

ICS 83.040

G 32

团 体 标 准

T/ FSI 010-2017

十甲基环五硅氧烷

Decamethylcyclopentasiloxane

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、江西蓝星星火有机硅有限公司、山东东岳有机硅材料有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、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、唐山三友硅业有限责任公司。

本标准主要起草人：聂长虹、吴红、伊港、过军芳、罗焱、马晓煜、罗晓霞、陈立军、陈敏剑、曾松华、周玲、管丽娟、邢艳萍。

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

十甲基环五硅氧烷

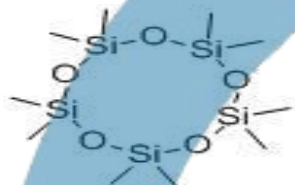
1 范围

本标准规定了十甲基环五硅氧烷的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输及贮存。

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，二甲基硅氧烷混合环体精馏得到十甲基环五硅氧烷。

分子式：[(CH₃)₂SiO]₅， 相对分子量：370.77；

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 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法

GB 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）

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：无色透明液体，无可见杂质。

3.2 十甲基环五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
色度/铂-钴色号/Hazen 单位	≤	10
八甲基环四硅氧烷质量分数/%	≤	0.2
十甲基环五硅氧烷质量分数/%	≥	98.5
其它环体质量分数/%	≤	1.5

T/ FSI 010-2017

蒸发残留物/%	≤	0.10
粘度/mm ² /s		3.8~4.2

4 试验方法

4.1 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中规定的三级水。

5 外观

于50 mL比色管中，加入试样，在日光灯或日光下轴向观测。

5.1 色度

按GB/T 3143规定的方法进行。

5.2 十甲基环五硅氧烷的测定

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，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 μL。

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。其他能达到同等分离程度的其他毛细管色谱柱及操作条件均也使用。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×0.32 mm (或0.25 mm)×0.25 μm
载气	氮气
载气线速/cm/s	41
分流比	80: 1

柱温/°C	初始温度 120 °C，保持 2 min，升温速率 10 °C/min，终温 190 °C
汽化温度/°C	260
检测温度/°C	300
进样量/μL	0.5

5.2.5 组分的相对保留值

峰序	组分	相对保留值
1	未知物	0.54
2	六甲基环三硅氧烷	0.59
3	八甲基环四硅氧烷	0.72
4	十甲基环五硅氧烷	1
5	十二甲基环六硅氧烷	1.40
6	十四甲基环七硅氧烷	1.86
7	十六甲基环八硅氧烷	2.25

