

ICS 71.100.40  
G 71

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5646—2019

---

### 苯基硅烷偶联剂

Phenyl silane coupling agent

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会化学助剂分技术委员会（SAC/TC35/SC12）归口。

本标准负责起草单位：荆州市江汉精细化工有限公司、南京曙光精细化工有限公司。

本标准参加起草单位：山东硅科新材料有限公司。

本标准主要起草人：甘书官、汤艳、陶再山、李春华、郭艳萍。

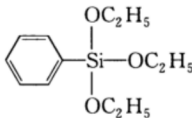
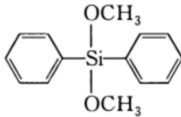
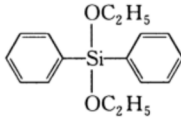
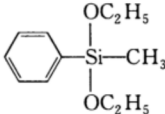
## 苯基硅烷偶联剂

**警示——**使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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，并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了苯基硅烷偶联剂的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以苯基三氯硅烷、二苯基二氯硅烷、甲基苯基二氯硅烷和甲（乙）醇为主要原料，经酯化反应制得的苯基硅烷偶联剂。

化学名称	分子式	结构式	相对分子质量 (按 2016 年国际相对原子质量)
苯基三乙氧基硅烷 (CAS RN: 780-69-8)	$C_{12}H_{20}O_3Si$		240.37
二苯基二甲氧基硅烷 (CAS RN: 6843-66-9)	$C_{14}H_{16}O_2Si$		244.36
二苯基二乙氧基硅烷 (CAS RN: 2553-19-7)	$C_{16}H_{20}O_2Si$		272.42
甲基苯基二乙氧基硅烷 (CAS RN: 775-56-4)	$C_{11}H_{18}O_2Si$		210.35

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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—2008 包装储运图示标志

GB/T 3050 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（20℃）

GB/T 6680 液体化工产品采样通则  
GB/T 6682—2008 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—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 技术要求

苯基硅烷偶联剂的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 苯基硅烷偶联剂的技术要求

项 目	指 标				试验方法
	苯基 三乙氧基硅烷	二苯基 二甲氧基硅烷	二苯基 二乙氧基硅烷	甲基苯基 二乙氧基硅烷	
外观	无色透明液体	无色透明液体	无色透明液体	无色透明液体	4.2
色度/Hazen 单位(Pt-Co) 号 ≤	20	20	20	20	4.3
密度 (20℃)/(g/cm <sup>3</sup> )	0.985~0.995	1.070~1.090	1.028~1.038	0.958~0.968	4.4
折射率 $n_D^{25}$	1.453 0~1.463 0	1.535 0~1.545 0	1.519 0~1.529 0	1.465 0~1.475 0	4.5
游离氯/(mg/kg) ≤	30	30	30	30	4.6
纯度 (GC)/% ≥	98.0	98.0	98.0	98.0	4.7

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明，分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。  
本标准中试验数据的表示和修约规则应符合 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法的有关规定。

4.2 外观的测定

自然光下目测。

4.3 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行测定。

4.4 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。  
两个平行测定值的绝对差值不得大于 0.002 g/cm<sup>3</sup>，取两个平行测定值的算术平均值作为测定结果。

4.5 折射率的测定

按 GB/T 6488 的规定进行测定。测定温度为 25℃。

## 4.6 游离氯的测定

### 4.6.1 试剂

4.6.1.1 乙酸 [64-19-7]。

4.6.1.2 异丙醇 [67-63-0]。

### 4.6.2 试验步骤

按 GB/T 3050 的规定进行测定。样品处理：称取 10 g～20 g 样品（精确至 0.01 g），置于 150 mL 烧杯中，加入 80 mL 乙酸-异丙醇溶液（1+1），搅拌使之全部溶解。

### 4.6.3 允许差

两个平行测定值的绝对差值不得大于 10 mg/kg，取两个平行测定值的算术平均值作为测定结果。

## 4.7 纯度的测定

### 4.7.1 原理

在选定的色谱操作条件下，样品汽化后通过色谱柱将各组分分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用面积归一化法计算。

### 4.7.2 试剂或材料

4.7.2.1 氮气：纯度（体积分数） $\geq 99.99\%$ 。

4.7.2.2 氢气：纯度（体积分数） $\geq 99.99\%$ 。

4.7.2.3 空气：干燥无油压缩空气。

### 4.7.3 仪器及设备

4.7.3.1 气相色谱仪：灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 的规定，带分流/不分流进样口。

