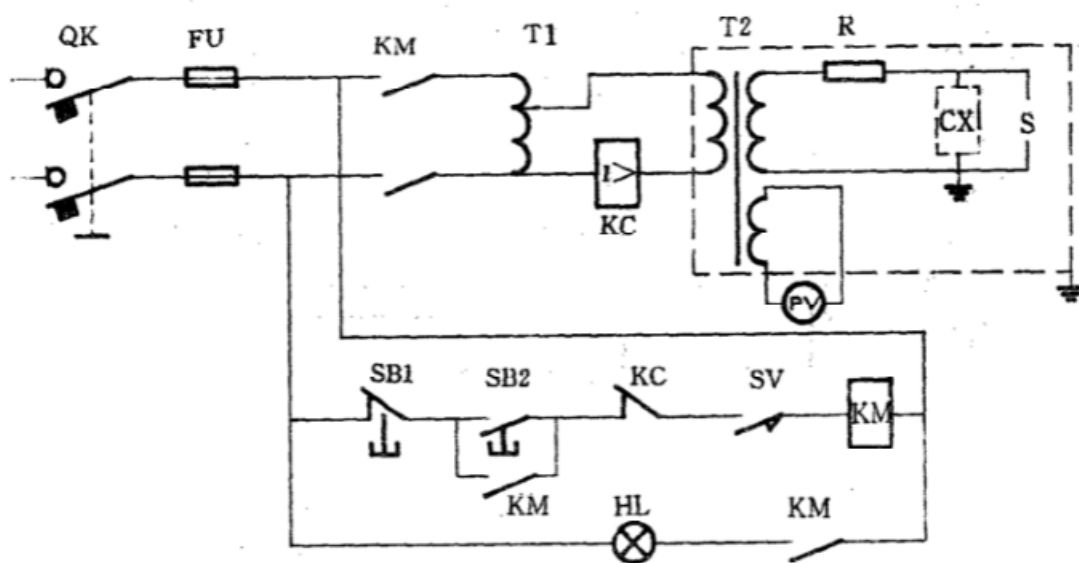
b) 按 7.18.3 的 b) 放置测试元件;

c) 接通电源使元件达到工作温度, 继续通电保持温度 10 min 后断电, 在断电后 0.5 min 内完成测量。测量期间不准采用任何强迫冷却方法使元件降温。

7.20 绝缘耐压强度测试方法

7.20.1 设备

- 绝缘耐压强度测试仪;
- 同 7.12.1 的 b);
- 同 7.12.1 的 c);
- 推荐的试验电路和试验仪器见图 15。



T1: 调压器; T2: 试验变压器 R: 保护电阻; CX: 试样; S: 电压测量球隙;
PV: 电压表; FU: 熔断器; HL: 指示灯; SB1、SB2: 按钮;
KC: 过流继电器; KM: 接触器; SV: 门限位开关; QK: 电源开关。

图 15 推荐的绝缘耐压试验电路原理图

7.20.2 试验电路应满足以下基本要求:

- 试验变压器的容量应保证次级额定电流不小于 0.1 A;
- 试验电源电压波形应为 50 Hz 的正弦波, 试验变压器输出电压波峰系数为 $\sqrt{2} \pm 7\%$;
- 保护电阻的阻值以高压每伏 0.2~0.5 Ω 计算;
- 调压器应能均匀地调节, 其容量与试验变压器相同;
- 过流继电器应有足够的灵敏度, 保证元件击穿时在 0.1 s 内切断电源, 动作电流值应适当选择, 避免发生击穿后不动作或未击穿时误动作;
- 高压侧的电压用精确度不低于 1.5 级的静电计、球隙或通过精确度不低于 0.5 级的电压互感器来测量。低压侧的电压用精确度不低于 0.5 级电压表测量, 其测量误差应不超过 $\pm 4\%$ 。

