

ICS 33.160.40
Q 51



中华人民共和国国家标准

GB/T 15064—2008
代替 GB/T 15064.1~15064.8—1994

显像管石墨乳试验方法

Test methods of colloidal graphite for kinescope

2008-08-20 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

前 言

本标准代替 GB/T 15064.1—1994《显像管石墨乳试验方法 固形分、挥发分、灰分和 pH 值试验方法》、GB/T 15064.2—1994《显像管石墨乳试验方法 粘度试验方法》、GB/T 15064.3—1994《显像管石墨乳试验方法 电阻率试验方法》、GB/T 15064.4—1994《显像管石墨乳试验方法 附着性试验方法》、GB/T 15064.5—1994《显像管石墨乳试验方法 造孔性试验方法》、GB/T 15064.6—1994《显像管石墨乳试验方法 耐湿性试验方法》、GB/T 15064.7—1994《显像管石墨乳试验方法 粒度试验方法》、GB/T 15064.8—1994《显像管石墨乳试验方法 铁和铜含量试验方法》等八个标准。

与以上八个标准相比,本标准主要做了如下修改:

- 将上述八个标准整合为一个标准;
- 标准名称改为《显像管石墨乳试验方法》;
- 将上述八个标准中分散的“样品处理”统一编排为本标准第 2 章“试样处理”;
- 浓度表示按 GB/T 2001.4—2001 标准规定进行了修改;
- 挥发分含量的测定结果,将原 GB/T 15064.1—1994 规定的两个测定值之差不超过 0.5% 修改为不超过 0.4%;
- 铜含量试验方法,将原 GB/T 15064.8—1994 中平行的两种方法中的新亚铜灵-甲基橙萃取光度法规定为仲裁法;
- 质量分数符号用“ w ”代替“X”。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国非金属矿产品及制品标准化技术委员会(SAC/TC 406)归口。

本标准负责起草单位:咸阳非金属矿研究设计院。

本标准参加起草单位:青岛南墅广顺石墨有限公司。

本标准主要起草人:雷建斌、张罕博、高荣生。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15064.1—1994;
- GB/T 15064.2—1994;
- GB/T 15064.3—1994;
- GB/T 15064.4—1994;
- GB/T 15064.5—1994;
- GB/T 15064.6—1994;
- GB/T 15064.7—1994;
- GB/T 15064.8—1994。



显像管石墨乳试验方法

1 范围

本标准规定了显像管用石墨乳固形分、挥发分、灰分、pH 值、粘度、电阻率、附着率、造孔性、耐湿性、粒度、铁含量、铜含量的试验方法。

本标准适用于彩色显像管和黑白显像管用石墨乳。

2 试样处理

将试验用石墨乳置于试样瓶中,拧紧瓶盖,放在转速为 120 r/min±3 r/min 的滚动机上,滚动 10 h 以上混匀。所有试验均从混匀的试样瓶中取部分试样来进行试验。

3 固形分试验方法

3.1 仪器设备

3.1.1 天平:感量为 0.000 1 g;

3.1.2 干燥箱:温控范围室温~300 ℃。

3.2 试验步骤

3.2.1 称取混匀后试样 1 g~2 g(准确至 0.000 1 g),置于已烘干恒重的玻璃表面皿中。将试样放入 105 ℃~110 ℃的干燥箱中,按表 1 规定的时间烘干。

表 1

品 种		烘干时间/h
彩色显像管	黑底石墨乳	1.5
	管颈石墨乳	2
	销钉石墨乳	2
	外涂石墨乳	2
	锥内涂石墨	3
黑白显像管	外导电石墨乳	烘干至恒重
	内导电石墨乳	

3.2.2 试样烘干后放入干燥器中,冷却至室温后称量(准确至 0.000 1 g)。

3.3 结果计算

固形分含量以质量分数 ω_1 计,数值以 10^{-2} 或者 % 表示,按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m ——试样质量,单位为克(g);

m_1 ——烘干后试样质量,单位为克(g)。

取两个平行试样测定结果的算术平均值为试验结果,保留小数点后两位数字。当固形分小于等于 15% 时,两个测定值之差不超过 0.2%,当固形分大于 15% 时,两个测定值之差不得超过 0.4%,否则进行第三个试样的测定,以不超差的两个测定值计算试验结果。

4 挥发分试验方法

4.1 仪器设备

4.1.1 天平:感量为 0.000 1 g;

- 4.1.2 干燥箱:温控范围室温~300℃;
- 4.1.3 高温炉:温控范围室温~1 000℃;
- 4.1.4 标准筛:500 μm;
- 4.1.5 水浴锅。

4.2 试验步骤

4.2.1 彩色显像管锥内涂石墨乳、管颈石墨乳、销钉石墨乳挥发分试验步骤

4.2.1.1 称取混匀好的试样约 30 g,置于蒸发皿中,在水浴锅上蒸发至干涸。放入 105℃~110℃的干燥箱内,烘干 4 h。

4.2.1.2 将烘干的试样粉碎研磨至全部通过 500 μm 筛,置于原蒸发皿中,放入 150℃±5℃的干燥箱内,烘干 2 h,然后移入干燥器中,冷却至室温。

4.2.1.3 称取干燥试样约 0.5 g(准确至 0.000 1 g),置于经 950℃±10℃灼烧恒重的瓷坩埚内,放入 250℃±10℃的高温炉中灼烧 20 min,再升温至 420℃±10℃灼烧 40 min,取出放入干燥器中,冷却至室温后称量(准确至 0.000 1 g)。

