

ICS  
中国标准文献分类号

# 团 体 标 准

T/ FSI XXX-XXXX

## 低挥发性甲基环硅氧烷的端乙烯基 硅油

Low volatile dimethylcyclosiloxane vinyl-terminated  
polydimethylsiloxane

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 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：江西蓝星星火有机硅有限公司、广州天赐高新材料股份有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、合盛硅业股份有限公司、湖北兴瑞硅材料有限公司、唐山三友硅业有限责任公司、江西华而润之新材料有限公司、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。

本文件主要起草人：贺志江、吴红、李泽勇、陈杰、罗伟琪、孙刚、陈立军、柳超、陈敏剑、白军伟、柳晨醒、方侃涛、冷从金。

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。

本标准为首次制定。

# 低挥发性甲基环硅氧烷的端乙烯基硅油

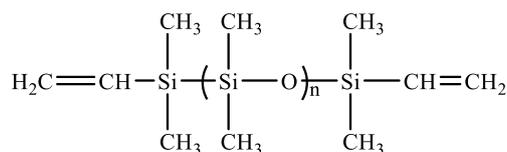
## 1 范围

本文件规定了低挥发性甲基环硅氧烷的端乙烯基硅油的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以八甲基环四硅氧烷、二甲基硅氧烷混合环体、二甲基二氯硅烷水解物、 $\alpha,\omega$ -二羟基聚二甲基硅氧烷线性体为原料，与乙烯基双封头混合，经催化聚合反应制得的低挥发性甲基环硅氧烷端乙烯基硅油。

分子式： $\text{CH}_2=\text{CHSi}(\text{CH}_3)_2[(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_n(\text{CH}_3)_2\text{SiCH}=\text{CH}_2$ 。

结构式：



(n 为自然数)

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 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 605 化学试剂 色度测定通用方法
- GB/T 5750.4 生活饮用水标准检验方法 感官性状和物理指标
- GB/T 6388 运输包装收发货标志
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- 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 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 化学试剂气相色谱法通则
- GB/T 10247—2008 粘度测试方法
- GB 15258 化学品安全标签编写规定
- GB/T 28610—2020 甲基乙烯基硅橡胶

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

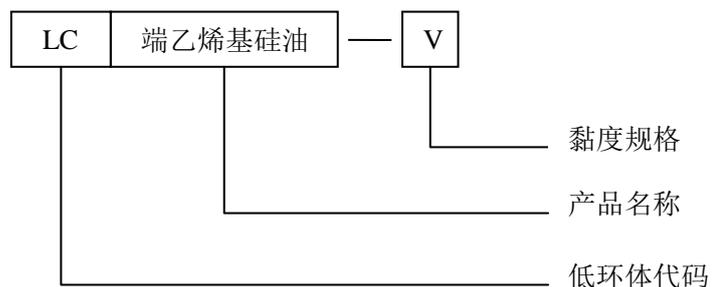
### 3.1

**挥发性甲基环硅氧烷** Volatile dimethylcyclsiloxane

挥发性甲基环硅氧烷是指挥发性的八甲基环四硅氧烷（D<sub>4</sub>）、十甲基环五硅氧烷（D<sub>5</sub>）、十二甲基环六硅氧烷（D<sub>6</sub>）。

## 4 分类和命名

产品型号由低环体代号、产品名称、黏度规格三部分组成，型号表示方法如下：



示例：LC 端乙烯基硅油-100，表示黏度为  $(100 \pm 10)$  mm<sup>2</sup>/s 的低挥发性甲基环硅氧烷的端乙烯基硅油。

## 5 要求

### 5.1 外观

无机械杂质透明液体。

### 5.2 技术要求

低挥发性甲基环硅氧烷的端乙烯基硅油指标应符合表 1 中要求。

表 1 低挥发性甲基环硅氧烷的端乙烯基硅油技术要求

项目	指标			
	LC端乙烯基 硅油-100	LC端乙烯基 硅油-350	LC端乙烯基 硅油-3500	LC端乙烯基 硅油-10000
运动粘度 (25℃) /(mm <sup>2</sup> /s)	90-110	315-385	/	/
动力粘度 (25℃) /mPa s	/	/	3150-3850	9000-11000
乙烯基含量/%	0.90-1.10	0.47-0.58	0.18-0.23	0.12-0.16
挥发份 (150℃, 2 h) /% ≤	0.80			
色度 (铂-钴色号) /Hazen ≤	40			
浊度/NTU ≤	7.00			
D <sub>4</sub> 质量分数/% ≤	0.1			
D <sub>5</sub> 质量分数/% ≤	0.1			
D <sub>6</sub> 质量分数/% ≤	0.1			
注：除以上规格外，特殊规格由供需双方协商				

