

T/ FSI 140—2024

ICS 71.100.55

CCS G 38

团 体 标 准

T/ FSI 140—2024

耐高温云母板用有机硅树脂

Silicone Resin for high temperature resistant Mica Plates

2024-03-31 发布

2024-04-30 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：湖北隆胜四海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：邵玲、龚家全、张彦君、陈敏剑、杨帆。

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。

耐高温云母板用有机硅树脂

1 范围

本文件规定了耐高温云母板用有机硅树脂的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于一甲基三氯硅烷或甲基三烷氧基硅烷经水解、水洗、缩合而制得的有机硅树脂，该产品主要用作粘接云母纸制作耐高温云母板的粘接剂。

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 1723-1993 涂料粘度测定法
- GB/T 6569-2006 精细陶瓷弯曲强度试验方法
- GB/T 28860-2012 环氧粉末包装料胶化时间测定方法
- GB/T 30777-2014 胶粘剂闪点的测定 闭杯法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

胶化时间 gel time

一定质量的树脂在规定的条件下由连续态转变为不连续态所需的时间。

4 要求

4.1 外观

无色或淡黄色透明液体。

4.1 技术要求

耐高温云母板用有机硅树脂应符合表 1 的要求。

表 1 耐高温云母板用有机硅树脂技术要求

项目	指标	
闪点 (°C)	3~5	
粘度 (涂-4 杯, 25°C/s)	12~20	
固含量 (150°C, 2 h/%)	≥49	
胶化时间 (200°C/min)	5~40	
溶解性 (25°C)	透明	
项目	指标	
烧蚀残量 (500°C, 3 h/%)	残留物为白色粉末, 残留量不小于 75%	
粘结性	粘结牢固, 不分层	
抗弯强度 (厚度为 0.4 mm, N/mm ²)	25°C ± 1°C	≥160
	水煮	≥60

5 试验方法

5.1 外观

在自然光下, 取约 50 g 试样置于无色透明广口试剂瓶中, 目视观察。

5.2 闪点

按 GB/T 30777-2014 规定进行测定, 采用闭杯法。

5.3 粘度

按 GB/T 1723-1993 规定的乙法进行试验, 采用涂-4 粘度计进行测试, 在 25°C ± 1°C 恒温室中进行, 样品均匀恒温到 25°C ± 1°C, 测试时样品不能有气泡。

5.4 固含量

5.4.1 仪器设备

5.4.1.1 玻璃称量瓶: 磨口低塞, 直径为 50 mm, 高度为 30 mm。

5.4.1.2 玻璃干燥器: 内置变色硅胶。

5.4.1.3 分析天平: 100 g, 精度为 0.1 mg。

5.4.1.4 恒温烘箱: 精度为 ±2°C。

5.4.2 试验步骤

将 105°C 干燥后的玻璃称量瓶放入玻璃干燥器中冷却至室温, 称重。用减量法准确称取 2 g~4 g 试样, 试样应均匀流布于容器底部。将称量瓶放入恒温烘箱, 在 30 min 内由室温升温至 150°C, 并于 150°C ± 2°C 恒温 2 h, 取出放入干燥器中冷却至室温, 称量, 重复上述步骤, 进行平行试验。称重精确至 0.1 mg。

5.4.3 结果计算和表示

固含量 x (%) 按式 (1) 进行计算。

$$x = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_0 ——称量瓶的质量，单位为克（g）；

m_1 ——恒温前的试样及称量瓶质量，单位为克（g）；

m_2 ——恒温后的剩余料及称量瓶质量，单位为克（g）。

两次平行试验的测定结果相对偏差不大于 1%，取其算术平均值为测定结果。

5.5 胶化时间

5.5.1 仪器设备

5.5.1.1 加热板，钢制，按照 GB/T 28860-2012 中 3.4 的规定，能将温度控制在 $200^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.5.1.2 温度计：量程 $0^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$ ，精度为 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.5.1.3 调压器：2 kVA~3 kVA。

