

ICS 83.180
CCS G 39



团 体 标 准

T/FSI 169—2024

耐火云母带用有机硅胶粘剂

Silicone adhesive for refractory mica tape

2024-12-30 发布

2025-01-31 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发布
中国标准出版社 出版

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 技术要求	1
5 试验方法	2
6 检验规则	3
7 包装、标识、运输和贮存	4
8 文件中涉及危化品内容的规定	4
附录A(规范性) 耐火云母带用有机硅胶粘剂粘接性测试方法	5
附录B(规范性) 耐火云母带用有机硅胶粘剂180°剥离强度测试方法	6
附录C(规范性) 耐火云母带用有机硅胶粘剂烧蚀残量测试方法(TGA法)	9
附录D(资料性) 化学品安全技术说明书	10
参考文献	14

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：龚家全、陈华玲、罗晓霞、陈敏剑、郑有婧、邵玲。

耐火云母带用有机硅胶粘剂

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。

1 范围

本文件规定了耐火云母带用有机硅胶粘剂的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标识、运输和贮存。

本文件适用于以硅橡胶和有机硅 MQ 树脂为主要原材料,经脱水缩合反应制得的以甲苯为溶剂的有机硅胶粘剂,该产品主要用作制备耐火云母带时云母纸与补强材料如玻璃纤维布的胶粘剂。

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 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 10247—2008 粘度测量方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

无色或淡黄色黏稠液体,允许有轻微乳白光。

4.2 技术要求

耐火云母带用有机硅胶粘剂理化指标应符合表 1 的要求。

表 1 耐火云母带用有机硅胶粘剂理化指标

项目	指标
黏度(25℃)/(mPa·s)	40 000~80 000
固含量(150℃×2h)/%	60±1
粘接性	干爽,粘接牢固,不返粘
180°剥离强度/(kN/m)	0.24~0.48

表 1 耐火云母带用有机硅胶粘剂理化指标（续）

项目	指标
相对密度(25℃)/(g/cm ³)	0.980~1.000
烧蚀残量(TGA法)	残留物为白色粉末,残留量不小于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 黏度

按 GB/T 10247—2008 中的旋转法进行测试,测试温度(25±1)℃,测试时样品不能有气泡。

5.3 固含量

5.3.1 仪器设备

仪器设备包括:

- 玻璃称量瓶:磨口低塞,直径 50 mm,高 30 mm;
- 玻璃干燥器:内放变色硅胶;
- 分析天平:100 g,精确到 0.1 mg;
- 实验室电热恒温烘箱:最高控温温度 300℃,精确到±2℃;
- 水银温度计:0℃~200℃,分度值 2℃。

5.3.2 检验步骤

将干燥洁净的玻璃称量瓶放入 105℃烘箱干燥 30 min,取出放入干燥器中冷却到室温。用减量法准确称取 2 g~4 g 试样(精确到 0.1 mg),使试样均匀流布于容器的底部。将称量瓶放入恒温烘箱,打开烘箱自室温开始升温,在约 60 min 升温至 150℃,并于(150±2)℃,恒温 2 h。取出称量瓶放入干燥器中冷却至室温,称重,试验平行测定两个试样。

5.3.3 结果计算

固体含量 x 按式(1)计算。

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

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)。

两次试样的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。

5.4 粘接性

按附录 A 规定的方法进行测试。

5.5 180°剥离强度

按附录 B 规定的方法进行测试。

5.6 相对密度

按 GB/T 4472—2011 中 4.3.3 规定的方法进行测定,测定温度为 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.7 烧蚀残量

按附录 C 规定的方法进行测试。

6 检验规则

6.1 检验分类

耐火云母带用有机硅胶粘剂检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

耐火云母带用有机硅胶粘剂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、黏度、固含量和粘接性。

6.3 型式检验

耐火云母带用有机硅胶粘剂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验时;
- 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) 产品结构、材料,以及关键工艺有较大改变,可能影响产品性能时;
- 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 20 000 kg,每批随机抽产品 1 kg,作为出厂检验样品。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、运输和贮存

