

ICS 71.080.99  
CCS G 17  
备案号:

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T ××××—××××

$\alpha, \omega$ -二羟基聚二甲基硅氧烷线性体

Oligomeric  $\alpha, \omega$ -Dihydroxyl Polydimethylsiloxane

(报批稿)

20XX-XX-XX发布

20XX-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 2）归口。

本文件起草单位：山东东岳有机硅材料股份有限公司、江西蓝星星火有机硅有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、合盛硅业股份有限公司、中石化（北京）化工研究院有限公司、湖北兴瑞硅材料有限公司、唐山三友硅业有限责任公司、浙江中天东方氟硅材料股份有限公司、内蒙古恒业成有机硅有限公司、浙江佳汇新材料有限公司、淄博市计量技术研究院。

本文件主要起草人：伊港、孙江、廖立、聂长虹、杨金云、吴红、黄煜、石科飞、葛文、罗伟琪、王笑妍、李书兵、吴浩、何靖、王琼燕、任俊、文贞玉、宋文波、郭树踴。

## $\alpha, \omega$ -二羟基聚二甲基硅氧烷线性体

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

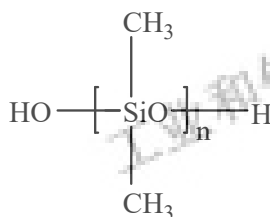
### 1 范围

本文件规定了  $\alpha, \omega$ -二羟基聚二甲基硅氧烷线性体的要求、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二氯硅烷为主要原料，经水解、分离等过程制得的  $\alpha, \omega$ -二羟基聚二甲基硅氧烷线性体。

分子式： $\text{Si}_n\text{C}_{2n}\text{H}_{6n+2}\text{O}_{n+1}$

结构式：



$n \geq 2$

### 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 191 包装储运图示标志

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位-铂-钴色号）

GB/T 3723 工业用化学品采样安全通则

GB/T 5750.4-2006 生活饮用水标准检验方法 感官性状和物理指标

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

HG/T XXXX—XXXX

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 27570-2011 室温硫化甲基硅橡胶

GB/T 28112-2011 硅橡胶中挥发性甲基环硅氧烷残留量的测定

### 3 术语和定义

本文本没有需要界定的术语和定义。

### 4 要求

4.1 外观：透明至微浑浊液体。

4.2 技术要求： $\alpha$ ， $\omega$ -二羟基聚二甲基硅氧烷线性体应符合表1的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标	
	I型	II型
浊度/NTU	≤3	
色度/Hazen 单位（铂-钴色号）	≤10	≤15
运动粘度（25℃）/(mm <sup>2</sup> /s)	50.0 ~120.0	
挥发分，w/%	≤1.0	≤1.5
羟基含量，w/%	1.0 ~3.8	
D4~D8含量，w/%	≤0.5	≤2
D4含量，w/%	≤0.1	--
D5含量，w/%	≤0.1	--
D6含量，w/%	≤0.1	--
游离氯含量（以Cl <sup>-</sup> 计）/（μg/g）	≤0.3	≤1
I型用于对D4~D8含量有特殊要求的产品。 注1：D4是指八甲基环四硅氧烷。 注2：D5是指十甲基环五硅氧烷。 注3：D6是指十二甲基环六硅氧烷。 注4：D7是指十四甲基环七硅氧烷。 注5：D8是指十六甲基环八硅氧烷。		

## 5 试验方法

警示——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

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

### 5.2 外观

将样品倒入清洁、干燥、无色透明的试管中，在自然光或日光灯下目测。

### 5.3 浊度的测定

按照 GB/T 5750.4-2006 中 2.1（散射法-福尔马肼标准）规定的方法进行测定。

注：样品测定之前应排除气泡。

### 5.4 色度的测定

按照 GB/T 3143 的规定进行测定。

### 5.5 运动粘度的测定

按照 GB/T 10247-2008 中第 2 章毛细管法进行测定。推荐使用平氏粘度计。

### 5.6 挥发分的测定

按照 GB/T 27570-2011 中附录 A 的方法进行测定，采用内径  $(90 \pm 2)$  mm、高  $(10 \pm 1)$  mm 的铝制称量盘，称取 4.9~5.1g，称准至 0.001g。