5.5.1.4 秒表：精度为 0.1 s。

5.5.1.5 电子天平：精度为 0.1 g。

5.5.1.6 刮刀。

5.5.1.7 电炉：1 kW。

5.5.1.8 圆头玻璃棒：直径为 4 mm~5 mm，或不锈钢条：宽为 1 cm~1.5 cm。

5.5.2 试验步骤

将 0.9 g~1.1 g 树脂（按固含量 50%计）倒入已恒温至 $200^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的加热板固化盘内，开始计时，以 100 r/min~200 r/min 的速度、圆周运动的方式匀速搅拌，当试样开始变稠时，在保持搅拌的同时，每隔 2 s~3 s 将玻璃棒或不锈钢条从试样中提高 10 mm 左右，若提高时形成的拉丝变脆以至断裂，不能再拉丝时，停止计时。记录试样从开始搅拌至不能拉丝所用的时间，该时间即为胶化时间。重复上述步骤，做平行试验。

5.5.3 结果计算和表示

取两次测试结果的算术平均值为最终试验结果，精确至 1 min。

5.6 溶解性

称取树脂 $50 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ 于 250 mL 干净烧杯中，加入质量分数大于 99.8% 的无水甲醇 $50 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ ，在 25°C 下，用玻璃棒搅拌均匀后，目测，观察树脂状态。

5.7 烧蚀残量

5.7.1 仪器设备

5.7.1.1 带盖陶瓷坩埚：30 mL。

5.7.1.2 分析天平：精度为 0.1 mg。

5.7.1.3 马弗炉： 1000°C ，精度为 $\pm 20^\circ\text{C}$ 。

5.7.2 试验步骤

将测定固含量的残渣和陶瓷坩埚一起放入马弗炉中，升温至 500℃±20℃下保持 3 h，关闭马弗炉，冷却至室温，取出后称量，精确至 1 mg。

5.7.3 结果计算和表示

烧蚀残量 w_1 (%) 按 (2) 式计算：

$$w_1 = \frac{m_3 - m_0}{m_2 - m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_0 ——陶瓷坩埚的质量，g；

m_2 ——经 150℃恒温 2 h 后的残渣及坩埚质量，单位为克 (g)；

m_3 ——经 500℃恒温 3 h 后的残渣及坩埚质量，单位为克 (g)。

两次测定值相对偏差不大于 1%，取两次结果的算术平均值为测定结果。

5.8 粘结性

按附录A规定的方法进行测试。

5.9 抗弯强度

按附录 A 规定的方法进行测试。

6 检验规则

6.1 检验分类

耐高温云母板用有机硅树脂检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

耐高温云母板用有机硅树脂需经生产厂质量检验部门按本文件检验合格并出具合格证后方可出厂。出厂检验项目为：外观、粘度、固含量和胶化时间。

6.3 型式检验

耐高温云母板用有机硅树脂型式检验为本文件要求的所有项目。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（每半年）进行一次；
- c) 产品的配方、主要原材料、工艺及关键的生产设备及其规格有较大改变，可能影响产品质量时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- e) 产品停产 6 个月以上恢复生产时；
- f) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.4 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 20000 kg，每

批随机抽产品 1 kg，作出厂检验样品。随机抽取产品 1 kg，作为型式检验样品。

6.5 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。

7 包装、标识与贮运

7.1 包装

耐高温耐高温云母板用有机硅树脂采用清洁干燥密封良好的铁桶或镀锌桶包装，净含量 200 kg，或按双方商定的包装规格进行包装。

7.2 标识

每件外包装容器外应贴有合格证，注明产品名称、型号、批号、重量、生产厂名、地址及生产日期。

7.2 运输

耐高温云母板用有机硅树脂运输、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

耐高温云母板用有机硅树脂应贮存在阴凉、干燥、通风的场所。防止日晒雨淋，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

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。

注：上述安全内容为提示性内容但不限于上述内容。

附录 A

(规范性)

粘接性和抗弯强度试验方法

A.1 仪器设备和材料

A.1.1 电热恒温烘箱：控温精度为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。A.1.2 热压机：50 T， 300°C ，控温精度为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

A.1.3 抗弯强度测试仪。

A.1.4 A4 纸大小云母纸。

A.1.5 毛刷。

A.1.6 千分尺，精度为 0.001 mm。

A.1.7 实验室不锈钢冲压机。

A.2 试样制备

A.2.1 云母坯纸

A.2.1.1 取耐高温云母板用有机硅树脂，加入 1%~2%的固化剂，用甲苯或甲醇稀释到固含量 15%~16%；

A.2.1.2 用刷子将配好的胶(A.2.1.1)均匀涂覆于云母纸上，将其自然晾干或在 100°C 烘箱中烘烤 5 min，使溶剂充分挥发至不粘手，云母纸上的胶的质量应控制在涂覆有胶的云母纸总质量的 6.5%~8%。

