

ICS 71.100

CCS G85/89

# 团 体 标 准

T/ FSI XXX-XXXX

## 1, 1, 3, 3-四甲基二硅氧烷

1, 1, 3, 3-tetramethyldisiloxane

(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。

本文件起草单位：浙江恒业成有机硅有限公司、江西蓝星星火有机硅有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、合盛硅业股份有限公司、浙江衢州建橙有机硅有限公司、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：王琼燕、甘腾飞、冷江子、过军芳、瞿龙学、杨亦清、陈敏剑、罗晓霞、赵健、李禹鹏、吴家凯。

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。

# 1,1,3,3-四甲基二硅氧烷

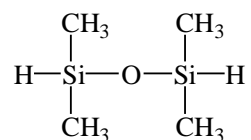
## 1 范围

本文件规定了 1,1,3,3-四甲基二硅氧烷的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于由直接合成法生产的混合甲基氯硅烷经分馏提纯的二甲基氢氯硅烷经水解、精馏制备的 1,1,3,3-四甲基二硅氧烷(别名:含氢双封头)。

分子式:  $C_4H_{14}OSi_2$

结构式:



CAS 号: 3277-26-7

相对分子量: 134.32 (按 2022 年国际相对原子质量)

## 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 3143 液体化学产品颜色测定法 (Hazen 单位——铂-钴色号)
- GB/T 6488 液体化工产品折光率的测定 (20℃)
- 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
- HG/T 4804 甲基高含氢硅油

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 要求

### 4.1 外观

无色透明、无机械杂质液体。

### 4.2 技术指标

1, 1, 3, 3, -四甲基二硅氧烷应符合表 1 要求:

表 1 1, 1, 3, 3-四甲基二硅氧烷技术指标

| 项目                                | 指标            |      |
|-----------------------------------|---------------|------|
|                                   | 优等品           | 合格品  |
| 1, 1, 3, 3, -四甲基二硅氧烷含量 (%) $\geq$ | 99.0          | 98.0 |
| 酸值 (mg/Kg) $\leq$                 | 3             |      |
| 折光率 (20 °C)                       | 1.3669~1.3710 |      |
| 色度 (Pt-Co) 号, Hazen $\leq$        | 10            |      |

## 5 试验方法

### 5.1 一般规定

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682规定的三级水。

本文件中试验数据的表示方法和修约规则应符合GB/T 8170中4.3.3修约值比较法的有关规定。

### 5.2 1, 1, 3, 3, -四甲基二硅氧烷的测定

#### 5.2.1 方法提要

用气相色谱法, 在选定的工作条件下, 使样品汽化后经色谱柱得到分离, 用氢火焰离子化检测器, 采用面积归一化法定量。

#### 5.2.2 试剂

载气: 氮气, 纯度 $\geq$ 99.99%;

#### 5.2.3 仪器

5.2.3.1 气相色谱仪: 配有分流装置及氢火焰离子化检测器, 整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 中的有关规定。

5.2.3.2 色谱工作站。

5.2.3.3 微量注射器: 1  $\mu$ L。

#### 5.2.4 色谱柱及典型操作条件

本文件推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2, 典型色谱图见图 1。能达到同等分离程度的其他毛细管色谱柱及操作条件均可使用。组分的保留时间见表 3。

表 2 色谱柱及典型操作条件

|                 |   |
|-----------------|---|
| 色谱柱             | HP-1、HP-5、DB-1701 以及相似固定相的气相毛细管色谱柱                      |
| 载气              | 高纯氮气  |
| 载气压力/kpa        | 6   |
| 分流比             | 20~100:1  |
| 毛细柱出口流/(ml/min) | 1   |
| 尾吹/ml/min       | 7   |
| 柱温/°C           | 初始温度 50°C, 保持 3min, 升温速率 20°C/min,<br>终温 150°C, 保持 2min |
| 汽化温度/°C         | 250   |
| 检测温度/°C         | 270   |
| 进样量/μL          | 0.2   |

表 3 组分的保留时间

| 峰序 | 组分名称  | 保留时间  |
|----|---|-------|
| 1  | C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>                                | 1.857 |
| 2  | C <sub>5</sub> H <sub>10</sub>                                | 2.003 |
| 3  | 1, 1, 3, 3, -四甲基二硅氧烷  | 2.237 |
| 4  | C <sub>6</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub> Si <sub>3</sub> | 4.150 |

