

ICS 71.100.40
G 71
备案号: 15063—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3740—2004

双-〔丙基三乙氧基硅烷〕-二硫化物 硅烷偶联剂

Bis (triethoxysilpropyl) disulfide silane coupling agent

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本行业标准是在收集国内外有关双-[丙基三乙氧基硅烷]-二硫化物硅烷偶联剂信息及生产企业标准的基础上制定的。

本标准附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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归口。

本标准起草单位：南京曙光化工集团有限公司。

本标准主要起草人：陶再山、李春华、万筱云。

双-[丙基三乙氧基硅烷]-二硫化物硅烷偶联剂

1 范围

本标准规定了双-[丙基三乙氧基硅烷]-二硫化物硅烷偶联剂的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以 γ -氯丙基三乙氧基硅烷、硫化钠、硫磺、工业合成乙醇等为原料合成的双-[丙基三乙氧基硅烷]-二硫化物硅烷偶联剂。

分子式: $C_{18}H_{42}Si_2O_6S_2$

结构式: $(C_2H_5O)_3Si-CH_2CH_2CH_2-S_2-CH_2CH_2CH_2-Si-(OC_2H_5)_3$

相对分子质量: 474.82 (按 1999 年国际相对原子质量)

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。凡是注明日期的引用文件,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 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 1671 增塑剂闪点的测定 克利夫兰德开口杯法

GB/T 3051—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法

GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 4497—1984 硫化橡胶全硫含量的测定 氧瓶燃烧法

GB/T 6680 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

3 要求

双-[丙基三乙氧基硅烷]-二硫化物硅烷偶联剂应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 双-[丙基三乙氧基硅烷]-二硫化物硅烷偶联剂的技术要求

项 目	指 标
外观	黄色透明液体
密度(20℃), g/cm ³	1.025~1.045
闪点, °C	≥ 100
总硫含量, %	13.5~15.5
氯含量, %	≤ 0.4
杂质含量, %	≤ 4.0

4 试验方法

本标准试验方法中除特殊注明外,所用试剂均为分析纯的试剂,实验室用水应符合 GB/T 6682 三级水的规定。

检验结果的判定应符合 GB/T 1250 中修约值比较法的规定。

4.1 外观

在自然光下目测。

4.2 密度的测定

按 GB/T 4472—1984 中 2.3.3 密度计法的规定进行测定。

4.3 闪点的测定

按 GB/T 1671 的规定进行测定。

4.4 总硫含量的测定

4.4.1 试样处理方法。

称取试样 0.013 g~0.015 g(精确到 0.000 1 g)滴入小胶囊中的滤纸条上,小胶囊用透明的胶带(12 mm~13 mm 宽)制成,然后用滤纸包裹好,制法见附录 A。

4.4.2 燃烧分解。

在燃烧瓶中加入过氧化氢溶液 10 mL,然后通入氧气约 30 s,点燃滤纸尾部,立即插入燃烧瓶中,按紧瓶塞,小心倾斜燃烧瓶。燃烧示意图见附录 A,此时样品与滤纸在铂催化下充分燃烧(温度可达 1 000℃以上),燃烧完毕后,充分振摇燃烧瓶,加水封,放置 30 min 至烟消失,然后打开瓶塞。用少量蒸馏水冲洗瓶塞及铂丝。加热溶液浓缩至 5 mL 左右。

4.4.3 其余按 GB/T 4497—1984 的规定进行。

4.5 氯含量的测定

4.5.1 试样处理方法。

称取试样 0.013 g~0.015 g(精确到 0.000 1 g)滴入小胶囊中的滤纸条上,小胶囊用透明的胶带(12 mm~13 mm 宽)制成,然后用滤纸包裹好,制法见附录 A。

4.5.2 燃烧分解。

在燃烧瓶中加入氢氧化钠水溶液 10 mL,3 滴~6 滴过氧化氢,通入氧气约 30 s,点燃滤纸尾部后立即插入燃烧瓶中,按紧瓶塞,小心倾斜燃烧瓶,燃烧示意图见附录 A,此时样品与滤纸在铂催化下充分燃烧(温度可达 1 000℃以上),燃烧完毕后,充分振摇燃烧瓶,加水封,放置 30 min 至烟消失,然后打开瓶塞。用少量蒸馏水冲洗瓶塞及铂丝。

4.5.3 其余按 GB/T 3051—2000 的规定进行测定。

4.6 杂质含量的测定

采用气相色谱法测定。

4.6.1 试剂

甲苯。

4.6.2 仪器

4.6.2.1 气相色谱仪。

4.6.2.2 色谱柱:HP-5(0.32 mm×30 m×0.25 μm)。

4.6.2.3 检测器:FID。

4.6.2.4 记录仪:色谱数据处理机。

4.6.2.5 微量进样器:10 μL。

4.6.3 色谱操作条件

如表 2 规定。

表 2 色谱操作条件

载 气	高纯氮(纯度 $\geq 99.98\%$)
流速	2.0 mL/min
氮气流速	30 mL/min
空气流速	300 mL/min
分流比	1 : 100
检测器温度	260℃
进样口温度	260℃
初温	45℃
程序升温速度	6.5℃/min
终止温度	260℃
终止时间	10 min
注射体积	0.2 μ L

