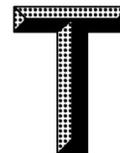


ICS 83.040
CCS G 32



团 体 标 准

T/FSI 167—2024

二甲基羟基硅油

Hydroxy-terminated polydimethylsiloxane

2024-12-30 发布

2025-01-31 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发布
中国标准出版社 出版

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 分类与命名	1
5 技术要求	2
6 试验方法	2
7 检验规则	3
8 标志、包装、运输和贮存	3
附录A(规范性) 量气法测定羟基含量	5
附录B(规范性) 反应气相色谱法测定羟基含量	7
附录C(规范性) 挥发分的测定	11

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：浙江正和硅材料有限公司、山东东岳有机硅材料股份有限公司、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。

本文件主要起草人：方炜、余阳荣、伊港、刘芳铭、陈敏剑、孙江、毛新星。

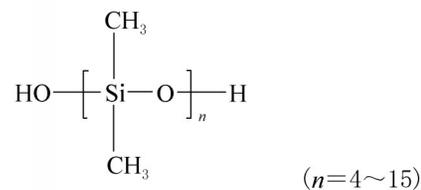
二甲基羟基硅油

1 范围

本文件规定了二甲基羟基硅油的分类与命名、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以二甲基硅氧烷混合环体为原料,经过催化、封端等过程制得或以二甲基二氯硅烷水解制得的适用于硅橡胶生产的低黏度羟基封端的聚二甲基硅氧烷。

二甲基羟基硅油的结构式如下:



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。

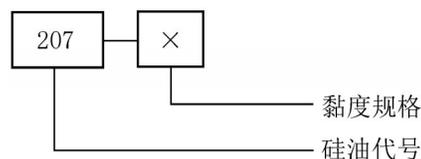
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定
- GB/T 6678 化工产品采用总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 10247—2008 粘度测量方法
- GB/T 19188 天然生胶和合成生胶贮存指南

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类与命名

二甲基羟基硅油型号由硅油代号和黏度规格两部分组成。



示例：运动黏度 35.0 mm²/s~45.0 mm²/s 的二甲基羟基硅油型号为：207-40。

5 技术要求

二甲基羟基硅油应符合表 1 的技术要求。

表 1 二甲基羟基硅油的技术要求

项目	207-30	207-40
外观	无色透明液体	
黏度(25℃)/(mm ² /s)	25.0~35.0	35.0~45.0
羟基含量/%	≥9.0	3.5~4.5
挥发分(70℃,2h)/%	≤10.0	≤5.0
折光率 n_D^{25}	1.400 0~1.410 0	

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标准。

本文件所采用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

本文件中除另有规定外,所用制剂及制品,均按 GB/T 603 的规定制备。

6.2 外观的测定

在自然光下,取约 50 g 试样置于无色透明广口试剂瓶中,目视观察。

6.3 黏度的测定

黏度按 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℃。

6.4 羟基含量的测定

6.4.1 量气法(仲裁法)

羟基含量按附录 A 规定的方法测定。

6.4.2 反应气相色谱法

羟基含量按附录 B 规定的方法测定。

6.5 挥发分的测定

挥发分按附录 C 规定的方法测定。

6.6 折光率的测定

折光率按 GB/T 6488 规定的方法进行测定,测定温度为 25℃。

7 检验规则

7.1 检验分类

二甲基羟基硅油的检验分为出厂检验和型式检验。

7.2 检验项目

7.2.1 出厂检验

二甲基羟基硅油应经生产厂的质量检验部门按本文件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) 黏度；
- c) 羟基含量；
- d) 挥发分。

7.2.2 型式检验

二甲基羟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，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1年进行1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) 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型式检验要求时。

7.3 组批和抽样

按生产方式的不同分为间歇法和连续法。间歇法生产的产品以相同原料、相同配比、相同工艺条件下，同一反应釜生产的产品为一批；连续法生产的产品以相同原料、相同配比、相同工艺条件下，同一生产线每班生产的产品为一批。

采样单元以包装桶计。按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 中规定的采样技术确定采样单元数和采样方法。

7.4 判定规则

7.4.1 型式检验项目，全项通过检验为合格。

7.4.2 出厂检验项目，全项通过为检验合格；若某项不能通过检验，应重新自该批样品两倍量的包装单元数采样复检，全项通过，该批合格；复检结果若仍有任意一项不能通过时，则该批产品不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

