



团 体 标 准

T/FSI 173—2024

二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷

Di-tert-butoxy diacetoxy silane

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 技术要求	2
5 试验方法	2
6 检验规则	6
7 标志	6
8 包装、运输和贮存	6
参考文献	8

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：湖北新蓝天新材料股份有限公司、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：冯琼华、王成、谢鹏、陈敏剑、肖俊平。

二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷

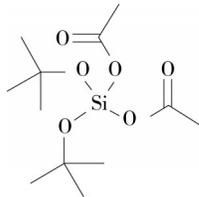
警告——使用本文件的人员应熟悉实验室的常规操作。本文件未涉及与使用有关的安全问题。使用者有责任建立适宜的安全和健康措施并确保首先符合国家的相关规定。

1 范围

本文件规定了二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于四氯化硅、醋酸酐、叔丁醇等原料合成制得的二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷。该产品主要用于酸型室温硫化硅橡胶偶联剂用。

结构式：



分子式： $C_{12}H_{24}O_6Si$

CAS 号：13170-23-5

相对分子质量：292.40(按 2022 年国际相对原子质量)

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 3050—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)
- 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 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—2008 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

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

4.1 外观要求

无色至淡黄色透明液体。

4.2 技术要求

二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术指标

项目	指标	
	优等品	合格品
色度(Pt-Co)/号	≤20	≤50
密度, 20 °C/(g/cm ³)	1.023~1.033	
折光率 n_D^{25}	1.391 7~1.414 7	
二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷含量(GC)/%	≥95.0	≥90.0
二、三聚体含量(GC)/%	≤2.5	≤5.0
有效成分/%	≥97.5	≥95.0
可水解氯/(mg/kg)	≤50	

5 试验方法

警告:试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

除非另有说明,分析中所用标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备,分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

本文件中试验数据的表示方法和修约规则应符合 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法的有关规定。

5.2 外观的测定

日光灯或自然光下透视观察。

5.3 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行测定。

5.4 密度的测定

按 GB/T 4472—2011 中 4.3.3 密度计法的规定进行测定。

5.5 折光率的测定

按 GB/T 6488 规定的方法执行,测定温度为 25℃。

5.6 二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷、二、三聚体含量及有效成分的测定

5.6.1 原理

用气相色谱法,在选定的工作条件下,使样品汽化后经色谱柱得到分离,用氢火焰离子化检测器,采用面积归一法定量。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 载气:氮气,体积分数 $\geq 99.99\%$,经硅胶和分子筛净化。

5.6.2.2 燃气:氢气,体积分数 $\geq 99.99\%$,经硅胶和分子筛净化。

5.6.2.3 助燃气:压缩空气,经硅胶和分子筛净化。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 气相色谱仪:配有分流装置及氢火焰离子检测器的任何型号的气相色谱仪。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。

5.6.3.2 色谱工作站或数据处理机。

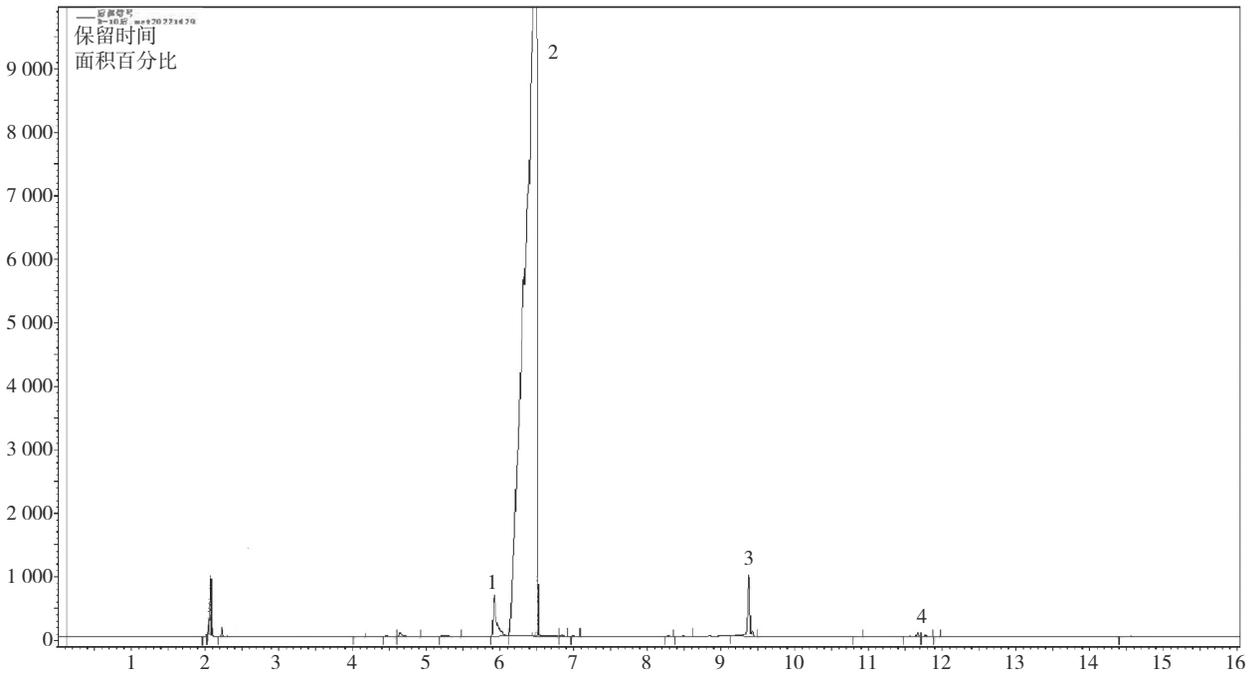
5.6.3.3 微量注射器:1 μL 或 10 μL 。

5.6.4 色谱柱及典型操作条件

本文件推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2,典型色谱图见图 1。能达到同等分离程度的其他毛细管柱及操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱和典型操作条件

