

ICS 83.040

CCS G 32

团 体 标 准

T/ FSI 062-2021

低粘度羟基氟硅油

Low-viscosity Hydroxyl-terminated Fluorosilicone Fluid

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：山东东岳有机硅材料股份有限公司、浙江衢州建橙有机硅有限公司、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：伊港、刘海龙、文贞玉、陈敏剑、刘芳铭、何邦友、王永桂、石科飞。

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。

低粘度羟基氟硅油

1 范围

本文件适用于以1,3,5-三甲基-1,3,5-三(3,3,3-三氟丙基)环三硅氧烷为原料,经催化缩合、分离等过程制得的低粘度羟基封端甲基三氟丙基聚硅氧烷,或称低粘度羟基氟硅油。

本文件规定了低粘度羟基氟硅油的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

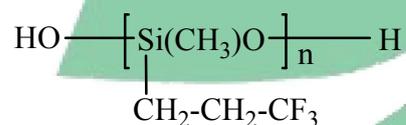
2 规范性引用文件

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 191-2008 包装储运图示标志
- GB/T 601-2016 化学试剂标准滴定溶液的制备
- GB/T 614-2006 化学试剂折光率测定通用方法
- GB/T 6678-2003 化工产品采样总则
- GB/T 6680-2003 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 10247-2008 粘度测量方法

3 产品定义与结构式

低粘度羟基氟硅油是指粘度40-150 mm²/s的羟基官能团封端的甲基三氟丙基聚硅氧烷,其化学结构式如下:



其中: $n \geq 1$ 。

4 技术要求

产品控制项目指标应符合表1的要求。

表1 技术指标

项目	指标
外观	无色透明液体
运动粘度 (25℃) /(mm ² /s)	40-150
羟基含量, %	0.50-2.0
折光率, 25℃	1.37-1.38

5 试验方法

外观

将样品放入透明试管中，采用目测法进行测试。

5.2 运动粘度

按照GB/T 10247-2008中第2章毛细管法进行测试。

5.3 羟基含量

羟基含量的测定采用反应气相色谱法，详见附录A。

5.4 折光率

按GB/T 614-2006之规定，用阿贝折光仪进行检测。

6 检验规则

6.1 检验分类

低粘度羟基氟硅油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

低粘度羟基氟硅油需经生产厂的质量检验部门按本标准检验合格并出具合格证后方可出厂。
出厂检验项目为本标准第4章要求的所有项目。

6.2.2 组批和抽样

以相同原料、相同配方、相同工艺生产下，同一反应釜或多釜混合均匀后的产品为一检验组批，其最大组批量不超过1000 kg。每批随机抽取产品1 kg，作为出厂检验样品。

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：

型式检验是依据产品标准，由质量技术监督部门检验机构对产品各项指标进行的抽样全面检验。

- 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，应周期性（每年）进行一次；
- c) 产品结构设计、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

低粘度羟基氟硅油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1000 kg。每批随机抽取产品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、包装、运输和贮存

7.1 标志

包装容器上应有清晰、牢固的标志，其内容应该包括：生产厂商标、生产厂名称、生产厂地址、产品名称、型号、生产批号、生产日期、标准编号、净重等。

7.2 包装

7.2.1 低粘度羟基氟硅油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。

7.2.2 每一批产品检验都应附有一份质量检验报告单。质量检验报告单内容应包括：产品名称、批号、生产日期等及第4章要求规定的所有项目的结果和判定结果。

7.2 运输

产品为非危险品，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，应按照国家货物运输规定进行。

7.3 贮存

低粘度羟基氟硅油应贮存在阴凉、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，禁止与酸碱混放。

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。

8 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。



附录 A
(规范性)
羟基含量的测定--反应气相色谱法

A.1 原理

低粘度羟基氟硅油中的羟基可与甲基碘化镁反应生成甲烷,通过顶空进样器和气相色谱仪测量出甲烷的生成量,以此推导出羟基含量。

A.2 仪器

气相色谱仪: 配有氢火焰离子化检测器(FID)的气相色谱仪,整机的灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的要求。

顶空进样器: 全自动平衡顶空分析装置,应能保持样品瓶处于稳定温度(约 $40 \pm 1^\circ\text{C}$),并且能将样品瓶顶部代表性气体准确地导入配有毛细管柱的气相色谱仪中。

色谱柱: HP-PLOT 分子筛毛细管柱, $30\text{ m} \times 0.53\text{ mm} \times 25\text{ }\mu\text{m}$ 或达到同等分离效果色谱柱。

