

T/FSI 078-2022

ICS 83.040.20

CCS G32

团 体 标 准

T/ FSI 078-2022

硅橡胶用气相二氧化硅

Fumed silica for silicone rubber application

2022-04-30 发布

2022-05-30 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本文件参加起草单位：广州汇富研究院有限公司、合盛硅业股份有限公司、江西宏柏新材料股份有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：段先健、杜海晶、聂长虹、纪冠丞、罗晓霞、陈敏剑、罗伟琪、吴国明、李政法。

本文件版权归中国氟硅有机材料工业协会。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会解释。

本文件为首次制定。

硅橡胶用气相二氧化硅

注意：使用本部分的人员应熟悉常规实验室操作，本部分未涉及任何使用中的安全问题，使用者有责任建立恰当的安全和健康措施，并保证符合国家规定。

1 范围

本文件规定了硅橡胶用气相二氧化硅的分类和名称、技术要求、试验方法、取样、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于未经处理和表面处理的气相二氧化硅。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 10722-2014 炭黑 总表面积和外表面面积的测定 氮吸附法

GB/T 20020-2013 气相二氧化硅

ISO 18473-3 特殊用途的功能颜料和填料 第三部分：硅橡胶用气相二氧化硅（Functional pigments and extenders for special application — Part 3: Fumed silica for silicone rubber application）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

气相二氧化硅 Fumed silica

由卤硅烷在高温火焰水解缩合得到的无定形、由多个原生粒子熔接在一起形成的三维链状结构的二氧化硅粉末，具有较低的堆积密度和高比表面积。

注：通常可以进一步进行表面处理。

4 分类和名称

4.1 分类

根据气相二氧化硅能否在水中分散，将其分为亲水型和疏水型气相二氧化硅。

4.2 规格命名

气相二氧化硅通常可以根据其比表面积（BET 法）来划分。

注：通常用比表面积数值（ m^2/g ）来表示，如150、200、300、380。

5 技术要求

5.1 外观

白色蓬松的粉末。

5.2 技术要求

亲水型和疏水型气相二氧化硅的技术要求见表1。

表 1 亲水型和疏水性气相二氧化硅技术要求

项目	单位	要求	
		亲水型气相二氧化硅	疏水型气相二氧化硅
氮吸附比表面积 (BET)	m^2/g	$M\pm 10\%^a$	$M\pm 10\%^a$
悬浮液pH 值 ^b	—	≥ 3.8	≥ 3.8
105°C挥发物	%	≤ 2.0	≤ 1.0
45 μm 筛余物	mg/kg	≤ 150	—
Fe 含量 ^c	mg/kg	≤ 11.0	≤ 11.0
Al 含量 ^c	mg/kg	≤ 13.0	≤ 13.0
Ti 含量 ^c	mg/kg	≤ 6.0	≤ 6.0
碳含量	%	≤ 0.2	≥ 0.3
灼烧减量	%	≤ 2.5	—
振实密度 ^d	g/L	报告值	报告值
说明	^a M代表设计产品典型值，当比表面积低于135 m^2/g 或高于300 m^2/g 时，±偏差由相关方协商确定。 ^b 亲水型气相二氧化硅为测试4%质量含量的水悬浮液；疏水型气相二氧化硅为测试4%质量分数为1+1的甲醇/乙醇和水的混合溶液，需在测试报告中标注出所用的溶剂 ^c 以每个元素的含量计算，以mg/kg表示。 ^d 相关方确定是否需要进行检测。		

6 试验方法

6.1 氮吸附比表面积

按照GB/T 10722-2014 的规定进行测定。

6.2 悬浮液 pH 值

按照GB/T 20020-2013 附录E的规定进行测定。

6.3 105℃挥发物

按照GB/T 20020-2013 附录F的规定进行测定。

6.4 Fe、Al、Ti 含量

按照GB/T 20020-2013附录B的规定进行测定，测试结果以Fe、Al、Ti元素质量分数表示，单位mg/kg。

6.5 碳含量

按附录A进行测定。

6.6 筛余物

按照GB/T 20020-2013附录H的规定进行测定，45 μ m筛余物。

6.7 灼烧减量

按照GB/T 20020-2013附录A的规定进行测定。

6.8 振实密度

按照GB/T 20020-2013 附录G的规定进行测定。

7 取样

7.1 取样工具

硬质塑料或其他耐腐蚀采样勺或采样管。

7.2 样品容器

根据取样用途选择合适的容器，可选择洁净且不污染气相二氧化硅的可密封的容器。

7.3 取样单元

当总体物料的单元数小于500时，按表2的规定确定，当总体物料单元数大于500时，取样单元数为总体单元数立方根的三倍，即 $3(N)^{1/3}$ ，N为总体单元数，如遇小数时，则进为整数。