项目	参数
色谱柱固定液	5% 苯基+95% 聚二甲基硅氧烷或 100% 聚二甲基硅氧烷
色谱柱规格	30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm
载气	氮气
燃气	氢气,流量:30 mL/min
助燃气	空气,流量:300 mL/min
分流比	20:1
柱温/℃	初始温度 105℃,停留时间 2 min,以 20℃/min 升温到 260℃,保持 7 min
汽化温度/℃	300
检测温度/℃	300
进样量/ μL	0.2



标引序号说明：

- 1——一取代(叔丁氧基三乙酰氧基硅烷)；
- 2——二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷；
- 3——二聚体；
- 4——三聚体。

图1 二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷典型气相色谱图

5.6.5 取样

采样用取样瓶应清洁干燥,取样时宜尽量避免与空气接触,取样结束后应立即加盖密封保存。

5.6.6 分析步骤

色谱仪启动后进行必要的调节,以达到表2的色谱操作条件或其他适宜条件,当色谱仪达到设定的操作条件并稳定后,进行样品的测定,用色谱数据处理机或色谱工作站记录各组分的峰面积。

5.6.7 计算方法

5.6.7.1 二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷含量、一取代含量、二聚体含量、三聚体含量的计算

二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷含量、一取代含量、二聚体含量、三聚体含量分别以质量分数 w_1 、 w_2 、 w_3 、 w_4 表示,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- A_i ——二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷中的各组分的峰面积；
- $\sum A_i$ ——二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷中全部组分的峰面积之和。

5.6.7.2 二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷含量的计算

二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷含量以质量分数 w_5 表示,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_5 = w_1 + w_2 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

w_1 ——二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷质量分数，%；

w_2 ——一取代质量分数，%。

5.6.7.3 二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷二、三聚体含量的计算

二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷二、三聚体含量以质量分数 w_6 表示，数值以 % 表示，按式(3)计算：

$$w_6 = w_3 + w_4 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

w_3 ——二聚体质量分数，%；

w_4 ——三聚体质量分数，%。

5.6.7.4 二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷有效成分的计算

二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷有效成分以质量分数 w_7 表示，数值以 % 表示，按式(4)计算：

$$w_7 = w_1 + w_2 + w_3 + w_4 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

w_1 ——二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷质量分数，%；

w_2 ——一取代质量分数，%；

w_3 ——二聚体质量分数，%；

w_4 ——三聚体质量分数，%。

5.6.8 允许差

二叔丁氧基二乙酰氧基硅烷含量两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.3%，一取代含量、二聚体含量、三聚体含量两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.02%，取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.7 可水解氯的测定

5.7.1 试剂

5.7.1.1 乙醇。

5.7.1.2 硝酸。

5.7.2 分析步骤

称取 10 g~20 g 样品(精确至 0.01 g)，置于 150 mL 烧杯中，加入约 70 mL 乙醇-水溶液(1+1)，将烧杯放置于电位滴定仪实验台上，开启搅拌，然后滴加 1 mL 硝酸-水溶液(1+1)，搅拌至待测液体内无气泡产生。其余按 GB/T 3050—2000 的规定进行测定。

5.7.3 允许差

两个平行测定值的绝对值不大于 10 mg/kg，取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 出厂检验

表 1 规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 组批规则

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的产品为一检验组批。

6.3 判定规则

所有检验项目合格,则产品合格;若出现不合格项,应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

7.1 标志内容

7.1.1 产品与生产者标志

产品或者包装、说明书上标注的内容应包括以下几方面。

a) 产品的自身属性

内容包括:产品的名称、产地、规格型号、等级、成分含量、所执行标准的代号、编号、名称等。

b) 生产者相关信息

内容包括:生产者的名称、地址、联系方式等。

c) 注意和提示事项

内容包括:生产日期、保质期、贮存条件、使用说明、警示标志或中文警示说明等。

7.1.2 储运图示标志

“小心轻放”“请勿倒置”和“防水”等字样或图形。

7.2 标志的表示方法

使用标签等方式。

7.3 标志相关要求

标志相关要求可参见 GB/T 191、GB/T 6388、GB 15258。

8 包装、运输和贮存

8.1 包装

本产品采用内涂铁桶包装,每件净含量按用户要求确定。也可根据用户要求采取其他包装方式。

8.2 运输

本产品运输、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,应按照危险化学品

品运输规定进行。

8.3 贮存

本产品应贮存在阴凉、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1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。

参 考 文 献

- [1] GB/T 191 包装储运图示标志
 - [2] GB/T 6388 运输包装收发货标志
 - [3] GB 15258 化学品安全标签编写规定
-