

ICS 83.040

G 32

团 体 标 准

T/ FSI 009-2017

六甲基环三硅氧烷

Hexamethylcyclotrisiloxane

2018-04-01 发布

2018-06-01 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本标准参加起草单位：合盛硅业股份有限公司、成都硅宝科技股份有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司

本标准主要起草人：方红承、马金花、陈敏剑、过军芳、聂长虹、王小会、郑银虎、罗晓霞、彭金鑫、罗伟琪、王永桂。

本标准版权归中国氟硅有机材料工业协会。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会解释。

本标准为首次制定。

六甲基环三硅氧烷

1 范围

本标准规定了六甲基环三硅氧烷的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以二甲基二氯硅烷为原料经盐酸水解、裂解所制得的二甲基硅氧烷混合环体,再经精馏提纯而得的六甲基环三硅氧烷。

分子式: $[(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_3$; 相对分子量: 222.47;

结构式:



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 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 6678 化工产品采样总则
- 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
- GB/T 20436 二甲基硅氧烷混合环体

3 要求

3.1 外观: 白色晶体。

3.2 六甲基环三硅氧烷的质量应符合表 1 所示的技术要求。

表1 技术要求

项目		指标
六甲基环三硅氧烷质量分数/%	≥	98.00
氯离子含量/(mg/kg)	≤	30

T/ FSI 009-2017

4 实验方法

4.1 一般规定

本标准所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按照GB/T 601、GB/T 603之规定配制。

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。

4.2 外观

于无色透明广口试剂瓶中加入样品，在日光灯或日光下轴向目测。

4.3 六甲基环三硅氧烷的测定

4.3.1 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。

4.3.2 试剂：

4.3.2.1 氢气：体积分数大于 99.99%；

4.3.2.2 高纯空气或经硅胶及 5A 分子筛干燥净化的压缩空气；

4.3.2.3 高纯氮气：体积分数大于 99.99% 。

4.3.2.4 丙酮：色谱纯。

4.3.3 仪器

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

4.3.3.2 色谱工作站。

4.3.3.3 微量注射器：10 μ L。

4.3.3.4 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。各组分的相对保留值见表 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
载气线速/(cm/s)	41
分流比	80: 1
柱温/ $^{\circ}$ C	初始温度 100 $^{\circ}$ C, 保持 2 min, 升温速率 10 $^{\circ}$ C/min, 终温 190 $^{\circ}$ C
汽化温度/ $^{\circ}$ C	260
检测温度/ $^{\circ}$ C	300

进样量/ μL	0.5
--------------------	-----

表3 组分的相对保留值

峰序	组分	相对保留值
1	溶剂丙酮	0.81
2	未知物	0.86
3	六甲基二硅氧烷	0.87
4	六甲基环三硅氧烷	1.00
5	八甲基环四硅氧烷	1.37
6	十甲基环五硅氧烷	1.95
7	十二甲基环六硅氧烷	2.70

