

T/ FSI 142—2024

ICS 83.060

CCS G 35

团 体 标 准

T/ FSI 142-2024

超高分子量 107 胶

Ultra-high molecular weight room temperature vulcanized silicone
rubber

2024-03-31 发布

2024-04-30 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：浙江新安化工集团股份有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司、合盛硅业（嘉兴）有限公司、深圳市硅氟吉鹏公司、东爵有机硅（南京）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：郑智、刘继、王泊恩、罗焯栋、陈华、丁朝英、陈敏剑、瞿龙学、杨金云。

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。

超高分子量 107 胶

1 范围

本文件规定了超高分子量 107 胶的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以线性体或DMC为原料，使用氯化磷腈或四甲基氢氧化铵硅醇盐为催化剂，通过进一步聚合制得超高分子量107胶。

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 6678-2003	化工产品采样总则
GB/T 6680-2003	液体化工产品采样通则
GB/T 6682-2008	分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170-2008	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 28610-2020	甲基乙基硅橡胶

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

超高分子量 107 胶应符合表 1 技术要求。

表1 产品技术要求

项目	指标
外观	无色透明，无机械杂质
挥发分（150℃，3h）/%	≤0.30
相对黏均分子量/×10 ⁴	60~120
分子量分布	≤3.0
D ₄ /%	≤0.1
D ₅ /%	≤0.1
D ₆ /%	≤0.1
注：D ₄ ：八甲基环四硅氧烷； D ₅ ：十甲基环五硅氧烷； D ₆ ：十二甲基环六硅氧烷	

5 试验方法

5.1 外观的测定

外观以目测法测定。

5.2 挥发分的测定

按GB/T 28610-2020中附录D的方法测定。

5.3 相对分子量的测定

5.3.1 红外感光法（仲裁法）

按GB/T 28610-2020中附录A规定的方法进行测试。

5.3.2 门尼粘度法

按GB/T 28610-2020 中附录B规定的方法进行测试。

5.4 分子量分布的测定

按GB/T 28610-2020中附录E规定的方法进行测试。

5.5 D₄、D₅和D₆的测定

按本文件附录A规定的方法进行测试。

6 检验规则

6.1 检验分类

超高分子量107胶检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

超高分子量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：外观、挥发分、相对黏均分子量。

6.3 型式检验

超高分子量107胶型式检验为本标准第4章要求的所有项目。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(每一季度)进行一次;
- c) 产品的配方、主要原材料、工艺以及关键的生产设备及其规格等有较大改变, 可能影响产品质量时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.4 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，其最大组批量不超过 5000 kg，每批随机抽产品 1 kg，作出厂检验样品。随机抽取产品 1 kg，作为型式检验样品。

注：组批规则和抽样方案采样单元数按 GB/T 6678 中规定进行。采样方法按 GB/T 6680 中规定的方法进行。组批规则通常需确定组批条件、批量、组批时机、组批方法等。

6.5 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、贮存

7.1 标志

产品包装容器上应涂刷清晰牢固的标志，其内容包括产品名称、型号、批号、净含量、生产厂名称、生产日期和标准编号。

7.2 包装

7.2.1 产品采用清洁、干燥的塑料桶包装，每件净含量 25 kg、200 kg 或根据用户要求包装。

7.2.2 每个包装件上应附有合格证。

7.3 运输

产品在运输、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，应按照国家运输规定进行。

7.4 贮存

超高分子量 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。

附录 A

(规范性)

D₄、D₅和D₆含量的测定

A.1 范围

本附录规定了测定超高分子量107胶中D₄、D₅和D₆含量的试验方法。

A.2 原理

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，内标定量校正待测组分的含量。

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: 色谱纯。

A.3.5 丙酮: 色谱纯。

A.4 仪器

A.4.1 气相色谱仪: 配置分流/不分流进样口, FID 检测器。

A.4.2 气相色谱条件

- a) 色谱柱: HP-5 (30 m×0.32 mm×0.25 μm);
- b) 色谱柱温度: 50 °C (保持 3 min) $\xrightarrow{10\text{ °C/min}}$ 250 °C (保持 8 min);
- c) 进样口温度: 250 °C;
- d) 检测器的温度: 300 °C;
- e) 载气: 氮气, 纯度≥99.999 % (体积分数);
- f) 燃烧气: 氢气, 纯度≥99.999 % (体积分数), 流速 40 mL/min;
- g) 助燃气: 空气, 流速 300 mL/min;
- h) 进样量: 1 μL;
- i) 进样方式: 不分流;
- j) 流速: 1.5 mL/min。