7.20.3 施加试验电压的方法

首先设定动作电流, 然后在元件和引出棒与外管之间以每秒 0.5 kV 的速度将试验电压升到规定的值, 并保持 1 min。

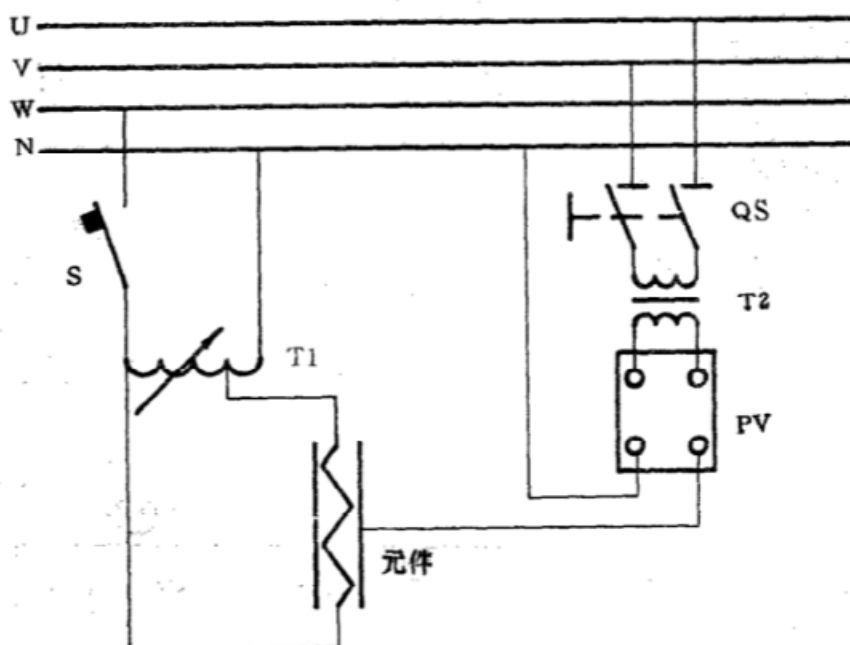
7.20.4 室温和潮态绝缘耐压强度测试

试验应在元件不通电的情况下进行。

在室温绝缘耐压强度测量前, 允许对被测元件在 200℃ 下进行 2 h 干燥, 但在测量时元件的温度必须降到室温。

7.20.5 热态绝缘耐压强度测试

- a) 同 7.18.3 的 a);
- b) 按 7.12.2 的 b) 放置元件;
- c) 接通电源使元件达到工作温度, 继续通电 10 min, 开始测量绝缘耐压强度;
- d) 工作温度下绝缘耐压强度测试电气原理图见图 16。



S: 自动开关 T1: 自耦变压器 QS: 隔离开关 T2: 隔离变压器 PV: 绝缘耐压强度测试仪

图 16 工作温度下绝缘耐压强度测试电气原理图

注: 若没有三相电源, 则在征得有关方面同意后可以采用单相电源代替三相电源, 但必须保证元件的供电电压与加在引出棒与外管上的试验电压间的相位差为 180° 。

7.21 压实密度测试方法

7.21.1 有下列两种测试方法可供选择:

测试方法 A——排水法;

测试方法 B——吸水法。

7.21.2 设备

- a) 称重感量为 0.1 mg 的天平;
 - b) 氧化镁盛器
- 材料: 不锈钢
 内径: $\Phi 30$ mm
 外径: $\Phi 31$ mm
 高: 20 mm
 底: 不锈钢 325 目筛网
 悬吊丝: Cr20Ni80 $\Phi 0.12$ mm。

7.21.3 抽样

- a) 随机抽取被试氧化镁加工的元件 2 支;

注: 用于测试压实密度的元件至少加工 3 支。

- b) 从元件上切割长约 25 mm 作为试样;

- c) 切割过程产生的毛边、金属切屑或疏松的氧化物在进行下一步骤前应严格仔细地去除。

7.21.4 步骤

7.21.4.1 测试方法 A——排水法

- a) 称出试样重量, 精确到 1 mg;
- b) 为了防止试样吸水, 用下述材料中的任一种密封试样, 此材料的密度必须已知:
加拿大树脂、熔化石蜡、RTV 硅橡胶或热收缩管(聚氯乙烯);
- c) 根据选用材料的标准步骤, 干燥, 固化或用其他方法固定密封材料;
- d) 称出在空气中密封好的试样重量, 精确到 1 mg;
- e) 将试样悬吊起来置于蒸馏水中, 再称出其重量;
- f) 把试样上的密封物剥落下来, 用机械方式松开绝缘层, 而后从试样中取出氧化镁, 称出外管和电热丝二者在空气中的重量;
- g) 把外管和电热丝一起悬在水中称重量(见 e)注)。