4.2.2 黑白显像管内导电石墨乳挥发分试验步骤

将 3.2.2 中测定固形分后的干燥试样放入 420℃±10℃的高温炉中灼烧 45 min,取出放入干燥器中,冷却至室温后称量(准确至 0.000 1 g)。

4.3 结果计算

挥发分含量以质量分数 w_2 计,数值以 10^{-2} 或者 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——干燥试样质量,单位为克(g);

m_3 ——420℃灼烧后试样质量,单位为克(g)。

取两个平行试样测定结果的算术平均值为试验结果,保留小数点后两位数字,两个测定值之差不得超过 0.4%,否则进行第三个试样的测定,以不超差的两个测定值计算试验结果。



5 灰分试验方法

5.1 仪器设备

- 5.1.1 天平:感量为 0.000 1 g;
- 5.1.2 干燥箱:温控范围室温~300℃;
- 5.1.3 高温炉:温控范围室温~1 000℃。

5.2 试验步骤

彩色显像管石墨乳称取 4.2.1.2 制备的干燥试样 0.5 g(准确至 0.000 1 g),黑白显像管石墨乳称取 3.2.2 测定固形分后的干燥试样 0.5 g(准确至 0.000 1 g),置于经 980℃±20℃灼烧恒重的瓷坩埚内,放入 980℃±20℃的高温炉中,灼烧 3 h,取出放入干燥器内,冷却至室温后称量(准确至 0.000 1 g)。

5.3 结果计算

灰分含量以质量分数 w_3 计,数值以 10^{-2} 或者 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_4}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——干燥试样质量,单位为克(g);

m_4 ——950℃灼烧后试样质量,单位为克(g)。

取两个平行试样测定结果的算术平均值为试验结果,保留小数点后两位数字,两个测定值之差不得

超过 0.5%，否则进行第三个试样的测定，以不超差的两个测定值计算试验结果。

6 pH 值试验方法

6.1 仪器设备

酸度计：pH 值测量范围 0~14，最小分度值 0.02。

6.2 试验步骤

量取第 2 章中混匀好的试样约 50 mL，置于 100 mL 烧杯中。按酸度计使用方法测定试样的 pH 值，记录测定结果，取二个平行测定结果的平均值为测定结果。保留小数点后两位数字。

7 彩色显像管锥内涂石墨乳、销钉石墨乳、管颈石墨乳和黑白显像管内、外导电石墨乳粘度试验方法

7.1 仪器设备

7.1.1 粘度计：旋转式，测量范围 10 mPa·s~100 000 mPa·s，测量误差±5%；

7.1.2 温度计：测量范围 10℃~30℃，分度值不大于 0.5℃；

7.1.3 秒表。

7.2 试验步骤

7.2.1 将试样静置 10 h 以上。在 25℃±1℃ 的恒温室内，按第 2 章的规定，用滚动机混匀试样。试样停止滚动后，立即采集约 500 g，置于烧杯中，放在粘度计下，在 25℃±1℃ 的温度下（黑白显像管外导电石墨乳的粘度测定温度可在 20℃±1℃ 下进行），按表 2 规定的条件测定粘度。从试样滚动停止到放在粘度计下开始测定，准备时间不超过 120 s。

表 2

品 种	转子号	转速/(r/min)	测定时间/s
彩色显像管	锥内涂石墨乳	1	30
	销钉石墨乳	1	30
	管颈石墨乳	2	30
黑白显像管	内导电石墨乳	2	30
	外导电石墨乳	由粘度指标及偏差范围选定 30	

7.2.2 到测定时间结束时，先按下指针控制杆，使指针停止在读数窗口内，再关闭电机，停止转动，读取读数（读数精度为 0.1 刻度）。用温度计测量并记录试样温度。

7.2.3 第一次取样后，将试样瓶重新放在滚动机上，滚动 10 min 后，按上述步骤进行第二次测定。

7.3 结果计算

彩色显像管锥内涂石墨乳和销钉石墨乳的粘度 η_1 按式(4)计算，彩色显像管管颈石墨乳和黑白显像管内导电石墨乳的粘度 η_2 按式(5)计算，黑白显像管外导电石墨乳的粘度 η_3 按式(6)计算：

$$\eta_1 = \text{读数} \times 2 \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$\eta_2 = \text{读数} \times 10 \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$\eta_3 = \text{读数} \times K \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

η_1 、 η_2 、 η_3 ——粘度，单位为毫帕秒(mPa·s)；

K——由选用的转子和转速确定。

取两次测定的算术平均值为试验结果，两个测定值的相对偏差不得超过 2%，否则进行第三次测定，以不超差的两次测定值计算试验结果。

8 彩色显像管外涂石墨乳粘度试验方法

8.1 仪器设备和试剂

8.1.1 粘度计：旋转式粘度计，测量范围 10 mPa·s~100 000 mPa·s，测量误差±5%；

- 8.1.2 滚动机:65 r/min±2 r/min;
 8.1.3 温度计:测量范围 10℃~30℃,分度值不大于 0.5℃;
 8.1.4 秒表;
 8.1.5 正辛醇:化学纯。

