

T/ FSI 154—2024

ICS 71.100.40

CCS G 73

团 体 标 准

T/ FSI 154—2024

低环体含量聚醚改性硅油

polyether modified silicone fluid, low volatile-methylcyclsiloxane

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：杭州崇耀科技发展有限公司、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、江西蓝星星火有机硅有限公司。

本文件主要起草人：罗艳、杨金云、罗晓霞、陈敏剑、王聪、汪瑜华。

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。

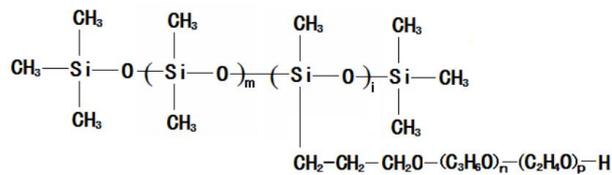
低环体含量聚醚改性硅油

1 范围

本文件规定了低环体含量聚醚改性硅油的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于采用聚醚与含硅氢基的聚二甲基硅氧烷接枝共聚而成的低环体含量聚醚改性硅油。

结构式如下：



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 3143 液体化学产品颜色测定法
- GB/T 5559 环氧乙烷型及环氧乙烷-环氧丙烷嵌段聚合型非离子表面活性剂 浊点的测定
- 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 液体化工产品采样通则
- GB/T 8170 数值修约与极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 10247-2008 粘度测量方法
- GB/T 22237 表面活性剂表面张力的测定

3 术语和定义

下列术语与定义适用于本文件。

3.1

低环体 Low volatile matter

包含挥发性的八甲基环四硅氧烷（D₄）、十甲基环五硅氧烷（D₅）和十二甲基环六硅氧烷（D₆）三类物质。

4 技术要求

低环体含量聚醚改性硅油的技术指标应符合表 1 要求。

表 1 低环体含量聚醚改性硅油技术指标

项目	指标
外观,25℃	无色至淡黄色透明液体
色度(Pt-co)Hazen ≤	120
粘度,25℃, mm ² /s	200~500
折光率 n _D ²⁵	1.440~1.460
表面张力 (0.1%), mN/m ≤	30
浊点/℃ ≥	90
八甲基环四硅氧烷 D ₄ 含量% ≤	0.10
十甲基环五硅氧烷 D ₅ 含量% ≤	0.10
十二甲基环六硅氧烷 D ₆ 含量% ≤	0.10

5 试验方法

5.1 外观的测定

取约100 g样品, 将样品放入清洁、干燥、无色透明的100 mL烧杯中, 置于自然光或日光灯下目测观察。测试温度为25 ℃±0.5 ℃。

5.2 色度的测定

按照GB/T 3143中规定的方法进行测定, 测试温度为25 ℃±0.5 ℃。

5.3 粘度的测定

按照GB/T 10247-2008中第2章(毛细管法—平氏粘度计)规定的方法进行测定, 测试温度为25 ℃±0.5 ℃。

5.4 折光率的测定

按GB/T 6488中规定的方法测定, 测试温度为25 ℃±0.5 ℃。

5.5 表面张力的测定

按照GB/T 22237中规定的方法测定, 测试温度为25 ℃±0.5 ℃。

5.6 浊点的测定

按GB/T 5559中规定的方法进行测定。在分析天平上称取1.00 g±0.02 g试样至100 mL容量瓶中(相当于1%溶液), 用去离子水稀释至100 mL刻度, 摇匀配制成测试溶液后进行测试。

5.7 低环体的测定

按照附录A的方法进行测定。

6 检验规则

6.1 检验分类

低环体含量聚醚改性硅油检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

低环体含量聚醚改性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：

- a) 外观
- b) 色度
- c) 粘度
- d) 折光率
- e) 表面张力
- f) 浊点

6.3 型式检验

低环体含量聚醚改性硅油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) 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) 材料、工艺等有较大改变，可能影响产品性能时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- e) 产品停产6个月以上恢复生产时；
- f) 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 10000 kg，按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 规定取样，每批随机抽产品 1kg。

6.5 判定规则

按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。

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、产品随行文件

7.1 标志

7.1.1 标志内容

7.1.1.1 产品与生产者标志

产品包装、说明书上标注的内容应至少包括以下内容：

- a) 产品名称、规格型号、主要成份等。
- b) 生产者名称、地址、联系方式等。

7.1.1.2 储运图示标志

产品储运标志应包括：生产批次、保质期、贮存条件、警示说明。宜包括使用说明且有“请勿倒置”等字样或图形。

7.1.2 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。

7.1.3 标志相关要求

标志应采用标签或二维码方式表示。

7.2 产品随行文件的要求

产品随行文件应提供产品出厂检测报告单、必要时应提供产品的安全技术说明书（MSDS）。

8 包装、运输和贮存

8.1 包装

低环体含量聚醚改性硅油应采用清洁、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。

8.2 运输

低环体含量聚醚改性硅油在运输、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。

8.3 贮存

低环体含量聚醚改性硅油应贮存在阴凉、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、贮存条件下，本产品自生产之日起，贮存期为2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)
低环体含量的测定

