

ICS 71.100.40
G 71
备案号: 53218—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4893—2016

环氧硅烷偶联剂

Epoxy silane coupling agent

2016-01-15 发布

2016-07-01 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：南京曙光硅烷化工有限公司、湖北武大有机硅新材料股份有限公司、荆州市江汉精细化工有限公司。

本标准参加起草单位：金坛市樊氏有机硅有限公司。

本标准主要起草人：陶再山、李春华、郭艳萍、彭建雄、甘书官。

环氧硅烷偶联剂

1 范围

本标准规定了 5 种环氧硅烷偶联剂产品的要求，试验方法，检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以含氢硅烷和烯丙基缩水甘油醚或 1,2-环氧-4-乙烯基环己烷为主要原料经硅氢加成反应制得的环氧硅烷偶联剂。

化学名称	结构式	相对分子质量 (按 2013 年国际 相对原子质量)
3-(2,3-环氧丙氧)丙基三甲氧基硅烷 (CAS RN: 2530-83-8)		236.34
3-(2,3-环氧丙氧)丙基三乙氧基硅烷 (CAS RN: 2602-34-8)		278.39
3-(2,3-环氧丙氧)丙基甲基二甲氧基硅烷 (CAS RN: 65799-47-5)		220.34
3-(2,3-环氧丙氧)丙基甲基二乙氧基硅烷 (CAS RN: 2897-60-1)		248.37
2-(3,4-环氧环己烷)乙基三甲氧基硅烷 (CAS RN: 3388-04-3)		246.35

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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603—2002 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 3143—1982 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）

HG/T 4893—2016

- GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6488—2008 液体化工产品 折光率的测定（20℃）
- GB/T 6680—2003 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 要求

环氧硅烷偶联剂的技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表 1 环氧硅烷偶联剂的技术要求和试验方法

项 目	指 标					试验方法
	3-(2,3-环氧丙氧)丙基三甲氧基硅烷	3-(2,3-环氧丙氧)丙基三乙氧基硅烷	3-(2,3-环氧丙氧)丙基甲基二甲氧基硅烷	3-(2,3-环氧丙氧)丙基甲基二乙氧基硅烷	2-(3,4-环氧环己烷)乙基三甲氧基硅烷	
外观	无色至淡黄色透明液体					4.2
色度(Pt-Co)/号 ≤	30				50	4.3
密度(20℃)/(g/cm ³)	1.060~1.080	0.995~1.015	1.010~1.030	0.970~0.990	1.057~1.077	4.4
折射率, n _D ²⁵	1.422 0~1.432 0	1.422 0~1.432 0	1.425 0~1.435 0	1.426 0~1.436 0	1.443 0~1.453 0	4.5
游离氯/(mg/kg) ≤	100					4.6
纯度(GC)/% ≥	95.0					4.7

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明，分析中所用标准溶液、制剂及制品均按 GB/T 601—2002、GB/T 603—2002 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—2008 规定的三级水。

本标准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 修约值比较法的相关规定。

4.2 外观的测定

在自然光线下目测。

4.3 色度的测定

按 GB 3143—1982 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。

4.5 折射率的测定

按 GB/T 6488—2008 的规定进行测定。测定温度为 25℃。

4.6 游离氯的测定

按 GB/T 3050—2000 的规定进行测定。试样处理：称取约 3 g 样品（精确至 0.01 g），置于 150 mL 烧杯中，加入 100 mL 乙酸-异丙醇溶液（1+1），搅拌使之全部溶解。

4.7 纯度的测定

4.7.1 原理

在选定的色谱操作条件下，试样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产品纯度。

4.7.2 试剂及材料

4.7.2.1 氮气：纯度（体积分数）≥99.99 %。

4.7.2.2 氢气：纯度（体积分数）≥99.99 %。

4.7.2.3 空气：经活性炭和分子筛净化。

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 气相色谱柱：长度 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 mm 的毛细管色谱柱，固定液为 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。

4.7.3.4 微量进样器：1 mL。

4.7.4 操作条件

气相色谱操作条件见表 2。

表 2 气相色谱操作条件

项 目	操作条件
氮气流速/(mL/min)	2
氢气流速/(mL/min)	30
空气流速/(mL/min)	300
分流比	1 : 100
进样口温度/℃	280
检测器温度/℃	290
初始温度/℃	150
初始温度保持时间/min	2
程序升温速率/(℃/min)	10
终止温度/℃	280
终止温度保持时间/min	10
进样体积/μL	0.2
注：此系典型操作参数，可根据不同仪器特点、环境条件对给定操作参数做适当调整。	