表 2 取样单元的规定

总体物料单元数N	取样最小单元数
1-10	全选
11-49	11
50-64	12
65-81	13
82-101	14
102-125	15
126-151	16

表2 取样单元的规定（续）

总体物料单元数N	取样最小单元数
152-181	17
182-216	18
217-254	19
255-296	20
297-343	21
344-394	22
395-450	23
451-512	24

7.4 取样总量

取样总量根据样品用途来确定，进行产品质量综合性能检测的样品量不少于500 g（包括保留样）。

当从一个单独的包装中直接取样时，取样量必须足够小，应使包装中最终剩余量在提供给客户使用时不产生不良的影响，否则应补偿取样量。

7.5 取样方法

可根据客户认可的方式进行过程取样或包装取样，成型包装取样时，可在包装机出料口或包装袋进料阀口，用取样工具以每单元大约均等的数量取样于样品容器中。取样后将包装袋阀口折叠或封闭。

所取样品应储存在密封的样品容器中，将不同取样单元取得样品混合均匀。

8 检验规则

8.1 检验分类

气相二氧化硅检验分为出厂检验和型式检验。

8.2 出厂检验

产品出厂应按本文件对以下项目进行检验。

- a) 氮吸附比表面积
- b) 悬浮液 pH 值
- c) 105℃挥发物
- d) 碳含量（疏水产品）

8.3 型式检验

产品型式检验为本文件第5章要求的所有项目。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品试制或老产品转厂生产的试制定型检定；
- b) 生产中如原料、工艺、关键设备等有较大改变，可能影响产品性能时；
- c) 正常生产时，每半年进行一次型式检验；
- d) 产品长期停产6个月以上再恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- f) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

8.4 组批和抽样规则

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的一个班次的产品为一检验组批，其最大组批量不超过10000kg，按7.3取样规则进行抽样，每批抽取不少于500g作为出厂检验样品；抽取不少于500g作为型式检验样品。

8.5 判定规则

所有出厂检验项目合格，则产品合格；若出现不合格项，允许加倍抽样对不合格项进行复检。若复检合格，则判该批产品合格；若复检仍不合格，则判该批产品为不合格。

9 标志和产品随行文件

9.1 标志

9.1.1 标志内容

9.1.1.1 产品与生产者标志

产品或者包装、说明书上标注的内容应包含以下几方面：

A) 产品的自身属性

内容包括产品的名称、产地、规格型号、所执行标准的代号、编号、名称等。

B) 生产者相关信息

内容包括生产者的名称、地址、联系方式等。

C) 产品的扩展属性

如产品通过质量管理体系或环境体系认证以及其他认证的，在产品上标注相应的体系认证标志等。

9.1.1.2 储运图示标志

标注“防水”等字样或图形等。

9.2 标志的标识方法

印刷标志文字、标签或条形码等。

9.2.1 标志的相关要求

标志相关要求可参见：GB/T 191 包装储运图示标志、GB/T 190 危险货物包装标志、GB/T 6388 运输包装收发货标志、GB 15258 化学品安全标签编写规定等。

9.3 产品随行文件的要求

产品随行文件应包括：

- a) 装箱单；
- b) 试验报告；
- c) 其他有关资料。

10 包装、运输和贮存

10.1 包装

气相二氧化硅采用三层以上牛皮纸阀口袋包装，采用真空包装机自动包装。也可以采用大型密闭容器包装或者大型防水聚丙烯编织袋包装。每袋净含量为10kg，或由相关方商定。

10.2 运输

运输、装卸工作过程，应轻装轻卸，防止撞击，避免包装破损，应有防止淋雨或防污染措施，应按照货物运输规定进行。

10.3 贮存

【气相二氧化硅】应贮存在阴凉、干燥、通风的场所。防止日光直接照射或淋雨，并应隔绝火源，远离热源。

在符合本文件包装、运输和贮存条件下，本产品自生产之日起，贮存期为2年。逾期可重新检验，检验结果符合本文件要求时，仍可继续使用。

11 安全（下述安全内容为提示性内容但不仅限于下述内容）

警告——使用本文件的人员应熟悉实验室的常规操作。本文件未涉及与使用有关的安全问题。使用者有责任建立适宜的安全和健康措施并确保首先符合国家的相关规定。

本文件规定的【气相二氧化硅】为非危险品。

附 录 A
(规范性)
碳含量的测定

A.1 原理

CO₂、SO₂等极性分子具有永久电偶极矩，具有振动和转动等结构，可以与入射的特定波长的红外光耦合产生吸收，气体分子在红外光波段，具有选择性吸收光谱，当特定波长的红外光通过CO₂或SO₂气体后，能产生强烈的光吸收。红外光经吸收池被CO₂、SO₂吸收入射到探测器上，可检测到被测气体的浓度。