7.1 包装

耐火云母带用有机硅胶粘剂采用清洁干燥密封良好的铁桶或镀锌桶包装,净含量 200 kg。也可根据用户要求的规格包装。

7.2 标识

每一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。

7.3 运输

耐火云母带用有机硅胶粘剂运输、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,应按照国家危险货物运输规定进行。

7.4 贮存

耐火云母带用有机硅胶粘剂应贮存在阴凉、干燥、通风的场所。防止日晒雨淋,并应隔绝火源、远离热源。

符合本文件包装、运输和贮存条件的产品自生产之日起,贮存期为 1 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 文件中涉及危化品内容的规定

本产品耐火云母带用有机硅胶粘剂属于危险化学品。附录 D 信息摘录自耐火云母带用有机硅胶粘剂的 MSDS 说明书,附录中信息供文件使用者参考。本文件未涉及所有与使用有关的安全、环境和健康问题。使用者有责任建立适宜的环境处置和健康保护措施并确保首先符合国家的相关规定。

附录 A

(规范性)

耐火云母带用有机硅胶粘剂粘接性测试方法

A.1 仪器设备

仪器设备包括:

- a) 电子天平:1 000 g,精确到 0.01 g;
- b) 实验室电热恒温烘箱:300 °C,精确到±1 °C;
- c) 实验室压机(50T):300 °C,精确到±1 °C。

A.2 试验步骤

A.2.1 云母坯带的制作

取一定量有机硅胶粘剂,加入 2%~2.5% 的过氧化物固化剂如 BPO,用甲苯稀释到固含量 15%~18%,并搅拌均匀。然后刷涂或辊涂到云母胚布上(底层为合成云母纸;上层为电工用无碱玻纤布,规格 $23 \text{ g/m}^2 \pm 1 \text{ g/m}^2$),在烘箱中经 90 °C~110 °C 维持 1 min~2 min,然后在 150 °C~170 °C 维持 5 min。取出冷却到室温。

A.2.2 粘接性

将做好的云母坯带裁剪成宽 25 mm 的带子,用双手搓揉 3 次,若玻纤布与云母纸无明显分离,则粘接性合格。

A.2.3 返粘性

返粘性的试验步骤如下。

- a) 裁剪出 6 张云母坯带,尺寸约为 15 cm×5 cm,将裁好的样品朝一个方向,按布面与纸面依次叠置整齐,上下两面的玻纤布隔离,放入实验室压机中。拧紧压力阀,将压力调到 20 MPa,升温到 40 °C~45 °C。
- b) 用秒表计时保温压制 5min,拧开压力阀,卸压到压力显示为 0 MPa 时,小心取出样品。
- c) 产品判别:将压制好的样品带放在平台上,用手沿水平方向撕开云母带,在撕开的过程中用眼睛观察带面是否掉粉,是否有纸面粘连在布面上,如出现大面积纸面与布面粘边现象,则将此样品判定为反粘。如样品撕开无粘粉,掉粉或纸面与布面出现粘连现象,由此可判别云母带不返粘。

附录 B

(规范性)

耐火云母带用有机硅胶粘剂 180°剥离强度测试方法

B.1 原理

将一条胶粘带粘在不锈钢板上,不锈钢板固定在拉力试验机夹具上,试验机另一夹具夹住胶粘带自由端,与不锈钢板呈 180°角,以规定速率剥离胶粘带。通过持续从不锈钢板上剥离胶粘带所需的力测量出剥离力,转换为剥离强度。注意剥离线垂直于作用力的方向。

B.2 材料

B.2.1 吸收性清洁材料

如医用纱布、棉线或绵纸。合适的材料应在使用过程中不掉绒,易吸收,并且完全由原生材料制成。

B.2.2 清洗剂

以下一种或多种溶剂(均为化学纯):

- 乙醇;
- 丙酮;
- 甲苯。

B.2.3 聚酯薄膜

聚酯薄膜厚度为 25 μm,长度为 297 mm,宽度 210 mm。

B.3 仪器

B.3.1 试样裁刀

将两个单刃刀片分别固定在平行的平面内,保持一个精确的距离,形成一个具有准确试样宽度的试样裁刀,裁刀切割宽度 25 mm;或者使用不会使边缘产生损害的其他刀具,刀片之间距离的精确度为标准宽度±0.1 mm。

