



中华人民共和国国家标准

GB/T 20436—2006

二甲基硅氧烷混合环体

Dimethylsiloxane cyclics mixture



2006-01-23 发布

2006-11-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

二甲基硅氧烷混合环体

GB/T 20436—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2006年11月第一版 2006年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-28292 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC63/SC2)归口。

本标准起草单位:蓝星化工新材料股份有限公司江西星火有机硅厂。

本标准主要起草人:郑重、何靖、聂长虹、刘雪梅。

本标准为首次制定。

二甲基硅氧烷混合环体

1 范围

本标准规定了二甲基硅氧烷混合环体的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于以二甲基二氯硅烷为原料经盐酸水解、裂解所制得的二甲基硅氧烷混合环体,二甲基硅氧烷混合环体由六甲基环三硅氧烷、八甲基环四硅氧烷、十甲基环五硅氧烷及十二甲基环六硅氧烷等组分(本标准简称为总环体)构成。

分子式: $[(CH_3)_2SiO]_n$, $n=3\sim6$

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位—铂-钴色号)

GB/T 6488 化工产品折光率测定法

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,eqv ISO 3696:1987)

GB/T 14827 有机化工产品酸度、碱度的测定方法 容量法

3 要求

3.1 外观:无色透明油状液体。

3.2 二甲基硅氧烷混合环体的质量应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 10
折光率 n_D^{20}	1.396 0~1.397 0
总环体质量分数/%	≥ 99.50
六甲基二硅氧烷质量分数/%	≤ 0.01
酸(以 HCl 计)的质量分数/%	≤ 0.001

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

4.2 外观

于 50 mL 具塞比色管中,加入液态实验室样品,在日光灯光或日光下轴向目测。

4.3 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行测定。

4.4 折光率的测定

按 GB/T 6488 的规定进行测定。试验温度为 $20^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

4.5 总环体含量和六甲基二硅氧烷含量的测定

4.5.1 方法提要

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,用火焰离子化检测器检测,采用面积归一化法定量。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 氢气:体积分数大于 99.99%;

4.5.2.2 压缩空气:经硅胶及 5A 分子筛干燥净化;

4.5.2.3 高纯氮气:体积分数大于 99.99%。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 气相色谱仪:配有分流装置及火焰离子化检测器,检测限小于等于 3×10^{-12} g/s(样品:联苯);

4.5.3.2 色谱工作站或数据处理机;

4.5.3.3 微量注射器:1 μL 。

4.5.4 色谱柱及典型操作条件

本标准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非极性、弱极性和中等极性的二甲基硅氧烷类毛细管色谱柱及操作条件均可使用。各组分的相对保留值见表 3。

表 2 色谱柱及典型操作条件

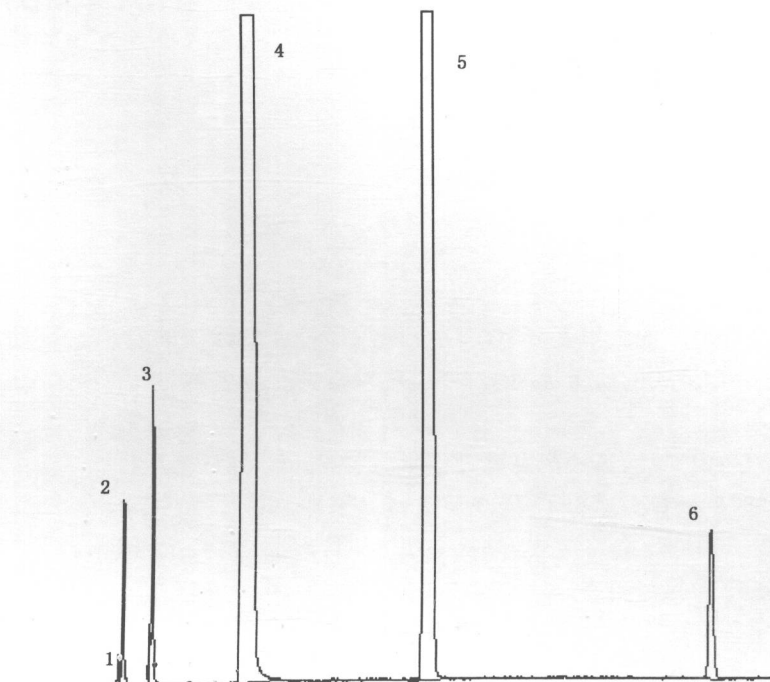
色 谱 柱	100%二甲基聚硅氧烷,30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm
载气	氮气
载气线速/(cm/s)	41
分流比	50:1
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	初始温度 120 $^{\circ}\text{C}$,保持 2 min,升温速率 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,终温 190 $^{\circ}\text{C}$
汽化温度/ $^{\circ}\text{C}$	260
检测温度/ $^{\circ}\text{C}$	280
进样量/ μL	0.2

表 3 组分的相对保留值

峰 序	组 分	相对保留值
1	未知物	0.65
2	六甲基二硅氧烷	0.67
3	六甲基环三硅氧烷	0.75
4	八甲基环四硅氧烷	1.00
5	十甲基环五硅氧烷	1.42
6	十二甲基环六硅氧烷	2.03

4.5.5 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,进行试样的测定。用色谱数据处理机或色谱工作站记录各组分的峰面积。