7.21.4.2 试验方法 B——吸水法

- a) 称出试样的重量, 精确到 1 mg;
- b) 把试样浸在煤油或密度已知的低粘度油中, 至少浸 12 h;
- c) 把试件从液体中取出, 用吸水纸或布擦干表面, 注意防止绝缘层中吸收的液体挤压出, 立刻称出其重量, 精确到 1 mg;
- d) 用机械方式松开绝缘层, 而后从试样中取出氧化镁, 将外管和电热丝弄干净然后称取两者的重量。

7.21.5 计算

7.21.5.1 测试方法 A——排水法

按下述方法计算氧化镁的压实密度 D :

$$D = \frac{W_1 - W_4}{\frac{(W_2 - W_3) - (W_4 - W_5)}{D_2} - \frac{W_2 - W_1}{D_1}} \quad \text{g/cm}^3 \quad (15)$$

- 式中: W_1 ——试样在空气中的重量, g;
 W_2 ——密封试样在空气中的重量, g;
 W_3 ——密封试样在水中的重量, g;
 W_4 ——外管和电热丝在空气中的重量, g;
 W_5 ——外管和电热丝在水中的重量, g;
 D_1 ——密封材料的密度, g/cm³;
 D_2 ——测试温度下水的密度, g/cm³。

7.21.5.2 测试方法 B——吸水法

按下述方法计算氧化镁的压实密度 D :

$$D = \frac{W_6 - W_8}{\frac{W_7 - W_8}{D_3} + \frac{W_8 - W_8}{D_4}} \quad \text{g/cm}^3 \quad (16)$$

- 式中: W_6 ——试样重量, g;
 W_7 ——吸收了液体的试样重量, g;
 W_8 ——外管和电热丝的重量, g;
 D_3 ——液体的密度, g/cm³;
 D_4 ——由 7.21.6 测定的氧化镁密度, g/cm³。

7.21.6 氧化镁密度的测定

- a) 从元件上切割 25 mm 长的 3~4 段, 取出其中氧化镁并筛去 200 目以上的细粉;
- b) 称出盛器在空气中的重量, 精确到 1 mg;
- c) 称出盛器在蒸馏水中的重量, 精确到 1 mg;
- d) 烘干盛器, 并倒入 5~10 g 经筛去细粉的氧化镁, 称出其在空气中的重量, 精确到 1 mg;

- e) 称出氧化镁和盛器在蒸馏水的重量, 精确到 1 mg;
f) 按下式计算氧化镁密度:

$$D_4 = \frac{(W_3 - W_1)C_t}{(W_3 - W_1) - (W_4 - W_2)} \quad \text{g/cm}^3 \quad \dots\dots\dots (17)$$

式中: D_4 ——氧化镁密度, g/cm^3 ;

W_1 ——空盛器在空气中的重量, g;

W_2 ——空盛器在水中的重量, g;

W_3 ——氧化镁和盛器在空气中的重量, g;

W_4 ——氧化镁和盛器在水中的重量, g;

C_t ——蒸馏水在测试水温 t 时的密度(g/cm^3)(在没有争议的情况下可取 $C_t = 1 \text{ g/cm}^3$)。

7.21.7 精度和偏差

7.21.7.1 氧化镁的压实密度与氧化镁的密度的测定应是三次并以它们平均值为结果。

7.21.7.2 每次测量值与平均值的偏差应不超过 $\pm 5\%$ 。

7.21.7.3 若发现过大, 就做第三次测定。

7.21.7.4 采用测试方法 A 测压实密度时, 精度为 $\pm 5\%$; 采用测试方法 B 测压实密度时, 精度为 $\pm 3.5\%$ 。

7.22 寿命试验方法

7.22.1 设备

- a) 同 7.12.1 的 b);
- b) 3 A 保险丝。

7.22.2 抽样

- a) 随机抽取用被试氧化镁加工的元件 5 支;
- b) 按 7.12 方法测量 5 支元件在工作温度下的供电电压值, 挑选三支供电电压值基本接近的作为试验元件, 并求出 3 支元件供电电压值的平均值作为以下试验电压值。