顶空瓶: 顶空进样器配套的 20 mL 玻璃瓶,采用涂有聚四氟乙烯的橡胶隔垫和金属密封盖。

分析天平: 精确至 0.1 mg。

注射器: 塑料注射器, 2.5 mL。

微量注射器: 100 μL 。

A.3 试剂

四氢呋喃: 分析纯或色谱纯,推荐使用色谱纯。

格氏试剂: 3.0M 甲基碘化镁(CH_3MgI)乙醚溶液。

二苯基硅二醇: 纯度 $\geq 99\%$ 。

分子筛: 4a 分子筛。

甲烷: 纯度 $\geq 99.99\%$ 。

高纯氮气: $\geq 99.999\%$ 。

高纯氢气: $\geq 99.999\%$ 。

A.3.1 四氢呋喃干燥与反应液配制

四氢呋喃干燥: 将 4a 分子筛倒入玻璃瓶中高度约 1/3 处,加入四氢呋喃,密封,静置 48 小时后,上层清液备用。

反应液配制: 将 19mL 干燥的四氢呋喃加入到顶空瓶中,再缓慢加入 1mL 甲基碘化镁,密封,静置 2 小时后,上层清液备用。该反应液用前配置。

A.4 标准曲线的绘制

A. 4. 1 标准样品配制

以二苯基硅二醇（羟基含量15.72%）为标准品，称取二苯基硅二醇于50mL容量瓶中，用干燥的四氢呋喃定容，配制成不同浓度的标准样品（表2），摇匀。

表 2 不同羟基含量标准样品

样品编号	羟基含量/mg/mL
标准样品 1	5
标准样品 2	10
标准样品 3	20
标准样品 4	30

A. 4. 2 标准样品空白制备

将顶空瓶封好盖，用微量注射器注入100 uL干燥的四氢呋喃，再用注射器注入2.0mL反应液，摇匀后静置10 min。平行制作三个空白样品。

A. 4. 3 标准样品羟基质量的测定

将顶空瓶封好盖，用微量注射器注入 100 uL 表 2 中配好的标准溶液，再用注射器注入 2.0 mL 反应液，摇匀后静置 10 min。将配置好的空白和标样依次放入顶空进样器中，按照 A.4.3.1 所述的仪器条件进行测试，测试结果应扣除三个空白样品平均值。低粘度羟基氟硅油与甲基碘化镁反应产物甲烷典型色谱图如图 1：