4.7.3.2 色谱柱：毛细管柱，长度 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ，固定相为 5% 苯基+95% 聚二甲基硅氧烷或 100% 聚二甲基硅氧烷。

4.7.3.3 检测器：氢火焰离子化检测器（FID）。

4.7.3.4 色谱工作站。

4.7.3.5 微量注射器：1  $\mu\text{L}$ 。

### 4.7.4 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 所示。

表 2 色谱操作条件

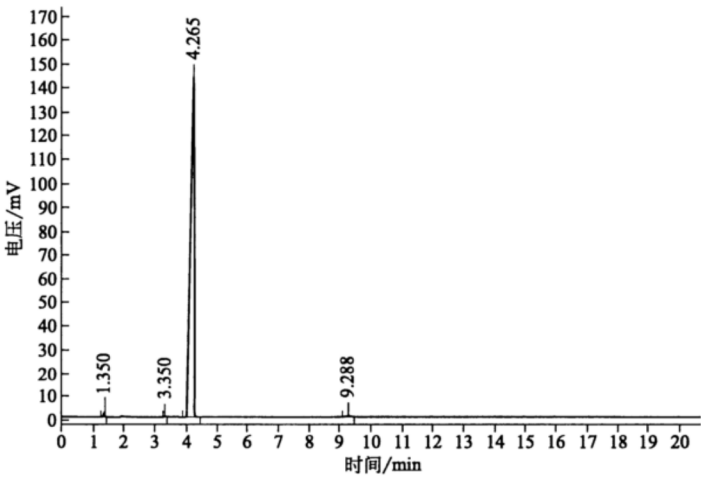
载气（氮气）流速/(mL/min)		2.0
燃烧气（氢气）流速/(mL/min)		30
助燃气（空气）流速/(mL/min)		300
分流比		1：100
进样口温度/℃		280
检测器温度/℃		300
升温程序	初始柱温/℃	120
	升温速率/(℃/min)	10
	最终温度/℃	280
	终温保持时间/min	10
进样体积/ $\mu$ L		0.2
定量方法		面积归一化法
注：上述操作条件中参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当的调整，以获得最佳效果。		

