

ICS 71. 100. 40
G 71
备案号：56318—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5093—2016

硅烷交联剂

Silane crosslinker

2016-10-22 发布

2017-04-01 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：湖北新蓝天新材料股份有限公司、浙江衢州硅宝化工有限公司。

本标准参加起草单位：荆州市江汉精细化工有限公司、浙江华进科技股份有限公司、湖北德众化工有限公司。

本标准主要起草人：肖俊平、高建秋、李玥、李冲合。

硅烷交联剂

1 范围

本标准规定了硅烷交联剂（含以下 6 个产品）的技术要求，试验方法，检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由烷基三氯硅烷、乙烯基三氯硅烷、苯基三氯硅烷与醋酸酐或丁酮肟反应、中和、提纯制成的硅烷交联剂。

化学名称	结构简式	相对分子质量 (按 2013 年国际相对原子质量)
甲基三乙酰氧基硅烷 (CAS RN: 4253-34-3)	$(\text{CH}_3\text{COO})_3\text{SiCH}_3$	220.22
乙基三乙酰氧基硅烷 (CAS RN: 17689-77-9)	$(\text{CH}_3\text{COO})_3\text{SiCH}_2\text{CH}_3$	234.25
丙基三乙酰氧基硅烷 (CAS RN: 17865-07-5)	$(\text{CH}_3\text{COO})_3\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	248.27
乙烯基三乙酰氧基硅烷 (CAS RN: 4130-08-9)	$(\text{CH}_3\text{COO})_3\text{SiCH}=\text{CH}_2$	232.23
乙烯基三丁酮肟基硅烷 (CAS RN: 2224-33-1)	$ \begin{array}{c} (\text{CH}_3\text{CH}_2\text{C}=\text{NO})_3\text{SiCH}=\text{CH}_2 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} $	313.44
苯基三丁酮肟基硅烷 (CAS RN: 34036-80-1)	$ \begin{array}{c} (\text{CH}_3\text{CH}_2\text{C}=\text{NO})_3\text{SiC}_6\text{H}_5 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} $	363.50

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/T 3143—1982 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—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

HG/T 5093—2016

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

硅烷交联剂的技术要求及相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表 1 硅烷交联剂的技术要求和试验方法

项 目	指 标						试验方法
	甲基三乙氧基硅烷	乙基三乙氧基硅烷	丙基三乙氧基硅烷	乙烯基三乙氧基硅烷	乙烯基三丁酮肟基硅烷	苯基三丁酮肟基硅烷	
外观	无色至浅黄色透明液体或白色晶体	透明液体	透明液体	透明液体	透明液体	透明液体	4.2
色度(Pt-Co)/号 ≤	100	100	100	150	100	60	4.3
密度(20℃)/(g/cm³)	1.155~1.175	1.130~1.150	1.102~1.122	1.157~1.177	0.980~1.000	1.020~1.040	4.4
折射率 n_D^{25}	1.3950~1.4150	1.4010~1.4210	1.4100~1.4400	1.4100~1.4300	1.4525~1.4725	1.4850~1.5050	4.5
单体含量(GC)/% ≥	85.0	90.0	90.0	85.0	90.0	90.0	4.6
二三聚体含量(GC)/% ≤	10.0	5.0	5.0	10.0	5.0	5.0	4.6
有效成分/% ≥	95.0	95.0	95.0	95.0	95.0	95.0	4.6
可水解氯/(mg/kg) ≤	50	50	50	50	50	50	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

在自然光下目测。

4.3 色度的测定

按 GB/T 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 单体含量、二三聚体含量及有效成分的测定

4.6.1 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，得到产品单体含量、二三聚体含量，之后再计算得到有效成分。

4.6.2 材料

4.6.2.1 氮气：含量（体积分数）≥99.99 %。

4.6.2.2 氢气：含量（体积分数）≥99.99 %。

4.6.2.3 空气：干燥无油压缩空气。

4.6.3 仪器设备

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

4.6.3.2 气相色谱柱：长度 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm 的毛细管柱，固定相为 5 % 苯基 + 95 % 聚二甲基硅氧烷或 100 % 聚二甲基硅氧烷。

