

团 体 标 准

T/ FSI 060-2021

甲基乙烯基硅氧烷混合环体

Methylvinyl siloxane mixed ring

2021-03-01 发布

2021-04-01 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：合盛硅业股份有限公司、浙江衢州建橙有机硅有限公司、唐山三友硅业有限责任公司、湖北硅元新材料科技有限公司、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：聂长虹、罗焯栋、文贞玉、姜文静、刘裴、陈敏剑、刘芳铭、何邦友、张鹏硕、罗伟琪。

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。

甲基乙烯基硅氧烷混合环体

1 范围

本文件规定了甲基乙烯基硅氧烷混合环体的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于由乙炔和甲基二氯硅烷反应制备的甲基乙烯基硅氧烷混合环体。

分子式： $[\text{CH}_3(\text{CH}_2=\text{CH})\text{SiO}]_{3-7}$

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 605 化学试剂色度测定通用方法
- 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 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 28610 甲基乙烯基硅橡胶

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：无色透明、无机械杂质液体。

4.2 甲基乙烯基硅氧烷混合环体的技术特性按试验方法测定，应符合表 1 特性值的规定：

表 1 技术要求

编号	特性	特性值			试验方法
		I 级	II 级	III 级	
1	甲基乙烯基环硅氧烷质量分数/% \geq	99.00	95.00	90.00	5.2
2	四甲基四乙烯基环四硅氧烷质量分数/% \geq	98.00	90.00	80.00	5.2
3	聚合黄变性/黑曾单位 \leq	50	100		5.3
4	乙烯基质量分数/% \geq	31.0	29.5		5.4
5	三甲基三乙烯基环三硅氧烷质量分数/% \leq	0.10			5.2
6	六甲基六乙烯基环六硅氧烷及以后各组分质量分数/% \leq	1.00			5.2

5 试验方法

5.1 外观

于 50 mL 具塞比色管中，加入液态试样，在日光灯或日光下轴向观测。

5.2 总环体及各环体组分质量分数的测定

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，用火焰离子化检测器检测，采用面积归一化法定量。

5.2.2 试剂

5.2.2.1 氢气：体积分数大于 99.99%。

5.2.2.2 高纯空气或经硅胶及 5A 分子筛干燥净化的压缩空气。

5.2.2.3 高纯氮气：体积分数大于 99.99%。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 气相色谱仪：配有分流装置及火焰离子化检测器的任何型号的气相色谱仪。整机灵敏度和稳定性符合 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：10 μ L。

5.2.4 色谱柱及典型操作条件

本标准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。各组分相对保留值见表 3。

表 2 色谱柱及典型操作条件

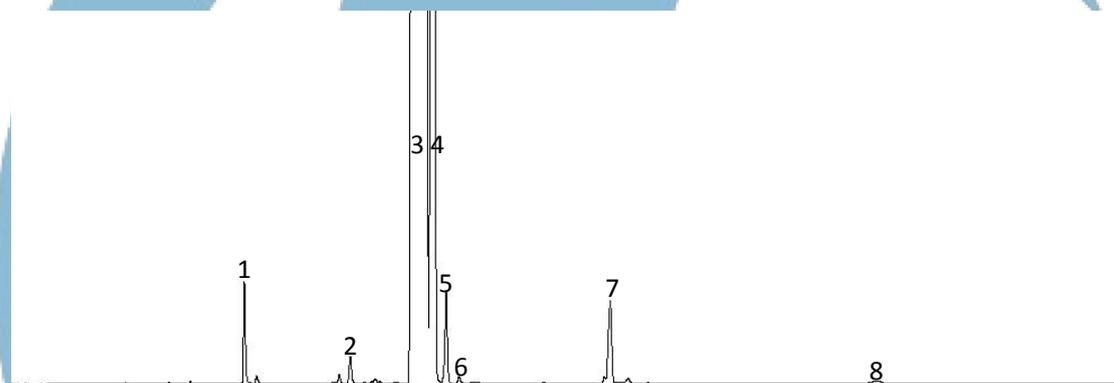
色谱柱	(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷, 30 m \times 0.32 mm (或 0.25 mm) \times 0.25 μ m
载气	氮气
载气流速 mL/min	1
分流比	80: 1
柱温/ $^{\circ}$ C	柱温: 120 $^{\circ}$ C, 保持 2 min; 程序升温, 升温速率 10 $^{\circ}$ C/min, 终温 190 $^{\circ}$ C, 保持 3 min; 后运行 200 $^{\circ}$ C, 3 min
汽化温度/ $^{\circ}$ C	280
检测温度/ $^{\circ}$ C	300
进样量/ μ L	0.4