8.2 试验步骤

- 8.2.1 将试样静置 10 h 以上。在 25℃±1℃ 的恒温室内,用转速为 65 r/min±2 r/min 的滚动机滚动混匀试样 10 h。试样停止滚动后,立即采集约 600 mL 试样,置于烧杯中。试样中气泡较多时,应逐滴加入 3 mL 正辛醇,同时用取样勺搅拌 1 min,以消除试样中的气泡。
 8.2.2 试样消除气泡后,立即置于粘度计下,按表 3 条件测定粘度。

表 3

转子号	转速/(r/min)	测定时间/s
2	30	30

- 8.2.3 到测定时间结束时,按 7.2.2 的规定读取读数并记录试样温度。
 8.2.4 第一次取样后,将试样瓶重新放在滚动机上,滚动 10 min 后,按 8.2.1~8.2.3 的步骤进行第二次测定。

8.3 结果计算

彩色显像管外涂石墨乳的粘度 η_1 按式(7)计算:

$$\eta_1 = \text{读数} \times 10 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

η_1 ——粘度,单位为毫帕秒(mPa·s)。

取两次测定的算术平均值为试验结果,两个测定值的相对偏差不得超过 2%,否则进行第三次测定,以不超差的两次测定值计算试验结果。

9 彩色显像管黑底石墨乳粘度试验方法

9.1 仪器设备

- 9.1.1 粘度计:旋转式粘度计,测量范围 10 mPa·s~100 000 mPa·s,测量误差±5%;
 9.1.2 振动机:振次(190±2)次/min,振幅 40 mm。

9.2 试验步骤

9.2.1 将试样静置于试样瓶中 10 h 以上,然后放入 25℃±1℃ 的恒温水槽中浸泡 30 min,将试样温度调整为 25℃±1℃,在 25℃±1℃ 的恒温实验室内,用振动机水平振动(也可采用小型搅拌机,以 800 r/min~1 000 r/min 的转速搅拌 15 min,将试样混匀)。试样混匀后,立即采集 500 mL,置于烧杯中,放在粘度计下,按表 4 条件测定粘度。从试样振动(或搅拌)停止到放在粘度计下开始测定,准备时间不超过 60 s。

表 4

转子号	转速/(r/min)	测定时间/s
1	60	30

- 9.2.2 到测定时间结束时,按 7.2.2 读取读数并记录试样温度。
 9.2.3 第一次取样后,将试样瓶重新放在振动机上,振动 1 min(或用搅拌机搅拌 1 min)后,按上述步骤进行第二次测定。

9.3 结果计算

彩色显像管黑底石墨乳的粘度 η_2 按式(8)计算:

$$\eta_2 = \text{读数} \times 1 \dots\dots\dots (8)$$

式中：

η_0 ——粘度，单位为毫帕秒(mPa·s)。

取两次测定的算术平均值为试验结果，两个测定值的相对偏差不得超过 2%，否则进行第三次测定，以不超差的两次测定值计算试验结果。

10 电阻率试验方法

10.1 仪器设备

10.1.1 天平：感量为 0.000 1 g；

10.1.2 干燥箱：工作温度 105 ℃~110 ℃；

10.1.3 高温炉：工作温度 420 ℃±10 ℃；

10.1.4 水银电极：每板直径 2 mm，长 80 mm，两极相距 40 mm±1 mm；

10.1.5 电阻测定器：测量范围 0 kΩ~2 kΩ，测量误差±2.5%；

10.1.6 载玻片：76 mm×26 mm；

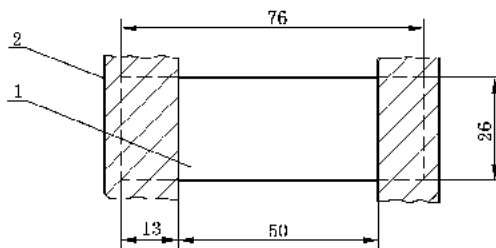
10.1.7 其他：喷枪、喷涂架、通风厨、毛刷、耐热胶带。

10.2 彩色显像管锥内涂石墨乳、管颈石墨乳、销钉石墨乳和墨白显像管内导电石墨乳试片的制作

10.2.1 取两块显微镜用干燥载玻片，用脱脂纱布擦干净，编号后用天平称量(准确至 0.000 1 g)，记录每块载玻片的质量。

10.2.2 如图 1 所示，在载玻片上贴上耐热胶带，遮盖住载玻片的两端。

单位为毫米



- 1——载玻片；
2——耐热胶带。

图 1 遮盖胶带粘贴示意图

10.2.3 将按第 2 章制备好的试样，用毛刷均匀地涂刷在载玻片上。

10.2.4 将涂膜试片放在水平试验台上静置晾干后，去掉耐热胶带，将试片放入 105 ℃~110 ℃的干燥箱中，干燥 30 min。

10.2.5 将试片置于 420 ℃±10 ℃的高温炉中，加热 30 min，取出再放入 105 ℃~110 ℃的干燥箱中，干燥 15 min，然后移入干燥器内冷却至室温。

10.2.6 称量涂膜试片(准确至 0.000 1 g)，算出涂膜的净重。每块试片上涂膜的质量应在 0.015 0 g~0.030 0 g 的范围内，否则重新制作试片。