4.6.3.3 检测器：氢火焰离子化检测器。

4.6.3.4 微量进样器：1 μL。

4.6.4 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					
		甲基三 乙氧基 硅烷	乙基三 乙氧基 硅烷	丙基三 乙氧基 硅烷	乙烯基三 乙氧基 硅烷	乙烯基三 丁酮基 硅烷	苯基三 丁酮基 硅烷
载气(氮气)流速/(mL/min)		2.0				2.0	
燃烧气(氢气)流速/(mL/min)		30				30	
助燃气(空气)流速/(mL/min)		300				300	
分流比		1 : 100				1 : 100	
进样口温度/℃		280				280	
检测器温度/℃		280				280	
升温程序	初始温度/℃	110				110	
	程序升温速率/(℃/min)	20				15	
	终止温度/℃	250				280	
	终止温度保持时间/min	8				7	
进样量/μL		0.2				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。							

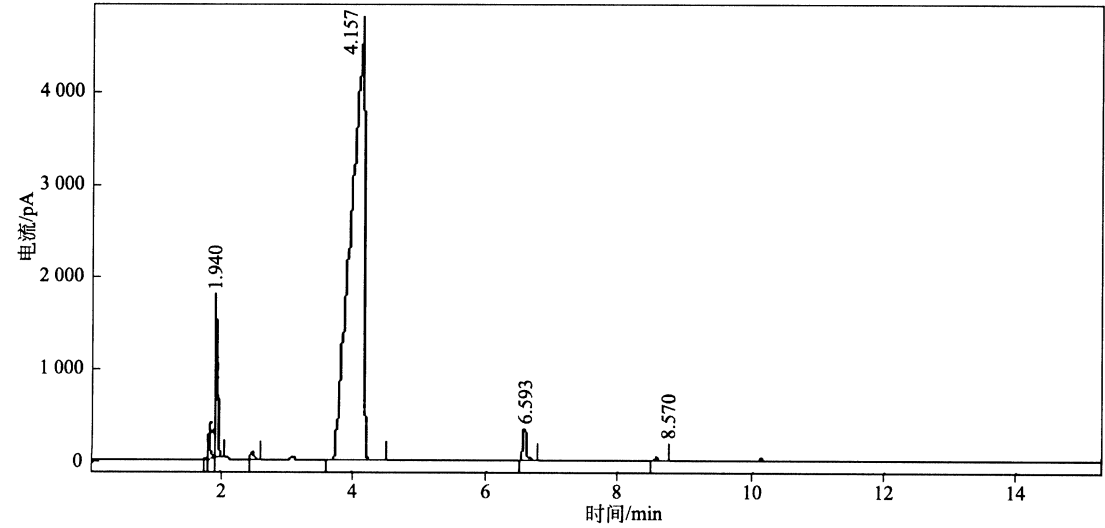
HG/T 5093—2016

4.6.5 操作步骤

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。

4.6.6 色谱图

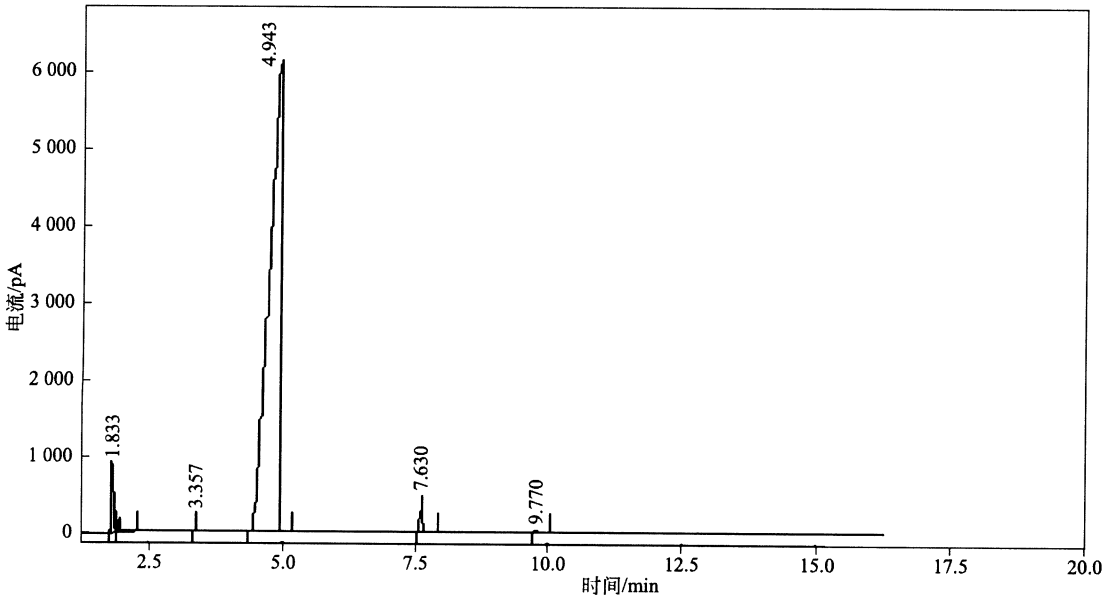
硅烷交联剂的典型气相色谱图见图 1～图 6。



说明：

- 4.157 min 甲基三乙酰氧基硅烷；
- 6.593 min 甲基三乙酰氧基硅烷二聚体；
- 8.570 min 甲基三乙酰氧基硅烷三聚体。

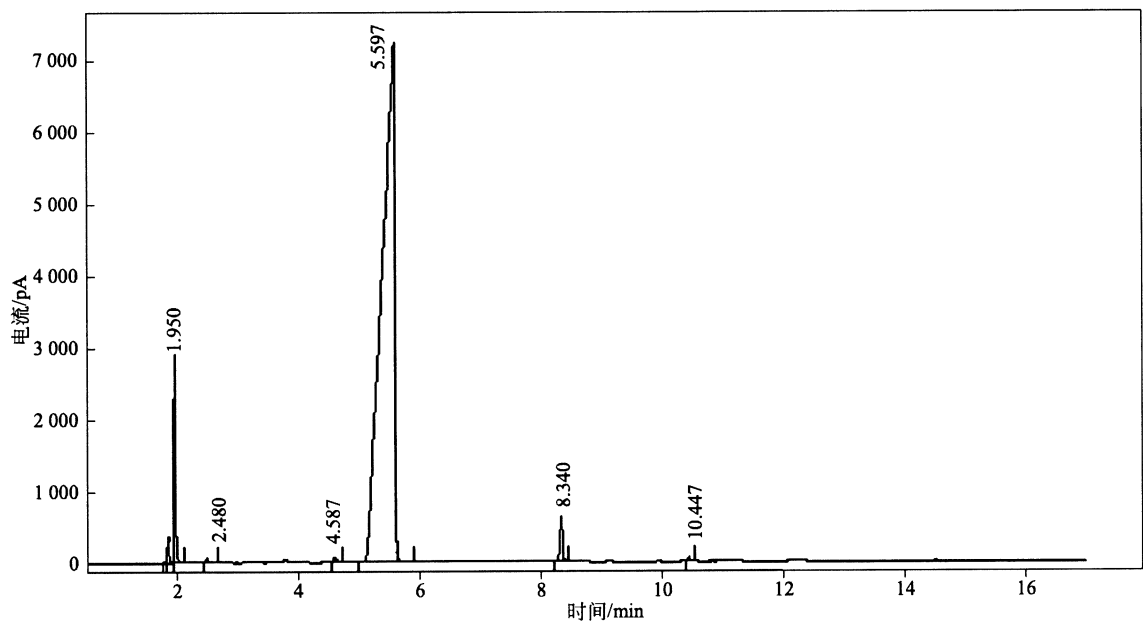
图 1 甲基三乙酰氧基硅烷典型气相色谱图



说明：

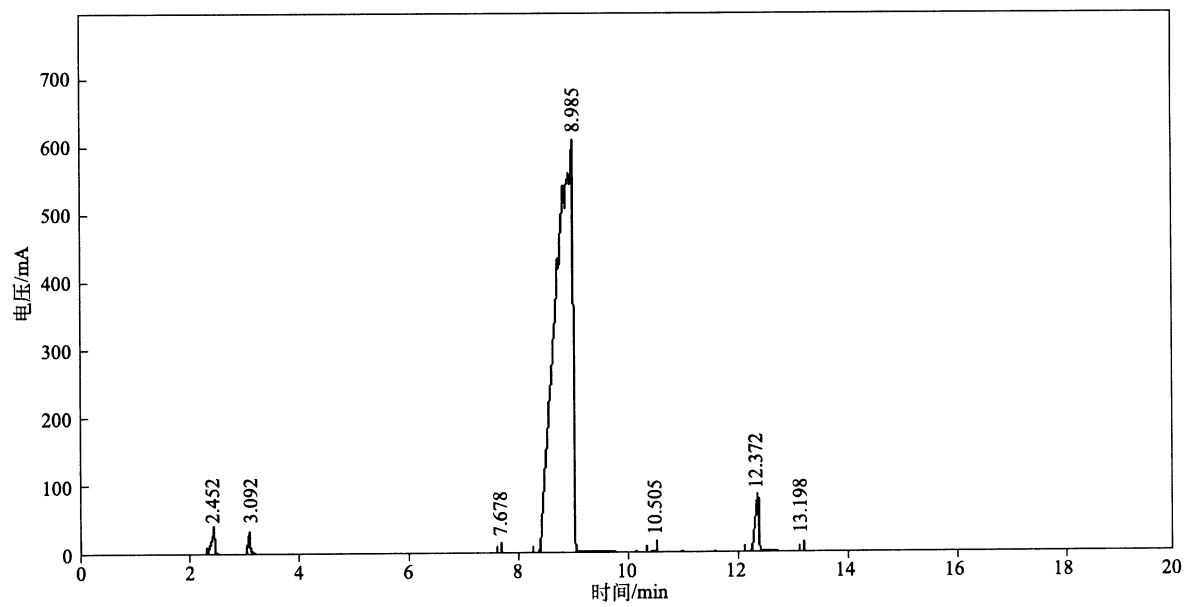
- 4.943 min 乙基三乙酰氧基硅烷；
- 7.630 min 乙基三乙酰氧基硅烷二聚体；
- 9.770 min 乙基三乙酰氧基硅烷三聚体。