表 1 低挥发性甲基环硅氧烷端乙烯基硅油指标要求（续）

项 目	指标		
	LC 端乙烯基硅油 -20000	LC 端乙烯基硅油 -60000	LC 端乙烯基硅油 -100000
动力粘度（25℃）/mPa s	18000-22000	54000-66000	90000-110000
乙烯基含量/%	0.08-0.12	0.08-0.10	0.06-0.08
挥发份（150℃，2 h）/% ≤	0.80		
色度（铂-钴色号）/Hazen ≤	40		
浊度/NTU ≤	7.00		
D <sub>4</sub> 质量分数/% ≤	0.1		
D <sub>5</sub> 质量分数/% ≤	0.1		
D <sub>6</sub> 质量分数/% ≤	0.1		
注：除以上规格外，特殊规格由供需双方协商			

## 6 试验方法

### 6.1 一般规定

本文件所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按照 GB/T 601、GB/T 603 之规定配制。

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 规定的三级水。

### 6.2 外观

取样品 20 ml，倒入清洁、干燥、无色透明的试管中，在日光灯或自然光下目测。

### 6.3 乙烯基含量测定

#### 6.3.1 碘量法

按照 GB/T 28610-2020 附录 C 规定的方法进行测定。

试样中乙烯基质量百分比含量  $n$ ，按公式 1 计算：

$$n = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times M}{2m \times 1000} \times 100 \quad (1)$$

式中：

$n$  — 乙烯基质量百分比含量，单位为百分比（%）；

$c$  — 硫代硫酸钠标准滴定溶液物质的量的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$  — 试样质量数值，单位为克（g）；

$V_1$  — 空白实验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积数值，单位为毫升（mL）；

$V_2$  — 试样消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积数值，单位为毫升（mL）；

$M$  — 乙烯基（—CH=CH<sub>2</sub>）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

## 6.3.2 近红外光谱法

### 6.3.2.1 方法概要

利用标准样品中乙烯基含量理论值与近红外光谱之间建立的近红外光谱模型，测定样品中乙烯基含量。

### 6.3.2.2 仪器与设备

近红外光谱仪。

### 6.3.2.3 分析步骤

#### 6.3.2.3.1 收集样品理论值

收集不同乙烯基含量的标准样品至少 50 个，按照 6.3.1 方法测定样品理论值。

#### 6.3.2.3.2 收集近红外光谱

全范围扫描，收集标准样品近红外光谱。

#### 6.3.2.3.3 建立近红外光谱模型

将标准样品的近红外光谱与对应的乙烯基含量理论值导入近红外光谱软件，建立近红外光谱模型。

#### 6.3.2.3.4 样品含量测定

按照 6.3.2.3.2 方法收集待测样品近红外光谱，用建好的近红外光谱模型，得到待测样品中乙烯基含量。

## 6.4 粘度的测定

### 6.4.1 运动粘度

按照GB/T 10247—2008中第2章毛细管法规定的方法进行测定，测定温度为25℃。

### 6.4.2 动力粘度

按照GB/T 10247—2008中第4章旋转法规定的方法进行测试，测定温度为25℃。

## 6.5 挥发份的测定

GB/T 28610—2020附录D规定的方法进行测定。

规定铝箔杯规格40 mm×30 mm，样品量1 g，干燥箱温度150℃，加热时间2小时，不鼓风。

## 6.6 色度的测定

按照GB/T 605规定的方法进行测定。

## 6.7 浊度的测定

GB/T 5750.4 中第 2 章规定的方法进行测定。

## 6.8 低挥发性环甲基硅氧烷（D4、D5、D6）的测定

测定采用气相色谱法，参见附录 A。

## 7 检验规则

### 7.1 检验分为型式检验和出厂检验

#### 7.1.1 出厂检验

出厂检验为第5章中表1技术要求项目为出厂检验项目，应逐批进行检验。每批出厂的低挥发性环甲基硅氧烷都应附有一定格式的质量证明书。内容包括：生产厂名称、产品名称、批号或生产日期和本标准编号等。