A.2.2 云母板

将制备完成云母坯纸 (A.2.1) 按 5 层层叠，置于压机两钢板之间，制备厚度为 0.4 mm 的云母板，具体制备条件见表 A.1。

表 A.1 云母板制备条件

步骤	温度/ $^{\circ}\text{C}$	时间/min	压力/MPa	备注
预热	室温~100	30	2	最高 20 MPa
	130	20	2	最高 20 MPa
	150	20	2	最高 20 MPa
	180	20	2	最高 20 MPa
热压	200	20	2	最高 20 MPa
	220	20	3	最高 20 MPa
	250	45	3	最高 20 MPa
	250	45	3	最高 20 MPa
	250	45	3	最高 20 MPa
冷却	250	/	20	自然冷却到 100°C 以下

A.2.3 抗弯强度样条

采用冲压机将云母板 (A.2.2) 冲压成 25 mm×80 mm 的抗弯强度样条。

A.3 抗弯强度

A.3.1 试验步骤

取3块试样在25℃下进行抗弯强度试验，取3块试样置于100℃水中煮30 min后进行抗弯强度试验。抗弯强度试验均按GB/T 6569-2006中三点弯曲法规定进行测试。

A.3.2 结果计算和表示

抗弯强度 σ_f 按(A.1)式计算：

$$\sigma_f = \frac{3Fa}{2bd^2} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中： σ_f ——弯曲强度，单位为牛每平方米(N/mm²)；

F ——最大载荷，单位为牛(N)；

a ——试样所受弯曲力臂的长度，单位为毫米(mm)；

b ——试样的宽度，单位为毫米(mm)；

d ——平行于加载方向的试样厚度，单位为毫米(mm)。

取三次测试结果的算术平均值作为试验结果，结果保留为整数。

A.4 粘接性

A.4.1 试验步骤

将经水煮后的试样，用手撕开。

A.4.2 结果表示

目测观察撕开后的试样断面，若断面不均匀、不分层，判定粘接牢固、不分层。

附录 B

(资料性)

化学品安全技术说明书 (SDS)

B.1 化学品及企业标识

产品中文名称：有机硅树脂

产品英文名称：SILICONE RESIN

产品用途：云母板粘接

限制用途：无相关信息

B.2 成分/组成信息

产品形式：混合物

化学名称：有机硅树脂

成分信息：

化学组分名称	成分百分比	CAS NO.
有机硅树脂	≥49	/
甲苯	≤51	108-88-3

B.3 危险性概述

危险性类别：3.2 类中闪点易燃液体。

侵入途径：吸入、食入、皮肤接触。

健康危害：制备和使用有机硅树脂的工人，可有头痛、恶心、食欲不振、眼灼痛、眼睑水肿、上呼吸道刺激、皮肤病症等。本品的主要危害为引起过敏性皮肤病，其表现形式为瘙痒性红斑、丘疹、疱疹、湿疹性皮炎等。

环境危害：该物质对环境有危害，特别注意对空气的污染。

燃爆危险：本品遇明火、高热易引起燃烧，蒸汽与空气易形成爆炸性混合物。

B.4 急救措施

皮肤接触：脱去污染的衣着，用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤。

眼睛接触：提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗，就医。

吸入：脱离现场至空气新鲜处，就医。

食入：饮足量温水，催吐，就医。

B.5 消防措施

危险特性：易燃，其蒸气与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热能引起燃烧爆炸。遇火源引着回燃。若受高热，容器内压增大，有开裂和爆炸的危险。

有害燃烧产物：一氧化碳、二氧化碳、二氧化硅。

灭火方法及灭火剂：喷水冷却容器，可能的话将容器从火场移至空旷处。灭火剂：泡沫、二氧化碳、干粉、砂土，用水灭火无效。

B.6 泄漏应急处理

迅速撤离泄漏污染区人员至安全区，并进行隔离，严格限制出入。切断火源。建议应急处理人员戴自给正压式呼吸器，穿一般作业工作服。尽可能切断泄漏源。防止流入下水道、排洪沟等限制性空间。