### 5.7 羟基含量的测定

羟基含量的测定见附录 A。

### 5.8 D4~D8 含量的测定

按照 GB/T 28112-2011 规定的方法进行测定。其中制样按照以下步骤进行：

称取 0.9~1.1g（称准至 0.001g）待测样品至 50mL 容量瓶中，加入 40mL 丙酮，盖上塞子，超声 15min，定容至刻度，摇匀。静置 15 分钟后吸取上层清液进行分析。

### 5.9 游离氯含量的测定

游离氯含量的测定见附录 B。

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类与检验项目

#### 6.1.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

#### 6.1.2 检验项目

##### 6.2.1.1 出厂检验

出厂检验项目为浊度、色度、运动粘度、挥发分和游离氯含量。

##### 6.2.1.2 型式检验

型式检验项目为第4章规定的所有项目。在正常情况下，每三个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产时；
- b) 当原料、配方或工艺条件改变时；
- c) 产品停产后，恢复生产时；
- d) 国家质量监督机构提出要求时；
- e) 合同规定。

## 6.2 组批

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、相同工艺条件下，同一反应釜的产品为一批；连续法生产的产品在原材料和工艺不变的条件下，同一生产线每班生产的产品为一批。

## 6.3 取样

采样按GB/T 3723、GB/T 6678和 GB/T 6680规定的采样技术确定采样单元数，样品总量不小于1000mL。将所取样品充分混匀后，将样品分装于两个清洁、干燥的玻璃容器中密封并粘贴标签，注明产品名称、批号、生产厂名、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份留存，以备查验。

## 6.4 合格判据及复验

6.4.1 检验结果的判定按照GB/T 8170中规定的修约值比较法进行。

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。检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

## 7 标志、包装、运输和贮存

### 7.1 标志

产品包装容器上应有牢固、清晰的标志，内容包括生产厂名称、厂址、商标、联系电话、产品名称、净含量、批号或生产日期、保质期、本文件编号及GB/T 191规定的图示标志。

### 7.2 包装

7.2.1 产品应采用干燥、清洁、密封、完好的衬塑或塑料桶包装。需方对产品包装有特殊要求时，由供需双方商定。

7.2.2 每批出厂的产品都应附有一份质量检验报告，内容包括：生产厂名称、商标、地址、电话；产品名称、净含量、分析检验结果和检验人员或检验人员编号；批号或生产日期和本文件编号。

### 7.3 运输

产品为非危险品，在运输过程中按一般化学品运输，装卸搬运要轻拿轻放，严禁碰摔，防潮湿，防日晒，远离火源。

### 7.4 贮存

产品应贮存于通风、阴凉、干燥的库房内，防止日光直接照射。本产品自生产之日起，贮存期为3年，超过贮存期，可按本文件规定重新取样检验，若符合本文件要求，仍可使用。

## 附录 A

(规范性)

## 羟基含量的测定-反应气相色谱法

## A.1 方法概要

往密闭的顶空瓶中加入适量样品，加入过量的甲基碘化镁甲苯溶液，反应产生甲烷。通过顶空系统将产生的甲烷注入气相色谱仪，检测其含量，甲烷的产生量与线性体的羟基含量成正比，反应原理如下：