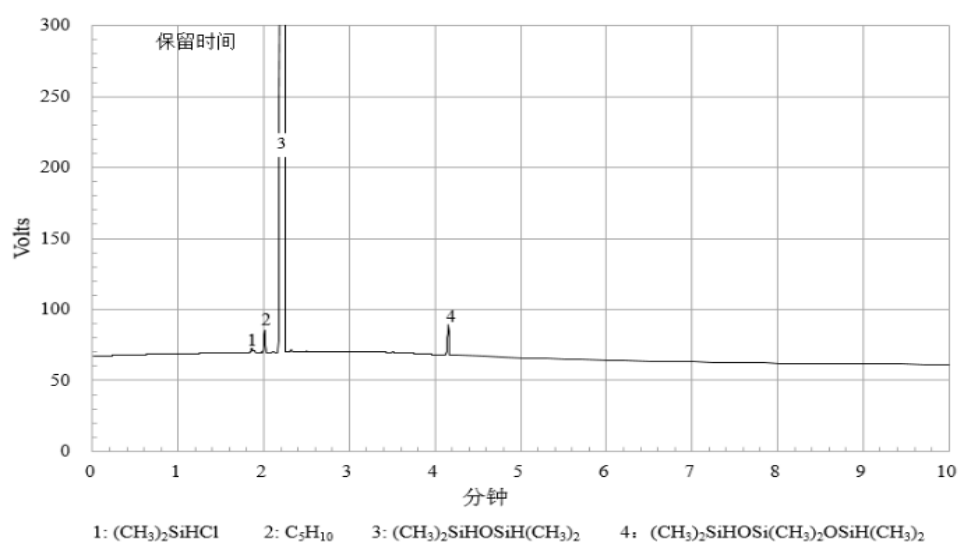


图 1 1, 1, 3, 3 — 四甲基二硅氧烷典型气相色谱图

## 5.2.5 分析步骤

### 5.2.5.1 取样

采样用取样瓶应清洁干燥，取样时应尽量避免与空气接触，取样结束后应立即加盖密封保存。

### 5.2.5.2 测定

色谱仪启动后进行必要的调节，以达到表 2 的色谱操作条件或其他适宜条件，当色谱仪达到设定的操作条件并稳定后，用微量进样器从取样瓶中抽取试样 3 次至 5 次后进样分析，以面积归一化法定量。

### 5.2.5.3 结果计算：

1, 1, 3, 3, -四甲基二硅氧烷的含量以质量分数  $w_i$  表示，数值以 % 表示，按式 (1) 计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$A_i$  —— 1, 1, 3, 3, -四甲基二硅氧烷中各组分的峰面积

$\sum A_i$  —— 1, 1, 3, 3, -四甲基二硅氧烷中全部组分的峰面积之和。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%；

## 5.3 外观的测定

量取 50 mL 实验室样品，置于 100 mL 干燥的具塞比色管中，日光灯或自然光下横向透视观察。

## 5.4 酸值的测定

按 HG/T 4804 的规定进行测定。

## 5.5 折光率的测定

按 GB/T 6488 的规定进行测定。测定温度为 20℃。

## 5.6 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行测定。

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类

1, 1, 3, 3-四甲基二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) 主含量
- b) 外观
- c) 酸值
- d) 色度

### 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10000kg。每批随机抽产品1.0 kg，作出厂检验样品。由于1,1,3,3-四甲基二硅氧烷易挥发，所以采样过程时间要短，采样后应立即加盖密封。

### 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) 首次投产、停产超过6个月、设备设施条件发生较大改变或工艺技术参数发生变化时；
- b) 正常生产时，定期或积累一定产量后，应周期性（每一年/每一季度）进行一次；
- c) 产品结构、材料、工艺以及关键的配套元器件等有较大改变，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。

### 6.3.2 检验项目

1,1,3,3-四甲基二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1.0 kg，作为型式检验样品。

具体抽样方案需根据有关的要素，如抽样方案类型、不合格分类等，进行确定。

### 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

如“小心轻放”、“请勿倒置”、“易燃液体”和“防水”等字样或图形。

a) 注意和提示事项

每批出厂产品均应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：生产厂名称、地址、电话号码、产品名称、型号、批号、净质量或净容量、生产日期、保质期、注意事项和标准编号。

#### 7.1.2 标志的表示方法

使用金属牌（铭牌）、标签、印记、颜色或条形等方式。

#### 7.1.3 标志相关要求

包装货物需包含“产品名称”、“生产厂家”、“包装数量”等标志。

#### 7.2 产品随行文件的要求

a) 产品质检单；

b) 产品 MSDS；

c) 货物清单。

### 8 包装、运输和贮存

#### 8.1 包装

1, 1, 3, 3-四甲基二硅氧烷采用清洁干燥密封良好的铁桶或不锈钢罐包装。净含量可根据用户要求包装。包装时需采取防静电、防晒、防潮、防磁、防震动、防辐射等措施。

#### 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，避免接触酸碱。本文件规定的 1, 1, 3, 3-四甲基二硅氧烷为危险化学品，应按照危险化学品货物运输规定进行。

#### 8.3 贮存

1, 1, 3, 3-四甲基二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，远离热源和酸碱。应单独放置。