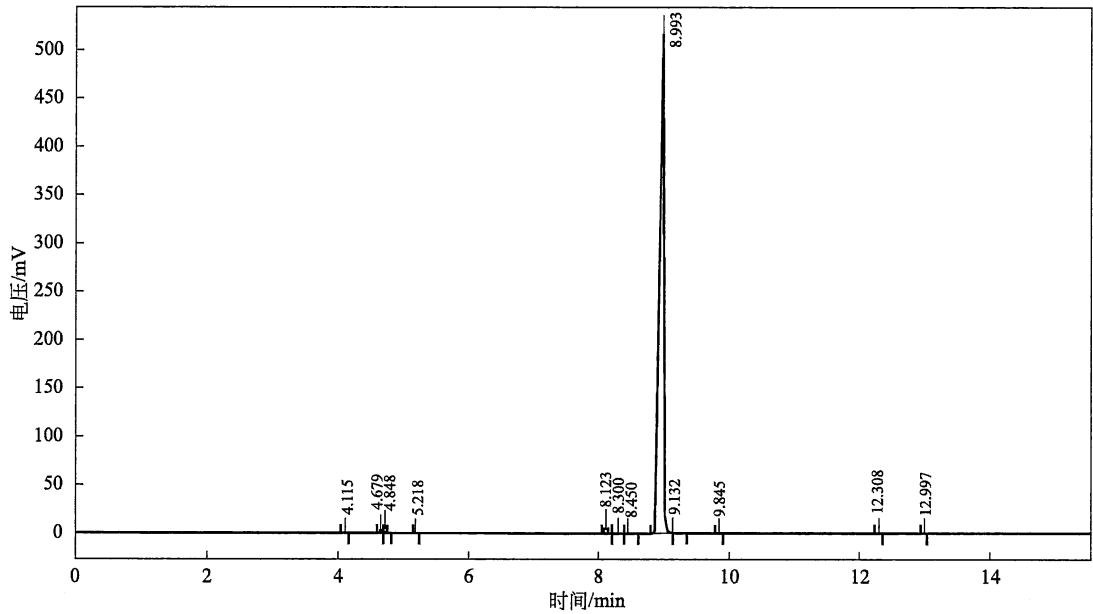
HG/T 4893—2016

4.7.5 分析步骤

按照表 2 给出的气相色谱操作条件调整仪器，基线稳定后，用微量进样器吸取 0.2 μL 试样注入气相色谱仪中，待程序完成后得到一个气相色谱图，读取数据。

4.7.6 典型气相色谱图

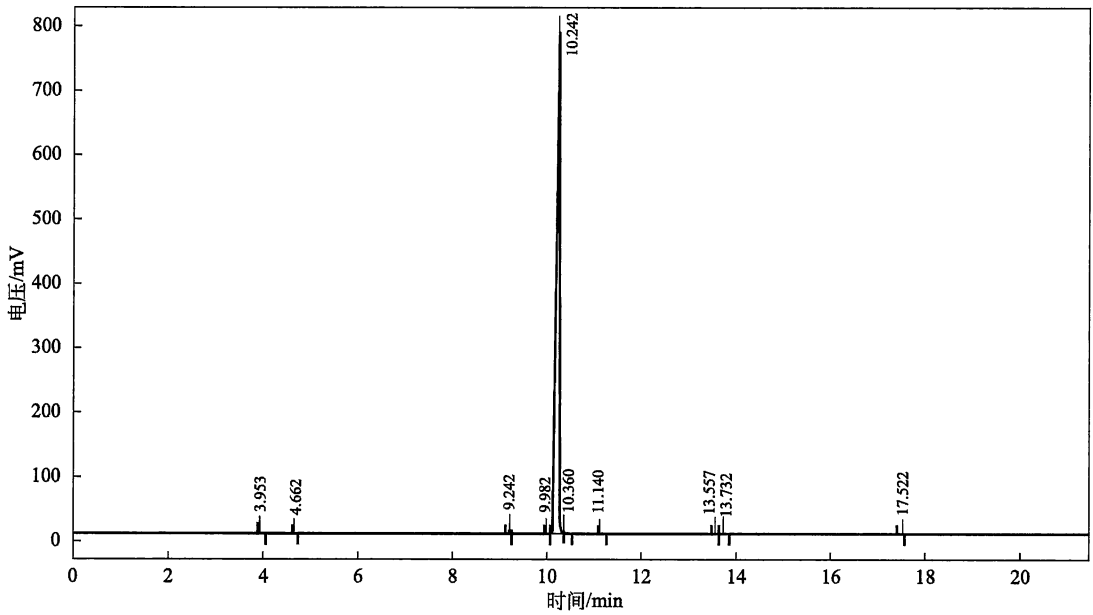
环氧硅烷偶联剂的典型气相色谱图见图 1~图 5。



说明：

8.993 min——3-(2,3-环氧丙氧)丙基三甲氧基硅烷。

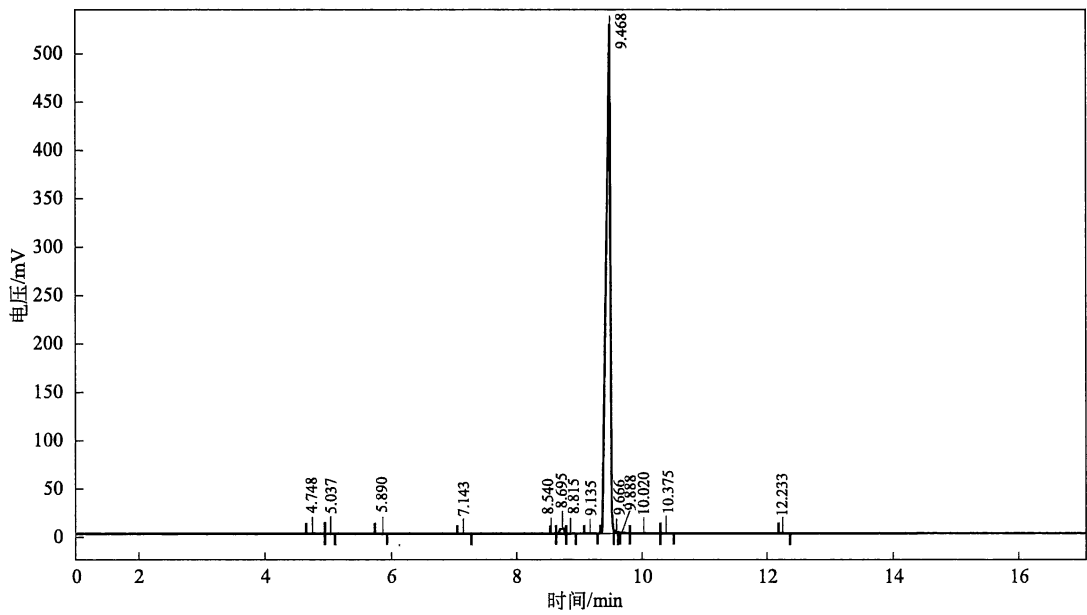
图 1 3-(2,3-环氧丙氧)丙基三甲氧基硅烷典型气相色谱图



说明：

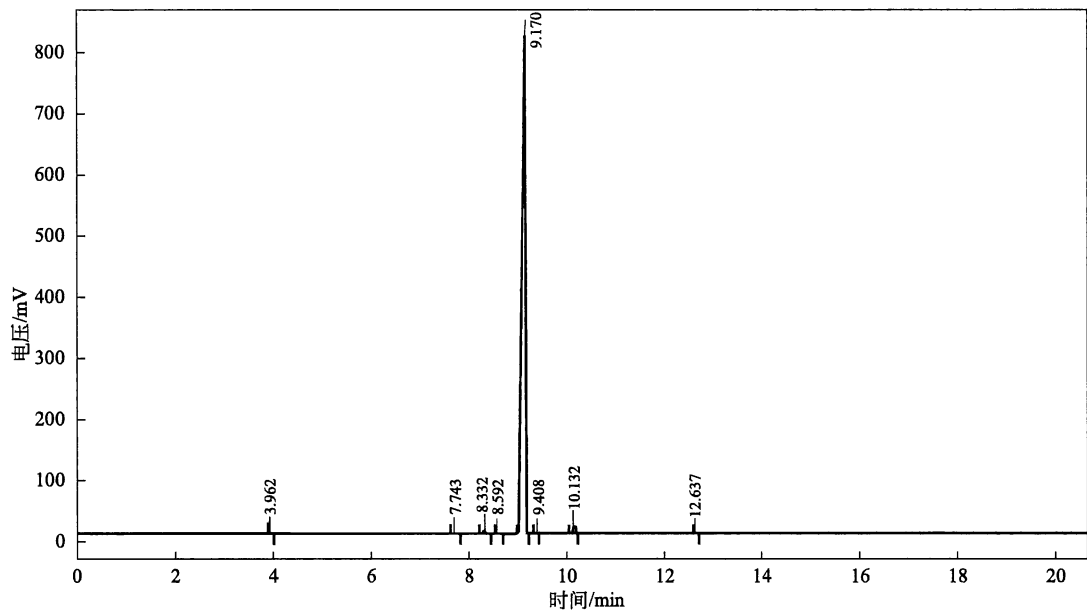
10.242 min——3-(2,3-环氧丙氧)丙基三乙氧基硅烷。

图 2 3-(2,3-环氧丙氧)丙基三乙氧基硅烷典型气相色谱图



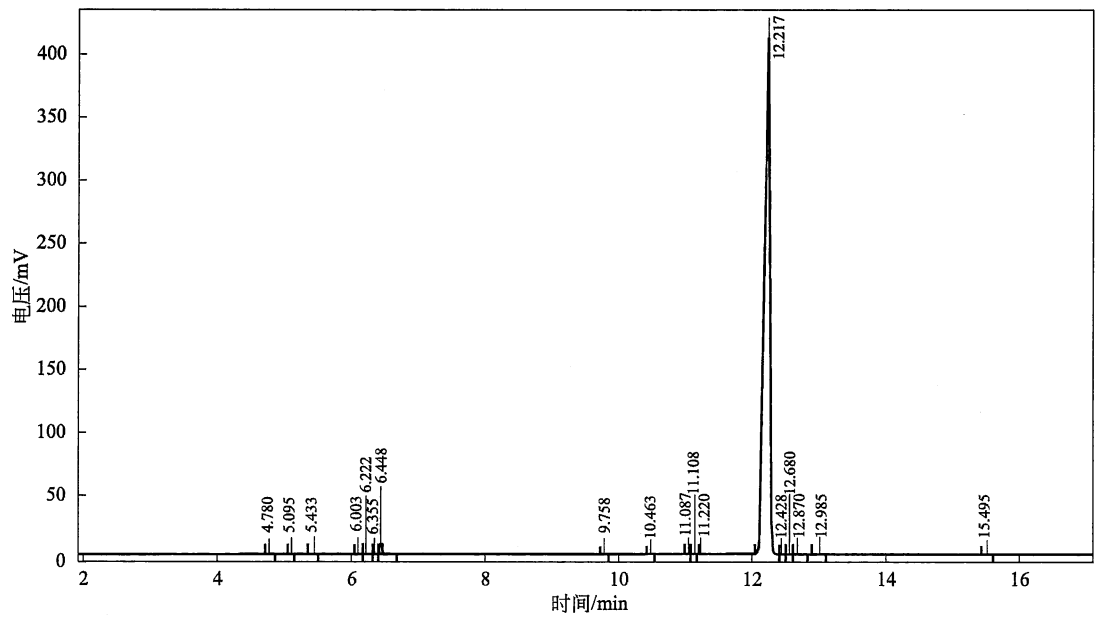
说明：
9.468 min——3-(2,3-环氧丙氧) 丙基甲基二甲氧基硅烷。

图 3 3-(2,3-环氧丙氧) 丙基甲基二甲氧基硅烷典型气相色谱图



说明：