10.3 彩色显像管外涂石墨乳和黑白显像管外导电石墨乳试片的制作

10.3.1 取两块显微镜用干燥载玻片，用脱脂纱布擦干净，编号后用天平称量(准确至 0.000 1 g)，记录每块载玻片的质量。

10.3.2 按第 2 章制备好的试样，取 200 mL 混匀的式样装入喷枪容器中。

10.3.3 将载玻片放在通风柜内的喷涂架上，呈 20°的倾角，用喷枪按表 5 条件进行喷涂。

表 5

项 目	条 件 值
喷嘴孔径/mm	1.0
喷压/MPa	0.35~0.40
喷涂方式	垂直喷涂
喷涂距离/mm	200
喷涂速度/(mm/s)	200
喷涂次数	4(往返二次)

10.3.4 喷涂后将涂膜试片自然干燥 20 min, 然后放入 105 °C~110 °C 的干燥箱中干燥 60 min, 移入干燥器中冷却 10 min。

10.3.5 称量涂膜试片(准确至 0.000 1 g), 算出涂膜的净重。每块试片上涂膜的质量应在 0.500 g~0.800 g 的范围内, 否则重新制作试片。

10.4 试验步骤

10.4.1 将按 10.2 制备好的试片涂膜的一面向下, 横放在水银电极上, 使涂膜面与水银接触, 在试片上面中央放一枚 50 g 砝码, 用电阻测定器测量电阻, 准确到欧姆值读数的整数位。

10.4.2 将试片向左右各移动 2 mm, 再测两次。每一试片测量三次电阻值, 取平均值。

10.5 结果计算

电阻率 ρ 按式(9)计算:

$$\rho = \frac{R \times M}{D \times L \times L_1} \dots\dots\dots(9)$$

式中:

- ρ ——电阻率, 单位为欧姆厘米($\Omega \cdot \text{cm}$);
- R ——涂膜电阻, 单位为欧姆(Ω);
- M ——涂膜质量, 单位为克(g);
- D ——涂膜密度, 单位为克每立方厘米(g/cm^3), 取值 2.2 g/cm^3 ;
- L ——涂膜长度, 单位为厘米(cm);
- L_1 ——电极间隔, 单位为厘米(cm), 取值 4.0 cm。

取两块试片测定值的算术平均值为试验结果, 保留小数点后二位数字。

11 附着率试验方法

11.1 试验设备

- 11.1.1 干燥箱: 工作温度 105 °C~110 °C;
- 11.1.2 高温炉: 工作温度 450 °C \pm 10 °C;
- 11.1.3 划格器: 切割刀 11 片、切割间距 1 mm 的划格器或刀片;
- 11.1.4 膜厚计: 测量范围 0 mm~2 mm, 分度值 0.001 mm;
- 11.1.5 载玻片: 76 mm \times 26 mm;
- 11.1.6 粘着胶带: 剥离力 6.9 N~7.0 N, 宽 25 mm;
- 11.1.7 毛刷或海绵。

11.2 彩色显像管锥内涂石墨乳、管颈石墨乳和黑白显像管内导电石墨乳试片的制作

- 11.2.1 取两块显微镜用载玻片, 用脱脂纱布擦干净。
- 11.2.2 将按第 2 章制备好的试样, 用毛刷均匀地涂抹在载玻片上。
- 11.2.3 将涂膜试片静置晾干后, 放入 105 °C~110 °C 的干燥箱中烘干 30 min, 然后于 450 °C \pm 10 °C

的电炉中加热 30 min,再放入 105 ℃~110 ℃的干燥箱中烘 15 min,取出自然冷却 10 min。

11.3 彩色显像管外涂石墨乳和黑白显像管外导电石墨乳试片的制作

11.3.1 按 10.3.1~10.3.4 的步骤或按 10.2.1~10.2.5 的步骤制作涂膜试片,其中在干燥箱中烘干的时间为 20 min。

11.3.2 用膜厚计测量涂膜厚度(准确至 1 μm),干燥涂膜的厚度应为 10 μm~30 μm,否则重新制作试片。

11.4 试验步骤

11.4.1 在试片涂膜面的中央,用划格器或刀片横竖各划 11 条线,垂直相交,线间距离均为 1 mm,划出 100 个方格。

11.4.2 将粘着胶带轻轻贴在试片涂膜的方格上,用质量为 2 kg 的辊子往返滚压一次。

11.4.3 用手以 45°角拉住胶带的一端,在 1 s 内将胶带拉剥下来,记录剥离下来的方格数,将胶带贴在记录纸上。

11.5 结果计算

附着率 X_1 以 % 计,按式(10)计算:

$$X_1 = 100 - n \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

n ——转移到胶带上的方格数。

取两块试片测定值的算术平均值为试验结果。

12 造孔性试验方法

12.1 仪器设备和试剂

12.1.1 天平:感量为 0.1 g;

12.1.2 电热器:1 kW;

12.1.3 搅拌机:转速 100 r/min~1 200 r/min,功率 150 W;

12.1.4 紫外线照射装置:平均亮度 37 000 cd/cm²,功率 250 W;

12.1.5 回转工作台:转速 80 r/min~85 r/min,干燥热风器功率 290 W;

12.1.6 恒温水槽工作温度 55 ℃±3 ℃,45 ℃±1 ℃;

12.1.7 干燥箱:0 ℃~250 ℃;