包装件上应有清晰、牢固的标志，至少有如下内容：

- a) 生产厂商标；

- b) 本文件的编号；
- c) 产品名称；
- d) 生产厂名称；
- e) 批号；
- f) 净重；
- g) 生产日期；
- h) 生产厂地址。

8.2 包装

产品采用清洁、干燥密封良好的容器。

每个包装件上应附有合格证。

每一批产品都应附有一份质量检验报告。质量检验报告中应至少包括如下内容：生产厂名、产品名称、批号、标准编号、各检验项目检测值、产品的类型。

8.3 运输

产品按非危险品运输，运输中应注意防雨、防潮和防晒。

8.4 贮存

产品贮存按 GB/T 19188 规定进行，同时在贮存过程中不应与酸、碱等腐蚀性物品混放。

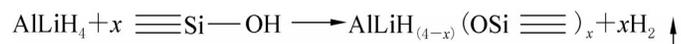
产品保质期为 12 个月。超过保质期可按本文件的规定重新检验，如符合质量要求仍可使用。

附 录 A
(规范性)
量气法测定羟基含量

A.1 方法提要

羟基与氢化锂铝反应生成氢气,通过测定反应过程中生成的氢气的体积,可以计算出参与反应的羟基的含量。

反应方程式为:



A.2 试剂

A.2.1 氢化锂铝:分析纯。

A.2.2 二乙二醇二甲醚:分析纯。

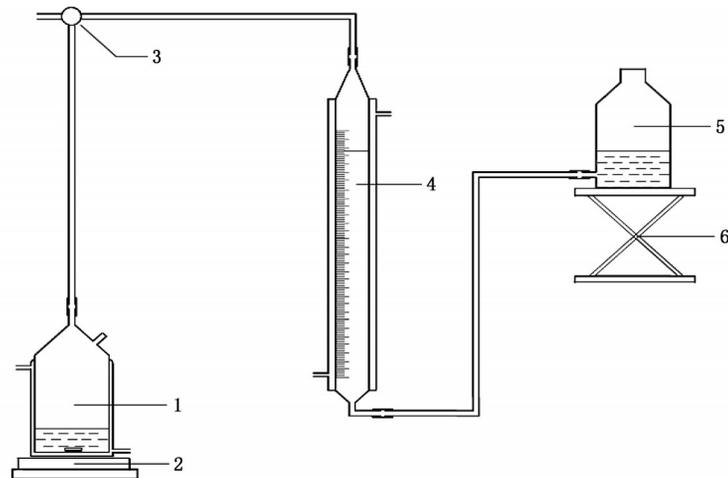
A.3 仪器

A.3.1 注射器:0.25 mL。

A.3.2 分析天平:感量0.000 1 g。

A.4 装置

量气法装置示意图如图 A.1 所示。



标引序号说明:

1——带夹套反应瓶;

2——电磁搅拌器;

3——三通阀;

4——带夹套的量气管;

5——平衡瓶(内装 10cSt 二甲基硅油);

6——升降台。

图 A.1 量气法装置示意图

A.5 操作步骤

A.5.1 在反应瓶中加入 20 mL 乙二醇二甲醚,再加入 0.5 g 左右氢化锂铝,开动电磁搅拌器,搅拌均匀。同时开启反应瓶和量气管夹套循环水,记录循环水温度 t 。

A.5.2 验证试验装置气密性。盖紧进样口,转动三通阀,使反应瓶和量气管处于连通状态,观察量气管液面刻度,3 min 内量气管气体增长不超过 0.5 mL 方可进行测试。

A.5.3 转动三通阀,使反应瓶和量气管处于放空状态,调整平衡瓶高度,使平衡瓶内液面高度与量气管中液面高度一致,记录下此时量气管初始读数 V_1 。

A.5.4 转动三通阀,关闭放空,连通反应瓶和量气管。用注射器吸取 0.15 mL 样品,用滤纸擦干净注射器针头,将样品注入反应瓶中。

A.5.5 通过称量进样前和进样后注射器的质量,记录注入反应瓶的样品的质量 m 。

A.5.6 样品注入反应瓶后,搅拌反应 10 min 后,调整平衡瓶使平衡瓶液位与量气管液位相平,即在系统与大气压平衡条件下,记录反应生成气体的体积 V 。

A.6 计算

试样中羟基含量的质量百分数 X ,按式(A.1)计算:

$$X = \frac{(V - V_1) \times p \times 17}{R \times (273 + t) \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

X ——羟基质量分数;

V ——量气管量出的氢气体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——测试前量气管的初始读数,单位为毫升(mL);

p ——测定时的大气压力,单位为帕斯卡(Pa);

t ——量气管夹套循环水的温度,单位为摄氏度(°C);

m ——样品的质量,单位为克(g);

R —— $8.314 \times 10^6 \text{ Pa} \cdot \text{cm}^3 / (\text{mol} \cdot \text{K})$,克拉伯龙方程常数。

A.7 允许差

两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.2%,取其算术平均值为测定结果。

附录 B

(规范性)