- 1——未知物;
2——六甲基二硅氧烷;
3——六甲基环三硅氧烷;
4——八甲基环四硅氧烷;
5——十甲基环五硅氧烷;
6——十二甲基环六硅氧烷。

图 1 二甲基硅氧烷混合环体在 100%二甲基聚硅氧烷毛细管柱上的典型色谱图

4.5.6 结果计算

总环体或六甲基二硅氧烷的质量分数 w_i , 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 ——总环体各组分峰面积之和或六甲基二硅氧烷的峰面积;

$\sum A_i$ ——各组分峰面积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值做为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值应符合: 总环体的质量分数不大于 0.10%; 六甲基二硅氧烷的质量分数不大于 0.003%。

4.6 酸含量的测定

按 GB/T 14827 中标准滴定溶液和萃取溶剂均为水介质的方法进行测定。测定时, 称取 29.5 g~30.5 g 实验室样品, 精确至 0.01 g, 置于磨口锥形瓶中, 加入 60 mL 无二氧化碳的水, 套上冷凝管, 于磁力搅拌器上搅拌、加热至沸, 回流 30 min。停止加热, 冷却 10 min, 用少量无二氧化碳的水冲洗冷凝管内壁, 取下锥形瓶, 继续冷却至室温。将回流后的试液全部转移至分液漏斗, 静置分层, 分出水层于原锥形瓶中, 加 3 滴酚酞(10 g/L)指示液, 用 0.01 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5 检验规则

5.1 检验分为出厂检验和型式检验。

5.1.1 表 1 中的色度、总环体含量、六甲基二硅氧烷含量和酸含量为出厂检验项目,应逐批进行检验。

5.1.2 型式检验项目为表 1 中的全部项目,在正常生产情况下,每 6 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

5.2 生产厂应保证每批出厂的二甲基硅氧烷混合环体都符合本标准的要求。每批出厂的二甲基硅氧烷混合环体都应附有一定格式的质量证明书。内容包括:生产厂名称、产品名称、批号或生产日期和本标准编号等。

5.3 以同等质量的产品为一批,可按产品贮罐组批,或按生产周期进行组批。

5.4 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。采样总体积不少于 1 000 mL。混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的 500 mL 磨口瓶中,贴标签并注明:产品名称、批号、采样日期和采样者姓名等。一瓶供检验用,另一瓶密封保留备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法规定进行。检验结果如果有任何一项指标不符合本标准要求时,应重新加倍采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 二甲基硅氧烷混合环体包装容器上应有清晰、固定的标志,其内容包括:产品名称、生产厂名称、厂址、净质量、批号或生产日期及本标准编号等。

6.2 二甲基硅氧烷混合环体应装于干燥、清洁的衬塑铁桶或塑料桶中,桶应密封,严禁水渗入。

6.3 二甲基硅氧烷混合环体在运输时要防火、防雨、防潮、防晒、防止酸碱等杂质混入。

6.4 二甲基硅氧烷混合环体贮存场所温度宜在 20℃~40℃,气温低于 17℃时做好保温防冻工作。在符合本标准包装、运输和贮存条件下,本产品自生产之日起,保质期为 6 个月。逾期可重新检验,检验结果符合本标准要求时,仍可继续使用。



GB/T 20436-2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-28292

定价: 8.00 元

5 检验规则

5.1 检验分为出厂检验和型式检验。

5.1.1 表 1 中的色度、总环体含量、六甲基二硅氧烷含量和酸含量为出厂检验项目,应逐批进行检验。

5.1.2 型式检验项目为表 1 中的全部项目,在正常生产情况下,每 6 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

5.2 生产厂应保证每批出厂的二甲基硅氧烷混合环体都符合本标准的要求。每批出厂的二甲基硅氧烷混合环体都应附有一定格式的质量证明书。内容包括:生产厂名称、产品名称、批号或生产日期和本标准编号等。

5.3 以同等质量的产品为一批,可按产品贮罐组批,或按生产周期进行组批。

5.4 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。采样总体积不少于 1 000 mL。混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的 500 mL 磨口瓶中,贴标签并注明:产品名称、批号、采样日期和采样者姓名等。一瓶供检验用,另一瓶密封保留备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法规定进行。检验结果如果有任何一项指标不符合本标准要求时,应重新加倍采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

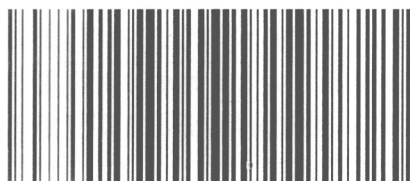
6 标志、包装、运输和贮存

6.1 二甲基硅氧烷混合环体包装容器上应有清晰、固定的标志,其内容包括:产品名称、生产厂名称、厂址、净质量、批号或生产日期及本标准编号等。

6.2 二甲基硅氧烷混合环体应装于干燥、清洁的衬塑铁桶或塑料桶中,桶应密封,严禁水渗入。

6.3 二甲基硅氧烷混合环体在运输时要防火、防雨、防潮、防晒、防止酸碱等杂质混入。

6.4 二甲基硅氧烷混合环体贮存场所温度宜在 20℃~40℃,气温低于 17℃时做好保温防冻工作。在符合本标准包装、运输和贮存条件下,本产品自生产之日起,保质期为 6 个月。逾期可重新检验,检验结果符合本标准要求时,仍可继续使用。



GB/T 20436-2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-28292

定价: 8.00 元