7.22.3 步骤

- a) 按 7.12.2.b) 放置测试元件;
- b) 试验元件的外管可靠地通过 3 A 保险丝接地;
- c) 通电和断电时间分别为 60 min 和 20 min, 断电期间元件应冷却至室温(必要时可以采用强迫冷却);
- d) 给元件接上 7.22.1.a) 规定的电源电压, 稳压 $\pm 1 \text{ V}$;
- e) 通电 50 h 后重新测试温度, 调整电源电压, 稳压 $\pm 1 \text{ V}$; 使元件的表面温度控制在与工作温度的负偏差在 $0 \sim 15^\circ\text{C}$ 范围内;
- f) 在适当的时间拆除热电偶;
- g) 继续试验, 直到发生开路或接地(3 A 保险丝熔断)等损坏为止, 或继续完成预定时间的试验;
- h) 在整个试验期间每隔 1000 h, 就断开电源, 对元件进行室温下绝缘电阻、绝缘耐压强度、泄漏电流等检测, 鉴定元件是否损坏, 检测间隔时间可以缩短。

7.22.4 累计通电时间与合格判定

7.22.4.1 单支元件最后一次检测合格前通电的全部时间为累计通电时间。例如一支元件累计通电 9000 h 检查为合格, 而在 10000 h 检查已不合格, 那么这支元件的累计通电时间为 9000 h。

7.22.4.2 项次合格判别方式见表 6。

表 6

组 合 情 况	合 格 项 次 数	
	平均累计通电时间 超过寿命	平均累计通电时间 未超过寿命
A. A. A	—	0
A. A. B	—	0
A. A. C	1	1
A. B. B	—	0
A. B. C	2	1
A. C. C	2	2
B. B. B	—	0
B. B. C	3	1
B. C. C	3	2
C. C. C	3	—
注： A——累计通电时间不足寿命的 80%； B——累计通电时间介于寿命的 80%~100%之间； C——累计通电时间超过寿命； “—”——表示不存在。		

作为单项试验合格项次数为 3 时，可判寿命试验合格。

7.23 加速寿命试验方法

7.23.1 范围

本方法涉及用被试氧化镁加工成的元件在采用热循环升到高温条件下进行加速寿命试验的方法。本方法测定电气绝缘阻抗或测定流过氧化镁的电流随时间的变化以及测定试验元件在试验中导致完全失效的时间间隔。

注：测试温度下的容抗和感抗可忽略不计，因此阻抗值主要决定于电阻值。

7.23.2 设备

- 点焊机；
- 同 7.12.1 的 b)；
- 同 7.12.1 的 c)；
- 可调交流测试电压源，最大值为 600 V；
- 600 V 交流电压表，1000 Ω /V；
- 10 mA 电流表，A—C 检波型；
- 电压分压器，电阻箱，50 W，500 Ω 。

7.23.3 抽样

- 随机抽取用被试氧化镁加工的元件 5 支；
- 按 7.12 测量 5 支元件在工作温度下供电电压值，挑选三支电压值基本相近的作为试验元件。

7.23.4 绝缘阻抗和电流测量法

7.23.4.1 可以用 7.23.4.2，7.23.4.3，7.23.4.4 所述的任一种方法。绝缘电阻值的大小，随所用方法的不同而异，记录所用的测量方法。

7.23.4.2 使用正交试验电压的伏特计法(见图 17)。把两个试验探针握在一起，调节试验电压 U_2 到

600 V, 把试验元件与大地绝缘, 把一个试验探针放置在外管上, 另一个试验探针放置在分压器的中心抽头上, 记录电压表所示的电压值, 则绝缘电阻为:

$$R = [600/E - 1] r \quad (18)$$

式中: R ——绝缘电阻, $M\Omega$;

E ——指示电压, V ;

r ——电压表的电阻, $M\Omega$ 。

注: 这种方法有三个特点: 1) 正交试验电压由把试验电压叠加到给元件供电的电压上的附加效应减到最少; 2) 把试验电流限制在最大为 1 mA; 3) 分压器使元件的不平衡减少到最低程度。