反应气相色谱法测定羟基含量

B.1 方法提要

二甲基羟基硅油中的羟基可与甲基碘化镁反应生成甲烷,通过顶空进样器和气相色谱仪测量出甲烷的生成量,以此推导出羟基含量。

B.2 仪器

B.2.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器(FID)的气相色谱仪,整机的灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的要求。

B.2.2 顶空进样器:全自动平衡顶空分析装置,应能保持样品瓶处于稳定温度($40\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$),并且能将样品瓶顶部代表性气体准确地导入配有毛细管柱的气相色谱仪中。

B.2.3 色谱柱:HP-PLOT 分子筛毛细管柱, $30\text{ m}\times 0.53\text{ mm}\times 25\text{ }\mu\text{m}$ 或达到同等分离效果色谱柱。

B.2.4 顶空瓶:顶空进样器配套的 20mL 玻璃瓶,采用涂有聚四氟乙烯的橡胶隔垫和金属密封盖。

B.2.5 分析天平:感量 0.000 1 g。

B.2.6 注射器:2.5 mL。

B.2.7 微量注射器:100 μL 。

B.3 试剂

B.3.1 四氢呋喃:分析纯或色谱纯,推荐使用色谱纯。

B.3.2 格氏试剂:3.0 mol/L 的甲基碘化镁(CH_3MgI)乙醚溶液。

B.3.3 二苯基硅二醇:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

B.3.4 分子筛:4A 分子筛。

B.3.5 甲烷:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

B.3.6 高纯氮气:体积分数 $> 99.99\%$ 。

B.3.7 高纯氢气:体积分数 $> 99.99\%$ 。

B.4 四氢呋喃干燥

将干燥后的 4A 分子筛加入四氢呋喃中,密封,静置 48 h 后,上层清液备用。

B.5 甲苯干燥与反应液配制

B.5.1 甲苯干燥:在甲苯中加入氢化钙,除去甲苯中水分,静置 48 h,上层清液备用。

B.5.2 反应液配制:用干燥的甲苯将格氏试剂稀释 10 倍,摇匀。该反应液现用现配。

B.6 标准曲线的绘制

B.6.1 标准样品配制

以二苯基硅二醇(羟基含量 15.72%)为标准品,按表 B.1 分别配制标准样品 1~标准样品 4。称取二

苯基硅二醇于顶空瓶中,将顶空瓶封好盖,用注射器注入2.0 mL反应液,摇匀后静置10 min。

表 B.1 不同羟基含量标准样品

标准样品编号	二苯基硅二醇/mg	羟基质量/mg
标准样品 2	44.5	7.0
标准样品 3	50.9	8.0
标准样品 4	57.3	9.0
标准样品 1	63.6	10.0

B.6.2 标准样品空白制备

将顶空瓶封好盖,用注射器注入2.0 mL反应液,摇匀后静置10 min。平行制作三个空白样品。

B.6.3 仪器条件

B.6.3.1 气相色谱仪条件

气相色谱仪条件见表B.2。

表 B.2 气相色谱仪条件

进样口温度/°C	150
柱箱温度/°C	50,保持10 min
检测器(FID)温度/°C	200
载气流速/(mL/min)	1.6
分流比	99:1

B.6.3.2 顶空进样器条件

顶空进样器条件见表B.3。

表 B.3 顶空进样器条件

样品加热温度/°C	40
定量环温度/°C	50
传输线温度/°C	100
顶空瓶平衡压力/psi ¹⁾	15
样品瓶平衡时间/min	10
进样量/mL	1.0

1) 1 psi=6.894 76 kPa。

B.6.4 标准样品羟基质量的测定

将配制好的空白和标样依次放入顶空进样器中,按照B.6.3所述的仪器条件进行测试,测试结果应扣除三个空白样品平均值。二甲基羟基硅油与甲基碘化镁反应产物甲烷典型色谱图如图B.1所示。

