

T/FSI 082-2022

ICS 71.080.60

CCS G17

# 团 体 标 准

T/ FSI 082-2022

## 异氰酸酯基硅烷改性聚醚

Isocyanate Silane Modified Polyether

2022-04-30 发布

2022-05-30 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：江西蓝星星火有机硅有限公司、广州雷斯曼新材料科技有限公司、东莞市山力高分子材料科研有限公司、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：王慧、何丹丹、胡新嵩、罗伟雄、杨亦清、陈敏剑、刘芳铭、罗晓庆、廖桂根。

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。



# 异氰酸酯基硅烷改性聚醚

## 1 范围

本文件规定了异氰酸酯基硅烷改性聚醚的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于异氰酸酯基硅烷封端的硅烷改性聚醚。

## 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10247-2008 粘度测量方法

GB/T 21863-2008 凝胶渗透色谱法（GPC）用四氢呋喃做淋洗液

GB/T 27570-2011 室温硫化甲基硅橡胶

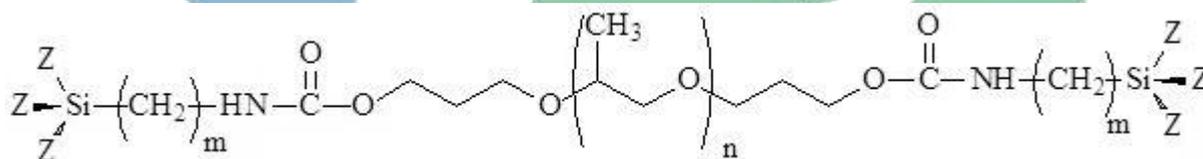
## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 分类和命名

### 4.1 分类

按封端活性基团分一甲氧基、二甲氧基、三甲氧基、二乙氧基、三乙氧基及混合封端。



Z: 甲基、甲氧基、乙氧基

m: 2 或者3

### 4.2 命名

异氰酸酯基硅烷改性聚醚通常用SMP符号表示。

命名规则：SMP-特性粘度V-封端基团Z

示例：SMP-30000-乙氧基

## 5 技术要求

### 5.1 外观

无色或淡黄色透明液体

### 5.2 技术指标

表1 技术指标

项目	指标		
	SMP-10000-Z	SMP-30000-Z	SMP-50000-Z
粘度 (25℃, mPa·s)	8000-18000	25000--48000	50000-72000
残留异氰酸酯含量 (mg/kg) ≤	400		
表面硫化时间 (h) ≤	2		
储存稳定性 (粘度变化率) /% ≤	30		
分子量分布 ≤	3		
注: 其他技术指标和特殊型号的产品可以由供需双方协定			

