

ICS 71.100.01

CCS G 15/19

# 团 体 标 准

T/ FSI 075-2021

## 四甲基二乙烯基二硅氧烷

Diviny tetramethyl disiloxane

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：浙江衢州建橙有机硅有限公司、江西省奔越科技有限公司、唐山三友硅业有限责任公司、南京曙光精细化工有限公司、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：文贞玉、何邦友、俞强、赵洁、陶再山、刘裴、陈敏剑、刘芳铭、方炜、王树山、杨亦清

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。



# 四甲基二乙烷基二硅氧烷

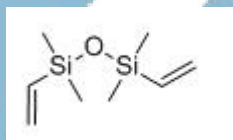
## 1 范围

本标准规定了四甲基二乙烷基二硅氧烷的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存、安全。

本标准适用于由钠缩合法和加成法制得的四甲基二乙烷基二硅氧烷产品，产品用做硅油、硅橡胶或硅树脂的封头剂。

分子式： $[(\text{CH}_3)_2\text{C}_2\text{H}_3\text{Si}]_2\text{O}$

结构式：



相对分子量：186.41（按2014年国际相对原子质量）

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB 190 危险货物包装标志
- 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 4472 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6488 液体化工产品折光率的测定(20℃)
- 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

## 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 二甲基乙烯基乙氧基硅烷产品应符合表 1 要求。

表 1 技术要求

| 项 目                         | 指 标         |       |
|-----------------------------|-------------|-------|
|                             | I           | II    |
| 四甲基二乙烯基二硅氧烷质量分数, %          | ≥ 99.90     | 99.00 |
| 水分, ppm                     | ≤ 50        | 100   |
| 氯离子 (Cl <sup>-</sup> ), ppm | ≤ 5         | 10    |
| 折光率(20℃)                    | 1.410~1.412 |       |
| 密度(20℃), g/cm <sup>3</sup>  | 0.810~0.820 |       |

## 5 试验方法

### 5.1 一般规定

本文件除另有规定,所有试剂的纯度应为分析纯,试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其它要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。试验用水除另有规定外,应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

### 5.2 外观的判定

于50 mL具塞比色管中,加入试样,在自然光或日光灯下轴向目测。

### 5.3 质量分数的测定

#### 5.3.1 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。

#### 5.3.1 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。

#### 5.3.2 试剂

5.3.2.1 载气:氮气,体积分数大于等于 99.99%,经硅胶或分子筛干燥,活性炭净化。

5.3.2.2 燃气:氢气,体积分数大于等于 99.99%,经硅胶或分子筛干燥,活性炭净化。

5.3.2.3 助燃气:空气,经硅胶或分子筛干燥,活性炭净化。

#### 5.3.3 仪器

5.3.3.1 气相色谱仪:配有分流进样装置及氢火焰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。

5.3.3.2 色谱工作站。

5.3.3.3 微量注射器：1.0 μL。

#### 5.3.4 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。

表2 色谱柱及典型操作条件

|             |   |
|-------------|---|
| 色谱柱         | 100%二甲基聚硅氧烷，30m×0.25mm×0.25μm                         |
| 载气          | 氮气  |
| 载气流速 ml/min | 1   |
| 分流比         | 50: 1   |
| 柱温/°C       | 柱温：100°C，保持 3min；程序升温，升温速率 30°C/min，终温 200°C，保持 3min； |
| 汽化温度/°C     | 260   |
| 检测温度/°C     | 300   |
| 进样量/μL      | 0.4   |

#### 5.3.5 分析步骤

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。

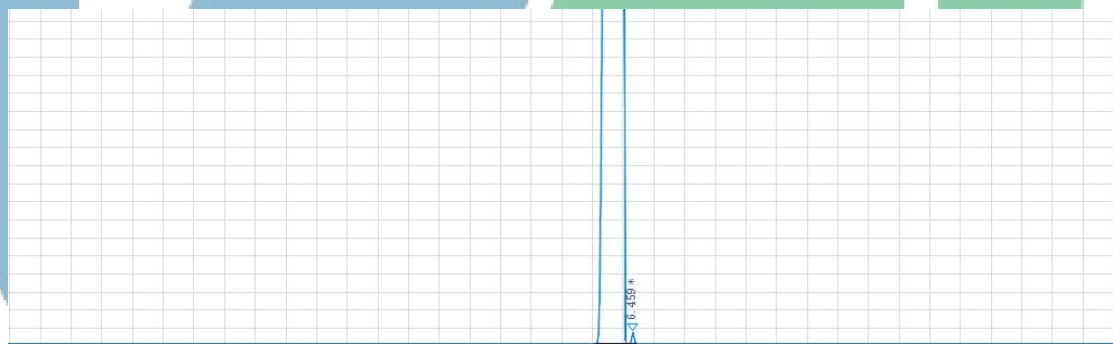


图1 四甲基二乙基二硅氧烷的典型色谱图

- 1——四甲基二乙基二硅氧烷；  
2——四甲基乙基二硅氧烷。

#### 5.3.6 结果计算

样品中四甲基二乙基二硅氧烷的质量分数 $W_i$ ，以%表示，按式（1）计算：

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

式中：

$A_i$ ——四甲基二乙烷基二硅氧烷的*i*峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分峰面积的总和。

