

T/ FSI 090-2022

ICS 83.060

CCS G 35

团 体 标 准

T/ FSI 090-2022

低挥发性甲基环硅氧烷的 107 胶

Low volatile dimethylcyclosiloxane 107 silicone rubber

2022-12-30 发布

2023-01-30 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、湖北兴瑞硅材料有限公司、合盛硅业股份有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、唐山三友硅业有限责任公司、杭州之江有机硅化工有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司。

本文件主要起草人：贺志江、施微微、龚兆鸿、罗伟琪、舒莺、范玉东、陶小乐、陈敏剑、刘芳铭、孙刚、王艳、陈绪龙。

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。

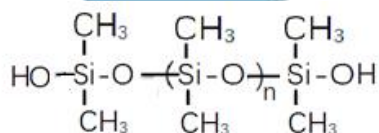
低挥发性甲基环硅氧烷的 107 胶

1 范围

本文件规定了低挥发性甲基环硅氧烷的 107 胶（简称低环体 107 胶）的术语和定义、分类和命名、要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于由低摩尔质量的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷（简称线性体）制备的低挥发性甲基环硅氧烷的 107 胶（简称低环体 107 胶）。

结构式：



其中 n 是自然数

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。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 191 包装储运图示标志
- GB/T 5750.4—2006 生活用水标准检测方法感官性状和物理指标
- GB/T 6388 运输包装收发货标志
- GB/T 6678 化工产品抽样采样准则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 8170 数值修约规则和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
- GB/T 14436 工业产品保证文件 总则
- GB 15258 化学品安全标签编写规定
- GB/T 27570—2011 室温硫化甲基硅橡胶

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

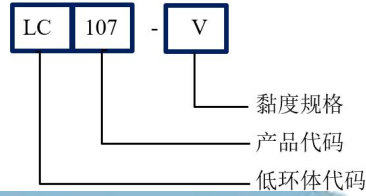
3.1

挥发性甲基环硅氧烷 (Volatile dimethylcyclosiloxane)

挥发性甲基环硅氧烷是指挥发性的八甲基环四硅氧烷 (D_4)、十甲基环五硅氧烷 (D_5)、十二甲基环六硅氧烷 (D_6)。

4 分类和命名

低环体107胶的分类和命名按低环体代码、产品代码和黏度规格三部分组成。



示例：LC107-6000，表示黏度为(6000±600) mpa.s的低挥发性甲基环硅氧烷的107胶

5 要求

5.1 外观：

无色透明粘稠液体。

5.2 技术要求

低环体 107 胶指标应符合表 1、表 2 中要求，表 1 列举了 LC107-80000、LC107-50000、LC107-6000、LC107-5000 四种型号低环体 107 胶的指标要求，表 1 列举了 LC107 -3500、LC107 -2000、LC107 -750 三种型号低环体 107 胶的指标要求。

表 1 低环体 107 胶的技术要求

项目	指标			
	LC107-80000	LC107-50000	LC107-6000	LC107-5000
动力黏度(25℃)/(mPa·s)	72000~88000	45000~55000	5500~6700	4500~5500
挥发份, (150℃, 3h)/% ≤	0.80			
浊度/NTU ≤	2.0			
表面硫化时间/h ≤	2.0			
D4 质量分数/% ≤	0.1			
D5 质量分数/% ≤	0.1			
D6 质量分数/% ≤	0.1			

表 2 低环体 107 胶的技术要求

项目	指标		
	LC107-3500	LC107-2000	LC107-750
动力黏度(25℃)/(mPa·s)	3150~3850	1800~2200	/
运动黏度(25℃)/(mm ² /s)	/	/	675~825
挥发份, (150℃, 3h)/% ≤	0.80		
浊度/NTU ≤	2.0		

表 2 低环体 107 胶的技术要求 (续)