7.23.4.3 伏特计法——同相试验电压(见图 18)。把两个试验探针握在一起, 把试验电压调节到 600 V, 使元件与大地绝缘, 把一个探针放置在外管上, 另一个探针放置在 A 上, 记录电压表所示电压, 然后让一个试验探针留置在外管上, 再重新把另一个试验探针从 A 转移到 B 再记录电压值, 则绝缘电阻为:

$$R = [1200/(U_A + U_B)] r \quad (19)$$

式中: R ——绝缘电阻值, $M\Omega$;

U_A ——试验探针在 A 时, 电压表的电压值, V ;

U_B ——试验探针在 B 时, 电压表的电压值, V ;

r ——电压表的电阻, $M\Omega$ 。

7.23.4.4 电流表——使用同相试验电压的可变电阻法(见图 19)。把元件与大地绝缘, 调节电阻器, 直到没有电流流过电流表, 闭合开关, 把试验电压调节到 600 V, 记录电流指示值, 则绝缘电阻为:

$$R = \left[\frac{600}{I} - \frac{R_r}{1000} - \frac{R_d}{4000} \right] \times \frac{1}{1000} \quad (20)$$

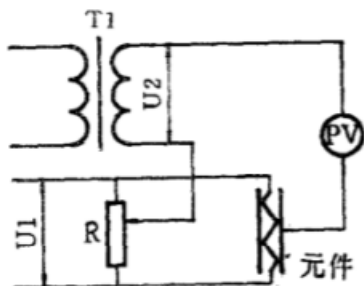
式中: R ——绝缘电阻值, $M\Omega$;

I ——电流表指示值, mA ;

R_r ——电流表内阻值, Ω ;

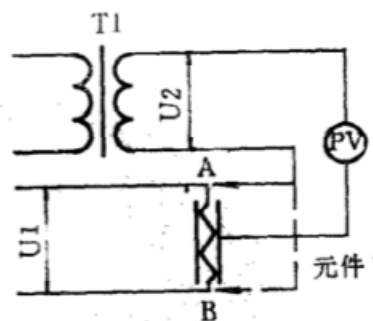
R_d ——电压分压器总电阻值, Ω 。

注: 因为试验电流取决于试验元件的绝缘电阻, 所以应当采取安全预防措施, 使电流表及操作人员避免强大的试验回路电流。此方法可以消除由于试验元件不平衡而产生的变量而且不需要正交回路。



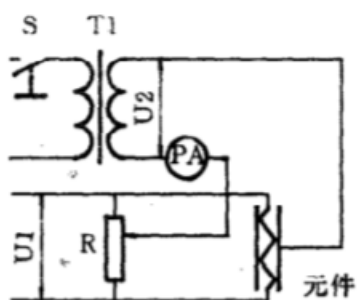
T1: 隔离变压器; U_1 : 可调交流供电电压;
 U_2 : 交流试验电压, 约 600 V, 与 U_1 的相位差 90°; R : 分压器; PV: 600 V 交流电压表, 整流型, 1000 Ω/V 。

图 17 使用正交试验电压的伏特计法



T1: 隔离变压器; U_1 : 可调交流供电电压;
 U_2 : 可调交流试验电压, 约 600 V, U_1 与 U_2 可以同相; PV: 600 V 交流电压表, 整流型, 1000 Ω/V 。

图 18 伏特计法——同相试验电压



T1: 隔离变压器; U1: 可调交流供电电压; U2: 可调交流试验电压, 约 600 V, U1 与 U2 不必正交;
PA: 10 mA 交流电流表, 整流型; R: 分压器; S: 开关。