表 3 组分的相对保留值

峰序	组份名称	相对保留值
1	三甲基三乙烯基环三硅氧烷	0.59
2	五甲基三乙烯基环四硅氧烷	0.83
3	四甲基四乙烯基环四硅氧烷	1.00
4	四甲基三乙烯基乙基环四硅氧烷	1.02
5	四甲基二乙烯基二乙基环四硅氧烷	1.05
6	四甲基乙烯基三乙基环四硅氧烷	1.08
7	五甲基五乙烯基环五硅氧烷	1.44
8	六甲基六乙烯基环六硅氧烷	2.04

5.2.5 试验步骤

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,进行试样的测定。用色谱工作站记录各组分的峰面积。



- 1——三甲基三乙烯基环三硅氧烷;
 2——五甲基三乙烯基环四硅氧烷;
 3——四甲基四乙烯基环四硅氧烷;
 4——四甲基三乙烯基乙基环四硅氧烷;
 5——四甲基二乙烯基二乙基环四硅氧烷;
 6——四甲基乙烯基三乙基环四硅氧烷;
 7——五甲基五乙烯基环五硅氧烷;
 8——六甲基六乙烯基环六硅氧烷。

图 1 甲基乙烯基硅氧烷混合环体的典型色谱图

5.2.6 结果计算

甲基乙烯基硅氧烷混合环体总中各组分的质量分数 W_i ,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 ——各组分*i*峰面积;

$\sum A_i$ ——各组分峰面积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值应符合：四甲基四乙烯基环四硅氧烷、五甲基五乙烯基环五硅氧烷质量分数不大于 0.10%，三甲基三乙烯基环三硅氧烷及六甲基六乙烯基环六硅氧烷的质量分数不大于 0.01%。

5.3 聚合黄变性测试

5.3.1 试剂

5.3.1.1 四甲基氢氧化铵：分析纯；

5.3.1.2 高纯氮气：体积分数大于 99.99%。

5.3.2 仪器

5.3.2.1 250 mL 三口瓶；

5.3.2.2 50 mL 或 100 mL 比色管；

5.3.2.3 温度计；

5.3.2.4 回流冷凝管。

5.3.3 测定步骤

在干净干燥的 250 mL 三口瓶中称取甲基乙烯基硅氧烷混合环体样品 150.0 g，精确至 0.1 g，按图 2 安装加热回流装置，确保各连接处密封，开启冷却回流水、氮气，并抽真空，调节真空度及氮气流量，使真空压力接近 -0.08 kPa。待样品温度升至 $110^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 时，关闭真空，待真空压力降至 0 kPa，微调大氮气流量，拔出温度计端，从温度计端口加入四甲基氢氧化铵 0.0060 g，立即将温度计端口塞紧，调节真空度至 -0.05 kPa~-0.06 kPa，保持该真空及 $110^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 温度下恒温 15 min 后，关闭真空及氮气，聚合结束。将三口瓶中的胶状样品取出，注入 50 mL 比色管中，按 GB/T 605 6.2 测试聚合黄变性，在白色背景下，沿比色管轴线方向用目测法与规定黑曾单位的同体积铂-钴标准溶液比较。用色度表示黄变，单位为黑曾。

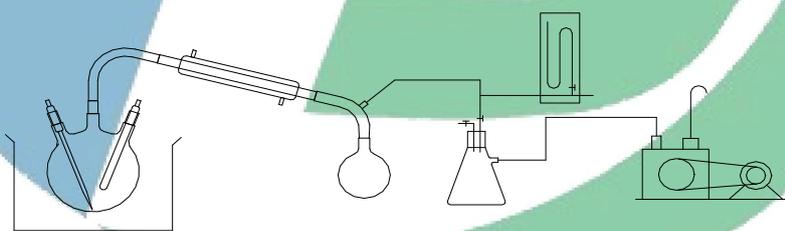


图 2 加热回流装置

5.4 乙烯基质量分数的测定

5.4.1 试剂

5.4.1.1 四氯化碳 (CAS:56-23-5)：分析纯。

5.4.1.2 溴化碘溶液:称取分析纯碘 16.0 g,置于 1000 mL 圆底烧瓶中,再加入 3.0 mL 分析纯溴,瓶口用表面皿盖好,置于电炉上微热至碘全溶,然后冷却至室温。用1000 mL四氯化碳冲洗圆底烧瓶,使溴化碘全溶于四氯化碳中,将该溶液置于棕色瓶中备用。