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。

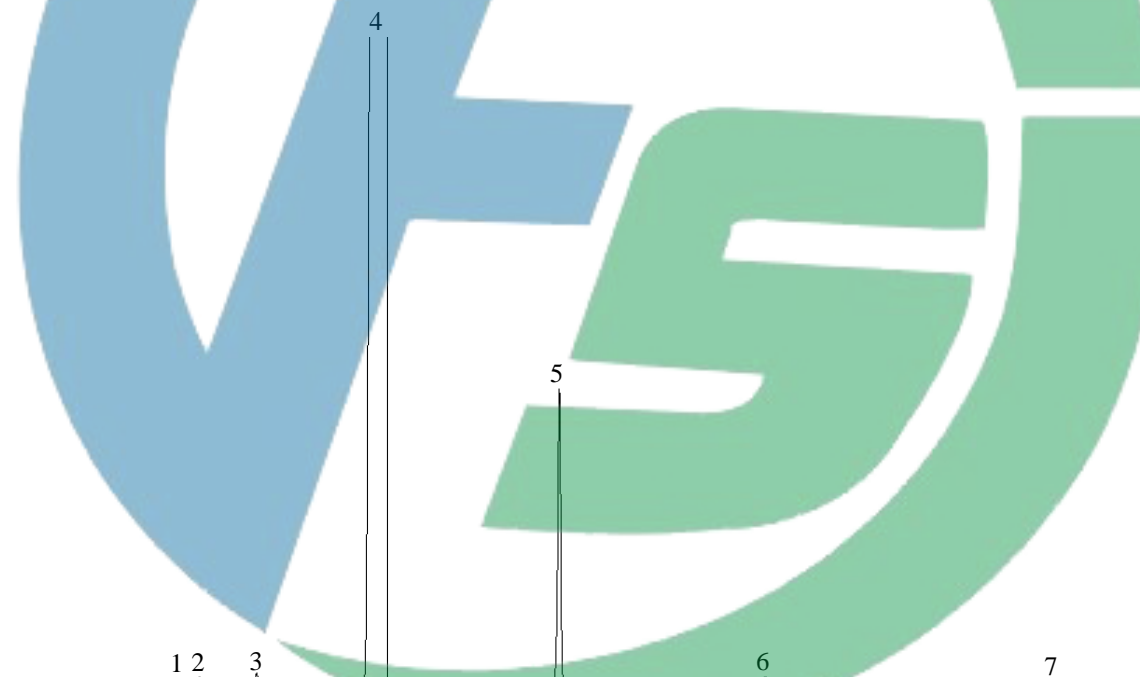


图 1 十甲基环五硅氧烷在（5%-苯基）-甲基聚硅氧烷毛细管柱上的典型色谱图

- 1—未知物；
- 2—六甲基环三硅氧烷；
- 3—八甲基环四硅氧烷；
- 4—十甲基环五硅氧烷；
- 5—十二甲基环六硅氧烷；
- 6—十四甲基环七硅氧烷；
- 7—十六甲基环八硅氧烷。

5.2.6 结果计算

十甲基环五硅氧烷中十甲基环五硅氧烷、八甲基环四硅氧烷、其它环体的质量分数 w_1 、 w_2 、 w_3 ，数值以%表示，按式（1）、（2）、（3）计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{\Sigma A_i} \times 100 \quad (1)$$

$$w_2 = \frac{A_2}{\Sigma A_i} \times 100 \quad (2)$$

$$w_3 = \frac{A_3}{\Sigma A_i} \times 100 \quad (3)$$

式中：

A_1 ——十甲基环五硅氧烷峰面积；

A_2 ——八甲基环四硅氧烷峰面积；

A_3 ——其它环体的峰面积；

ΣA_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：八甲基环四硅氧烷和其它环体的质量分数不大于0.02%，十甲基环五硅氧烷的质量分数不大于0.1%。

5.3 蒸发残留物

5.3.1 仪器、设备

玻璃烧杯:50 mL;

分析天平:感量0.0001 g;

电热鼓风干燥箱:控温精度 ± 2 °C;

干燥器。

5.3.2 测定步骤

在已恒重的50 mL烧杯中称取 $2 \text{ g} \pm 0.5 \text{ g}$ 试样，将其放入 (80 ± 2) °C恒温水浴中恒温1 h，然后再转移至 (150 ± 2) °C电热鼓风干燥箱恒温2 h，取出放入干燥器中冷却至室温，称量。以上各次称量均精确到0.0002 g。

5.3.3 结果的表示

试样蒸发残留物的百分含量 X ，数值以%表示，按式（4）计算：

$$X = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 100 \quad (4)$$

式中：

m_0 ——烧杯的质量，g；

m_1 ——十甲基环五硅氧烷试样的质量，g；

m_2 ——烘后烧杯与十甲基环五硅氧烷蒸发残留物的质量，g。

平行测定两次结果之差应不大于0.02%。取其算术平均值为测定结果。

5.4 粘度

试验温度为25℃±0.1℃，其余按GB/T 265的规定进行。

6 检验规则

6.1 检验分为型式检验和出厂检验

6.1.1 出厂检验

出厂检验为第3章中的色度、八甲基环四硅氧烷质量分数、十甲基环五硅氧烷质量分数和粘度为出厂检验项目，应逐批进行检验。

6.1.2 型式检验

型式检验项目为第3章规定的所有项目。在正常情况下，每三个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，应进行型式检验。

- a) 新产品投产时；
- b) 当原料、配方或工艺条件改变时；
- c) 产品停产后，恢复生产时；
- d) 国家质量监督局机构提出要求时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- f) 合同规定。

6.2 组批

每批出厂的十甲基环五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。

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35t，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。

6.3 采样

按GB/T 6678和GB/T 6680的规定进行。采样总体积不少于1000 mL。混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的500 mL磨口瓶中，贴标签并注明：产品名称、批号、采样日期和采样者姓名等。一瓶供检验用，另一瓶密封保留备查。

6.4 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。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

T/ FSI 010-2017

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、厂址、净含量、批号或生产日期及本标准编号等。

7.2 包装

应装于干燥、清洁的钢桶或塑料桶中，桶应密封，严禁水渗入。

7.3 运输

按照化学品运输管理规定进行。

7.4 贮存

十甲基环五硅氧烷宜室温保存。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12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。