## 6 试验方法

### 6.1 一般规定

本文件采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合文件。

### 6.2 外观检查

取样品 20mL, 倒入清洁、干燥、无色透明的试管中, 在自然光下目测。

### 6.3 粘度的测定

在 25℃ 下, 恒温 2h 之后, 按照 GB/T 10247-2008 粘度测量方法中第 4 章 (旋转法) 规定的方法进行测定。

### 6.4 残留异氰酸酯含量的测定

按照附录 A 进行测定。

### 6.5 表面硫化时间的测定

5.5.1 甲氧基封端的异氰酸酯基硅烷改性聚醚按照 GB/T 27570-2011 室温硫化甲基硅橡胶的附录 B 进行测定。

5.5.2 乙氧基封端的异氰酸酯基硅烷改性聚醚按照本文件附录 B 进行测定。

### 6.6 储存稳定性 (粘度变化率)

按照附录 C 进行测定。

### 6.7 分子量分布的测定

按照 GB/T 21863-2008 凝胶渗透色谱法（GPC）用四氢呋喃做淋洗液规定的方法进行测定。

## 7 检验规则

### 7.1 检验分类

异氰酸酯基硅烷改性聚醚检验分为出厂检验和型式检验。

### 7.2 出厂检验

#### 7.2.1 出厂检验项目

- a) 外观
- b) 粘度
- c) 残留异氰酸酯含量

#### 7.2.2 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10吨，每批随机抽产品2kg，作出厂检验样品。随机抽取产品5kg，作为出厂检验样品。

#### 7.2.3 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。

### 7.3 型式检验

#### 7.3.1 检验时机/总则

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。

#### 7.3.2 检验项目

异氰酸酯基硅烷改性聚醚型式检验为本文件第4章要求的所有项目。

#### 7.3.3 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10吨，每批随机抽产品2kg，作出厂检验样品。随机抽取产品5kg，作为型式检验样品。

#### 7.3.4 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。

## 8 标志、产品随行文件

### 8.1 标志

异氰酸酯基硅烷改性聚醚产品包装表面应标明下列信息:生产制造方名称、地址、电话号码、产品名称、型号、批号、净质量或净容量、生产日期、保质期、注意事项和标准编号。

### 8.2 产品随行文件的要求

异氰酸酯基硅烷改性聚醚产品随行文件包括:送货单、质检报告。

## 9 包装、运输和贮存

### 9.1 包装

异氰酸酯基硅烷改性聚醚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。

### 9.2 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。

本文件规定的异氰酸酯基硅烷改性聚醚为非危险品。

### 9.3 贮存

异氰酸酯基硅烷改性聚醚应贮存在阴凉、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。

## 10 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)  
残留异氰酸酯含量的测定

### A.1 使用范围

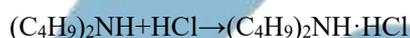
本文件适用于异氰酸酯基硅烷改性聚醚中的残留异氰酸酯的含量测定。

硅烷改性聚醚及中间产物中的异氰酸酯基与过量的二正丁胺反应,再用盐酸标准溶液滴定过量的二正丁胺,其反应式如下:

异氰酸酯基与二正丁胺反应:



盐酸与二正丁胺反应:



### A.2 试剂

A.2.1 丙酮:分析纯;

A.2.2 乙醇:95%;

A.2.3 盐酸标准溶液:  $C(\text{HCl})=0.01\text{mol/L}$ ;

A.2.4 二正丁胺:分析纯;

A.2.5 二正丁胺-丙酮溶液:称取 0.1 g 二正丁胺至 500 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,摇匀,闭光保存(现用现配);

A.2.6 溴甲酚绿指示剂:称取 0.1 g 溴甲酚绿,用 95%乙醇溶解并稀释至 100mL。

### A.3 仪器

#### A.3.1 电位滴定仪

A.3.1.1 电极: DGi113-SC

A.3.1.2 搅拌: 50%

A.3.2 酸式滴定管: 25mL。

A.3.3 具塞锥形瓶: 250mL。

A.3.1 移液管: 10 mL、20mL。

A.3.2 容量瓶: 200 mL。

A.3.3 电子天平: 分度值为  $\pm 0.0001\text{g}$ 。

### A.4 测定步骤

#### A.4.1 电位滴定法

称取 1.0 g 样品于样品杯中，加入 30 mL 丙酮，再准确加入 20 mL 二正丁胺-丙酮溶液（A. 2. 5），先搅拌 3 min，再用 0.01mol/L 盐酸标准溶液滴定，采用 DGi113-SC 电极自动识别终点，同时做空白试验。

#### A. 4. 2 手动滴定法

称取1.0 g样品于具塞锥形瓶，加入30 mL丙酮，再准确加入20 mL二正丁胺-丙酮溶液（A. 2. 5），先搅拌3 min，加入3滴溴甲酚绿指示剂，用0.01mol/L盐酸标准溶液滴定，样品由蓝色变黄色，同时做空白试验。