5.4.1.3 碘化钾溶液:100g/L。称取 10g (精确至 0.0001g) 碘化钾溶于水,稀释至 100mL水中。

5.4.1.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液:0.1 mol/L。按 GB/T 601 的规定进行配制和标定。

5.4.1.5 淀粉指示液:质量分数为 0.5%。称取 0.5g淀粉,加 5mL水使之成糊状,在搅拌下将糊状物加到 90mL 沸水中,煮沸 1min~2min后冷却,稀释至 100mL。使用时配置。

5.4.1.6 碘酸钾溶液:40g/L。称取 4g 碘酸钾溶于水,稀释至 100mL 水中。

5.4.2 仪器

5.4.2.1 250mL 碘量瓶;

5.4.2.2 电子分析天平(精确度 0.1mg)。

5.4.3 测定步骤

称取 0.02~0.04 g(精确至 0.0001g)甲基乙基硅氧烷混合环体于 250 mL 碘量瓶中,加入 40 mL AR 四氯化碳,摇匀,用移液管加入 10 mL 中配置的溴化碘溶液,摇匀,加入水密封。于暗处放置 1 h 后,加入 50 mL 水和 5 mL 100 g/L 碘化钾溶液。摇动 2 min~3 min 后,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。滴定时应剧烈摇动,当上层溶液呈淡黄色下层溶液呈淡粉红色时,加入 2 mL 淀粉指示液,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色刚褪,然后加入 5 mL 碘酸钾溶液,若返现蓝色则再滴定至蓝色刚消失为终点。用同样方法做空白试验。

乙烯基质量分数 X ,按公式(2)计算:

$$X = \frac{C(V_1 - V_2)M}{2m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——乙烯基质量分数(%) ;

C ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度数值(mol/L) ;

V_1 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积数值(mL) ;

V_2 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积数值(mL) ;

m ——试样质量的数值(g) ;

M ——乙烯基($-\text{CH}=\text{CH}_2$)的摩尔质量(g/mol)。

5.4.4 允许差

两次独立测试结果的绝对差值应不大于 0.2%,取其算术平均值为测定结果。

6 检验规则

6.1 检验分类

甲基乙基硅氧烷混合环体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) 甲基乙烯基环硅氧烷质量分数；
- b) 四甲基四乙烯基环四硅氧烷质量分数；
- c) 聚合黄变性；
- d) 乙烯基质量分数；
- e) 三甲基三乙烯基环三硅氧烷质量分数；
- f) 六甲基六乙烯基环六硅氧烷及以后各组分质量分数。

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35 t。每批随机抽产品 1 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

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，应每一年进行一次；
- 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) 产品长期停产后，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- f) 产品停产 6 个月以上恢复生产时；
- g) 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

甲基乙烯基硅氧烷混合环体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 35 t。每批随机抽产品 1kg，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。

c) 产品的扩展属性

产品通过质量管理体系或者环境体系认证的，在产品上标注相应的体系认证标志等。

7.1.1.2 储运图示标志

标识“小心轻放”、“请勿倒置”和“防水”等字样或图形。

d) 注意和提示事项

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。

注：标注内容的4个方面，产品的自身属性和生产者的相关信息必须标注，产品的扩展属性应根据产品的实际情况来确定标注事项，注意和提示事项应根据产品的特点以及确保消费者人身财产安全的原则来进行标注。

7.1.2 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。

7.1.3 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 190 危险货物包装标志、GB/T 6388 运输包装收发货标志、GB 15258 化学品安全标签编写规定等。

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) 产品合格证，参见 GB/T 14436；

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。

8 包装、运输和贮存

8.1 包装

甲基乙基硅氧烷混合环体采用清洁干燥密封良好的铁桶或塑料桶包装。净含量可根据用户要求包装。

包装要求的基本内容包括：

a) 包装技术和方法，指明产品采用的包装以及防晒、防潮、防磁、防震动、防辐射等措施；

b) 包装材料和要求，指明采用的包装材料，以及材料的性能等；

c) 对内装物的要求，指明内装物的摆放位置和方法，预处理方法以及危险物品的防护条件等；

d) 包装试验方法，指明与包装有关的试验方法。

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，应按照货物运输规

定进行。

8.3 贮存

甲基乙烯基硅氧烷混合环体应贮存在阴凉、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（下述安全内容为提示性内容但不仅限于下述内容）

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
甲基乙烯基硅氧烷混合环体
T/FSI 060-2021

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 1/16 印张 0.5 字数: 4.7 千字

2021 年 3 月第一版 2021 年 3 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) 6444359