B.3.2 试验机

采用恒速拉伸试验机,自动记录仪至少每剥离 1 mm 胶粘带记录一次数值。试验机配备的两个夹具(校准在同一中心线上),平行对齐,在移动方向上处于同一平面内。整幅夹紧试样,以(5.0±0.2)mm/s 的速率匀速移动,记录下负荷读数。最大允许误差 2%。

B.3.3 不锈钢镜面钢板

不锈钢镜面钢板表面平整光滑,长 125 mm,宽 50 mm,厚 1.1 mm。

不应使用有污点、变色或划痕较多的钢板。使用前,按照 B.4.4 中的说明对钢板进行清洁;使用中保护钢板试验表面不被划伤或污染,并按照 B.4.4 要求的条件保存。

B.3.4 机动或手动压辊

B.3.4.1 圆柱体的钢质压辊(简称压辊)的直径为 (85 ± 2.5) mm,宽 (45 ± 1.5) mm,表面包覆有6 mm厚的橡胶,硬度 (85 ± 5) HA,没有凸凹偏差。压辊的质量为 $(2\ 000\pm 100)$ g。

B.3.4.2 在使用过程中,任何仪器部分都不应增加压辊的重量。压辊以 (10 ± 0.5) mm/s的速率通过机动或手动方式滚动。

B.3.5 不锈钢线棒涂布器

线径150 μ m。

B.4 样品和试样

B.4.1 状态调节

将耐火云母带用胶粘剂样品置于 (23 ± 1) °C、相对湿度 $(50\pm 5)\%$ 的条件下,调节24 h以上。

B.4.2 试样要求

3条试样为一个测试组。

试样宽度为 (25 ± 0.5) mm,长度约300 mm。

B.4.3 试样制作方法

试样制作方法如下:

- 采用B.2.1中所述吸收性清洁材料沾取B.2.2所示的清洗剂中的一种将聚酯薄膜(长297 mm,宽210 mm)表面擦拭干净,置于 (23 ± 1) °C、相对湿度 $(50\pm 5)\%$ 的条件下30 min,待聚酯薄膜表面清洗剂完全挥发干净;
- 采用B.3.5所述不锈钢线棒涂布器将B.4.1所述胶粘剂沿同一个方向均匀涂布在聚酯薄膜上;
- 将涂布后的聚酯薄膜放在150 °C恒温烘箱中烘焙3 min;
- 取出,置于 (23 ± 1) °C、相对湿度 $(50\pm 5)\%$ 的条件冷却10 min至环境温度。

B.4.4 钢板预处理

B.4.4.1 用B.2.2中所述的一种溶剂擦拭钢板,用新的吸收性清洁材料擦干。使用同种溶剂,重复清洗3次。最后一次用甲苯清洗。

B.4.4.2 洗后的钢板至少晾置10 min;10 h内未使用的试验钢板需重新清洗。为了得到一致的结果,新钢板在使用前用甲苯清洗至少10次。

注:丢弃有污点、变色或多处划痕的钢板,避免用手接触钢板表面。在储存中,注意使钢板免受破坏或污染。

B.4.5 样件制备

从B.4.3所述试样用裁刀裁取25 mm宽,300 mm长试样(注意选取外观涂覆均匀的试样段进行裁剪)。沿试样长度方向,将一端胶粘面对折粘贴成约12 mm长的折叠层。拿住该折叠层,将试样的另一端粘贴在钢板的一端,使胶粘带自然地置于钢板上方(不接触钢板),然后用手动或机械方法,将压辊来回滚压三次,防止胶粘面和钢板之间有空气残留。如有空气残留,则试样作废,重新制备。

每个试样逐一制样、试验,控制在1 min内完成。

注：剥离强度会随不同胶粘带停留时间增大而增大。如需选择较长停留时间，另外注明。

B.5 剥离强度试验

从胶粘带折叠的一端从钢板上剥离下 25 mm 的胶粘带，把钢板的一端夹在拉力试验机的夹具里，胶粘带自由端夹到另一夹具里。在 (5.0 ± 0.2) mm/s 的速率下连续剥离。