12.1.8 酸度计:pH 值测量范围 0~14,最小分度值 0.02;

12.1.9 显微镜:工作倍率 40~60;

12.1.10 秒表;

12.1.11 多孔板(阴罩局部);

12.1.12 喷枪;

12.1.13 喷涂架;

12.1.14 载玻片:76 mm×26 mm;

12.1.15 聚乙烯醇:化学纯;

12.1.16 重铬酸铵:化学纯;

12.1.17 次氯酸钠:有效氯浓度 10 g/L,化学纯;

12.1.18 盐酸:密度 1.19 g/cm³,化学纯。

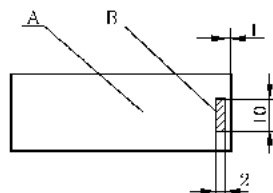
12.2 聚乙烯醇(PVA)-重铬酸铵(ADC)溶液的配制

称取蒸馏水 980 g,置于 2 L 烧杯中,在电热器上加热至 65 ℃±5 ℃,取用搅拌机下边搅拌边缓慢加入聚乙烯醇 20 g,完全溶解后,冷却至室温。再边搅拌边添加重铬酸铵 1.0 g,完全溶解后再添加蒸馏水,使溶液总量为 1 000 g,将溶液装入暗色容器中,有效期为四个月。

12.3 聚乙烯醇-重铬酸铵有机膜的制作

12.3.1 取八块显微镜用载玻片,用脱脂纱布擦净,按图 2 所示将聚乙烯绝缘胶带贴在载玻片上作为标记,贴带的一面为正面,贴带的一端为上端。

单位为毫米



A——载玻片;
B——聚乙烯绝缘胶带。

图 2 标记胶带粘贴示意图

12.3.2 将载玻片浸入聚乙烯醇-重铬酸铵溶液中,立即提出,用湿脱脂棉擦去下垂的溶液。

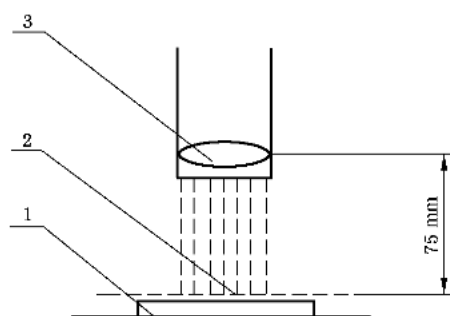
12.3.3 每次将四块载玻片放在回转工作台上甩干,回转工作台按表 6 条件操作。

表 6

项 目	条 件 值
转速/(r/min)	80~85
干燥距离/mm	160
热风温度(载玻片附近)/℃	40~45
定时/s	90

12.4 聚乙烯醇-重铬酸铵有机膜的紫外线曝光

12.4.1 在距紫外线照射装置的透镜 75 mm 的正下方,安装多孔板。将甩干的聚乙烯醇-重铬酸铵有机膜试片正面朝上,放在多孔板的下方,进行紫外线曝光,如图 3 所示,用定时器控制,曝光时间为 3 s。



1——试片;
2——多孔板;
3——紫外线灯透镜。

图 3 紫外线曝光示意图

12.4.2 经过紫外线曝光的试片,在 $55\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温水槽中浸泡 1 min,取出,拿住试片一端的侧面,用蒸馏水从上端慢慢清洗 5 s,浸入装有 500 mL 蒸馏水的烧杯中,摇动清洗 5 s。每次清洗四块,每四块重换新的蒸馏水。

12.4.3 取出试片,抖掉上面的水滴,用洗涤夹夹紧,悬挂于 $45\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中,干燥 10 min。取出放入保存箱中备用,有效期为 7 d。

12.5 腐蚀液(1.8%的次氯酸钠溶液)的配制

12.5.1 量取蒸馏水 245 mL,置于 300 mL 烧杯中,边搅拌边加入次氯酸钠 54 g。

12.5.2 量取蒸馏水 36 mL,置于 100 mL 烧杯中,添加盐酸 12 mL,配成 10%的盐酸溶液。

12.5.3 将 10%的盐酸溶液逐滴加入到次氯酸钠溶液中,调整溶液的 pH 值为 8.0~8.5,配成腐蚀液,有效期为 4 h。配制一次腐蚀液刻蚀的试片不得超过 10 块。

12.6 试样涂布液的配制

称取按第 2 章制备好的试样 $(1\ 000/w_1)$ g, (w_1 为试样中固形分的质量分数),准确至 0.1 g,置于 300 mL 烧杯中。加入蒸馏水 $(200/w_1 \sim 1\ 000/w_1)$ g,配成 200 g 试样涂布液,用搅拌机搅拌 5 min。试样涂布液限于试验的当日配制。

12.7 试验步骤

12.7.1 将 12.4.3 保存的试片,用洗涤夹夹住上端,插入试样涂布液中浸泡涂敷后,立即提出,用湿脱脂棉擦去下端流滴液,放入 $50\ ^\circ\text{C} \pm 0.5\ ^\circ\text{C}$ 的干燥箱中,干燥 5 min。

12.7.2 将装有腐蚀液的烧杯放入 $45\ ^\circ\text{C} \pm 1\ ^\circ\text{C}$ 的恒温水槽中恒温,将涂布试样干燥后的试片浸入腐蚀液中浸泡 3 min,取出放入 500 mL 蒸馏水中浸泡 30 s。

