

T/FSI 077-2022

ICS 71.100.40

CCS G17

团 体 标 准

T/ FSI 077-2022

室温硫化硅橡胶用 乙酰乙酸乙酯钛络合物

Ethyl acetoacetate titanium complex for RTV silicone rubber

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。

本文件起草单位：湖北新蓝天新材料股份有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、广州雷斯曼新材料科技有限公司。

本文件主要起草人：肖俊平、冯琼华、陈敏剑、刘芳铭、胡新嵩、黄天次。

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。

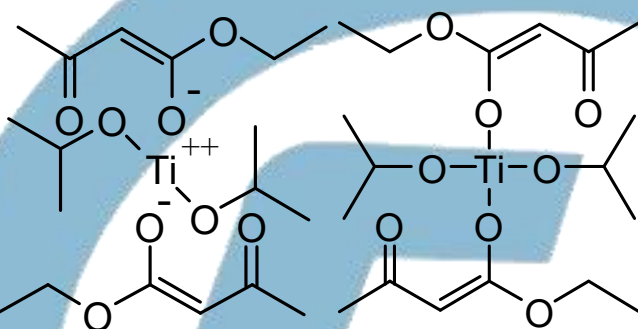
本文件为首次制定。

室温硫化硅橡胶用乙酰乙酸乙酯钛络合物

1 范围

本文件规定的了的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以钛酸酯、乙酰乙酸乙酯等为原料而制得的室温硫化硅橡胶用乙酰乙酸乙酯钛络合物。该产品主要用作脱醇型室温硫化硅橡胶的硫化促进剂。



结构式：

分子式： $C_{18}H_{32}O_8Ti$

CAS号：27858-32-8

相对分子质量：424.31（按2018年国际相对原子质量）

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 包装运储图示标志
- GB/T 528 硫化橡胶或热塑性橡胶拉伸应力应变性能的测定
- GB/T 531.1 硫化橡胶或热塑性橡胶压入硬度试验方法第1部分：邵氏硬度计法（邵尔硬度）
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定（20℃）
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约与极限数值的表示和判定
- GB/T 13477.5 建筑密封材料试验方法 第5部分：表干时间的测定
- GB/T 27570 室温硫化甲基硅橡胶

3 技术要求

3.1 外观要求

在环境温度 20~40℃条件下，乙酰乙酸乙酯钛络合物为黄色或棕红色或橙黄色透明液体。

3.2 理化指标

理化指标见表 1。

表 1 室温硫化硅橡胶用乙酰乙酸乙酯钛络合物理化指标

项目	标准范围
钛的质量分数, %	10.5-11.5
密度, 20℃, g/cm ³	1.080-1.180
折光率, n _D ²⁵	1.5000-1.5400
硫化胶表干时间, min ≤	10
硫化胶硬度 (邵尔 A) ≥	20
硫化胶拉伸强度, MPa ≥	1.1
硫化胶拉断伸长率, % ≥	150

4 试验方法

警告：试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

4.1 一般规定

除非另有说明，分析中所用标准溶液、试剂及制品，均按GB/T 601、GB/T 603规定制备，分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682中规定的三级水。

本标准中试验数据的表示方法和修约规则应符合GB/T 8170中4.3.3修约值比较法的有关规定。

4.2 外观的测定

量取50mL实验室样品，置于100mL干燥的具塞比色管中，日光灯或自然光下横向透视观察。

4.3 密度的测定

按GB/T 4472中4.3.3密度计法的规定进行测定。

4.4 钛的质量分数的测定

4.4.1 原理

产品通过燃烧，将有机部分燃烧挥发，有机钛燃烧为二氧化钛，用称重法测定二氧化钛的质量，再换算为钛的含量。

4.4.2 仪器及设备

一般实验室用仪器设备；

铂金坩埚或瓷坩埚：高型、30mL；

- a) 封闭式电炉;
- b) 高温炉: 可保持温度 (800±50) °C;
- c) 干燥器: 内盛变色硅胶。

4.4.3 试剂及溶液

浓硝酸溶液: 质量分数为 68%, 浓硫酸溶液: 质量分数为 98%, 蒸馏水等。

4.4.4 测定步骤

称取试样 2.0g~3.0g (精确至 0.001g), 置于烘烤至恒重的坩埚中, 在细玻璃棒搅拌情况下, 依次缓慢匀速滴加蒸馏水 1mL, 浓硫酸溶液 1mL 和浓硝酸溶液 1mL。滴加完毕后用少量蒸馏水将玻璃棒上物料冲洗至坩埚内。在通风橱内放置 10min 后, 再将坩埚放入马弗炉, 150°C 烘烤 1.5h, 再升温至 (800±50) °C 以后, 灼烧 3h。取出坩埚置于干燥器中冷却至室温后称量, 精确至 0.001g。

4.4.5 计算

钛的质量分数 (X_1) 按下式计算:

$$X_1\% = \frac{m_1 - m_0}{m - m_0} \times 0.5998 \times 100\%$$

式中:

m_0 ——恒重后坩埚的质量, g

m ——称取试样的质量和坩埚质量之和, g;

m_1 ——燃烧干燥后生成二氧化钛的质量和坩埚质量之和, g;

