

T/ FSI 153—2024

ICS 83.040

CCS G 32

团 体 标 准

T/ FSI 153—2024

甲基苯基乙烯基硅油

Methyl Phenyl Vinyl Silicone Oil

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、浙江开化合成材料有限公司、江西蓝星星火有机硅有限公司、湖北隆胜四海新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：刘继、杨金云、刘芳铭、陈敏剑、陈华涛、贺志江、龚家全、姜哲。

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。

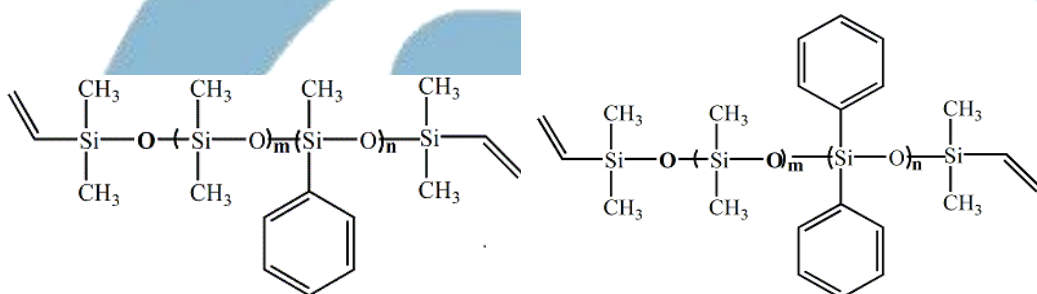
甲基苯基乙烯基硅油

1 范围

本文件规定了甲基苯基乙烯基硅油的分类和命名、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于甲基苯基环三硅氧烷（A3）、八苯基环四硅氧烷、DMC和二乙烯基四甲基二硅氧烷（MViMVi）在催化剂作用下，进行开环平衡反应得到甲基苯基乙烯基硅油。

结构式：



其中， $m \geq 0$ ， $n > 0$ ；

2 规范性引用文件

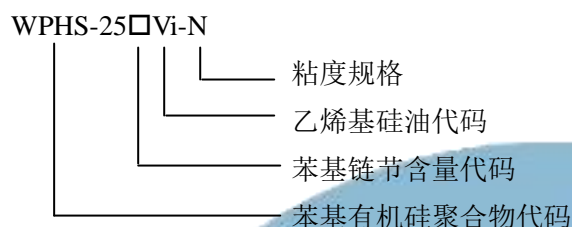
下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 3536-2008 石油产品闪点和燃点的测定克利夫兰开口杯法
- GB/T 4472-2011 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定
- GB/T 6678 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 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 10247-2008 粘度测量方法
- GB/T 28610-2020 甲基乙烯基硅橡胶
- T/FSI 059-2020 苯基硅橡胶生胶中苯基和乙烯基含量的测定—核磁共振法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 命名



苯基链节含量代码：“0”代表苯基摩尔含量2~30%，“5”代表苯基摩尔含量大于70%。

示例：粘度为4500 mPa s的苯基含量90%的甲基苯基乙烯基硅油为WPHS-255Vi-4500。

5 技术要求

甲基苯基乙烯基硅油应符合表1技术要求。

表1 技术要求

项 目	WPHS-250Vi型	WPHS-255Vi型
外观	无色或浅黄色透明液体	
粘度（25℃）/mPa s	1000~5000,10000~50000	1000~5000
密度（25℃）/（g/cm ³ ）	0.966~1.030	1.080-1.130
折光率（25℃）	1.409~1.465	1.520-1.550
挥发分（150℃，3h）/%	≤2.0	≤2.0
闪点（开口）/℃	≥245	≥300
苯基摩尔含量/%	2~30	>70
乙烯基质量分数（%）	0.1~2.5	0.1~2.5

注：粘度偏差控制在±10%以内，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 外观

在自然光下，取约50g试样置于无色透明广口试剂瓶中，目视观察。

6.2 粘度

按GB/T 10247-2008 粘度测量方法进行测定，测定的温度为25±0.1℃。

6.3 密度

按GB/T 4472-2011中规定的方法进行测定，测试温度为25±0.1℃。

6.4 折光率

按GB/T 6488规定的方法进行测定，测试温度为 $25\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

注： 25°C 时二次蒸馏水的折光率为1.3325。

6.5 挥发分

按 GB/T 28610-2020 附录 D 规定的方法进行测定。

6.6 闪点

按 GB/T 3536-2008 中规定的方法进行测定。

6.7 苯基摩尔含量

按照T/FSI 059-2020规定的方法进行测定，测试所用氘代试剂和苯基含量计算方法不同，详见附录A。

6.8 乙烯基质量含量

按照附录B中的测试方法进行测定。

7 检验规则

7.1 检验分类

甲基苯基乙烯基硅油检验分为出厂检验和型式检验。

7.2 出厂检验

甲基苯基乙烯基硅油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、粘度、折光率和挥发分。

7.3 型式检验

甲基苯基乙烯基硅油型式检验为本文件第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) 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。

7.4 抽样

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的产品为一批，每批不超过 5000kg。按 GB/T6678 和 GB/T6680 规定的方法采样，采样量不少于 1kg，分装于两个容器内，一份检验一份留样。

7.5 判定规则

所有检验项目均合格，则该批产品合格；若有任一项指标不符合，需重新自该批样品两倍量的包装单元数采样进行复检。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