12.7.3 将试片放在喷涂架上,用蒸馏水按表 7 条件喷洗。喷洗时喷嘴沿试片中心线往复二次,再稍向上和稍向下各往复一次,并重复操作十次。

12.7.4 用湿脱脂棉擦去试片背面及侧面的石墨乳涂膜,将试片悬挂于干燥箱内,于 $105\ ^\circ\text{C} \sim 110\ ^\circ\text{C}$ 温度下干燥 1 h。

表 7

项 目	条 件 值
喷嘴孔径/mm	1.0
喷压/MPa	0.36~0.40
喷射方式	圆形面喷射
喷射距离/mm	200
喷射速度/[次(往复)/分]	40
喷射次数/[次(往复)]	40
喷水量/mL	250

12.8 造孔性评价

12.8.1 将造孔的试片放在显微镜的观察台上,用照度恒定的平行光源,以 40~60 的倍率观察试片的中央部分。

12.8.2 小孔的形状和涂膜剥离情况与图 4 比较,与图 4a)和图 4b)标准样本图相符者为合格,与图 4c)和图 4d)相符者为不合格。

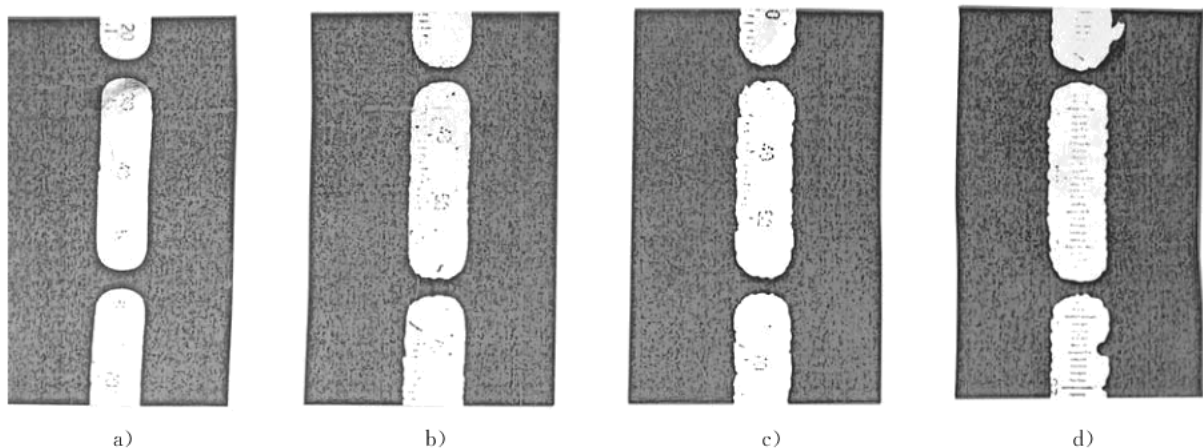


图 4 黑底石墨乳造孔性标准样本图

13 耐湿性试验方法

13.1 仪器设备

13.1.1 干燥箱:工作温度 105 ℃~110 ℃;

13.1.2 电热器:1 kW;

13.1.3 载玻片:76 mm×26 mm。

13.2 试验步骤

13.2.1 彩色显像管外涂石墨乳试验步骤

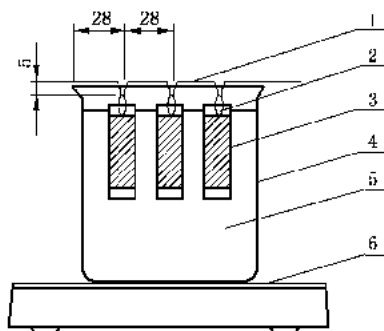
13.2.1.1 按 10.3.1~10.3.3 的步骤制作六块涂膜试片。

13.2.1.2 试片自然干燥 20 min,放入 105 ℃~110 ℃的干燥箱中烘干 20 min,自然冷却 10 min。

13.2.1.3 在 1 000 mL 烧杯中加入适量蒸馏水,在电热器上加热至沸腾。

13.2.1.4 用钢丝制作两根悬挂夹具,将干燥冷却后的六块试片夹紧,按图 5 所示放入沸水中煮沸 20 min。

单位为毫米



- 1——钢丝;
- 2——曲别针夹子;
- 3——试片;
- 4——1 000 mL 烧杯;
- 5——蒸馏水;
- 6——电热器。

图 5 耐湿性试验示意图

13.2.1.5 从沸水中取出试片,甩掉水后排列在试验台上,观察涂膜有无剥落。试片表面晾干后,用手指推按涂膜中央,检查是否剥落。

13.2.1.6 彩色显像管外涂石墨乳耐湿性 X_2 以 % 计,按式(11)计算:

$$X_2 = \frac{\text{未剥落试片数}}{6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