0.5998——由二氧化钛换算为钛的换算系数。

4.4.6 允许差

两次平行测定结果之差应小于 0.6%, 取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果。

4.5 折光率的测定

按GB/T 6488的规定进行测定。测定温度为25°C。

4.6 硫化胶表干时间的测定

按GB/T13477.5的规定进行测定见附录A。

4.7 硫化胶硬度的测定

按GB/T 27570中5.8的规定进行测定见附录B。

4.8 硫化胶拉伸强度和拉断伸长率的测定

按GB/T 528规定的方法, 用本标准中B.2中制备和停放的厚度为2mm的试片, 裁剪成I型的试片进行测定。

5 检验规则

5.1 检验分类

乙酰乙酸乙酯钛络合物检验分为出厂检验和型式检验。

5.2 出厂检验

5.2.1 出厂检验项目

- a) 钛的质量分数
- b) 外观

5.2.2 组批和抽样

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的产品为一检验组批，其最大组批量不超过5000 kg。每批随机抽产品1.0 kg，作出厂检验样品。

5.2.3 判定规则

所有检验项目合格，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。

5.3 型式检验

5.3.1 检验总则

在有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产或老产品定型检定时；
- b) 正常生产时，定期或积累一定产量后，应周期性（每一年/每一季度）进行一次；
- c) 产品结构、材料、工艺以及关键的配套元器件等有较大改变，可能影响产品性能时；
- d) 产品长期停产后，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) 产品停产6个月以上恢复生产时；
- g) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

5.3.2 检验项目

乙酰乙酸乙酯钛络合物型式检验为本文件第4章要求的所有项目。

5.3.3 组批和抽样

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的产品为一检验组批，其最大组批量不超过5000 kg。每批随机抽产品1.0 kg，作为型式检验样品。

5.3.4 判定规则

所有检验项目合格，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。

6 标志

6.1 标志内容

6.1.1 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括以下几方面：

a) 产品的自身属性

内容包括产品的名称、产地、规格型号、等级、成份含量、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) 注意和提示事项

内容包括：生产日期、保质期、贮存条件、使用说明、警示标志或中文警示说明等。

6.1.2 储运图示标志

“可燃液体”、“小心轻放”、“请勿倒置”和“防水”等字样或图形。

6.2 标志的表示方法

使用标签等方式。

6.3 标志相关要求

GB/T 191 包装储运图示标志、GB/T 190 危险货物包装标志等。

7 包装、运输和贮存

7.1 包装

乙酰乙酸乙酯钛络合物采用清洁干燥密封良好的铁桶或塑料桶包装。净含量可根据用户要求包装。

7.2 运输

乙酰乙酸乙酯钛络合物运输、装卸工作过程，应轻装轻卸，防止撞击，避免包装破损，防止日晒雨淋，应按照货物运输规定进行。

7.3 贮存

乙酰乙酸乙酯钛络合物应贮存在阴凉、干燥、通风的场所。防止日光直接照射，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，贮存期为一年。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。

8 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——使用本标准的人员应熟悉实验室的常规操作。本标准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。

附录 A
(规范性)
硫化胶表干时间的测定

A.1 适用范围

本附录规定了室温硫化硅橡胶用乙酰乙酸乙酯钛络合物活性检测中硫化胶表干时间的测定方法。

A.2 仪器、设备

A.2.1 分析天平：感量0.0001g。

A.2.2 行星式搅拌器。

A.2.3 温湿度计（表）。

A.3 试剂

A.3.1 通用基料：（40±5）%107胶含量。

A.3.2 甲基三甲氧基硅烷：化学纯。

A.3.3 无水乙醇。

A.4 测试步骤

称取约1.2kg的通用基料（A.3.1）于行星搅拌器（A.2.2）中，负压搅拌除水20min后，加入2.8%的甲基三甲氧基硅烷（A.3.2）（以通用基料质量计）负压搅拌10min。然后加入1.5%乙酰乙酸乙酯钛络合物试样（以通用基料质量计），先常压搅拌5min，再负压搅拌30min。之后将胶样密封包装后挤出，置于温度（23±2）℃、相对湿度60%~70%的环境中。

A.5 分析结果的表述

按GB/T 13477.5中8.2规定的方法进行测定。

附录 B
(规范性)
硬度的测定

B.1 适用范围

本附录规定了室温硫化硅橡胶用乙酰乙酸乙酯钛络合物活性检测中硫化胶硬度的测定方法。

B.2 试片的制备

B.2.1 仪器、设备

B.2.1.1 模具：150mm×120mm×2mm。

B.2.2 试剂

B.2.2.1 乙醇：工业品。

B.2.3 测试步骤

用乙醇（B.2.2.1）将模具（B.2.1.1）清洗干净，放置平台上，将附录A中得到的胶样挤出，再用刮刀将其刮入模具中，置于温度（23±2）℃、相对湿度60%~70%的环境中，96h后脱模取出试片。

B.3 分析结果的表述

按 GB/T 531.1 规定的方法进行测定。

中国氟硅有机材料工业协会

团 体 标 准

室温硫化硅橡胶用乙酰乙酸乙酯钛络合物

T/FSI 077-2022

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: 3.6 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