图 2 乙基三乙酰氧基硅烷典型气相色谱图



说明：
5.597 min 丙基三乙氧基硅烷；
8.340 min 丙基三乙氧基硅烷二聚体；
10.447 min 丙基三乙氧基硅烷三聚体。

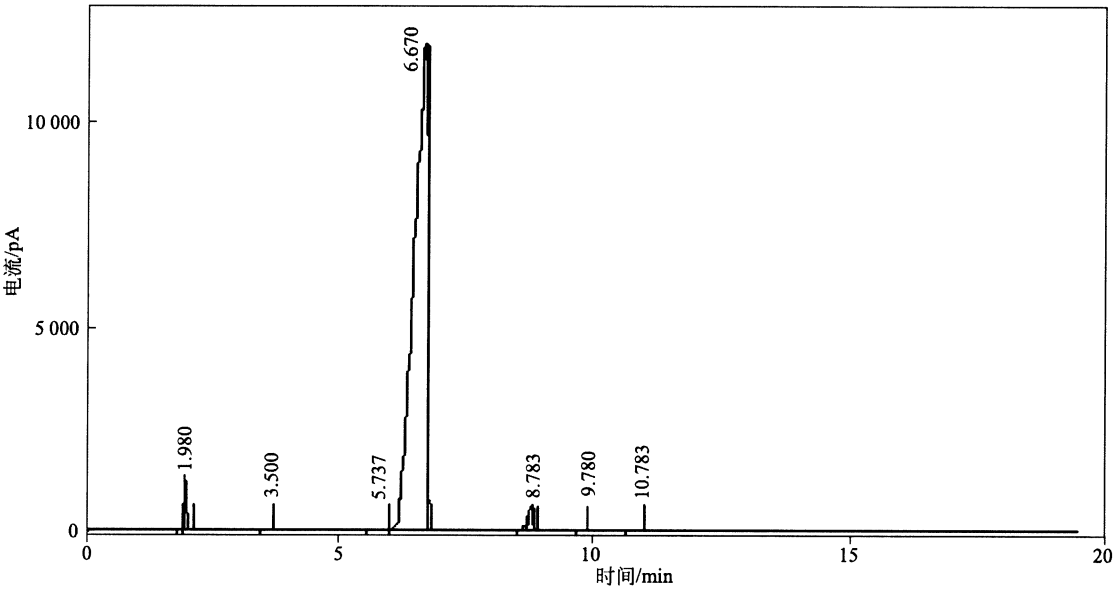
图 3 丙基三乙氧基硅烷典型气相色谱图



说明：
8.985 min 乙烯基三乙氧基硅烷；
12.372 min 乙烯基三乙氧基硅烷二聚体；
13.198 min 乙烯基三乙氧基硅烷三聚体。

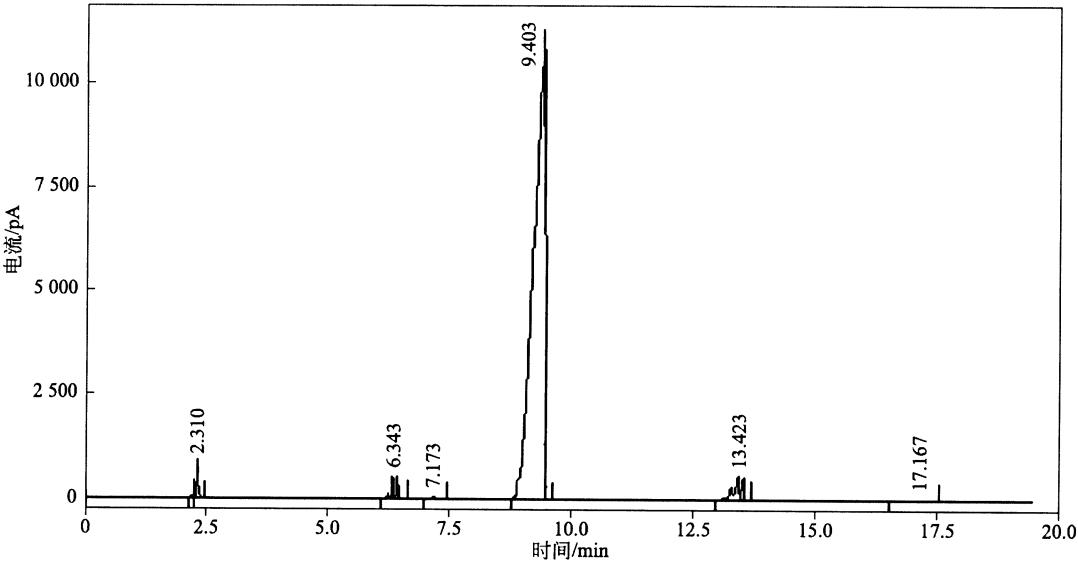
图 4 乙烯基三乙氧基硅烷典型气相色谱图

HG/T 5093—2016



说明：
6.670 min——乙烯基三丁酮肟基硅烷；
8.783 min 乙烯基三丁酮肟基硅烷二聚体；
10.783 min 乙烯基三丁酮肟基硅烷三聚体。

图 5 乙烯基三丁酮肟基硅烷典型气相色谱图



说明：
9.403 min 苯基三丁酮肟基硅烷；
13.423 min 苯基三丁酮肟基硅烷二聚体；
17.167 min —— 苯基三丁酮肟基硅烷三聚体。

图 6 苯基三丁酮肟基硅烷典型气相色谱图

4.6.7 结果计算

4.6.7.1 硅烷交联剂单体含量、二聚体含量、三聚体含量的计算

硅烷交联剂单体含量、二聚体含量、三聚体含量分别以质量分数 w_1 、 w_2 、 w_3 计，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i —— i 组分峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分峰面积之和。

4.6.7.2 硅烷交联剂二三聚体含量的计算

硅烷交联剂二三聚体含量以质量分数 w_4 计，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$w_4 = w_2 + w_3 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_2 ——二聚体质量分数，以%表示；

w_3 ——三聚体质量分数，以%表示。

4.6.7.3 硅烷交联剂有效成分的计算

硅烷交联剂有效成分以质量分数 w_5 计，数值以%表示，按公式（3）计算：

$$w_5 = w_1 + w_2 + w_3 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