图 19 电流表—使用同相试验电压的可变电阻法

7.23.5 步骤

- 按 7.12.2.b) 放置测试元件;
- 连接回路和测试温度回路;
- 接通电源, 调整供电电压, 使试验元件的外管温度保持在 $927 \pm 10^\circ\text{C}$, 持续 10 h, 以老化元件, 包括使元件表面氧化。由于未氧化的金属起始辐射率较低, 要注意这期间外管温度不能超过 927°C ;
- 重新调整供电电压, 以获得 927°C 的外管温度 (3 支元件各为中间点温度的平均值) 并保持 24 h, 再调整供电电压, 以保证 927°C 的外管温度, 并记录此时的供电电压值 U ;
- 以后的试验时间里保证供电电压稳定在 $U \pm 1\text{ V}$;
- 适当时候拆除热电偶 (即 34 h 后的适当时候);
- 测量和记录绝缘电阻或试验电流, 起初要在加热 50 h 后进行, 以后每周进行一次, 在接通循环的后半部分测量, 检测时间间隔可以缩短;
- 采用的测试循环接通时间为 60 min, 断开时间为 20 min;
- 继续试验, 直到发生开路或接地而引起的故障为止, 或继续完成预定的时间。

7.23.6 累计通电时间与合格判定

同 7.22.4。

7.24 氧化镁制品抗压强度试验方法

7.24.1 设备

氧化镁制品抗压强度试验机。

7.24.2 步骤

- 随机抽取氧化镁制品 5 个;
- 将制品加工成长为 $10 \pm 1\text{ mm}$ 两平面平行的试验制品, 挑选三个;
- 计算每个制品的截面积;
- 将试件放入压机, 均匀地无冲击地增加负荷, 观察试件是否损坏, 直到增加到 1.5 MPa, 并维持 1 min。

8 氧化镁的检验规则

8.1 验收形式

氧化镁应分别情况进行出厂检验和型式检验。氧化镁的验收形式和要求由供需双方商定。

8.2 出厂检验

8.2.1 产品均需按规定的出厂检验项目进行检验, 每批产品由企业质检管理部门检验合格并附有产品合格证或在产品包装上标上供方规定的合格标志方能出厂。

8.2.2 出厂检验项目, 如表 7 所列。

表 7

序 号	检 验 项 目	技 术 要 求	试 验 方 法
1	标志检查	第 10 章	
2	化学成分	第 5.1 条	第 7.2 条
3	铁磁杂质含量	第 5.2 条	第 7.3 条
4	颗粒配比	第 5.3 条	第 7.4 条
5	灼烧减量	第 5.4 条	第 7.5 条
6	吸水率	第 5.5 条	第 7.6 条
7	流率与振实密度	第 5.7, 5.8 条	第 7.8 条
8	电阻率	第 5.17 条	第 7.10, 7.16 条
9	包装检查	第 10 章	

8.3 型式检验

8.3.1 凡属下列情况这一者应进行型式检验：

- a) 试制的新产品；
- b) 设计和工艺材料有重大改变；
- c) 停产一年以上再恢复生产；
- d) 对连续批量生产的产品，至少一年进行一次，其中寿命试验或加速寿命试验 2 年进行一次。

8.3.2 型式检验的产品应从出厂检验合格且包装后的产品中随机抽取。

8.3.3 型式检验的产品分 6 组，按顺序进行。第二组到第六组型式检验各随机抽取测试元件 3 支。

8.3.3.1 第一组型式检验项目如表 8 所列。

表 8

序 号	检 验 项 目	技 术 要 求	试 验 方 法
1	标志检查	第 10 章	
2	包装检查	第 10 章	
3	化学成份	第 5.1 条	第 7.2 条
4	铁磁杂质含量	第 5.2 条	第 7.3 条
5	颗粒配比	第 5.3 条	第 7.4 条
6	灼烧减量	第 5.4 条	第 7.5 条
7	吸水率	第 5.5 条	第 7.6 条
8	流率与振实密度	第 5.7, 5.8 条	第 7.8 条
9	烧结指数	第 5.6 条	第 7.10, 7.16 条