4.3.4 分析步骤

试样用丙酮溶解，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。

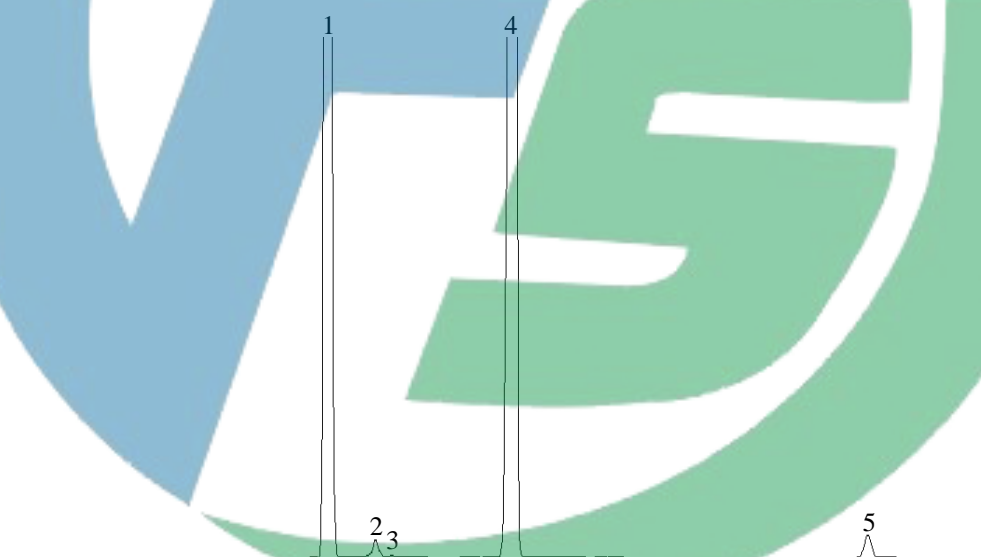


图1 六甲基环三硅氧烷在(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷毛细管柱上的典型色谱图

- 1—溶剂丙酮；
- 2—未知物；
- 3—六甲基二硅氧烷；
- 4—六甲基环三硅氧烷；
- 5—八甲基环四硅氧烷

4.3.5 结果计算

T/ FSI 009-2017

六甲基环三硅氧烷中，各组分的质量分数 W ，数值以%表示，按式（1）计算：

$$W = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_1 ——六甲基环三硅氧烷中各组分的峰面积；

$\sum A_i$ ——除溶剂丙酮外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：六甲基环三硅氧烷质量分数绝对值不大于 0.20 %。

4.4 氯离子含量

4.4.1 试剂

甲苯：分析纯；

甲醇钠：分析纯；

甲醇：分析纯；

硝酸：体积分数为 30 %；

AgNO₃ 标准溶液:0.01mol/L。

4.4.2 仪器和设备

a) 一般实验室仪器和设备；

b) 电位滴定仪。

4.4.3 分析步骤

称取10.0g样品，加入60mL甲苯，在250mL干净烧杯中搅拌5min，再加入50mL 0.5%甲醇钠（称0.25g的甲醇钠加50ml的甲醇搅拌均匀，现配现用），搅拌30分钟，水解完成后加入硝酸，调节PH到酸性（用PH试纸）；放入电极，开始滴定，得到结果。

4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯离子含量 W （以Cl⁻计），按式（2）计算：

$$W = \frac{c \times V \times 35.46}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——硝酸银标准溶液浓度，mol/L；

V ——加入硝酸银标准溶液的体积，mL；

m ——样品重量，g；

35.46 ——与1.00 mL硝酸银标准溶液[C(AgNO₃)=1.0000 mol/L]相当的以克表示的氯离子质量。

对于任一被测试样，取其算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果之差的绝对值不应超过5 mg/kg。

5 检验规则

5.1 出厂检验项目为第三章的全项目。

5.2 每一批出厂的六甲基环三硅氧烷都应附有一定格式的质量证明书。内容包括：生产厂名称、产品名称、批号或生产日期和本标准编号等。

5.3 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 20t，每批随机抽产品 1kg 作出厂检验样品。随机抽取产品 1kg 作为型式检验样品。

5.4 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。采样总质量不少于 1000 g。混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的封闭性塑料袋中，贴好标识，标签并注明：产品名称、批号、采样日期和采样者姓名等。一袋供检验用，另一袋密封保留备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。检验结果如果有任何一项指标不符合要求时，应重新加倍采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项不符合要求，则判该批产品不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

包装容器上应有清晰、固定的标志，其内容包括：产品名称、生产厂名称、净含量、批号或生产日期及本标准编号等。

6.2 包装

采用铁桶或钢桶包装，或根据用户要求进行包装。

6.3 运输

按照 GB 12463《危险货物运输包装通用技术条件》的规定进行运输。

6.4 贮存

应贮存于阴凉干燥处，防水、防火、防晒。在符合本标准包装、运输和贮存条件下，本产品自生产之日起，保质期为 6 个月。逾期可重新检验，检验结果符合质量要求仍可继续使用。

7 安全

7.1 安全警告

六甲基环三硅氧烷是易燃固体，对呼吸道、眼结膜和皮肤可能导致刺激，误食可能导致消化道刺激，症状可能有恶心、呕吐、腹泻。遇明火、高热可能被点燃。若遇高热，容器内压增大，有开裂和爆炸的危险。

7.2 安全措施

六甲基环三硅氧烷应局部排风，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

T/ FSI 009-2017

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。