13.2.2 黑白显像管外导电石墨乳试验步骤

13.2.2.1 按 10.3.1~10.3.3 的步骤制作两块涂膜试片。

13.2.2.2 试片自然干燥 20 min,放入 105 ℃~110 ℃的干燥箱中烘干 20 min,自然冷却 10 min。

13.2.2.3 将试片放入室温蒸馏水中浸泡 24 h,取出自然干燥后放入 105 ℃~110 ℃的干燥箱中烘 10 min。

13.2.2.4 按 11.4.1~11.4.3 的步骤,用划格法测定剥离的方格数。

13.2.3 结果计算

黑白显像管外导电石墨乳耐湿性 X_3 以 % 计,按式(12)计算:

$$X_3 = 100 - n \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中：

n ——转移到胶带上的方格数。

取两块试片测定值的算术平均值为试验结果。

14 粒度试验方法

14.1 仪器设备

14.1.1 粒度分布测定仪：光沉降法粒度分布测定仪，测量范围 $0.1\ \mu\text{m}\sim 200\ \mu\text{m}$ ；

14.1.2 超声波弥散器；

14.1.3 光学显微镜：工作倍率 675 倍以上；

14.1.4 (羧)甲基纤维素粉末：化学纯；

14.1.5 载玻片：76 mm×26 mm。

14.2 分散液的配制

在 500 mL 蒸馏水中加入约 0.1 g(羧)甲基纤维素粉末，充分搅拌使其完全溶解，放置 24 h 后测定粘度，将粘度调整为 $5\ \text{mPa}\cdot\text{s}\sim 10\ \text{mPa}\cdot\text{s}$ ，制成分散液。

14.3 石墨试液的配制

称取约 3 g 石墨粉末，放入研钵，加入约 3 mL 分散液，用研棒轻轻调和，直至成为均匀的有光泽的液状，再用洗瓶加入少许蒸馏水，调和为石墨试液。

14.4 试验步骤

14.4.1 将石墨试液滴在载玻片上分散均匀，用显微镜观察，测出最大粒径。

14.4.2 按粒度分布测定仪使用说明书规定的操作步骤，测定出指定粒级重量积累百分比。两次测定值之差不得超过 6%，否则进行第三次测定，以不超差的两次测定值计算试验结果。

15 铁含量试验方法

15.1 方法提要

在 pH1.8~1.5 时，以磺基水杨酸为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液滴定铁。

15.2 试剂

15.2.1 盐酸(优级纯)：50%(1+1)。

15.2.2 盐酸(优级纯)：20%(2+98)。

15.2.3 氨水：50%(1+1)。

15.2.4 EDTA 标准溶液：0.005 mol/L。称取 1.8 g 乙二胺四乙酸二钠溶于少量水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀。

EDTA 对铁的滴定度按式(13)计算：

$$T_{\text{Fe}} = M \times 55.85 \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中：

T_{Fe} ——铁的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

M ——标定的 EDTA 标准溶液的浓度，单位为摩尔每毫升(mol/mL)；

55.85——与 1.00 mol EDTA 标准溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.00\ \text{mol/L}$] 相当的铁的质量，单位为毫克每摩尔(mg/mol)。

15.2.5 磺基水杨酸钠指示剂溶液：100 g/L。

15.3 仪器设备

a) 高温电炉：工作温度 700 ℃；

b) 天平：感量为 0.000 1 g；

c) 电热器。

15.4 试液制备

称取约 3 g~5 g 试样(准确至 0.000 1 g),置于 100 mL 烧杯中。加入 50% 盐酸 20 mL,在电热器上煮沸约 30 min,用定量滤纸过滤于 50 mL 容量瓶中。用 2% 盐酸擦洗烧杯并洗涤滤渣 6 次~8 次,再用水洗涤 4 次~5 次,将滤纸及滤渣一并移入铂坩埚中。将坩埚盖斜置于坩埚上,在电热器上充分灰化。将坩埚移入已升温至 700 °C±10 °C 的高温电炉中,半开炉门,灼烧 30 min~40 min。取出坩埚,稍冷,加入 3 mL 5% 盐酸,蒸至糊状,再加入 10 mL 2% 盐酸,加热至煮沸约 5 min 过滤于原容量瓶中,与原滤液合并。用 2% 盐酸洗涤坩埚及滤渣 6 次~8 次,用水稀释至容量瓶刻度,摇匀备用。

15.5 分析步骤

准确吸取 15.4 制备的试液 50 mL,置于 200 mL 烧杯中,用水稀释至约 50 mL,加入 6 滴~8 滴磺基水杨酸钠指示剂,滴加氨水(15.2.3)调节溶液 pH 值为 1.5~2.0(用精密 pH 试纸检验),将溶液加热至 60 °C~70 °C,用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫色变为黄色,滴定时速度不宜过快,同时必须充分搅拌。

15.6 结果计算

铁的含量以质量分数 w_5 计,数值以 10^{-6} 表示,按式(14)计算:

$$w_5 = \frac{T_{\text{Fe}} \times V}{m_1} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中:

T_{Fe} ——EDTA 标准溶液对铁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——滴定时消耗标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试样质量,单位为克(g)。

取两个平行试样测定结果的算术平均值为试验结果。两个测定值之差,在同一实验室不得超过 150×10^{-6} ,在不同实验室不得超过 300×10^{-6} 。否则进行第三个试样的测定,以不超差的两个测定值计算试验结果。

16 铜含量试验方法

16.1 新亚铜灵-甲基橙萃取光度法(仲裁法)

16.1.1 试剂

16.1.1.1 三氯甲烷;

16.1.1.2 新亚铜灵(2,9 二甲基-1,10 菲啉)乙醇溶液:1.5 g/L;

16.1.1.3 甲基橙溶液:0.4 g/L;

16.1.1.4 无水亚硫酸钠溶液(100 g/L)