8.3.3.2 第二组型式试验项目是压实密度检验，技术要求按 5.9，试验方法按 7.9 和 7.21。

8.3.3.3 第三组型式检验项目是导热系数检验，技术要求按 5.16，试验方法按 7.10 和 7.15。

8.3.3.4 第四组型式检验项目是电阻率检验，技术要求按 5.17，测定方法按 7.10 和 7.16。

8.3.3.5 第五组型式检验的项目及顺序如表 9 所列。

表 9

序 号	检 验 项 目	技 术 要 求	试 验 方 法
1	热冲击试验	第 5.14 条	第 7.13 条
2	过热试验	第 5.15 条	第 7.14 条
3	热态泄漏电流	第 5.13 条	第 7.12, 7.18 条
4	热态绝缘电阻	第 5.11 条	第 7.12, 7.19 条
5	热态绝缘耐压强度	第 5.12 条	第 7.12, 7.20 条
6	室温泄漏电流	第 5.13 条	第 7.18 条
7	室温绝缘电阻	第 5.11 条	第 7.19 条
8	室温绝缘耐压强度	第 5.12 条	第 7.20 条
9	潮态泄漏电流	第 5.13 条	第 7.17, 7.18 条
10	潮态绝缘电阻	第 5.11 条	第 7.17, 7.19 条
11	潮态绝缘耐压强度	第 5.12 条	第 7.17, 7.20 条

8.3.3.6 第六组型式检验项目是寿命或加速寿命试验,技术条件按 5.18,试验方法按 7.22 和 7.23。

8.3.4 重要技术条件和一般技术条件的区分如下:

a) 第四、五、六组检验的技术条件为重要技术条件,其余为一般技术条件;

b) 一个项目的一次检验为一个项次检验,例第五组中 11 个项目各做三支元件,应为 33 个项次检验。

8.3.5 合格判定方法如下:

在型式检验中,若在一般技术条件中有 3 个项次不合格或者在重要技术条件中有一个项次不合格,允许重复检验,否则认为不合格。

应重新抽样进行该项目的重复检验,但第五组试验仍要按顺序做到该项目,若在重要技术条件中,仍有一个项次检验不合格或在一般技术条件中仍有三个项次检验不合格,则认为该批产品不合格。

重复检验后,若在一般技术条件中仅有二个项次不合格,可由供需双方协商解决,但不能作为合格产品出厂。

8.4 其他

需方有权检查产品是否符合本标准要求,交货时按出厂检查项目验收,若对产品质量有疑问,有权要求增加除寿命试验或加速寿命试验外的所有检验项目。若检验合格,检验用的产品亦应作为产品交货。

9 氧化镁制品的检验规则

9.1 验收形式

制品应分别情况进行出厂检验和型式检验。制品的验收形式和要求由供需双方商定。

9.2 出厂检验

9.2.1 产品均需按规定的出厂检验项目进行检验,每批产品由企业质检管理部门检验合格并附有产品合格证,或在产品的包装上标上供方规定的合格标志方能出厂。

9.2.2 出厂检验由两部分组成,即原料氧化镁的检验和制品的检验。

9.2.2.1 原料氧化镁检验项目如表 10 所列。

表 10

序 号	检 验 项 目	技 术 要 求	试 验 方 法
1	标志检查	第 10 章	
2	化学成分	第 5.1 条	第 7.2 条
3	铁磁杂质含量	第 5.2 条	第 7.3 条
4	颗粒配比	第 5.3 条	第 7.4 条
5	灼烧减量	第 5.4 条	第 7.5 条
6	吸水率	第 5.5 条	第 7.6 条
7	电阻率	第 5.17 条	第 7.11, 7.16 条
8	室温绝缘耐压强度	第 5.12 条	第 7.11, 7.20 条
9	包装检查	第 10 章	

9.2.2.2 制品检验项目如表 11, 随机抽取三件。

表 11

序 号	检 验 项 目	技 术 要 求	试 验 方 法
1	标志检查	第 10 章	
2	粘合剂残留物	第 6.2 条	
3	烧结温度	第 6.3 条	
4	制品硬度	第 6.4 条	
5	制品表面	第 6.5 条	
6	烧结密度	第 6.6 条	
7	方形制品平面倾斜度	第 6.7 条	
8	抗压强度	第 6.8 条	第 7.24 条
9	外形尺寸	第 6.9 条	
10	包装检查	第 10 章	

9.3 型式检验

9.3.1 凡属下列情况之一者应进行型式检验:

- 试制的新产品;
- 设计和工艺或原料有重大改变;
- 停产一年以上再恢复生产;
- 对连续批量生产的产品, 至少一年进行一次, 其中寿命试验或加速寿命试验 2 年进行一次。

