

ICS 83.040

G 32

团 体 标 准

T/ FSI XXX-XXXX

端乙烯基氟硅油

(Vinylterminated Fluorine Silicone Oil)

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发布

前 言

本标准按照GB/T1.1—2009给出的规则起草。

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。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本标准参加起草单位：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、山东岳有机硅材料股份有限公司、宜昌科林硅材料有限公司。

本标准主要起草人：陈敏剑、罗晓霞、王泊恩、伊港、冯钦邦、刘芳铭、周磊。

本标准版权归中国氟硅有机材料工业协会

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会解释

本标准为首次制定。

端乙烯基氟硅油

1 范围

本标准规定了端乙烯基氟硅油的产品结构式和型号、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以三氟丙基甲基环三硅氧烷（D₃F）、八甲基环四硅氧烷或六甲基环三硅氧烷或二甲基硅氧烷混合环体原料，与乙烯基封端剂在催化剂作用下制备得到的端乙烯基氟硅油。

结构式：

a, b为重复连段数；a>0, b≥0

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 601-2002 化学试剂标准滴定溶液的制备

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680-2003 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 28610-2012 甲基乙烯基硅橡胶

3 产品型号

端乙烯基氟硅油型号包括常用型号和特殊型号

a) 常用型号由产品名称、含氟链节摩尔分数和粘度规格三部分组成，型号表示方法如下：

端乙烯基氟硅油-K-n,

└---粘度规格

└---含氟链节摩尔分数

└-----产品名称

常用型号包括：端乙烯基氟硅油-K-300，端乙烯基氟硅油-K-500，端乙烯基氟硅油-K-1000，端乙烯基氟硅油-K-10000。

b) 特殊型号由产品名称、含氟链节摩尔分数和特殊粘度规格三部分组成，型号表示方法如下：

端乙烯基氟硅油-K-TX,

└---特殊粘度规格

└---含氟链节摩尔分数

└-----产品名称

示例：端乙烯基氟硅油-K-T350，端乙烯基氟硅油-K-T3000。

4 要求

4.1 外观

无色透明液体，无可见杂质。

4.2 技术要求

表 1 和表 2 列举了端乙烯基氟硅油的典型型号。端乙烯基氟硅油的理化性能指标应符合表 1 和表 2 所示的技术要求。

表1 端乙烯基氟硅油-K-300、端乙烯基氟硅油-K-500、端乙烯基氟硅油- K-1000 技术要求

项目	指标			
	端乙烯基氟硅油- K-300	端乙烯基氟硅油- K-500	端乙烯基氟硅油- K-1000	端乙烯基氟硅油- K-TX
黏度 (25℃) / (mm ² /s)	300±30	500±50	1000±100	X ^a
挥发分 (200℃, 4h) /%	≤5.0	≤5.0	≤5.0	≤5.0
乙烯基含量/%	0.50-4.0	0.40-3.0	0.25-1.5	实测
GPC 分子量分布指数 M _w /M _n	≤2.0			
含氟链节摩尔分数/%	5~100			
X ^a 为 X±X×10 %。				

表2 端乙烯基氟硅油- K-10000 技术要求

项目	指标	
	端乙烯基氟硅油- K-10000	端乙烯基氟硅油- K-TX
黏度 (25℃) / (mPa·s)	10000±1000	X ^a
挥发分 (200℃, 4h) /%	≤5.0	≤5.0
乙烯基含量	0.10-1.0	实测
GPC 分子量分布指数 M _w /M _n	≤2.0	
含氟链节摩尔分数/%	5~100	
X ^a 为 X±X×10 %。		

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准采用GB/T 8170规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682规定的三级水。本标准除另有规定外，所用试剂均按GB/T 601-2002的规定制备。

5.2 外观

取100mL样品，倒入清洁、干燥、无色透明的250mL烧杯中，在日光灯或自然光下目测。

5.3 黏度

黏度不大于 1000mm²/s 时按GB/T 10247-2008第2章（毛细管法）规定的方法进行测定，测定温度为25℃。

黏度大于 1000mm²/s 时按GB/T 10247-2008第4章（旋转法）规定的方法进行测定，测定温度为25℃。

5.4 挥发分

挥发分的测定见附录A。

5.5 乙烯基含量测定

碘量法，按照GB/T28610-2012 甲基乙烯基硅橡胶附录B的测定方法，其中氯仿替代四氯化碳作溶剂。

规定B.5 结果表述

试样中乙烯基质量百分比含量n，按式(1)计算：

$$n = \frac{c(V_1 - V_2)M}{2m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

n——乙烯基质量百分比含量，%；

c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V₁——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V₂——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

m——试样质量的数值，单位为克(g)；

M ——乙烯基（—CH=CH₂）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

5.6 端乙烯基氟硅油 GPC 测试方法

分子量分布的测定，按GB/T21863-2008规定的方法进行测定，其中四氢呋喃（色谱纯）作淋洗液。

5.7 含氟链节摩尔分数测定

通过核磁共振氢谱法测定，见附录B。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 出厂检验

出厂检验为外观、黏度、挥发分、乙烯基含量。

6.1.2 型式检验

型式检验是依据产品标准，由质量技术监督部门检验机构对产品各项指标进行的抽样全面检验。检验项目为第4章所有项目。

有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品试制或老产品转厂生产的试制定型检定；
- b) 产品正式生产后，其结构设计、材料、工艺以及关键的配套元器件有较大改变，可能影响产品性能时；
- c) 正常生产，定期或积累一定产量后，应周期性进行一次检验；
- d) 产品长期停产后，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- f) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.2 组批