净化方法:将无水亚硫酸钠溶液 300 mL,移入 500 mL 分液漏斗中,加苯酚红溶液 1 滴,加氨水溶液中和至微红色,加新亚铜灵乙醇溶液 10 mL,每次加三氯甲烷 10 mL 萃取,直至有机层无色为止,弃去有机层,将水相移入试剂瓶中备用。

16.1.1.5 酒石酸钾钠溶液(500 g/L)

净化方法:将 300 mL 酒石酸钾钠溶液移入 500 mL 分液漏斗中,加 20 mL 无水亚硫酸钠溶液,加新亚铜灵溶液 10 mL,摇匀,静置 5 min,每次加三氯甲烷 10 mL 萃取,直至有机层无色为止。弃去有机层,将水相移入试剂瓶中备用。

16.1.1.6 氨水溶液(1+1)

净化方法:在大号干燥器底部加氨水及氢氧化钠 2 g,在干燥器瓷板上放置内装 300 mL 蒸馏水的 500 mL 塑料烧杯,将干燥器盖好。6 d~7 d 后取出烧杯,将杯中溶液移入塑料瓶中备用。

16.1.1.7 铜标准溶液

称取纯铜(99.99%)1.000 0 g,于烧杯中溶于少量稀硝酸中,加热蒸发至干,加入 3 mL 盐酸(密度

1.19 g/cm³)及数毫升水并煮沸,冷却后移入1 000 mL容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀备用。

16.1.1.8 苯酚红溶液(2.5 g/L)

称取0.25 g苯酚红试剂,加5 g/L氢氧化钠溶液5 mL溶解,用水稀至100 mL。

16.1.2 仪器设备

分光光度计或其他同等性能的仪器。

16.1.3 分析步骤

16.1.3.1 分取铜标准溶液0 mL,1.0 mL,2.0 mL,3.0 mL,4.0 mL,5.0 mL于60 mL分液漏斗中,用水稀释至约10 mL,加5 mL酒石酸钾钠溶液,摇匀。加苯酚红溶液1滴,以氨水溶液调至溶液呈微红色(pH值约为7)。加入5 mL无水亚硫酸钠溶液,摇匀。准确加入1 mL新亚铜灵溶液,摇匀,放置10 min。准确加入1.0 mL甲基橙溶液,摇匀。准确加入10.0 mL三氯甲烷,萃取1 min,静置分层后,将有机层输入已干燥的比色管中,在分光光度计上,以试剂空白作参比,用1 cm比色皿,在波长420 nm处测定吸光度。以所测吸光度为纵坐标,相应的浓度为横坐标,绘制标准曲线。

16.1.3.2 分取按15.3.1制备的试液10.0 mL,置于60 mL分液漏斗中,加5 mL酒石酸钾钠溶液,摇匀。以下按16.1.3.1的步骤进行,测定吸光度。由标准曲线查得相应的铜的含量。

16.1.4 结果计算

铜的含量以质量分数 ω_6 计,数值以 10^{-6} 表示,按式(15)计算:

$$\omega_6 = \frac{c_1}{m_2 \times \frac{V_1}{V_2}} \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中:

c_1 ——由标准曲线查得被测溶液中铜的含量,单位为微克(μg);

m_2 ——干燥试样质量,单位为克(g);

V_1 ——分取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——全部试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

取两个平行试样测定结果的算术平均值为试验结果,两个测定值之差不得超过 0.4×10^{-6} ,否则进行第三个试样的测定,以不超差的两个测定值计算试验结果。

16.2 原子吸收分光光度法

16.2.1 仪器设备

原子吸收分光光度计(火焰类型:空气-乙炔)。

16.2.2 试剂

16.2.2.1 铜标准溶液:按16.1.1.7的规定制备。

16.2.2.2 测定用标准溶液系列的配制:分取铜标准溶液0 mL,2.0 mL,4.0 mL,6.0 mL,8.0 mL于50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

16.2.3 分析步骤

16.2.3.1 按照选定的仪器工作条件调整仪器,空心阴极灯预热20 min后,点燃火焰,燃烧正常后调节空气和乙炔流量,用水喷雾调整零点。

16.2.3.2 分别用铜标准溶液系列和按15.3.1制备的试样溶液进行喷雾,读取相应的吸光度。同一份溶液测定二次,由测定标准溶液吸光度的平均值与空白吸光度之差和标准溶液浓度系列,绘制标准曲线。根据试样溶液的吸光度与空白吸光度之差,直接在曲线上查得试样溶液中铜的含量。

16.2.4 结果计算

铜的含量以质量分数 ω_6 计,数值以 10^{-6} 表示,按式(16)计算:

$$\omega_6 = \frac{c_2 - c_0}{m_2} \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中：

c_2 ——试样溶液中铜的含量，单位为微克(μg)；

c_0 ——空白溶液中铜的含量，单位为微克(μg)；

m_2 ——干燥试样质量，单位为克(g)；

取两个平行试样测定结果的算术平均值为试验结果，两个测定值之差不得超过 0.4×10^{-6} ，否则进行第三个试样的测定，以不超差的两个测定值计算试验结果。





中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
显像管石墨乳试验方法
GB/T 15064—2008

*

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 1.25 字数 29 千字
2008年12月第一版 2008年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-34743

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



GB/T 15064—2008