9.3.2 型式检验的产品应从出厂检验合格且经包装后的产品中随机抽取以及从原料氧化镁中随机抽取。

9.3.3 型式检验由两部分组成, 即氧化镁的检验和制品的检验。

9.3.4 制品的型式检验项目与制品的出厂检验项目(见 9.2)完全相同。

9.3.5 原料氧化镁的型式检验分六组, 按分组顺序进行, 第二到第六组检验每组检验元件各为三支。

9.3.5.1 第一组型式检验的项目如表 12 所列。

表 12

序 号	检 验 项 目	技 术 要 求	试 验 方 法
1	标志检查	第 10 章	
2	包装检查	第 10 章	
3	化学成份	第 5.1 条	第 7.2 条
4	铁磁杂质含量	第 5.2 条	第 7.3 条
5	颗粒配比	第 5.3 条	第 7.4 条
6	灼烧减量	第 5.4 条	第 7.5 条
7	吸水率	第 5.5 条	第 7.6 条

9.3.5.2 第二组型式检验的项目是压实密度检验，技术要求按 5.9，试验方法按 7.11 和 7.21。

9.3.5.3 第三组型式检验的项目是导热系数检验，技术要求按 5.16，试验方法按 7.11 和 7.15。

9.3.5.4 第四组型式检验的项目是电阻率检验，技术要求按 5.17，试验方法按 7.10 和 7.16。

9.3.5.5 第五组型式检验的项目及顺序按 8.3.3.5 要求。

9.3.5.6 第六组型式检验的项目按 8.3.3.6 要求。

9.3.6 制品检验项目中，抗压强度及原料氧化镁检验中第四、五组、六组检验的技术条件为重要技术条件，其余为一般技术条件。

9.3.7 合格判定按 8.3.5 要求。

9.4 其他

按 8.4 要求。

注：

1 制品原料氧化镁的出厂和型式检验项目与氧化镁生产厂的电工级氧化镁的出厂和型式检验项目相同。

2 制品原料氧化镁的出厂和型式检验，可由氧化镁生产厂的电工级氧化镁的出厂和型式检验代替。

10 标志、包装、运输和储藏

10.1 产品包装上必须有永久性标志。

10.2 标志的内容必须包括：

- a) 制造厂厂名、地址；
- b) 产品名称、型号、规格、产品标准号；
- c) 工作温度；
- d) 产品的净重、毛重或制品数量；
- e) 外包装尺寸；
- f) 防雨防潮的标志；
- g) 出厂年月。

10.3 氧化镁产品应有内外两层包装，内包装为塑料袋，外包装可分简易包装和筒包装，简易包装材料为塑料编织袋，筒包装材料为纤维板、铁皮或塑料。

制品包装的内包装为马粉纸，外包装为木箱。

10.4 产品的包装内应有出厂检验合格证。

注：在包装上具有合格标志的不另给合格证。

10.5 用户对包装有特殊要求的可按 11.1 提出。

10.6 产品应放在空气流通，无腐蚀性气体，且不受雨雪侵袭的仓库中。

11 订购和供货

11.1 订购

需方在订购文件中应对产品提出详细的要求,包括:

- a) 产品的名称、代号;
- b) 主要技术要求;
- c) 特殊要求,例如颗粒配比、工作温度、频率和包装等;
- d) 验收形式和要求。

供方应尽可能满足需方的特殊要求,但实际可供需方选择的特殊要求由供方参照本标准根据各自的条件决定。

11.2 供货依据

经供需双方商定的 11.1 内容应写进合同中,与产品标准一起作为供货合同的依据。

11.3 质量保证

氧化镁产品在本标准规定的保管和使用条件下,从发货日起 6 个月内出现因产品制造的质量问题,供方应负责给需方换货或退货。

中 华 人 民 共 和 国
机械行业标准
高频塑料热合机
电工级氧化镁
JB/T 8507~8508—1996

*

机械部北京电工综合技术经济研究所
机械部湘潭电工标准化研究室
编辑 出版 发行
(湖南湘潭市下摄司街 302 号)
湘潭电机厂印刷厂印刷
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3 字数 86 000
1997 年 1 月第一版 1997 年 1 月第一次印刷
印数 1—500

*

印刷号 DB 892