ICS 71.080.99 CCS G 17

才

体

标

准

T/ FSI 128-2023

八苯基环四硅氧烷

Octaphenylcyclotetrasiloxane

2023-12-30 发布

2024-01-30 实施



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:新亚强硅化学股份有限公司、辽宁新邦新材料有限公司、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: 初琳、张太旭、张勇、谢琴、张敏政、吴筝、熊刚、李健杨、陈建梅。

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。



八苯基环四硅氧烷

1 范围

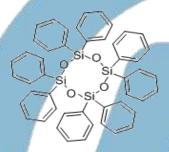
本文件规定了八苯基环四硅氧烷的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本文件适用于以二苯基二氯硅烷为主要原料制得的八苯基环四硅氧烷。

化学名称: 八苯基环四硅氧烷

分子式: C₄₈H₄₀O₄Si₄

结构式:



相对分子质量: 793.18 (按2018年国际相对原子质量)

CAS RN: 546-56-5

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 包装储运图示标志

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 6682 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

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

八苯基环四硅氧烷为白色晶状粉末。

4.2 性能指标

八苯基环四硅氧烷的技术特性应符合表 1 的规定。

T/ FSI 128-2023

表 1 八苯基环四硅氧烷的技术要求

编号	项目	指标		
		I 级	II 级	III级
1	纯度/%	≥99.8	≥99. 5	≥99.0
2	干燥失重/%	≤0.10	≤0.20	≤0.30
3	熔点/℃	204~205	202~204	200~202

5 试验方法

5.1 一般规定

操作时请遵守安全操作规程,操作过程中,可能使用到高温设备,注意高温烫伤。除非另有说明,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。本文件中试验数据的表示和修约规则应符合GB/T 8170—2008中4.3.3的规定。

5.2 外观

取样,在自然光下观察产品形态和颜色。

5.3 纯度

5.3.1 试剂或材料

- ——乙腈:色谱纯;
- ——容量瓶: 50 mL、100 mL。

5.3.2 仪器设备

- ——液相色谱仪;
- ——色谱柱: 4.6 mm×200 mm, C18;
- ——检测器: 紫外-可见检测器;
- ——超声波:
- ——微量注射器: 50 µ L。

5.3.3 色谱操作条件

色谱操作条件如表2所示。

表 2 液相色谱操作条件

流动相	100%乙腈	
	梯度1: 0 min~5 min, 1.5	
流速/(mL/min)	梯度2: 6 min~15 min, 0.5	
	梯度3: 16 min~20 min, 1.5	
波长/nm	230	
定量阀体积/µL	20	
色谱柱温/℃	25	
定量方法	面积归一法	

表 2 液相色谱操作条件(续)

注:上述操作条件中参数是典型的,可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当的调整,以获得最佳效果。

5.3.4 试验步骤

5. 3. 4. 1 对照品溶液的配制

将八苯基环四硅氧烷标准样品配制成0.5 mg/mL的对照品溶液(乙腈溶解及定容)。

5.3.4.2 供试品溶液的配制

将八苯基环四硅氧烷待测样品配制成0.5 mg/mL的供试品溶液(乙腈溶解及定容)。

5.3.4.3 测定步骤

按照表2给出的色谱操作条件调整仪器,基线稳定后,用微量注射器分别吸取50 µL对照品和样品注入液相色谱仪中,记录液相色谱图,用色谱工作站进行结果处理。八苯基环四硅氧烷对照品做鉴别用。八苯基环四硅氧烷的典型色谱图如图1所示。

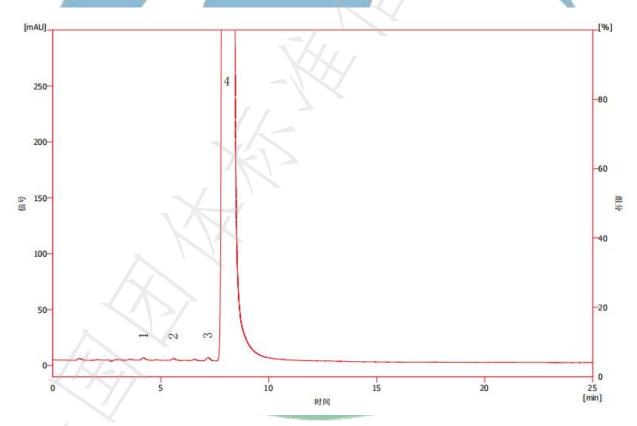


图 1 八苯基环四硅氧烷典型色谱图

标引序号说明:

- 1 未知物;
- 2 未知物;
- 3 未知物;
- 4 八苯基环四硅氧烷。

5.3.5 结果计算

T/ FSI 128-2023

八苯基环四硅氧烷的纯度按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\%.$$
 (1)

式中:

w₁ — 八苯基环四硅氧烷的纯度;

A —— 主成分峰面积的数值;

 Σ^{A_i} — 各组分峰面积的数值之和。

取两个平行测定值的算术平均值作为测定结果。两个平行测定值的绝对差值不得大于0.3%。

5.4 干燥失重

称取 2 g~3 g 试样于清洁、干燥的称量瓶(底 60 mm,高 30 mm)内(精确至 0.0002 g),放于温度为(110±2)℃的恒温烘箱(不需鼓风)内干燥 2 h,取出放在干燥器中,冷却至室温,称量,结果按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%...$$
 (2)

式中:

w₂ — 失重百分数, %;

m₁ — 烘前样品的总质量,单位为克(g);

m₂ — 烘后样品的总质量,单位为克(g);

m —— 样品的总质量,单位为克(g)。

5.5 熔点

按 GB/T 617 的规定测定。

6 检验规则

6.1 检验分类

八苯基环四硅氧烷检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 出厂检验项目

- a) 外观;
- b) 纯度。

6.2.2 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10000 kg。每批随机抽产品0.5 kg,作出厂检验样品。

6.2.3 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。

6.3 型式检验

6.3.1 检验时机/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, 应每一季度进行一次;
- c)产品的配方、主要原材料、工艺以及关键的生产设备及其规格等有较大改变,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。

6.3.2 检验项目

八苯基环四硅氧烷型式检验为本文件第4章要求的所有项目。

6.3.3 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 10000 kg。 每批随机抽产品 1 kg,作为型式检验样品。

6.3.4 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。

7 标志、产品随行文件

7.1 标志

7.1.1 标志内容

7.1.1.1 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。

7.1.1.2 储运图示标志

标识"小心轻放"、"防水"等字样或图形。

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。

7.1.2 标志的表示方法

使用标签方式。

T/ FSI 128-2023

7.1.3 标志相关要求

八苯基环四硅氧烷包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志,其内容包括:生产厂名称、厂址、商标、产品名称、生产日期或批号、净含量和本文件标号等。并应有符合 GB/T 191 规定的"怕雨"、"怕晒"等标志。

7.2 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) 产品质量检验单:
- b) 装箱单;
- c) 其他有关资料。

8 包装、运输和贮存

8.1 包装

八苯基环四硅氧烷采用清洁干燥密封良好的内衬聚乙烯塑料袋的硬纸桶包装。净含量可根据用户要求包装。

8.2 运输

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<mark>按照货物运输</mark> 规定进行。

8.3 贮存

八苯基环四硅氧烷应贮存在阴凉、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。

9 安全

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。



中国氟硅有机材料工业协会

团体标准

八苯基环四硅氧烷

T/FSI 128-2023

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: 3.0 千字 2023 年 12 月第一版 2023 年 12 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