w_1 ——单体质量分数，以%表示；

w_2 ——二聚体质量分数，以%表示；

w_3 ——三聚体质量分数，以%表示。

4.6.8 允许差

单体含量两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%，二聚体含量、三聚体含量两次平行测定结果的绝对差值不得大于 0.02%，取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.7 可水解氯的测定

4.7.1 试剂

4.7.1.1 乙醇 [64-17-5]。

4.7.1.2 硝酸 [7697-37-2]。

4.7.2 分析步骤

称取 10 g~20 g 样品（精确至 0.01 g），置于 150 mL 烧杯中，加入约 70 mL 乙醇-水溶液（1+1），将烧杯放置于电位滴定仪实验台上，开启搅拌，然后滴加 1 mL 硝酸-水溶液（1+1），搅拌至待测液体无气泡产生。其余按 GB/T 3050—2000 的规定进行测定。

4.7.3 允许差

平行测定两个结果的绝对差值不大于 10 mg/kg，取平行测定两个结果的算术平均值作为测定

HG/T 5093—2016

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

本产品以同一储罐同一次灌装为一批。

5.3 采样

硅烷交联剂以批为单位，按 GB/T 6680—2003 的规定采样，采样量不少于 500 mL。分装于两个清洁、干燥的密封瓶中，密封，瓶上粘贴标签，注明产品名称、批号、采样日期、采样人等。一瓶供检验部门检验，另一瓶保存备查。

5.4 合格判定

本产品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

本产品的每个包装件上应有牢固而清晰的标志，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”“怕雨”等标志。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

本产品采用内涂铁桶包装，每件净含量 200 kg。也可根据用户要求采用其他包装方式。

6.3 运输

本产品可采用一般运输工具运输，在运输时应避免日晒、雨淋，在搬运时轻装、轻卸。

6.4 贮存

本产品应贮存在通风、干燥的仓库中，防止雨淋、受潮、日晒。

本产品在符合本标准规定的包装、运输、贮运条件下，自生产之日起未开封产品的贮存期为 12 个月。