8.1 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。

8.2 包装

8.2.1 产品采用清洁、干燥的铁桶包装，每件净含量 25kg、200kg 或根据用户要求包装。

8.2.2 每个包装件上应附有合格证。

8.3 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，应按照货物运输规定进行。

8.4 贮存

甲基苯基乙基硅油应贮存在阴凉、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)
苯基摩尔分数的测定

A.1 试剂：氘代丙酮(同位素)，含量 99.8 % ， 不含有 TMS。

注：氘代丙酮的溶剂峰 2.05，水峰是 2.84。

A.2 结果表述

含苯基链节的甲基苯基乙烯基硅油的计算方法

Ph (%) 按式 (A.1) 表示：

$$\text{Ph}(\%) = \frac{6S_p}{3S_p + 5S_m + 5S_v} \times 100 \quad \text{..... (A.1)}$$

式中：

Ph(%)——苯基摩尔分数，%；

S_p——苯基峰面积，取化学位移 δ = (6.80-8.00) 之间；

S_m——甲基峰面积，取化学位移 δ = (-0.50-0.70) 之间；

S_v——乙烯基峰面积，取化学位移 δ = (5.30-6.30) 之间

A.3 标准谱图数据

含苯基硅氧链节的甲基苯基乙烯基硅油可通过核磁共振氢谱图 1 鉴别。在化学位移 -0.50ppm~0.7ppm 处的甲基氢的特征峰，在化学位移 5.30ppm~6.30ppm 处的乙烯基的特征峰；在化学位移 6.80ppm~8.00ppm 处的苯基的特征峰。

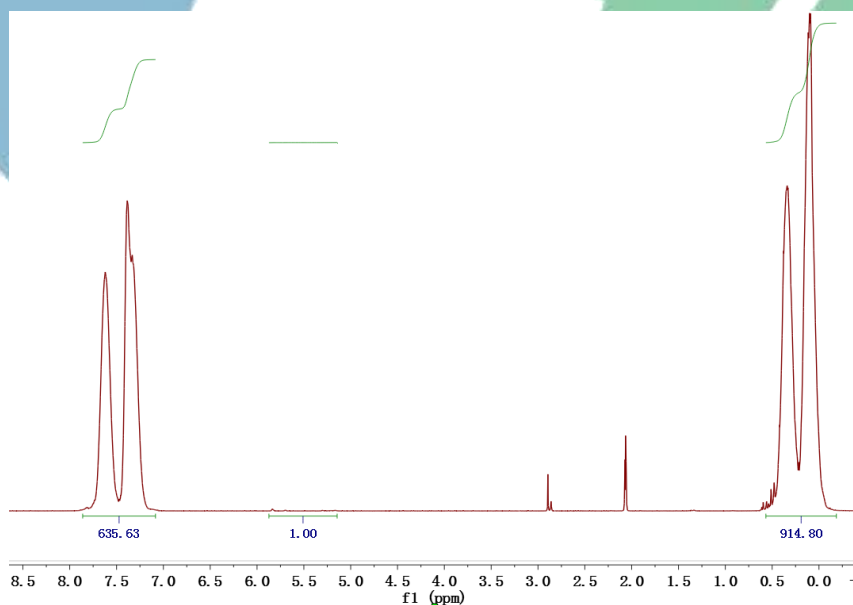


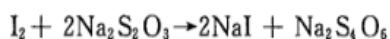
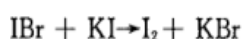
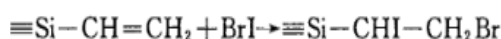
图 1 含苯基硅氧链节的甲基苯基乙烯基硅油的核磁共振氢谱图

附录 B
(规范性)
乙烯基质量分数的测定

B.1 方法提要

在过量溴化碘存在下，溴化碘与乙烯基加成反应，剩余的溴化碘再与碘化钾作用析出碘。析出的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

反应方程式为：



B.2 试剂和溶液

B.2.1 四氯化碳：分析纯。

B.2.2 溴化碘溶液配制：称取化学碘16.0g，置于1000mL圆底烧瓶中，再加入3.0mL化学纯溴，瓶口用表面皿盖好，置于电炉上微热至碘全溶（约3min），然后冷却至室温。用1000mL的四氯化碳冲洗圆底烧瓶，使溴化碘全溶于四氯化碳中，将该溶液置于棕色瓶中备用。

B.2.3 碘化钾溶液：10%。称取10g碘化钾溶于90mL水中。

B.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液：0.1mol/L。

B.2.5 淀粉指示剂：0.5%。称取0.5g淀粉，加5mL水使成糊状，在搅拌下将糊状物加到90mL沸腾水中，煮沸(1~2)min后冷却，稀释至100mL。使用期为2周。

B.3 测定步骤

称取试样(0.2~2.0)g于250mL碘量瓶中，加入40mL四氯化碳溶解，用移液管加入10mL溴化碘溶液，摇匀。避光反应1h，再加入50mL水和5mL碘化钾溶液。摇匀(2~3)min后，用0.1mol/L硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。滴定时必须剧烈摇动，当上层溶液呈黄色下层溶液呈现粉色时，加入2mL淀粉指示剂，用0.1mol/L硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色刚褪。用同样方法做空白试验。

B.4 结果计算

试样中乙烯基质量分数 X，数值以 (%) 表示，按式(A.2)进行计算：

$$X = \frac{C(V_0 - V_1) \times 27}{2 \times m \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (B.1)$$

式中：

C——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升 (mol /L)；

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——试样滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

27——（ $\text{CH}_2=\text{CH}-$ ）链接的相对分子质量。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次结果之差不大于 0.02%。



中国氟硅有机材料工业协会

团体标准

甲基苯基乙烯基硅油

T/FSI 153—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: 3.2 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