负载夹具运转后，忽略第一个 25 mm 胶粘带机械剥离时获得的值，以下一个 50 mm 胶粘带获得的平均力值作为剥离力，转化为剥离强度。

注：经过长期的停放，温度将传递到不锈钢板上，因此，胶粘带一旦粘贴到钢板上后测试人员尽快操作。

B.6 试验结果

每组试样个数不少于 3 个，试验结果以剥离强度的算术平均值表征，单位为牛每厘米(N/cm)，精确到 0.1 N/cm。

附录 C

(规范性)

耐火云母带用有机硅胶粘剂烧蚀残量测试方法(TGA法)

C.1 仪器设备与试样

仪器设备与试样如下:

- a) 热重分析仪:精度0.01 mg,温度范围室温~1 150 °C,温度分辨率0.01 °C;
- b) 陶瓷坩埚直径8 mm,高4.5 mm;
- c) 气氛控制系统:空气;
- d) 经5.3步骤于150 °C烘烤2 h,测试固含量后的不含溶剂的有机硅胶粘剂。

C.2 试验步骤

C.2.1 试验环境

实验室标准试验条件为:温度(23±2)°C。

C.2.2 测试步骤

测试步骤如下。

- a) 打开热重分析仪电源开关,确保仪器与电脑联接,开机预热1 h。
- b) 打开仪器设置界面,在仪器设置界面点击“TG”清零。打开炉体,将空试样坩埚和参比坩埚置于支持架上,关闭炉体。
- c) 新建试验,进入测量参数设置,输入仪器TG显示的质量,气氛设置为空气。点击“连接仪器”。调节试验温度为800 °C,升温速率15 °C/min。
- d) 打开炉体,取出试样坩埚,将试样20 mg左右装入坩埚中,并压平,使试样与坩埚底部均匀接触,然后将已装好试样的坩埚放到支持架上,关闭炉体。平衡后,由仪器读取试样初始质量。
- e) 点击测试按钮,开始测试。
- f) 结果分析:试验结束仪器会自动停止。双击选中TGA分析曲线,选中分析起始点200 °C和500 °C,软件会自动计算出热失重数据。每组试样个数不少于3个,试验结果以热失重数据的算术平均值表征。

附 录 D
(资料性)
化学品安全技术说明书

化学品安全技术说明书的示例见图 D.1。

一、化学品及企业标识		
产品中文名称:有机硅胶粘剂 产品英文名称:SILICONE ADHESIVE 产品用途:耐火云母带粘接 限制用途:无相关信息		
二、成分/组成信息		
产品形式:混合物 化学名称:有机硅胶粘剂 成分信息:		
化学组分名称	成分百分比/%	CAS号
有机硅胶粘剂	≥59	—
甲苯	≤41	108-88-3
三、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:制备和使用有机硅胶粘剂的工人,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。		
四、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。		

图 D.1 化学品安全技术说明书的示例

五、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、高热可引起燃烧爆炸。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。

六、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。

七、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。

八、接触控制和个体防护

最高容许浓度:有机硅胶粘剂:无资料;甲苯(皮):100 mg/m³。

监测方法:空气中有毒气体浓度测定用气相色谱法。

工程控制: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。

眼睛防护:戴化学安全防护眼镜。

身体防护:穿防毒物渗透工作服。

手防护:戴橡胶耐油手套。

其他防护: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。

图 D.1 化学品安全技术说明书的示例(续)

九、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

十、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

十一、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300 mg/L,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

十二、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
 其他有害作用:无资料

十三、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

图 D.1 化学品安全技术说明书的示例(续)

十四、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:请根据化学品性质选择合适的运输工具及相应的运输储存条件。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振荡产生静电。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。

十五、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;GB 13690—2009《化学品分类和危险性公示 通则》将该物质划为第4.1.6类中闪点易燃液体。

十六、其他信息

免责声明:本MSDS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MSDS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MSDS的个人使用者,在特殊的使用条件下,必须对本MSDS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MSDS所导致的伤害,本文件不负任何责任。

图 D.1 化学品安全技术说明书的示例(续)

参 考 文 献

- [1] GB 13690—2009 化学品分类和危险性公示 通则
-