A.2 试剂与材料

除非另有说明，仅使用分析纯试剂。

A.2.1 氧气，纯度至少 99.99%

A.2.2 碳参比物质（碳钢，不同碳含量）。

A.2.3 催化剂，钨粉末，碳含量不高于 5 mg/kg，粒度为 420-250 μm（40-60 目）。

注：使用催化剂能得到更满意的结果。

A.2.4 铂催化剂粒，适合于用在 400-450℃条件下使用，将 CO 转化为 CO₂。

A.3 设备

A.3.1 低碳分析仪

A.3.1.1 红外高频碳硫分析仪（仲裁仪器）：含一个合适在 1800℃下操作的电感炉，一个排废气单元，一个约 450℃条件下工作的铂催化剂系统和一个红外检测系统。

A.3.1.2 替代仪器：该仪器必须有含氢氧化钠溶液的二氧化碳吸收单元和测量其导电率变化的设备的系统。吸收单元包括氢氧化钠溶液（二氧化碳吸收剂），一个起净化作用的水分吸收剂（高氯酸镁）和一个控制氧气流量的流量计。

A.3.2 坩埚，用刚玉或类似耐火材料制成的消耗品，使用前将坩埚和盖子在 1000℃或更高的温度下充分灼烧至恒重（大约需要 20 min）。

A.4 采样

A.4.1 采样步骤

按本文件第 7 章的规定采取测试所需样品。

A.4.2 试样准备

按 GB/T20020-2013 附录 F 要求预先干燥适量试样，也可以取测试 105℃挥发物后的试样。

A.5 分析步骤

应同时进行平行样测试。

A.5.1 设备处理

按专用设备的说明书操作。操作控制设置完成后，进行若干次空白测试，坩埚中加入需要的催化剂而不加任何测试样品。合格的空白值 (m_b) 会接近一个很低的恒定值。

A.5.2 检定

在坩埚中称取约 0.5 g 参比物质，精确至 0.1 mg，按设备说明书规定的方法进行检定，如果所用设备能如 A.5.3 描述的那样给出测定结果，就记录结果；如果所用设备不能给出结果，则用 A.6 中给出的方程计算结果。至少重复两次。在直读式仪器上调整校正控制以获得正确度数。燃烧另加的参比物质，可以获得正确的智度数据。

A.5.3 测定

A.5.3.1 在坩埚中称取约 0.1~0.3 g 样品 (m_0)，覆盖上 1 g 左右钨粉，将坩埚放在低碳分析仪的电感炉里。当样品是粉末时，尽可能用催化剂完全覆盖检测样品，这样可以防止样品在处理过程中损失。

A.5.3.2 如果分析仪配有组合天平，样品的质量会自动贮存在记忆器中，此时按“分析”键，分析过程自动完成，结果显示在荧屏上，并且可以将测试样品中的碳的质量分数自动打印出来。

A.6 结果计算

如果仪器不能自动打印结果，碳的质量分数以 $\omega(C)$ 计，以%表示，按式 (A.1) 计算：

$$\omega(C) = \frac{m_1 - m_b}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

m_0 ——测试样品质量数值，单位为克 (g)

m_b ——空白检测时记录的碳质量数值，单位为克 (g)；

m_1 ——测试样品时碳质量数值，单位为克 (g)；

计算两次测定结果的平均值，报告结果按 GB/T8170 规定修约至 0.01%。

两次测试结果之差，不大于其平均值的 7.0%。

A.7 测试报告

测试报告包含下列内容：

- a) 试样的品种和编号；
- b) 试验依据的标准编号；
- c) 试验结果；
- d) 与规定的分析步骤的差异；
- e) 在试验中观察到的异常现象；
- f) 试验日期；
- g) 测试者。

中国氟硅有机材料工业协会

团 体 标 准

硅橡胶用气相二氧化硅

T/FSI 078-2022

中国氟硅有机材料工业协会

北京朝阳区北三环东路 19 号蓝星大厦 6 层

(100029)

网址: <http://www.sif.org.cn> 联系电话: (010) 64443598

邮箱: cafsi@sif.org.cn

开本: 880×1230 1/12 印张 0.5 字数: 4.3 千字

2022 年 4 月第一版 2022 年 4 月第一次印刷

氟硅协会内部发行, 供会员使用

如有印装差错 由氟硅协会调换

版权所有 侵权必究

举报电话: (010) 64443598