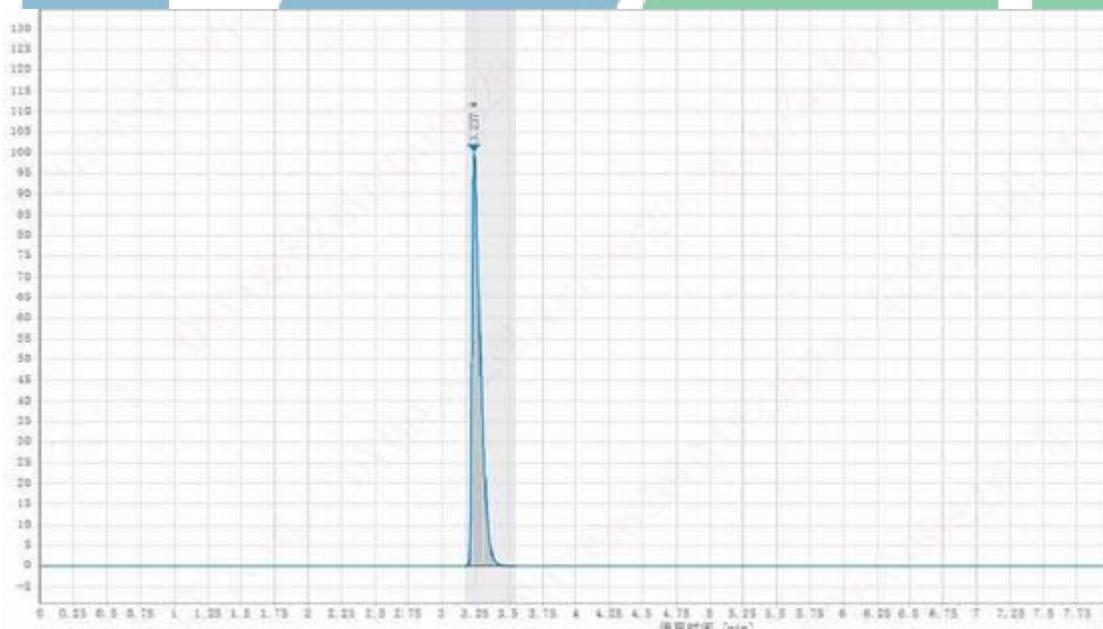


图1 羟基氟硅油与甲基碘化镁反应产物甲烷典型色谱图

A. 4. 3. 1 仪器条件

气相色谱仪条件

进样口温度：150℃；

柱箱温度：50℃保持10 min；
 检测器（FID）温度：200℃；
 载气流速：1.6 mL/min；
 分流比：19:1。

顶空进样器条件

样品加热温度：40℃；
 定量环温度：50℃；
 传输线温度：100℃；
 顶空瓶平衡压力：15 psi；
 进样量：1.0 mL；
 样品瓶平衡时间：10 min；

A. 4. 3. 2 标准曲线

按照上述步骤，可得到不同羟基质量标准样品对应产生的甲烷峰面积，所得系列测量值对应标准样品羟基含量绘制标准曲线，建立如下的线性回归方程公式（1）：

$$y = ax + b \dots\dots\dots (1)$$

其中：

y ——甲烷峰面积，单位取决于仪器所用的表达方式；

a ——直线斜率；

x ——羟基质量，单位为mg；

b ——纵坐标的截距。

相关系数 R^2 须大于等于0.995，见图2。

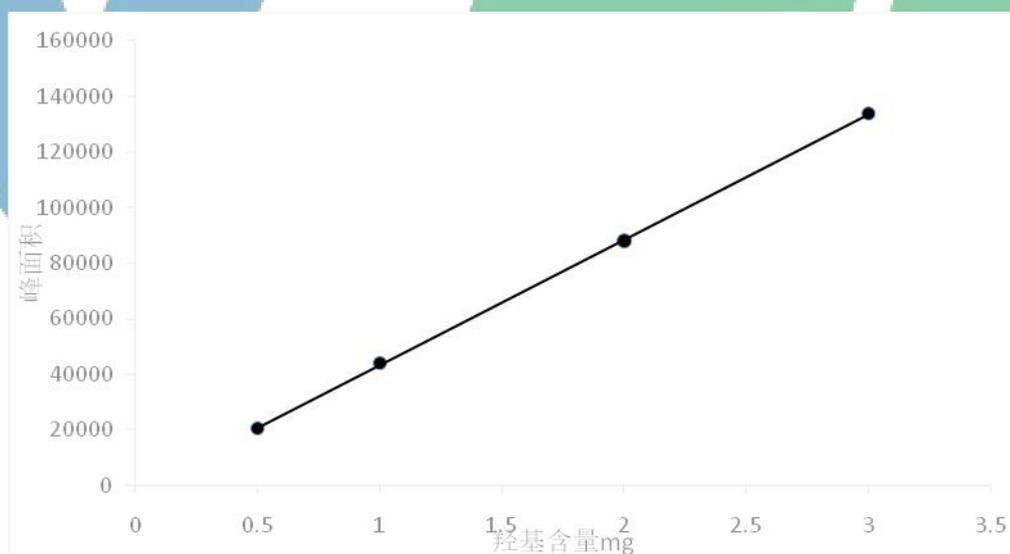


图2 羟基含量与峰面积

A. 4. 3. 3 样品测试

将顶空瓶封好，用注射器注入2.1 mL反应液，摇匀后静置10 min，平行制作三个空白样品。按照A.4.3.1仪器条件测试，空白取平均值。

将顶空瓶封好，用微量注射器注入 100 uL 待测低粘度羟基氟硅油样品，称量加入样品前后质量变化，得出低粘度羟基氟硅油的加入量 m ，再用注射器注入 2.0 mL 反应液，摇匀后静置 10 min。按照 A.4.3.1 仪器条件测试，测试结果需扣除空白平均值，得到峰面积 y 。

A. 4. 3. 4 羟基含量的计算

通过标准曲线查得待测样品峰面积 y 对应的羟基质量 x 。
根据公式 (2) 计算低粘度羟基氟硅油中羟基含量。

$$\alpha_{OH} = \frac{x}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (2)$$

其中：

- α_{OH} —— 羟基含量，质量百分比 (%)；
- x —— 羟基质量，单位为 mg；
- m —— 低粘度羟基氟硅油的质量，单位为 mg。

A. 4. 3. 5 精密度

同一样品重复两次测试结果的绝对差值不应超过算术平均值的10%。



中国氟硅有机材料工业协会

团体标准

低粘度羟基氟硅油

T/FSI 062-2021

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: 3.6千字

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