4.7.5 试验步骤

按照表 2 给出的色谱操作条件调整仪器，基线稳定后，用微量注射器吸取 0.2  $\mu$ L 样品注入气相色谱仪中，记录气相色谱图，用色谱工作站进行结果处理。

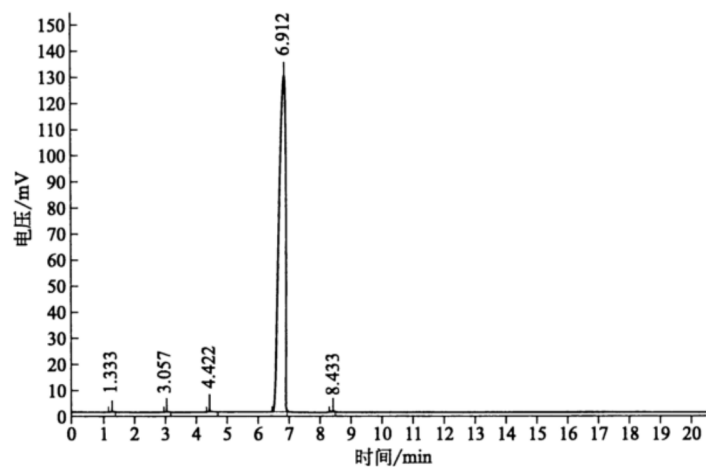
4.7.6 典型色谱图

苯基硅烷偶联剂典型色谱图见图 1～图 4。



说明：  
4.265 min——苯基三乙氧基硅烷。

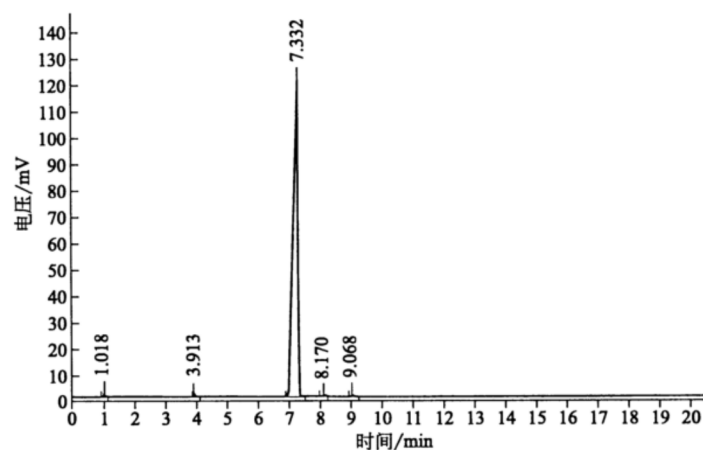
图 1 苯基三乙氧基硅烷典型色谱图



说明：

6.912 min——二苯基二甲氧基硅烷。

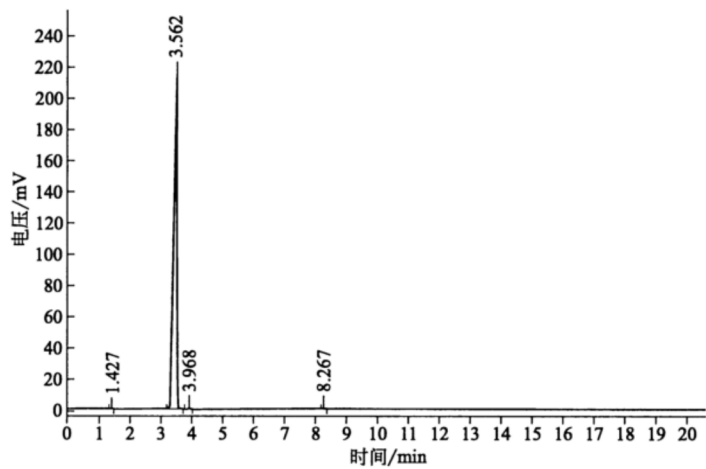
图2 二苯基二甲氧基硅烷典型色谱图



说明：

7.332 min——二苯基二乙氧基硅烷。

图3 二苯基二乙氧基硅烷典型色谱图



说明：  
3.562 min——甲基苯基二乙氧基硅烷。

图 4 甲基苯基二乙氧基硅烷典型色谱图

4.7.7 结果计算

苯基硅烷偶联剂的纯度以质量分数  $w$  表示，按公式（1）计算：

$$w = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：  
 $A$ ——主成分峰面积；  
 $\sum A_i$ ——各组分峰面积之和。

4.7.8 允许差

两个平行测定值的绝对差值不得大于 0.3%，取两个平行测定值的算术平均值作为测定结果。

5 检验规则

5.1 出厂检验

表 1 规定的全部项目为出厂检验项目。

5.2 组批规则

苯基硅烷偶联剂以同一次灌装的均匀产品为一批。

5.3 采样

以批为单位，按 GB/T 6680 的规定采样。采样量不少于 500 mL，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封，瓶上粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期、采样人等，一瓶用于出厂检验，另一瓶保存以备复查。

5.4 合格判定

苯基硅烷偶联剂出厂检验结果全部符合表 1 的要求时，判定该批产品合格。该批产品检验结果若



有一项指标不符合表 1 的要求，应重新从同批产品两倍量的包装件中采样进行全项目复检，复检结果即使只有一项指标不符合表 1 的要求，则判定该批产品不合格。

## 6 标志、包装、运输和贮存

### 6.1 标志

苯基硅烷偶联剂外包装上应有清晰、牢固的标志，内容包括：产品名称、标准编号、生产厂名称、厂址、生产日期、批号、净含量等。并按 GB/T 191—2008 的规定标明“怕晒”“怕雨”等标志。

### 6.2 包装

苯基硅烷偶联剂用 200 L 或 1 000 L 塑料桶或衬塑铁桶包装。也可根据用户要求采取其他包装方式。

每批出厂产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：产品名称、标准编号、生产厂名称、批号、生产日期及 5.1 规定检验项目的检验数据等。

### 6.3 运输

苯基硅烷偶联剂可采用一般运输工具运输，运输时要避免日晒、雨淋，在搬运时轻装、轻卸。

### 6.4 贮存

苯基硅烷偶联剂应贮存于通风、阴凉、干燥的仓库内，防止受潮。

苯基硅烷偶联剂在符合本标准规定的运输、贮存条件下，自生产之日起贮存期为 12 个月。

---