9.170 min——3-(2,3-环氧丙氧) 丙基甲基二乙氧基硅烷。

图 4 3-(2,3-环氧丙氧) 丙基甲基二乙氧基硅烷典型气相色谱图



说明：
12.217 min——2-(3,4-环氧环己烷)乙基三甲氧基硅烷。

图 5 2-(3,4-环氧环己烷)乙基三甲氧基硅烷典型气相色谱图

4.7.7 结果计算

环氧硅烷偶联剂的纯度以质量分数 w 表示，数值以%计，按公式（1）计算：

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

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

4.7.8 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不得大于 0.3 %，取两次平行测定结果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

环氧硅烷偶联剂以同等质量的均匀产品为一批。

5.3 采样

环氧硅烷偶联剂以批为单位，按 GB/T 6680—2003 的规定采样。采样量不少于 500 g。分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封；瓶上粘贴标签，注明：产品名称、批号、采样日期、采样人等。一瓶供质量检验部门检验，另一瓶保存备查。

5.4 合格判定

环氧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

环氧硅烷偶联剂的每个包装件上应有牢固而清晰的标志，其内容包括生产厂名、厂址、产品名称等，并按 GB/T 191—2008 的规定标明“怕晒”和“怕雨”等标识。包装件上应附有标签，标明：批号、生产日期、净含量、本标准编号等。

6.2 包装

环氧硅烷偶联剂采用桶包装，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。

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、标准号、生产厂名称、批号、生产日期以及 5.1 规定检验项目的检验数据等。

6.3 运输

环氧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

环氧硅烷偶联剂应贮存在通风、干燥、远离热源的仓库中，防止雨淋、受潮、日晒。

环氧硅烷偶联剂在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下，自生产之日起未开封产品的贮存期为 12 个月。