ICS 71.060.50
CCS G 12

团 体 标 准

T/CSHX 0001—2022

硅酮胶用纳米碳酸钙

Nanoscale Calcium carbonate for silicone adhesive

2022－06－27 发布　　2022－06－28 实施

长沙市化工协会　　发 布

目　　次

前言 II
1　范围 1
2　规范性引用文件 1
3　术语和定义 1
4　符号和缩略语 2
5　技术要求 2
6　试验方法 2
6.1　安全提示 2
6.2　一般规定 3
6.3　形貌的测定 3
6.4　平均粒径的测定 3
6.5　碳酸钙含量的测定 3
6.6　镁含量的测定 3
6.7　水分的测定 3
6.8　pH 值的测定 3
6.9　白度的测定 3
6.10　活化度的测定 3
6.11　筛余物的测定 3
6.12　压实密度的测定 3
6.13　稠度的测定 4
6.14　挤出性的测定 4
7　检验规则 5
7.1　检验分类 5
7.2　检验项目 5
7.3　组批规则 6
7.4　抽样方案 6
7.5　判定规则 6
8　标志和质量证明 6
9　包装、运输和贮存 6

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

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。

本文件由湖南金箭新材料科技有限公司提出。

本文件由长沙市化工协会归口。

本文件起草单位：湖南金箭新材料科技有限公司、希而思（长沙）科技研究院有限公司、长沙市标准化协会、长沙市化工协会、佛山市顺德区高立德有机硅实业有限公司。

本文件主要起草人：文经建、张飞林、张桂美、李超、谢倩玉、陈庭、徐杨。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

硅酮胶用纳米碳酸钙

1 范围

本文件规定了硅酮胶用纳米碳酸钙的技术要求、试验方法、检验规则、标志和质量证明以及包装、运输和贮存。

本文件适用于添加于硅酮胶中的纳米碳酸钙粉体材料。

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—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14682—2006 建筑密封材料术语

GB/T 19281—2014 碳酸钙分析方法

GB/T 19590—2011 纳米碳酸钙

GB/T 23774—2009 无机化工产品白度测定的通用方法

HG/T 3696（所有部分） 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备

QB/T 2811—2019 造纸用碳酸钙

3 术语和定义

GB/T 14682—2006、GB/T 23774—2009和QB/T 2811—2019界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纳米碳酸钙 Nanoscale Calcium carbonate

粒度介于10 nm～100 nm之间的碳酸钙粉末。

3.2

白度 whiteness

被测物体的表面在可见光区域内相对于完全白（标准白）物体漫反射辐射能的大小的比值，用百分数表示，即白色的程度，称为白度。

[来源：GB/T 23774—2009，3.1]

3.3

筛余物 residue on a sieve

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

一定绝干质量的被测试样分散通过一定目数的标准筛，未通过标准筛的残余物绝干质量占被测试样绝干质量的百分数。

[来源：QB/T 2811—2019，3.5]

3.4

挤出性 extrudability

用挤枪施工胶粘材料时挤出的难易程度。

[来源：GB/T 14682—2006，2.2.1]

4 符号和缩略语

下列缩略语适用于本文件。

SEM：扫描电子显微镜（scanning electron microscope）

TEM：透射电子显微镜（transmission electron microscope）

pH：酸碱值（potenz hydrogen ion）

5 技术要求

硅酮胶用纳米碳酸钙应符合表1的规定。

表1 技术要求

项目		指标
形貌（TEM/SEM）		立方体
平均粒径（TEM/SEM）/nm	≤	70
碳酸钙（$CaCO_3$）（干基）质量分数/%	≥	95
镁质量分数（以 MgO 计）/%	≤	0.8
水分/%	≤	0.4
pH[a]		7.5～10
白度/%	≥	94
活化度/%		100
筛余物（45 μm）/%		0.01
压实密度/（g/m^3）		0.55
稠度[b]/cm	≥	10
挤出性[c]/（g/min）	≥	35

[a] 10 g 碳酸钙溶于 90 ml 水中。

[b] 与试剂（见 6.13.1）混合后测得。

[c] 与试剂（见 6.14.1）混合后测得。

6 试验方法

6.1 安全提示

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

本实验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

6.2 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均应符合HG/T 3696（所有部分）的规定。

6.3 形貌的测定

使用TEM或SEM观测粒子的形状。

6.4 平均粒径的测定

按照GB/T 19590—2011中6.4的规定进行测定。

6.5 碳酸钙含量的测定

按照GB/T 19281—2014中3.3的规定进行测定。

6.6 镁含量的测定

按照GB/T 19281—2014中3.4的规定进行测定。

6.7 水分的测定

按照GB/T 19281—2014中3.13的规定进行测定。

6.8 pH值的测定

按照GB/T 19281—2014中3.18的规定进行测定。

6.9 白度的测定

按照GB/T 19281—2014中3.23的规定进行测定。

6.10 活化度的测定

按照GB/T 19281—2014中3.19的规定进行测定。

6.11 筛余物的测定

按照GB/T 19281—2014中3.21的规定进行测定。

6.12 压实密度的测定

6.12.1 试样

取适量粉状试样，烘干水份。

6.12.2 仪器

6.12.2.1 台式自动平衡离心机：转速不小于1000 r/min。

6.12.2.2 锥形量筒：10 ml。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

6.12.3 分析步骤

称取两个相同锥形量筒的质量，精确至0.01 g。称取5 g试样两份，精确至0.01 g。将两份试样分别装入两个锥形量筒中，分别称重，精确至0.01 g。将锥形量筒对称地放入离心机中，设定转速为1000 r/min，离心1 min。取出锥形量筒，分别记录两份试样的体积，精确至0.1 cm^3。