A.1 范围

本附录规定了聚醚改性硅油中D₄、D₅和D₆的含量测定。

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 正己烷: 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: 30 m×0.32 mm×0.25 μm;
- b) 色谱柱温度: 初始温度 50℃保持 3 min, 以 10℃/min 升到 250℃保持 8 min。
- c) 进样口温度: 250℃;
- d) 检测器的温度: 300℃;
- e) 载气: 氦气, 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 0.0001 g) 十二烷于 10 mL 容量瓶中, 加入正己烷定容, 移取 2.5 mL 该溶液于 250 mL 容量瓶中, 用正己烷定容, 最终配置成 100 mg/L 的十二烷正己烷溶液, 密闭(有效期为 1 周)。

A.5.2 标准溶液配制

称取 D₄、D₅、D₆ 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 1.0 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 100 ppm 的标准溶液, 密闭摇匀。

A. 5. 3 校正因子

用微量注射器抽取 1 μL 标准溶液至气相色谱检测, 结果按式 (1) 计算:

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

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, %;

A₁₂——正十二烷的峰面积;

A_i——配制溶液中各组分的峰面积;

C₁₂——正十二烷的理论值, %。

A. 5. 4 测试样品处理

称取 0.2 g~0.3 g (精确至 0.0001 g) 样品至 25 mL 容量瓶或 20 mL 顶空瓶中, 加入 10 mL 配制的萃取剂正己烷, 密闭, 放入振荡器中振荡 1 h, 振荡频率控制在 200 r/min±20 r/min, 振荡完成后静置 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 (若静置后出现分层混溶的情况, 可在离心机上以 3000 r/min, 离心 5 min, 再静置 30 min 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。

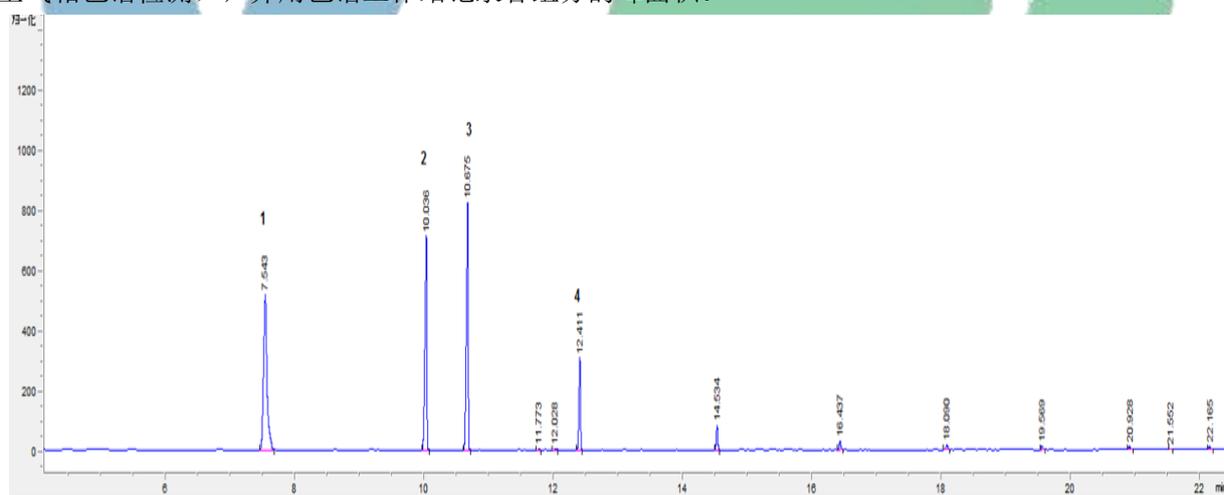


图 1 低挥发性聚醚改性硅油在 HP-5 的典型色谱图

标引序号说明:

1——八甲基四硅氧烷(D₄)

2——十甲基五硅氧烷(D₅)

3——正十二烷(C₁₂)

4——十二甲基硅氧烷(D₆)

A.6 分析结果表述

各组分的质量分数，按公式（2）计算：

$$W_i = \frac{A_i \times C_{12} \times V \times RF_i \times 10^{-6}}{A_{12} \times m_{\text{样}}} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中：

W_i —— D_4 、 D_5 和 D_6 的质量分数，%；

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，单位为毫克每升（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，%

$m_{\text{样}}$ ——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

低环体含量聚醚改性硅油

T/FSI 154—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: 3.4 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