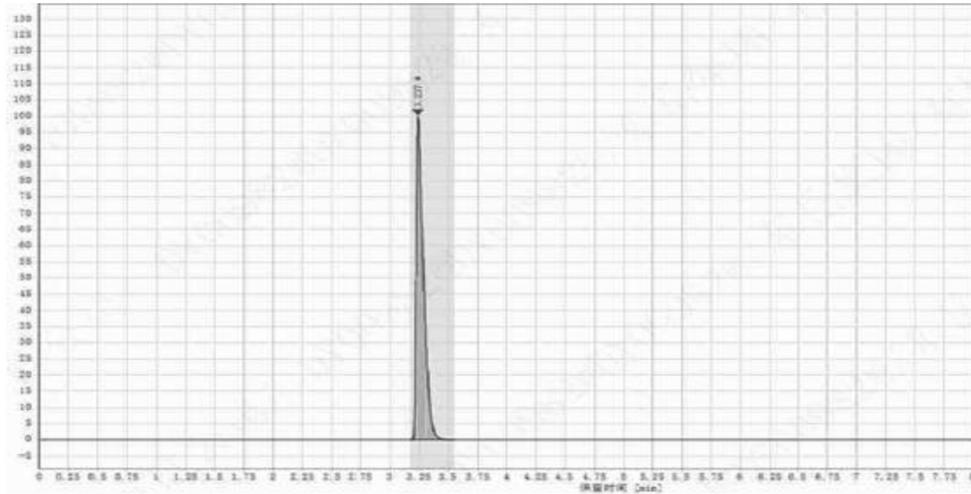


图 B.1 二甲基羟基硅油与甲基碘化镁反应产物甲烷典型色谱图

B.6.5 标准曲线

采用B.6.3所述的仪器条件测定标准样品的甲烷峰面积,采用标准样品的羟基质量。将标准样品对应的甲烷峰面积与羟基质量建立标准曲线(标准曲线的决定系数 $R^2 > 0.99$),实验证明甲烷峰面积与羟基质量为线性关系(如图B.2所示)。

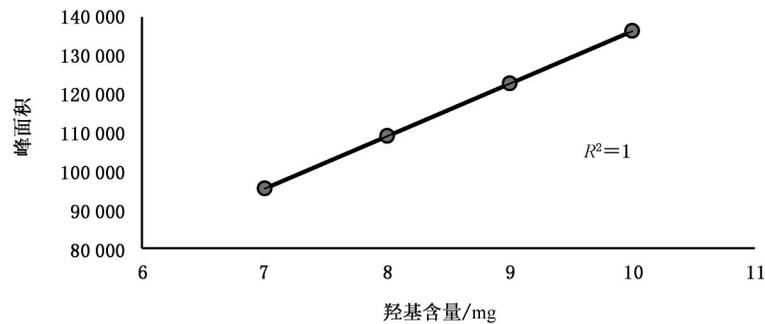


图 B.2 羟基含量与峰面积

羟基的质量按式(B.1)计算:

$$y = ax + b \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- y ——甲烷峰面积;
- a ——常数,标准曲线斜率;
- b ——常数,标准曲线截距;
- x ——羟基的质量,单位为毫克(mg)。

B.7 样品测试

B.7.1 将顶空瓶封好,用注射器注入 2.0 mL 反应液,摇匀后静置 10 min,平行制作三个空白样品。按照 B.6.3 仪器条件测试,空白取平均值。

B.7.2 将顶空瓶封好,用微量注射器注入 100 μ L 待测二甲基羟基硅油样品,称量加入样品前后质量变化,得出羟基硅油的加入量 m ,再用注射器注入 2.0 mL 反应液,摇匀后静置 10 min。按照 B.6.3 仪器条件测试,测试结果需扣除空白平均值,得到峰面积 y 。

B.8 羟基含量的计算

通过标准曲线计算待测样品峰面积 y 对应的羟基质量 x 。

二甲基羟基硅油中羟基含量的质量百分数按式(B.2)计算。

$$\alpha_{\text{OH}} = \frac{x}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{ B.2 })$$

式中:

α_{OH} ——羟基含量(质量分数);

x ——羟基的质量,单位为毫克(mg);

m ——羟基硅油的质量,单位为毫克(mg)。

B.9 允许差

同一样品重复两次测试结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

附 录 C
(规范性)
挥发分的测定

C.1 仪器设备

- C.1.1 分析天平:感量0.000 1 g。
C.1.2 电热干燥箱:控温精度±2℃,不鼓风。
C.1.3 铝质称量皿:内径50 mm±2 mm,高15 mm±1 mm。
C.1.4 干燥器。

C.2 测定步骤

将已恒重的称量皿放入分析天平中称量。然后加入待测样品1 g±0.01 g(精确至0.000 1 g),置于称量皿中,并称得总质量。将装有试样的称量皿放入(70±2)℃电热干燥箱中,不鼓风加热2 h(在打开干燥箱门放入称量皿后干燥箱的温度会有所下降,应待温度回到70℃时开始计时)。取出后将称量皿放入干燥器中冷却至室温,称量。

C.3 结果表述

挥发分的质量分数,按式(C.1)计算:

$$\omega = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- ω ——试样挥发分(质量分数);
 m_1 ——称量皿的质量的数值,单位为克(g);
 m_2 ——烘前试样与称量皿的质量的数值,单位为克(g);
 m_3 ——烘后试样与称量皿的质量的数值,单位为克(g)。

C.4 允许差

两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.1%,取其算术平均值为测定结果。