#### 7.1.2 型式检验

型式检验项目为第5章规定的所有项目。在正常情况下，每个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，应进行型式检验。

- a) 新产品投产时；
- b) 当原料、配方或工艺条件改变时；
- c) 产品停产后3个月后又恢复生产时；
- d) 国家质量监督局机构提出要求时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- f) 合同规定。

### 7.2 组批

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的产品的一釜或数釜经混合均匀的同一型号产品为一检验组批。

### 7.3 采样

按GB/T 6678和GB/T 6680的规定进行。采样总体积不少于1000 mL。混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的500 mL磨口瓶中，贴标签并注明：产品名称、批号、采样日期和采样者姓名等。一瓶供检验用，另一瓶密封保留备查。

### 7.4 检验结果的判定

按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

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。

## 8 标志、产品随行文件

### 8.1 标志

#### 8.1.1 标志内容

##### 8.1.1.1 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。

#### 8.1.1.2 储运图示标志

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。

#### 8.1.2 标志的表示方法

使用金属牌（铭牌）、标签、印记、颜色、线条（在电线上）或条形等方式

#### 8.1.3 标志相关要求

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

### 8.2 产品随行文件的要求

产品标准可要求提供产品的某些随行文件，例如可包括：

- a) 产品合格证；
- b) 产品说明书；
- c) 装箱单；
- d) 随机备附件清单；
- e) 试验报告；
- f) 其他有关资料。

## 9 包装、运输和贮存

### 9.1 包装

低挥发性甲基环硅氧烷的端乙烯基硅油采用清洁、干燥、密封良好的衬塑铁桶或塑料桶包装

### 9.2 运输

端乙烯基硅油运输时按普通化学品运输，并注意防火、防雨淋、防暴晒。

### 9.3 贮存

端乙烯基硅油应贮存在阴凉、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。

## 10 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。

## 附录 A

### (规范性)

#### 挥发性甲基环硅氧烷含量的测定—气相色谱法

##### A.1 方法概要

采用毛细管柱分离，气相色谱的氢火焰检测器检测，以正十二烷作参比，内标校正定量待测组分的含量。

##### A.2 试剂

- A.2.1 八甲基环四硅氧烷 (D4)：色谱纯。
- A.2.2 十甲基环五硅氧烷 (D5)：色谱纯。
- A.2.3 十二甲基环六硅氧烷 (D6)：色谱纯。
- A.2.4 正十二烷：色谱纯。
- A.2.5 丙酮：分析纯。

##### A.3 仪器

- A.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器 (FID)，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。
- A.3.2 色谱柱:HP-1 (30 m×0.32 mm×0.25 μm)。
- A.3.3 载气 (高纯氮气或氦气)：纯度≥99.999%。
- A.3.4 空气：纯度≥99.99%。
- A.3.5 氢气：纯度≥99.99%。
- A.3.6 电子天平：分度值为 0.0001 g。
- A.3.7 样品瓶及配套的密封盖：20 mL。
- A.3.8 振荡器。
- A.3.9 微量注射器：10 μL。

##### A.4 仪器参数

色谱参数设置见表 A.1。

表A.1 色谱参数设置

柱箱温度	初始温度 50°C，保持 5 min，升温速率 15°C/min，终止温度 280°C，保持 20 min.
气化温度/°C	250
检测温度/°C	300
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	350
尾吹流量/(mL/min)	30
柱流速/(mL/min)	1.5

## A.5 校正因子的确定

分别称取 D<sub>4</sub>、D<sub>5</sub>、D<sub>6</sub> 各 0.1 g 至样品瓶中，再加入 0.02 g 正十二烷，密闭摇匀。用微量注射器抽取 0.4 μL 至气相色谱检测，结果按式 (A.1) 计算：

$$RF_i = \frac{C_i \times A_{12}}{A_i \times C_{12}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

RF<sub>i</sub>—各组分的校正因子；

C<sub>i</sub>—配制溶液中各组分的理论值，单位为百分比（%）；

A<sub>12</sub>—正十二烷的峰面积；

A<sub>i</sub>—配制溶液中各组分的峰面积；

C<sub>12</sub>—正十二烷的理论值，单位为百分比（%）。

## A.6 分析步骤

A.6.1 溶液 A：称取 0.1 g 正十二烷，加入 10mL 丙酮，称重，密闭（有效期为 1 周）。

A.6.2 称取 0.5 g 样品至样品瓶中，加入 0.1 g 溶液 A，加入 10 mL 丙酮，密闭，放入振荡器中振荡 12 h 后，用微量注射器抽取 0.4 μL 样品至气相色谱检测，并用色谱工作站记录各组分的峰面积。各组分的相对保留时间见表 A.2，典型色谱图见图 A.1。