### 5.3.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。四甲基二乙烷基二硅氧烷两次平行测定结果的绝对差值不大于0.10%。

## 5.4 水分的测定

### 5.4.1 方法提要

用卡式炉在设定的条件下，通过干燥的热空气或热氮气将样品中水分带入库仑法微量水分仪电解池中与碘反应，根据电解出的碘量，仪器可自动计算样品水分含量。

### 5.4.2 试剂

卡尔-费休试剂（库仑电量法）。

### 5.4.3 仪器

卡尔-费休库仑法微量水分仪。

卡式炉。

#### 5.4.3.1 卡式炉典型操作条件

本标准推荐的卡式炉操作条件见表3，能达到同等测试条件的仪器及操作条件均可。

表3 卡式炉典型操作条件

|              |        |
|--------------|--------|
| 气流量/(ml/min) | 80-120 |
| 加热温度/°C      | 120    |
| 样品时间/S       | 600    |

#### 5.4.3.2 分析步骤

按规定的条件设置仪器参数，待仪器稳定，卡式炉内置换合格（漂移值稳定在25 $\mu$ g/min以内），称取2-3g样品（精确至0.1mg），将样品加入卡式炉腔内样品舟中，开始切换到向库仑法水分仪中热气吹扫进样，并同时在水分仪上按仪器操作步骤开始样品分析操作，待反应结束后，仪器会自动计算出样品的水分含量（%或mg/kg），平行测定3次，取平均值，平行测定结果的绝对差值不大于10ppm。

注：由于四甲基二乙烷基二硅氧烷会影响电极灵敏度，因此，若没有配置卡式炉，每测试3-5个样品则需要更换试剂，并清洗电极，否则可能会影响测试数据的准确性。

## 5.5 氯离子的测定

### 5.5.1 方法原理

选用非水溶剂专用银电极，以硝酸银标准溶液为滴定剂，借助电位突越确定反应终点，根据突跃点对应消耗标准溶液的体积，可计算出样品中氯离子含量。

### 5.5.2 试剂

0.01 mol/L的硝酸银标准滴定溶液。



### 5.5.3 仪器

全自动电位滴定仪。

### 5.5.4 分析步骤

精确称取样品50 g（精确至0.0001 g）于滴定杯中，按仪器说明安装好，按GB/T 3050的规定进行测试。

### 5.5.5 允许差

两个平行测定值的绝对差值不得大于2 mg/kg，取两个平行测定值的算术平均值作为测定结果。

### 5.6 折光率的测定

按 GB/T 6488 中规定的方法进行测试。

### 5.7 密度的测定

按 GB/T 4472 中规定的方法进行测试。

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类

四甲基二乙烯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) 四甲基二乙烯基二硅氧烷的质量分数；
- b) 水分；
- c) 氯离子。

#### 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50000 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

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) 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

四甲基二乙烯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 50000 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、包装、运输和贮存

### 7.1 标志

四甲基二乙烯基二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、净含量和本标准标号等级。并应有符合 GB 190 规定的“易燃液体”和 GB/T 191 规定的“怕雨”、“怕晒”等标志。

### 7.2 包装

四甲基二乙烯基二硅氧烷产品采用干燥、清洁的内衬塑料桶外纸箱包装，每桶净含量 20 kg，或采用铁桶包装，每桶净含量 160 kg，也可根据客户推荐的方法进行包装，包装要符合安全规定。

### 7.3 运输

按照化学品运输管理规定进行，运输过程中不得与有害有毒物质同车装运，并应轻装轻卸，不得重压，不得日晒雨淋。

### 7.4 贮存

本产品应贮存于干燥、通风、清洁、阴凉的仓库内，远离火源及其它危险品。四甲基二乙烯基二硅氧烷自生产日起，贮存期为三年，逾期应重新检验，检验结果符合本标准要求时，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。



中国氟硅有机材料工业协会

团 体 标 准

四甲基二乙烷基二硅氧烷

T/FSI 075-2021

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](mailto:cafsi@sif.org.cn)

开本: 880×1230 1/12 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