6.12.4 结果计算

密度以ρ计，数值以每立方厘米的粉体质量表示，按式（1）计算：

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

m_1——空锥形量筒的质量的数值，单位为克（g）；

m_2——加入试样后锥形量筒的质量的数值，单位为克（g）；

V——试样的体积的数值，单位为立方厘米（cm^3）。

取两份试样的平均密度为测定结果。

计算结果表示到小数点后两位。

6.13 稠度的测定

6.13.1 试剂

107胶。

6.13.2 仪器

6.13.2.1 稠度仪：唧筒内径 29.7 mm，唧筒深度 29 mm，唧筒容积 20.07 ml。

6.13.2.2 搅拌机：最大真空度 0.095 MPa。

6.13.2.3 铲刀。

6.13.3 分析步骤

将107胶与试样按1：1的比例（分别为200 g）放入搅拌机中，以15 Hz的频率搅拌10 min。停机，用铲刀铲边刮底后，以40 Hz的频率搅拌3 min。然后抽真空至-0.09 MPa以下，继续以40 Hz搅拌30 min。用稠度仪测试搅拌好的混合物，所得的直径数据为测定结果。

6.14 挤出性的测定

6.14.1 试剂

107胶。

6.14.2 仪器

6.14.2.1 搅拌机：最大真空度 0.095 MPa。

6.14.2.2 恒温箱：可恒温至 23 ℃。

6.14.2.3 胶瓶：150 ml。

6.14.2.4 不锈钢嘴：内径 4 mm，长度 20 mm。

6.14.2.5 挤出机:最大压力不小于 0.2 MPa。

6.14.3 分析步骤

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

6.14.3.1 试验基料的制备

分别称取试样及107胶各200 g，精确至0.01 g，放入搅拌机中。开机，设定转速为1500 r/min，搅拌2 min；设定转速为1800 r/min，搅拌3 min；选择间歇性工作。停机，取出混合物至烧杯中，用铲刀铲边刮底。将混合物倒入搅拌机中，开机，设定转速为2000 r/min，抽真空至-0.09 MPa，搅拌5 min后，取出混合物至烧杯中，得到试验基料。

6.14.3.2 控制基料温度

将盛装基料的烧杯放入恒温箱中，恒温至（23±2）℃。

6.14.3.3 测定

将恒温后的基料装入胶瓶中，割开胶瓶口，将不锈钢嘴拧到胶瓶上。

称取一次性塑料杯的质量，精确至0.01 g。将胶瓶安装到挤出机上，并在不锈钢嘴的下方放置盛装挤出物的一次性塑料杯。设定挤出机的气压为0.2 MPa，挤出时间为1 min，开始挤出。时间结束后，对一次性塑料杯进行称重，精确至0.01 g。

6.14.4 结果计算

挤出性以s计，数值以0.2 MPa压力下，每分钟挤出的基料质量（g）表示，按式（2）计算：

$$s = \frac{m_2 - m_1}{t} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

m_1——一次性塑料杯的质量的数值，单位为克（g）；

m_2——挤入基料后一次性塑料杯的质量的数值，单位为克（g）；

t——挤出的时间的数值，单位为分钟（min）。

计算结果表示到小数点后两位。

7 检验规则

7.1 检验分类

检验分为型式检验和出厂检验。

7.2 检验项目

7.2.1 型式检验

7.2.1.1 型式检验的项目包括第 5 章中的所有要求。

7.2.1.2 在正常生产情况下，型式检验应每 3 个月进行至少一次。当出现下列情况之一时，应进行型式试验：

a) 更新关键生产工艺；
b) 主要原料有变化；
c) 停产又恢复生产；
d) 与上次型式检验有较大差异；
e) 合同规定。

7.2.2 出厂检验

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

出厂检验项目包含：碳酸钙(干基)质量分数、水分、pH、白度和稠度，且应逐批检验。

7.3 组批规则

生产企业以相同的材料，采用基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的硅酮胶用纳米碳酸钙为一批，每批产品不超过60 t。

7.4 抽样方案

按GB/T 6678—2003的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的3/4处采样。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于500 g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中，密封。瓶上贴上标签，并注明：生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期以及采样者姓名。一瓶用于检验，另一瓶保存备查。生产厂可在包装线上自动取样或包装封口前采样。

7.5 判定规则

7.5.1 生产厂应保证所有出厂的硅酮胶用纳米碳酸钙都符合本文的要求。

7.5.2 应按 GB/T 8170—2008 的规定判定检验结果是否符合本文件。

7.5.3 如检验结果中有指标不符合本文要求时，应重新自两倍量的包装袋中采样，进行复验。复验的结果即使只有一项指标不符合本文要求，则整批产品为不合格。

8 标志和质量证明

8.1 产品包装上应有牢固清晰的标志，内容应包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期以及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的硅酮胶用纳米碳酸钙都应附有质量证明书，内容应包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文的证明以及本标准的编号。

9 包装、运输和贮存

9.1 硅酮胶用纳米碳酸钙应采用复合编织袋或纸塑复合包装袋，袋口严密封口，每袋净含量为 12.5 kg、20 kg 和 25 kg。

9.2 硅酮胶用纳米碳酸钙在运输过程中应有遮盖物，轻装、轻卸，防止包装损坏，防止雨淋、受潮，不得与酸混运。

9.3 硅酮胶用纳米碳酸钙应贮存于干燥、阴凉通风的仓库内，在贮存和运输过程中应防止受潮，不得与酸混贮。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载