表 A.2 各组分在 HP-1 色谱柱中的保留时间

组分	保留时间	相对保留值
D <sub>4</sub>	8.468	0.780
D <sub>5</sub>	10.531	0.970
C <sub>12</sub>	10.862	1.000
D <sub>6</sub>	12.247	1.128
D <sub>7</sub>	13.717	1.263
D <sub>8</sub>	15.010	1.382
D <sub>9</sub>	16.127	1.485
D <sub>10</sub>	17.131	1.577
D <sub>11</sub>	18.054	1.662
D <sub>12</sub>	18.892	1.739
D <sub>13</sub>	19.671	1.811
D <sub>14</sub>	20.401	1.878
D <sub>15</sub>	21.181	1.950
D <sub>16</sub>	22.110	2.036
D <sub>17</sub>	23.261	2.142
D <sub>18</sub>	24.756	2.279
D <sub>19</sub>	26.681	2.456
D <sub>20</sub>	29.248	2.693

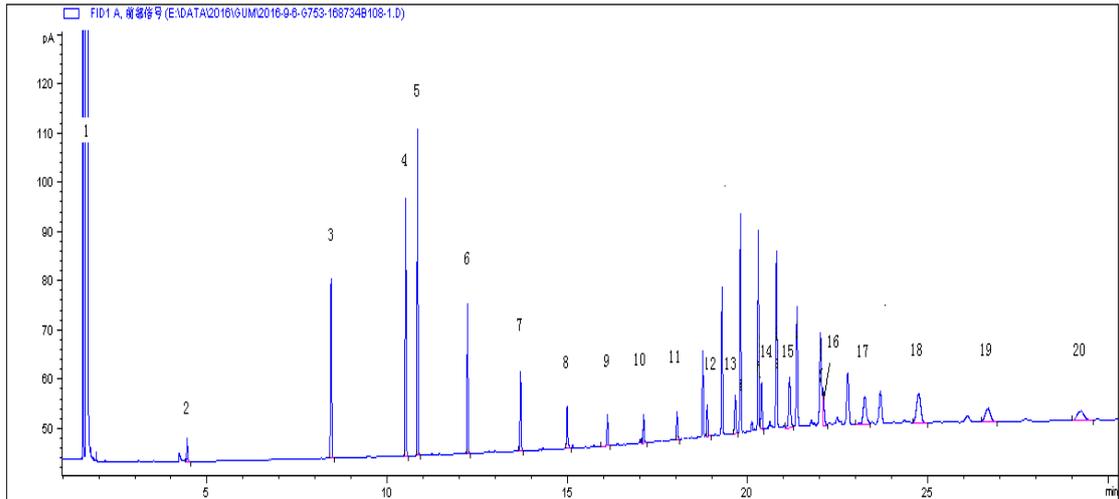


图 A.1 各组分在 HP-1 毛细管柱上的典型色谱图，1—丙酮；2—D3；3—D4；4—D5；5—正十二烷；6—D6；7—D7；8—D8；9—D9；10—D10；11—D11；12—D12；13—D13；14—D14；15—D15；16—D16；17—D17；18—D18；19—D19；20—D20。

A.7 分析结果表述

各组分的质质量分数，按公式 (A.2) 计算：

$$W_i = \frac{A_i \times m_{12} \times RF_i}{A_{12} \times m_{样}} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

- W<sub>i</sub>—各组分的质量分数，单位为百分比 (%)；
- A<sub>i</sub>—样品中各组分的峰面积；
- m<sub>12</sub>—加入正十二烷的质量，单位为克 (g)；
- RF<sub>i</sub>—各组分的校正因子；
- A<sub>12</sub>—正十二烷的峰面积，单位为百分比 (%)；
- m<sub>样</sub>—样品质量，单位为 (g)。

A.8 允许差

两次平行测定结果中，各组分的绝对差值不应大于 0.02%，取两次平行测定的算术平均值为测定结果。