## A.2 试剂

A.2.1 甲苯：分析纯，用氢化钙干燥。

A.2.2 甲基碘化镁乙醚溶液：3.0mol/L。

A.2.3 四氢呋喃：分析纯，用4A分子筛干燥。

A.2.4 二苯基硅二醇：质量分数不小于98%，用作配制校正标样，羟基含量为15.72%。

## A.3 仪器

A.3.1 自动顶空进样器：温度控制范围在35℃~210℃，其它参数按仪器使用说明设置。

A.3.2 气相色谱仪：配有分流装置及氢火焰离子化检测器，其灵敏度稳定性应符合GB/T 9722的规定。

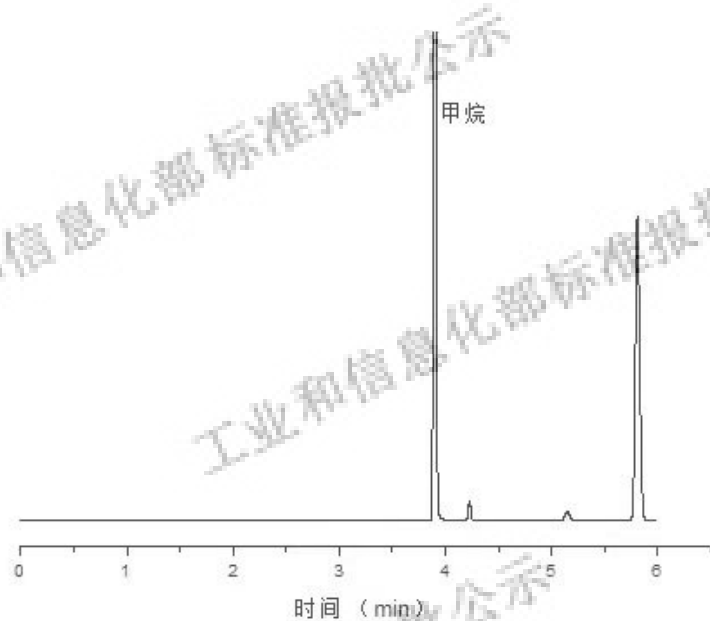
## A.4 仪器典型操作条件

## A.4.1 色谱柱及气相色谱仪典型操作条件

本文件推荐的色谱柱和气相色谱仪典型操作条件见表A.1，典型色谱图见图A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和操作条件均可使用。

表A.1 色谱柱和典型操作条件

色谱柱	固定相为6%氰丙基苯基、94%二甲基硅氧烷，60 m×0.53 mm×3 μm
载气	氮气
柱温/℃	初始温度50℃，升温速率10℃/min，终温110℃
汽化室温度/℃	150
检测器温度/℃	180
载气流速/(mL/min)	1.5
分流比	19:1

图A.1  $\alpha, \omega$ -二羟基聚二甲基硅氧烷线性体羟基含量测定的典型色谱图

## A.4.2 顶空进样系统典型操作条件

表 A.2 顶空进样系统典型操作条件

顶空样品瓶加热温度/°C	40
定量环温度/°C	50
传输线温度/°C	100
进样量/mL	1.0
样品瓶加热平衡时间/min	15
压力平衡时间/min	0.5

## A.5 分析步骤

## A.5.1 标准溶液的配制

称取适量二苯基硅二醇置于50mL容量瓶中，加入少量四氢呋喃，将其溶解后，继续用四氢呋喃定容至刻度。制备不少于5种浓度的标准溶液，典型标准溶液浓度见表A.3。

表A.3 典型标准溶液

编号	每 100 $\mu$ L 标准溶液中羟基质量/ (mg)
1	0.50
2	1.00
3	2.00
4	3.00
5	3.80

## A.5.2 反应液的配制



吸取3mL甲基碘化镁乙醚溶液，缓慢注入27 mL甲苯中，轻轻摇匀，密封保存，现配现用。

#### A.5.3 标准曲线的绘制

取8只顶空瓶，将其封盖。用微量注射器吸取表A.3中5种浓度的典型标准溶液100  $\mu\text{L}$ ，分别注入其中5个顶空瓶，另外3只顶空瓶每瓶注入100  $\mu\text{L}$ 四氢呋喃，再用注射器分别注入2.0 mL反应液，摇匀后静置10 min，放入顶空进样器中，按照A.4所述的仪器操作条件进行测试。

3个空白样品的测试结果相对差值应小于15%。

标准溶液中羟基质量的测试结果应扣除3个空白样品测定结果的算数平均值。

以所得甲烷峰面积为纵坐标、以羟基质量为横坐标绘制标准曲线，标准曲线的线性回归系数应大于等于0.995。

#### A.5.4 样品的测试

将2只洁净干燥的顶空瓶封盖，用微量注射器注入100  $\mu\text{L}$ 待测样品并称重（称准至0.001 g），再用注射器注入2.0 mL反应液，摇匀后静置10 min，放入顶空进样器中，按照A.5所述的仪器条件测试。