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。

6.3 采样

采样单元以包装桶或槽罐车计，按GB/T 6678和GB/T 6680-2003中7.1规定的采样技术确定采样单元和采样方法。

6.4 合格判定规则

6.4.1 按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

6.4.2 型式检验项目，全项通过检验为合格。

6.4.3 出厂检验项目，全项通过检验为合格。若某项不能通过检验，应重新在该批产品两倍量的包装单元数采样复检，全项通过，该批合格，复检结果仍有任意一项不能通过时，则该批产品不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

包装容器上均应附有清晰、牢固的标志，其内容应包括：生产厂商标、生产商名称、生产商地址、产品名称、型号、生产批号、生产日期、净重、注意事项和标准编号等。

7.2 包装

产品应采用清洁、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。

7.3 运输

产品为非危险品，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，应按照货物运输规定进行。

7.4 贮存

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。

在符合本标准包装、运输和贮存条件下，本产品自生产之日起，贮存期为24个月。逾期可按本标准重新检验，检验结果符合本标准要求时，仍可继续使用。

8 安全（下述安全内容为提示性内容但不仅限于下述内容）

警告——使用本标准的人员应熟悉实验室的常规操作。本标准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。

附 录 A
(规范性附录)
挥发分的测定

A.1 适用范围

本附录规定了端乙烯基氟硅油的挥发分的测定方法。

A.2 仪器设备

A.2.1 分析天平:分度值为 0.0001g。

A.2.2 电热干燥箱:控温精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$,不鼓风。

A.2.3 铝质称量皿:内径 $60\text{mm}\pm 2\text{mm}$,高 $10\text{mm}\pm 1\text{mm}$ 。

A.2.4 干燥器。

A.3 测定步骤

将已恒重的称量皿(A.2.3)放入分析天平(A.2.1)中称量。然后加入样品 $2\pm 0.2\text{g}$ (精确至 0.0001g)，置于称量皿(A.2.3)中，并称得总量。将装有试样的称量皿(A.2.3)放入 $200\pm 2^{\circ}\text{C}$ 电热干燥箱(A.2.2)内，不鼓风加热4h(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 200°C 时开始计时)。取出后将称量皿放入干燥器(A.2.4)中冷却至室温，称量。

A.4 结果的表述

挥发分的质量分数，按公式(B.1) 计算:

$$w = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

- W ——试样中挥发分的质量分数，以%表示;
- 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)；
- m_1 ——称量皿的质量的数值，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

A.5 允许差

挥发分含量不大于0.50%时，两次平行测定结果的绝对差值不应大于0.05%；
挥发分含量大于0.50%时，两次平行测定结果的绝对差值不应大于0.10%。

附 录 B
(规范性附录)
含氟链节摩尔分数的测定

B.1 方法提要

利用氟硅油样品中的氢原子(氢质子)在核磁共振波谱测定仪中所产生的核磁共振化学位移为测定依据, 由特征峰的面积比计算出其含氟链节的摩尔分数。

B.2 B.2 仪器设备

B.2.1 核磁共振波谱仪: 最小频率60MHz, 能呈现氢质子光谱并完成定量分析。

B.2.2 样品管: 外径10mm, 5mm。

B.2.3 试剂和溶液。

B.2.4 氘代氯仿:分析纯。

B.3 试验步骤

取适量样品小心装入核磁样品管中, 加入氘代氯仿溶液, 盖好盖子, 震荡使试样完全溶解。将制备好的样品管擦拭干净后放入核磁共振波谱仪中开始测试, 得到并记录核磁共振氢谱图, 将0ppm~10ppm范围内谱峰准确积分, 通过化学位移值判断基团类型并根据各峰面积计算出含氟链节的摩尔分数, 即含氟量。

重复以上实验步骤, 进行平行实验。

B.4 结果表述

表B.1 端乙烯基氟硅油谱图分析

化学位移/ppm	氢原子	峰值
0~0.2	(-Si-CH ₃)	A
0.6~0.8	(-Si-CH ₂ -)	B
1.7~2.0	(-CH ₂ CF ₃)	C
5.2~6.0	(-CH=CH ₂)	D
5.2~6.0	(-CH=CH ₂)	E、F

端乙烯基氟硅油氢谱图一共有六个位移峰, 其中B和C所处位置都在三氟丙基基团上, 并且数量相同, 因此B与C峰面积相同。

试样中含氟链节摩尔分数X₁, 按式 (B.1)计算:

$$X_1 = \frac{\frac{B}{2}}{\frac{A - \frac{3}{2}B}{6} + \frac{B}{2}} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- X₁ ——含氟链节摩尔分数, %;
- A —— (-Si-CH₃) 的化学位移峰面积;
- B —— (-Si-CH₂-) 的化学位移峰面积;

B.5 许差

两次平行测定结果的绝对差值应不大于1%, 取其算术平均值为测定结果。