注: 也可选择达到等同分离效果的非极性毛细管色谱柱。

A.5 分析步骤

A.5.1 萃取剂配制

称取 0.1 g (精确至 0.0001g) 十二烷于 10 ml 容量瓶中, 加入丙酮定容, 移取 2.5 ml 该溶液于

500 mL 容量瓶中，用丙酮定容，最终配置成 50 mg/L 的十二烷丙酮溶液，密闭(有效期为 1~2 周)。

A.5.2 标准溶液配制

称取 D_4 、 D_5 和 D_6 标样各 0.1 g (精确至 0.0001g) 至 100 mL 容量瓶，用萃取剂定容，配制 1000 ppm 的标准储备液。然后再量取 0.5 mL 标准储备液至 10 mL 容量瓶中，用萃取剂定容，最终配制浓度 50 ppm 的标准溶液，密闭摇匀。

A.5.3 校正因子的确定

用微量注射器抽取 1 μ L 标准溶液至气相色谱检测，结果按式 A.1 计算：

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

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，单位为无量纲的比值或百分数 (%)；

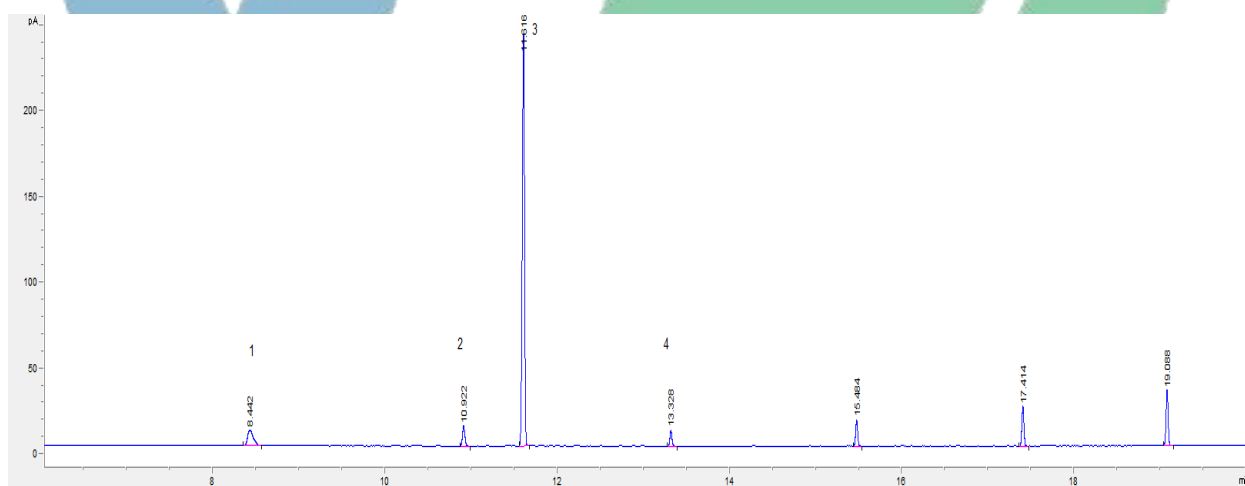
A_{12} ——正十二烷的峰面积；

A_i ——配制溶液中各组分的峰面积；

C_{12} ——正十二烷的理论值，单位为无量纲的比值或百分数 (%)。

A.5.4 样品萃取液

称取 0.5 g (精确至 0.0001g) 样品至样品瓶中，加入 10 mL 配制的萃取剂丙酮，密闭，放入振荡器中振荡 12 h 以上，静置 30 min，待分层后取上清液过滤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。



标引序号说明：

1——八甲基环四硅氧烷 (D_4)；

2——十甲基环五硅氧烷 (D_5)；

3——正十二烷 (C_{12})；

4——十二甲基环六硅氧烷 (D_6)。

图 1 超高分子量 107 胶萃取物在 HP-5 的典型气相色谱图

A.6 分析结果表述

各组分的质量分数，按公式 A.2 计算：

$$W_i = \frac{A_i \times C_{12} \times V \times RF_i \times 10^{-6}}{A_{12} \times m_{\text{样}}} \dots\dots\dots A.2$$

式中：

W_i —— D_4 、 D_5 和 D_6 的质量分数，单位为无量纲的比值或百分数（%）；

A_i ——样品中 D_4 、 D_5 和 D_6 的峰面积；

C_{12} ——加入的萃取剂中正十二烷的浓度，单位为升每毫克（mg/L）；

V ——萃取剂的体积，单位为毫升（mL）；

RF_i ——各组分的校正因子；

A_{12} ——正十二烷的峰面积，单位为无量纲的比值或百分数（%）；

$m_{\text{样}}$ ——样品质量，单位为克（g）。

A.7 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

超高分子量 107 胶

T/FSI 142—2024

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 1/12 印张 0.5 字数: 3.0 千字

2024 年 3 月第一版 2024 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) 64443598