

ICS 83.040
CCS G 32



团 体 标 准

T/FSI 168—2024

乙烯基羟基硅油

Methylvinyl dimethylsiloxane hydroxy terminated

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 产品型号	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	4
附录A(规范性) 量气法测定羟基含量	5
附录B(规范性) 乙烯基含量的测定	7
附录C(规范性) 挥发分的测定	9

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、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：余阳荣、毛新星、刘芳铭、陈敏剑、魏家勇。

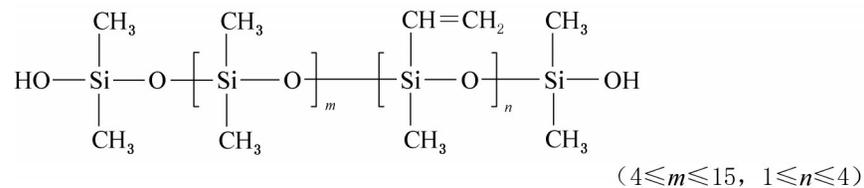
乙烯基羟基硅油

1 范围

本文件规定了乙烯基羟基硅油的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于羟基封端,侧链含乙烯基的适用于硅橡胶加工用的低黏度聚二甲基甲基乙烯基硅氧烷。

乙烯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。

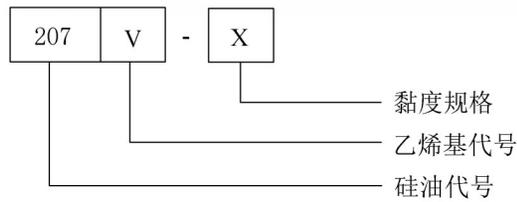
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定
- GB/T 6678 化工产品采用总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 10247—2008 粘度测量方法
- GB/T 19188 天然生胶和合成生胶贮存指南

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 产品型号

乙烯基羟基硅油型号由硅油代号和黏度规格两部分组成。



示例: 乙烯基含量 2.30%~2.70% 的乙烯基硅油型号为: 207V-2.5。

5 技术要求

乙烯基硅油应符合表 1 的技术要求。

表 1 乙烯基硅油的技术要求

项目	207V-1	207V-2.5	207V-5	207V-10
外观	无色透明液体			
黏度(25℃)/(mm ² /s)	25.0~40.0			
羟基含量/%	≥8.0			
乙烯基含量/%	0.90~1.10	2.30~2.70	4.50~5.50	9.0~11.0
挥发分(70℃, 2h)/%	≤10			
折光率 n_D^{25}	1.400 0~1.410 0	1.405 0~1.415 0	1.410 0~1.420 0	1.415 0~1.425 0

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件按照 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

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 第 2 章规定的方法使用平氏黏度计进行测定。

6.4 羟基含量的测定

羟基含量按附录 A 规定的方法测定。

6.5 乙烯基含量的测定

乙烯基含量按附录 B 规定的方法测定。

6.6 挥发分的测定

挥发分按附录 C 规定的方法测定。

6.7 折光率的测定

折光率按 GB/T 6488 规定的方法在 25℃ 下进行测定。

7 检验规则

7.1 检验分类

乙烯基羟基硅油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

乙烯基羟基硅油需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) 乙烯基含量；
- d) 羟基含量；
- e) 挥发分。

7.2.2 型式检验

乙烯基羟基硅油型式检验为第 4 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验时；
- b) 正常生产时，定期或积累一定产量后，应周期性每一年进行一次；
- 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

以相同原料、相同配比、相同工艺条件下，同一反应釜的产品为一批。

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，全项通过检验为合格；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) 毛重;
- g) 净重;
- h) 生产日期;
- i) 生产厂地址。

8.2 包装

产品采用清洁、干燥密封良好的容器中。

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 的规定进行,同时在贮存过程中不应与酸、碱等腐蚀性药品混放。

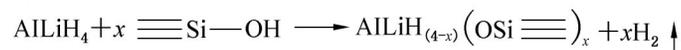
产品保质期为 12 个月。超过保质期可按本文件的规定重新检验,如符合质量要求仍可使用。