项目	指标		
	LC107-3500	LC107-2000	LC107-750
表面硫化时间/h	≤	2.0	
D4 质量分数/%	≤	0.1	
D5 质量分数/%	≤	0.1	
D6 质量分数/%	≤	0.1	
注：除以上规格外，特殊规格由供需双方协商确定。			

6 试验方法

6.1 一般规定

本标准采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

本标准所用的试剂和水，在未注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T6682 中规定的三级水。

6.2 外观

取样品倒入清洁、干燥的 100 L 比色管中至刻度线，在日光灯或日光下目测。

6.3 黏度

按照 GB/T 10247-2008 中第 2 章毛细管法规定的方法进行测定，测定温度为 25 ℃。

6.3.2 动力黏度

按照 GB/T 10247-2008 中第 4 章旋转法规定的方法进行测试，测定温度为 25 ℃。

6.4 挥发份

按照 GB/T 27570-2011 室温硫化甲基硅橡胶附录 A 的测定方法规定玻璃称量瓶规格 60×30mm；样品量 2±0.2g。

挥发份含量不大于 1% 时，两次平行测定结果之差不大于 0.02%；取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.5 浊度

按照 GB/T 5750.4-2006 中 2.1（散射法--福尔马肼标准）规定的方法进行测定。

注：样品测定之前应排除气泡。

6.6 表面硫化时间

按 GB/T 27570-2011 中附录 B 的规定进行。

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

6.7 D4、D5、D6

按照附录 A 测试方法测定

7 检验规则

7.1 检验分类

[低挥发性甲基环硅氧烷的107胶]检验分为出厂检验和型式检验。

7.2 出厂检验

[低挥发性甲基环硅氧烷的107胶]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：

- a) 外观检查
- b) 黏度的测定
- c) 挥发份的测定
- d) 浊度的测定
- e) 表面硫化时间的测定
- f) D4、D5、D6 环体的含量测定

7.3 型式检验

[低挥发性甲基环硅氧烷的107胶]型式检验为本标准第5章要求的所有项目。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 首次生产时；
- b) 主要原材料或工艺方法有较大改变时；
- c) 正常生产满一年时；
- d) 停产后 3 个月又恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f) 质量监督机构提出要求或供需双方发生争议时。

7.4 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，可按产品贮罐组批，或按生产周期进行组批。生产厂可从贮罐中或生产线上采取有代表性的样品，用户可以从贮运槽车中或从同一批桶装产品中采样。其最大组批量不超过 10t，每批随机抽产品 0.5kg，作出厂检验样品。随机抽取产品 0.5kg，作为型式检验样品。

7.5 判定规则

按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

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

8.1.1 标志内容

8.1.1.1 产品与生产者标志

产品或者包装、说明书上标注的内容应包括以下几方面：

a) 产品的自身属性

内容包括产品的名称、产地、规格型号、等级、成份含量、所执行标准的代号、编号、名称等。

b) 生产者相关信息

内容包括生产者的名称、地址、联系方式等。

8.1.1.2 储运图示标志

内容包括：生产日期、保质期、贮存条件、使用说明、警示标志或中文警示说明等。

8.1.2 标志的表示方法

使用金属牌（铭牌）、标签、印记、颜色、线条（在电线上）或条形等方式

8.1.3 标志相关要求

标志相关要求可参见：GB/T 191 包装储运图示标志、GB/T 6388 运输包装收发货标志、GB 15258 化学品安全标签编写规定等

8.2 产品随行文件的要求

产品标准可要求提供产品的某些随行文件，例如可包括：

- a) 产品合格证，参见 GB/T 14436；
- b) 产品说明书；
- c) 装箱单；
- d) 随机备附件清单；
- e) 试验报告；
- f) 其他有关资料。