在每次样品测试前，同时做3个空白样品，3个空白样品的测试结果相对差值应小于15%。

样品的测试结果（y）应扣除3个空白样品测定结果的算数平均值。

#### A.6 结果计算

将获得的测试结果（y）带入A.5.3拟合的标准曲线方程中，可以得到样品的羟基质量（x）。被测样品的羟基含量按式(A.1)计算：

$$\alpha_{OH} = \frac{x}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

其中：

- $\alpha_{OH}$ ——羟基含量，质量百分比（%）；
- $x$ ——羟基质量，单位为毫克（mg）；
- $m$ ——样品的质量，单位为毫克（mg）。

## 附录 B (规范性)

### 游离氯含量的测定

#### B.1 方法提要

在干净的样品瓶中，称取一定量的待测样品和水，在磁力搅拌器上搅拌萃取 30min，放入离心机中离心 10min，去除有机相后，水相采用离子色谱进行检测，记录氯离子的峰面积。采用标准曲线法定量。

#### B.2 试剂

B.2.1 无水碳酸钠：光谱纯。

B.2.2 氢氧化钠：优级纯。

B.2.3 氯化物标准溶液：1000 μg/mL。

B.2.4 水：符合 GB/T 6682 中一级水的要求。

B.2.5 淋洗液：7.5mmol/L 碳酸钠和 0.75mmol/L 氢氧化钠的混合溶液。称取 (0.795±0.001) g 碳酸钠和 (0.030±0.001) g 氢氧化钠于容量瓶中，用水溶解稀释至 1000mL，摇匀待用。

#### B.3 仪器

B.3.1 离子色谱仪：配有电导检测器和抑制器。

B.3.2 离心机：转速可满足 3000rpm。

#### B.4 仪器典型操作条件

本文件推荐的色谱柱和典型操作条件见表B.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和操作条件均可使用。

表B.1 色谱柱和典型操作条件

色谱柱	固定相为表面官能化的聚苯乙烯/二乙烯苯共聚物阴离子色谱柱
流速/ (mL/min)	0.8
进样量/ μL	100
柱温/℃	45

#### B.5 标准曲线绘制

使用氯离子标准溶液，配制一系列不少于 6 个浓度点的标准工作溶液，如 0.005 μg/mL、0.01 μg/mL、0.02 μg/mL、0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL 和 0.4 μg/mL。按要求设置离子色谱仪条件，用离子色谱进行检测，记录对应标准溶液氯离子的峰面积，绘制标准曲线，具体方程如式 (B.1)：

$$A = K \times c + b \dots \dots \dots (B.1)$$

式中：

$A$  ——标准溶液中氯离子的峰面积的数值；

$c$  ——标准溶液中氯离子的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

$K$  ——氯离子标准曲线方程的斜率；

$b$  ——氯离子标准曲线方程的截距。

## B.6 样品测试

在干净的样品瓶中，按表 B.2 中的规定称取一定量的样品，精确至 0.001g，加入 10mL 水，将样品瓶放在磁力搅拌器上搅拌萃取 30min，然后，放入离心机中离心 10min（离心机转速 3000rpm），去除有机相后，水相采用离子色谱仪进行检测，记录氯离子的峰面积。

表 B.2 氯离子含量与样品量对应关系表

Cl <sup>-</sup> 含量, μg/mL	样品, g	水, mL
Cl <sup>-</sup> ≥ 0.10	2.0 ± 0.2	10
0.03 ≤ Cl <sup>-</sup> < 0.10	5.0 ± 0.5	10
Cl <sup>-</sup> < 0.03	10.0 ± 0.5	10

## B.7 结果计算

样品中游离氯（以 Cl<sup>-</sup> 计）的含量  $w$ ，单位为微克每克（μg/g），按式（B.2）计算：

$$w = \frac{(A_i - b) \times m_2}{K \times m_1} \dots \dots \dots (B.2)$$

式中：

$A_i$  ——样品中游离氯的峰面积的数值；

$m_1$  ——称取待测样品的质量，单位为克（g）；

$m_2$  ——称取水的体积，单位为毫升（mL）；

$K$  ——氯离子标准曲线方程的斜率；

$b$  ——氯离子标准曲线方程的截距。

## B.8 允许差

取两次平行测定的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。