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（下述安全内容为提示性内容但不仅限于下述内容）

1, 1, 3, 3-四甲基二硅氧烷应密闭操作，局部排风，使用防爆型的通风系统和设备。操作人员须经过专门培训，严格遵守操作规程。防止蒸气泄漏到工作场所空气中，可能接触其蒸气时，建议操作人员佩

戴防毒面具、防护眼镜和橡胶手套，配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。如皮肤接触，立即用流动清水彻底冲洗，若有灼伤，就医治疗；如眼睛接触，立即提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗至少 15 分钟并就医。如吸入，迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸通畅，呼吸有困难时给输氧并就医。如食入，患者清醒时立即漱口，给饮牛奶或蛋清并就医。

本文件中规定的产品 1,1,3,3-四甲基二硅氧烷属于危险化学品，闪点为-20 ℃，CAS 号为 3277-26-7。信以上息摘录自 1,1,3,3-四甲基二硅氧烷的 MSDS 说明书，附录中信息供标准使用者参考。

**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

(资料性)

### 1, 1, 3, 3-四甲基二硅氧烷化学品安全技术说明书

#### A. 1 产品的确认

产品名称：1, 1, 3, 3-四甲基二硅氧烷

产品识别信息：CAS. No 3227-26-7

#### A. 2 危害信息

##### A. 2.1 紧急情况概述

无色透明液体，高度易燃液体和蒸气。吞咽可能有害。请教医生。向到现场的医生出示此安全技术说明书。如果吸入，请将患者移到新鲜空气处。如呼吸停止，进行人工呼吸。用肥皂和大量的水冲洗。谨慎起见用水冲洗眼睛。禁止催吐。切勿给失去知觉者喂食任何东西，用水漱口。

##### A. 2.2 危险性说明

H225 高度易燃液体和蒸气。

H303 吞咽可能有害。

##### A. 2.3 防范说明

远离热源、热表面、火花、明火以及其他点火源，禁止吸烟；戴防护手套/穿防护服/戴防护眼罩/戴防护面具。使用防爆电器、通风、照明设备，保存容器密闭，使用不产生火花的工具，采取措施，防止静电放电。

如感觉不适，呼叫中毒急救中心/医生。立即除去/脱掉所有沾染的衣服，用水清洗皮肤或者淋浴。火灾时：使用干砂、干粉或者抗醇泡沫灭火。

存储处需加锁；存放于通风良好的地方；保持低温。

高度易燃液体和蒸气。

注：规范性附录给出正文的补充或附加条款

#### A. 3 成分/组成信息

化学名称 CAS No. EC No. 含量 (wt%)

1,1,3,3-四甲基二硅氧烷 3277-26-7 221-906-4 >99

#### A. 4 急救措施

吸入：将受害人转移到空气新鲜处，保持呼吸舒适的休息姿势。如果需要，吸氧或进行人工呼吸。立即就医。

眼睛接触：用大量流动清水彻底冲洗至少 15 分钟，如有不适，立即就医。

皮肤接触：立刻脱掉所有被污染的衣服，用大量肥皂和水清洗，如有不适，立即就医。

食入：禁止催吐。禁止给失去知觉者喂任何东西，用水漱口。

急性和迟发效应：无数据资料。

急救人员的个体防护：务必让医务人员知道所涉及的物质，并采取防护措施以保护他们自己。如接触到或有疑虑：求医/就诊。立刻脱掉所有被污染的衣服。沾染的衣服清洗后方可重新使用。

#### A.5 消防措施

灭火方法及灭火剂：水雾、干粉、二氧化碳或耐醇型泡沫灭火。

不合适的灭火剂：未知。

物质的特别危险性：碳氧化物，二氧化硅。

特殊灭火方法及消防人员的保护装备：消防人员须佩戴 MSHA/NIOSH 标准的自给式呼吸器，穿全身消防服，用雾状水冷却暴露在火中的容器，直到所有的火源已被扑灭。收容和处理消防水，防止污染环境。

#### A.6 泄漏应急处理

作业人员防护措施：避免吸入蒸汽、气雾或气体。提供良好的通风。避免接触皮肤和眼睛。消除所有火源。疏散不相关人员。注意蒸气积累达到可爆炸的浓度，可在低洼地势处累积。

环境保护措施：避免释放到环境中。若泄漏到排水系统/水生环境中，应通知当地主管部门。在确保安全的条件下，采取措施防止进一步的泄漏或溢出。防止泄漏物进入下水道、地表水和地下水。