注：适用时，标准中应对这些文件的内容做出规定，见GB5296（所有部分）消费品使用说明、GB/T9969工业产品使用说明总则，以及其他相关标准。

9 包装、运输和贮存

9.1 包装

低挥发性甲基环硅氧烷的 107 胶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。

9.3 贮存

低挥发性甲基环硅氧烷的 107 胶应贮存在阴凉、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。

在符合本标准包装、运输和贮存条件下，本产品自生产之日起，贮存期为二年。逾期可重新检验，检验结果符合本标准要求时，仍可继续使用。

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。

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)
挥发性甲基环硅氧含量的测定—气相色谱法

A.1 范围

本附录规定了低挥发性甲基环硅氧烷的107胶中挥发性甲基环硅氧烷的含量测定。

A.2 原理

样品经有机溶剂萃取后,采用毛细管柱分离,气相色谱的氢火焰检测器检测,以正十二烷作参比,内标校正定量待测组分的含量。

A.3 试剂

- A.3.1 八甲基环四硅氧烷(D4): 色谱纯
- A.3.2 十甲基环五硅氧烷(D5): 色谱纯
- A.3.3 十二甲基环六硅氧烷(D6): 色谱纯
- A.3.4 正十二烷(C₁₂H₂₆): 色谱纯
- A.3.5 丙酮(Acetone): 分析纯

A.4 仪器

- A.4.1 气相色谱仪: 配有氢火焰离子化检测器(FID), 整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。
- A.4.2 色谱柱: 100% 二甲基聚硅氧烷色谱柱(30m×0.32mm×0.25μm);
- A.4.3 载气(高纯氮气或氦气): 纯度≥99.999%;
- A.4.4 空气: 纯度≥99.99%;
- A.4.5 氢气: 纯度≥99.99%;
- A.4.6 电子天平: 分度值为 0.0001 g;
- A.4.7 样品瓶及配套的密封盖: 20 mL。
- A.4.8 振荡器
- A.4.9 微量注射器: 10 μl
- A.4.10 仪器参数
- A.4.10.1 色谱参数设置见表 A.1。

表 A.1 色谱参数设置

柱箱程序温度	初始温度 50 °C，保持 5 min，升温速率 15°C/ min，终止温度 280 °C，保持 20 min.
气化温度，°C	250
分流比	10: 1
检测器温度，°C	300
氢气流量，mL/min	30
空气流量，mL/min	350
尾吹流量，mL/min	30
柱流速，mL/min	1.5

A.5 校正因子的测定

A.5.1 内标标准溶液的配制

A.5.1.1 A内标标准溶液的配制

称取0.1g正十二烷至样品瓶中，加入10mL丙酮，称重，密闭摇匀，配置12500μg/g A内标标准溶液。

A.5.1.2 B内标标准溶液的配制

称取2.5gA内标标准溶液（A.5.1.1），加入10mL丙酮，称重，密闭摇匀，配置3000μg/g B内标标准溶液（有效期为1周）。

A.5.2 标准溶液配制

A.5.2.1 A标准溶液的配制

分别称取D4、D5、D6各自0.1g至样品瓶中，加入10mL丙酮，称重，密闭摇匀，配置12500μg/g A标准溶液。

A.5.2.2 B标准溶液的配制

称取0.33gA标准溶液（A.5.2.1），加入10mL丙酮，称重，密闭摇匀，配置500μg/g B标准溶液。

A.5.2.3 C标准溶液的配制

称取0.5gB标准溶液（A.5.2.2），加入0.1gB内标标准溶液（A.5.1.2），再加入10mL丙酮，密闭摇匀。

A.5.2.4 用微量注射器抽取0.4μL的C标准溶液（A.5.2.3）至气相色谱检测。

A.5.3 校正因子的计算

各组分的校正因子 RF_i 按公式（A.1）计算：

$$RF_i = \frac{C_i \times A_{12}}{A_i \times C_{12}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