注：测试过程中可根据NCO值调整样品量或稀释盐酸标准溶液浓度。

#### A. 5 分析结果表述

样品中异氰酸酯的含量按公式（1）计算：

$$NCO = \frac{C \times (V_0 - V_1) \times 42}{m} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- NCO—— 异氰酸酯的含量，mg/kg；
- C —— 盐酸标准溶液的浓度，mol/L；
- V<sub>0</sub> —— 测定空白所消耗盐酸标准溶液的体积，mL；
- V<sub>1</sub> —— 测定样品所消耗盐酸标准溶液的体积，mL；
- 42 —— 常数（NCO）的摩尔质量，g/mol；
- m —— 样品质量，g

#### A. 6 允许差

两次平行测定结果中，NCO 的相对标准偏差不大于 15%，取两次平行测定的算术平均值为测定结果。

附录 B  
(规范性)  
表面硫化时间的测定

### B.1 适用范围

本文件适用于异氰酸酯基硅烷改性聚醚的表面硫化时间的测定。

### B.2 仪器、设备

- B.2.1 分析天平：感量 0.0001g
- B.2.2 塑料杯：容量 200mL
- B.2.3 玻璃棒：直径 6mm-8mm
- B.2.4 秒表
- B.2.5 温湿度计（表）

### B.3 试剂

- B.3.1 二月桂酸二丁基锡，锡含量 18.5%-19.0%，水分不大于 0.4%。
- B.3.2 N-(β-氨基乙基)-γ-氨丙基三甲氧基硅烷,含量大于 90%。

### B.4 测试步骤

称取样品约 30g 于塑料杯中（A.2.2）中，加入 3%的 N-(β-氨基乙基)-γ-氨丙基三甲氧基硅烷(A.3.2) 和 1%的二月桂酸二丁基锡（A.3.1），混合均匀，置于温度（ $23 \pm 2$ ）℃、相对湿度（ $50 \pm 5$ ）%的环境中，用玻璃棒（A.2.3）时常轻触胶料的表面，从胶料混合开始记时至玻璃棒上不再粘有胶料为止。

### B.5 分析结果的表述

表面硫化时间用胶料开始混合到玻璃棒上不再粘有胶料这段时间表示，单位为小时（h）。

附录 C  
(规范性)  
储存稳定性 (粘度变化率) 的测试

C.1 适用范围

本文件适用于异氰酸酯基硅烷改性聚醚的粘度变化率的测定。

C.2 仪器、设备

- C.2.1 分析天平: 感量 0.0001g
- C.2.2 塑料杯: 容量 500mL
- C.2.3 高速分散机
- C.2.4 烘箱
- C.2.5 蒸馏水
- C.2.6 粘度计
- C.2.7 恒温水浴

C.3 试剂

- C.3.1 蒸馏水

C.4 测试步骤

- C.4.1 按 5.3 测试样品初始粘度  $V_0$
- C.4.2 称样品 200g 放入 500mL 塑料杯中, 加入 2g 蒸馏水, 利用高速分散机, 在 2100rpm, 分散 45 秒之后, 在标准条件 ( $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ,  $50 \pm 5\%$ ) 下放置 8 天, 测试  $25^\circ\text{C}$  下粘度  $V_1$ 。
- C.4.3 另称样品 200g 放入 500mL 塑料杯中, 加入 2g 蒸馏水, 利用高速分散机, 在 2100rpm, 分散 45 秒之后, 放到  $70^\circ\text{C}$  烘箱, 恒温 4 天, 再在标准条件 ( $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ,  $50 \pm 5\%$ ) 下放置 1 天, 测试  $25^\circ\text{C}$  下粘度  $V_2$ 。

C.5 分析结果的表述

计算方法:

$$\text{粘度变化率} = \frac{(V_n - V_0)}{V_0} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

- $V_0$ : 初始粘度, mpa.s
- $V_n$ : 加水后两种条件下的粘度, mpa.s
- n = 1、2

判断标准: 加水后两种条件下的粘度变化率, 同时达到技术指标。

中国氟硅有机材料工业协会

团 体 标 准

异氰酸酯基硅烷改性聚醚

T/FSI 082-2022

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 1/16 印张 0.5 字数: 3.8 千字

2022 年 4 月第一版 2022 年 4 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) 64443598