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。

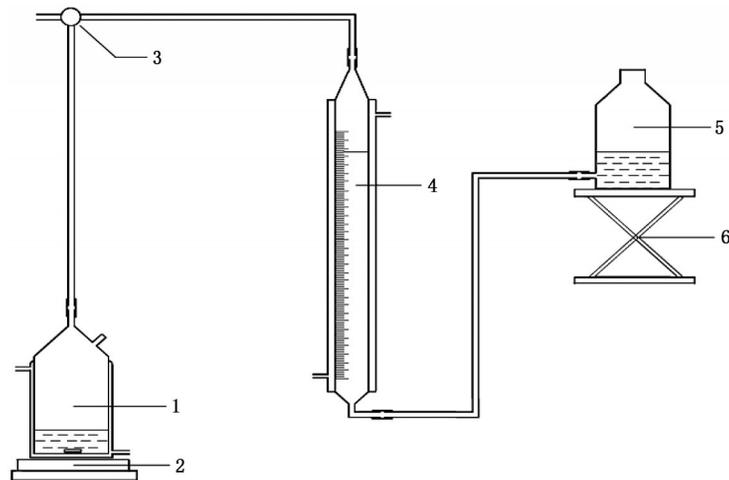
A.3 仪器

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

量气法装置示意图见图 A.1。



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 w_x ,按式(A.1)计算:

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

式中:

w_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(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 —— 8.314×10^6 Pa·cm³/(mol·K),克拉伯龙方程常数。

A.7 允许差

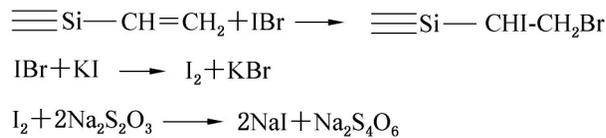
两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.2%,取其算术平均值为测定结果。

附 录 B
(规范性)
乙烯基含量的测定

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溶液滴定。

反应方程式为:

**B.2 仪器设备**

B.2.1 量筒:50 mL。

B.2.2 分析天平:感量0.000 1 g。

B.3 试剂和溶液

B.3.1 四氯化碳:分析纯。

B.3.2 溴化碘溶液:称取分析纯碘16.0 g,置于1 000 mL圆底烧瓶中,再加入3.0 mL分析纯溴,瓶口用表面皿盖好,置于电炉上微热至碘全溶,然后冷却至室温。用1 000 mL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.3.3 碘化钾溶液:质量分数为10%。称取10 g碘化钾溶于90 mL水中。

B.3.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液:0.1 mol/L。按GB/T 601的规定进行配制和标定。

B.3.5 淀粉指示液:质量分数为0.5%。称取0.5 g淀粉,加入5 mL水使之成糊状,在搅拌下将糊状物加到90 mL沸水中,煮沸1 min~2 min后冷却,稀释至100 mL。使用时配制。

B.3.6 碘酸钾溶液:质量分数为4%。称取4 g碘酸钾溶于96 mL水中。

B.4 实验步骤

称取0.1 g~0.5 g(精确值0.000 1 g)的样品于250 mL碘量瓶中,加入40 mL四氯化碳,摇匀,使样品全溶,用移液管加入10 mL溴化碘,摇匀。在暗处放置1 h后,加入50 mL水和5 mL碘化钾溶液。摇动2 min~3 min后,用0.1 mol/L硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。滴定时应剧烈摇动,当上层溶液呈淡黄色下层溶液呈淡粉色时,加入2 mL淀粉指示液,用0.1 mol/L硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色刚褪,然后加入5 mL碘酸钾溶液,若返现蓝色则再滴定至蓝色刚消失为终点。

用同样方法做空白实验。

B.5 计算

试样中乙烯基质量百分数 w_x ,按式(B.1)计算:

$$w_x = \frac{\frac{1}{2}c(V_1 - V_2) \times 27.04}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- w_x —— 乙烯基含量(质量分数)；
- c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；
- V_1 —— 空白实验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)；
- V_2 —— 试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)；
- m —— 试样质量,单位为克(g)；
- 27.04 —— 乙烯基基团(-CH=CH₂)的相对分子质量。

B.6 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 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。