RF_i ——各组分的校正因子；

C_i ——配制溶液中各组分的理论值，%；

A_{12} ——正十二烷的峰面积；

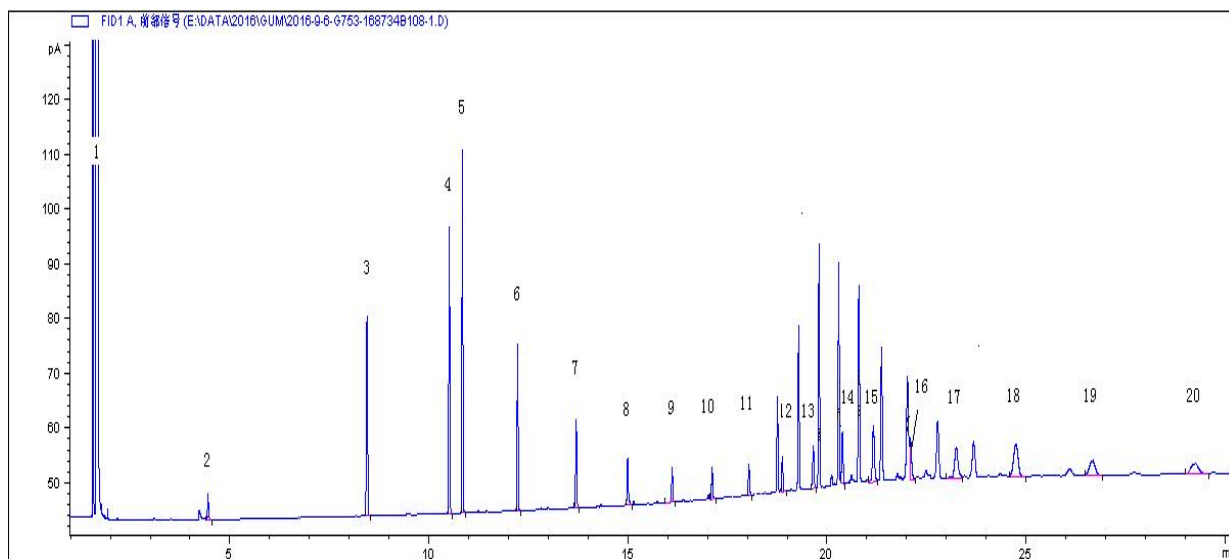
A_i ——配制溶液中各组分的峰面积；

C_{12} ——正十二烷的理论值，%

A.6 分析步骤

称取 0.5g 样品至样品瓶中，加入 0.1gB 内标标准溶液(A.5.1.2)，加入 10mL 丙酮，密闭，放入振

荡器中振荡 12h 后,用微量注射器抽取样品至气相色谱检测,并用色谱工作站记录各组分的峰面积。典型色谱图见图 A.1。



标序号说明:

1—丙酮; 2—D3; 3—D4; 4—D5; 5—正十二烷; 6—D6; 7—D7; 8—D8; 9—D9; 10—D10;
11—D11; 12—D12; 13—D13; 14—D14; 15—D15; 16—D16; 17—D17; 18—D18; 19—D19; 20—D20.

图 A.1 各组分在 HP-1 毛细管柱上的典型色谱图

A.7 结果计算

样品各组分的质量分数,按公式(A.2)计算:

$$W_i = \frac{A_i \times m_{12} \times RF_i}{A_{12} \times m_{\text{样}}} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

W_i ——各组分的质量分数,以%表示;

A_i ——样品中各组分的峰面积;

m_{12} ——正十二烷的质量,单位为克(g);

RF_i ——标准溶液各组分的校正因子;

A_{12} ——正十二烷的峰面积;

$m_{\text{样}}$ ——样品质量,单位为克(g)。

A.8 允许差

两次平行测定结果中,各组分的绝对差值不应大于 0.02%,取两次平行测定的算术平均值为测定结果。

中国氟硅有机材料工业协会

团体标准

低挥发性甲基环硅氧烷的 107 胶

T/FSI 090-2022

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

开本: 880×1230 1/16 印张 0.5 字数: 4.3 千字

2022 年 12 月第一版 2022 年 12 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