小量泄漏：用干燥的砂土或类似物质吸收。

大量泄漏：构筑围堤或挖坑收容。用泡沫覆盖，降低蒸气灾害。用防爆泵转移至槽车或专用收集器内，回收或运至废物处理场所处置。

B.7 操作处置与储存

操作注意事项：在通风良好的条件下操作。远离火种、热源，工作场所严禁吸烟。使用防爆型的通风系统和设备。防止蒸气泄漏到工作场所空气中。避免与酸、碱、胺、氧化剂接触。搬运要轻装轻卸，防止包装及容器损坏。配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。倒空的容器可能残留有害溶剂。

存储：储存于干燥、阴凉、通风良好的地方。保持容器密闭，远离火源。

B.8 接触控制和个体防护

最高容许浓度：有机硅树脂：无资料；甲苯（皮）：100mg/m³。

空气中有毒气体浓度测定用气相色谱法。

生产过程密闭，加强通风。

呼吸系统防护：空气中浓度超标时，佩戴自吸过滤式防毒面具（半面罩）。紧急事态抢救或撤离时，应该佩戴空气呼吸器或氧气呼吸器。

戴化学安全防护眼镜。

穿防毒物渗透工作服。

手防护：戴橡胶耐油手套。

工作现场禁止吸烟，进食、饮水。工作前避免饮用酒精性饮料。工作后，淋浴更衣。进行就业前和定期体检。

B.9 理化性质

外观：无色至淡黄色透明液体	相对蒸气密度(空气=1)：无资料。
PH 值：7	饱和蒸气压(kPa)：无资料。
相对密度(水=1)：1.00~1.02(25℃)	燃烧热(kJ/mol)：无资料。
闪点(℃)：3~5	临界温度(℃)：无资料。
溶解性：溶于甲苯、二甲苯、醋酸丁酸	临界压力(MPa)：无资料。

B.10 稳定性和反应性

稳定性：正常操作和储存条件下稳定。

禁配物：禁与酸、碱、氧化剂同库储存。

避免接触的条件：高热、明火。

分解产物：一氧化碳、二氧化碳、二氧化硅。

B.11 毒理学资料

急性毒性：无资料。

急性中毒：无资料。

慢性毒性：无资料。

刺激性：人经眼：300PPM，引起刺激。家兔经皮 500 mg 中度刺激。

亚急性和慢性毒性：无资料。

致突变性：无资料。

致畸性：无资料。

致癌性：无资料。

B.12 生态学资料

生态毒理毒性：无资料。

生物降解性：无资料。

非生物降解性：无资料。

生物富集或生物积累性：无资料。

其它有害作用：无资料。

B.13 废弃处置

废弃物性质：危险废物。

废弃处置方法：处置前应参阅国家和地方有关法规。建议用焚烧法处置。

废弃注意事项：无资料。

B.14 运输信息

危险货物编号：无相关信息。

UN 编号：无相关信息。

包装标志：无相关信息。

包装类别：无相关信息。

运输注意事项：铁路运输时应严格按照铁道部《危险货物运输规则》中的危险货物配装表进行配装。运输时运输车辆应配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。夏季最好早晚运输。运输时所用的槽（罐）车应有接地链，槽内可设孔隔板以减少震荡产生静电。严禁与氧化剂、酸类、碱类、胺类、食用化学品等混装混运。运输途中应防曝晒、雨淋，防高温。中途停留时应远离火种、热源、高温区。装运该物品的车辆排气管必须配备阻火装置，禁止使用易产生火花的机械设备和工具装卸。

B.15 法律信息

中国法规信息：危险化学品安全管理条例，针对危险化学品的生产、储存、使用、经营、运输、装卸等方面安全均作了相应规定；常用危险化学品的分类及标志（GB 13690-2009）将该物质划为第 3.2 类中闪点易燃液体。

B.16 其他信息

免责声明：本 SDS 全面真实地提供了相关的资料，但我们并不能保证其绝对的广泛性和准确性。本 SDS 只为那些受过恰当专业训练并使用该产品的有关人员提供对该产品的安全预防资料。获取该 SDS 的个人使用者，在特殊的使用条件下，必须对本 SDS 的适用性做出独立的判断。在特殊的使用场合下，对由于使用本 SDS 所导致的伤害，本标准不负任何责任。

中国氟硅有机材料工业协会

团体标准

耐高温云母板用有机硅树脂

T/FSI 140—2024

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 1/16 印张 0.5 字数: 5.9 千字

2024 年 3 月第一版 2024 年 3 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