泄漏化学品的收容除方法：扫除、铲除溢出产品，收集容器，按照当地法规处理。

#### A.7 操作和储存

操作技术措施：避免吸入蒸气或者雾滴。提供良好通风；远离明火，热表面和点火源。防止静电累积。

安全操作说明：采用 MSDS 第 8 部分推荐的个人防护。

安全储存技术措施：保持容器密闭，存储与干燥阴凉和通风处。远离热源、火花、明火和热表面。

安全储存的条件：储存于阴凉、通风的库房。对湿度敏感。保持容器密封。远离明火、高热或其他火源。防止静电积累。

安全包装材料：储存于原容器中。

#### A.8 接触控制和个人防护措施

容许浓度：不含有职业接触限值物质。

工程控制方法：采用局部通风设备或者其他的工程控制措施来保持空气水平低于推荐暴露限值。确保工作地点有安全沐浴，清洗眼睛及身体的场所和安全护理地点。

呼吸系统防护：正常情况下不需要；如果需要保护，请使用多用途组合（US）或 ABEK 型（EN 14387）呼吸器过滤器。

手防护：佩戴防护手套（例如丁基橡胶手套）。建议选择经过欧盟 EN 374、美国 US F739 或 AS/NZS 2161.1 标准测试的防护手套。

眼睛防护：使用 NIOSH（US）或 EN 166（EU）等适当的政府标准测试并批准使用保护眼睛的设备。

皮肤和身体防护：穿阻燃防静电防护服和防静电防护靴。

卫生措施：确保洗眼器和安全淋浴器位于工作场所附近。使用时，严禁饮食及吸烟。沾染的衣服清洗后方可重新使用。

#### A.9 物理和化学特性

物态：液体

性状：澄清

颜色：无色

气味：无数据资料  
 pH 值：无数据资料  
 熔点/凝固点：< -78 °C  
 沸点，初沸点和沸程：70-71 °C-lit  
 闪点：-20 °C（闭口杯）  
 自燃温度：208 °C  
 燃烧极限-下限（%）：未知  
 燃烧极限-上限（%）：未知  
 爆炸极限-下限（%）：0.8  
 爆炸极限-上限（%）：62.9  
 蒸气压：194.8mmHg（27 °C）  
 相对蒸气密度：>1  
 密度：0.757 g/mL（25 °C）  
 体积密度：无数据资料  
 溶解性：无数据资料  
 分配系数（正辛醇/水）：无数据资料  
 分解温度：无数据资料

#### A.10 稳定性和反应性

稳定性：正常条件下物料稳定。  
 危险反应的可能性：无数据资料。  
 应避免的条件：热、火焰及火花。  
 不相容的物质：强酸、强碱，强氧化剂  
 有害的分解产物：着火时，碳氧化物，二氧化硅。

#### A.11 毒理学信息

急性毒性：

| 组分              | CAS No.   | LD <sub>50</sub> （经口） | LD <sub>50</sub> （经皮） | LC <sub>50</sub> （吸入，2h） |
|-----------------|-----------|-----------------------|-----------------------|--------------------------|
| 1,1,3,3-四甲基二硅氧烷 | 3277-26-7 | 3000 mg/kg(小鼠)        | 无数据资料                 | 400mg/L(小鼠)              |

生殖细胞致突变性：未分类  
 致癌性：未分类  
 生殖毒性：未分类  
 特异性靶器官系统毒性：未分类  
 一次性接触：未分类  
 反复接触：未分类  
 吸入危害：未分类

附加说明：该物质可能在皮肤，眼睛或肺内形成硅氧烷聚合物。如若该液体与这些组织有直接接触，应寻求医疗咨询。

#### A.12 生态学信息

生态毒性：无数据资料。  
 持久性和降解性：无数据资料。  
 潜在的生物积累性：无数据资料。

土壤中的迁移性：无数据资料。

PBT 和 vPvB 的结果评价：无数据资料。

#### A. 13 废弃处置

残余废弃物：在装备有加力燃烧室和洗刷设备的化学焚烧炉内燃烧处理,特别在点燃的时候要注意,因为此物质是高度易燃性物质将剩余的和不可回收的溶液交给有许可证的公司处理。

受污染包装：按未用产品处置。

#### A. 14 运输信息

运输标签与标识：未分类

联合国危险货物编号（UN 号）：1993

联合国运输名称：易燃液体，未另做规定的

联合国危害性分类：3

包装类别：II

海洋污染物（是/否）：否

使用者特别防范措施：参见第二项

运输注意事项：

- 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；
  - 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；
  - 严禁与氧化剂、食用化学品等混装混运；
  - 运输途中应防曝晒、雨淋，防高温，夏季最好早晚运输；
  - 中途停留时应远离火种、热源、高温区；
  - 公路运输时要按规定路线行驶，勿在居民区和人口稠密区停留；
  - 铁路运输时要禁止溜放；
  - 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。
-