4.6.4 标准试样的制备

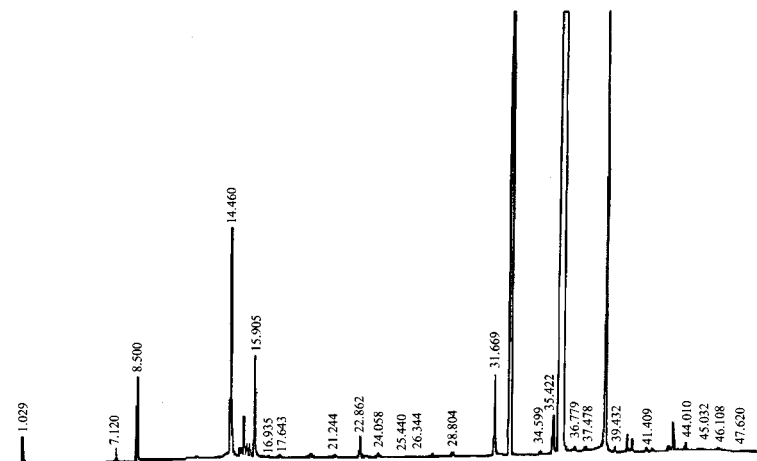
称取乙醇、丙基三乙氧基硅烷、 γ -氯丙基三乙氧基硅烷三个标准物质加到一个预先准备好的 10 mL 容量瓶中,用甲苯稀释至刻度。

4.6.5 分析步骤

当仪器在表 2 给出的初始条件下达到平衡时,用微量注射器吸取 0.2 μ L 标准试样注入色谱柱中,待色谱峰全部流出后,再用注射器吸取 0.2 μ L 双-[丙基三乙氧基硅烷]-二硫化物硅烷偶联剂注入色谱柱中,待组分全部流出(约 50 min),用外标法进行计算。

4.6.6 典型色谱图

见图 1。



1.029 min——乙醇；

8.500 min——丙基三乙氧基硅烷；

14.460 min—— γ -氯丙基三乙氧基硅烷。

图 1 双-[丙基三乙氧基硅烷]-二硫化物硅烷偶联剂的典型色谱图

4.6.7 结果计算

杂质含量为试样中乙醇、丙基三乙氧基硅烷、 γ -氯丙基三乙氧基硅烷三种杂质含量之和。

以杂质的质量分数 X_i 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$X_i = E_i \frac{A_i}{A_E} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

E_i ——标准试样中组分 i 的含量;

A_i ——试样中组分 i 的峰面积;

A_E ——标准试样中组分 i 的峰面积。

5 检验规则

5.1 检验分类

表 1 中全部项目为出厂检验项目。

5.2 生产厂检验

本产品应由生产厂的质量监督部门按本标准检验合格后方可出厂,并应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:生产厂名、商标、产品名称、批号、标准号、检验员代号。

5.3 组批规则

该产品以同等质量的均匀产品为一批。

5.4 取样

按 GB/T 6680 中的规定取样,取样量不少于 500 g,取得试样装入两个清洁干燥的塑料瓶中,贴标签并注明产品名称、取样日期、批号、取样人代号,一瓶样品检验,一瓶样品保留以备待查。

5.5 复验

检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应从同批产品中取两倍量的样品进行复验。复验结果中即使只有一项不符合本标准要求,则判该批产品不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

外包装容器上应有清晰牢固的标志,内容包括:产品名称、生产厂名、厂址、批号、商标、净含量、标准号、贮存期。

6.2 包装

该产品的包装方式如下:

6.2.1 5 kg 聚乙烯白色塑料桶包装,每桶净含量 5 kg,每两桶用纸箱外包装。

6.2.2 50 kg 铁塑桶包装,每桶净含量 50 kg。

6.2.3 若需其他包装方式,则按照合同执行。

6.3 运输

产品不属于危险品,可用一般运输工具运输。在运输过程中应防止倒置和碰撞。

6.4 贮存

6.4.1 该产品应存放在通风、干燥的仓库中,避免阳光直射。

6.4.2 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一年。

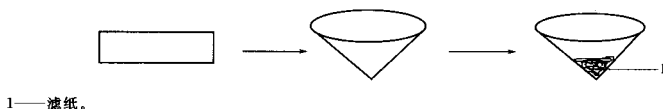
附录 A

(规范性附录)

液体样品称样用小胶囊制法、滤纸制作方法和燃烧分解示意图

A.1 液体样品称样用小胶囊制法

液体样品称样用小胶囊制法见图 A.1。



1——滤纸。

图 A.1 液体样品称样用小胶囊制法

A.2 滤纸制作方法

滤纸制作方法见图 A.2。

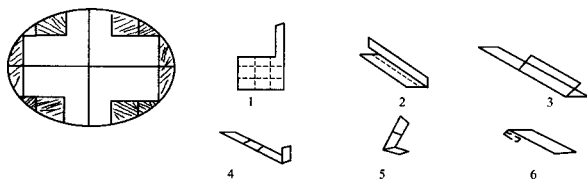
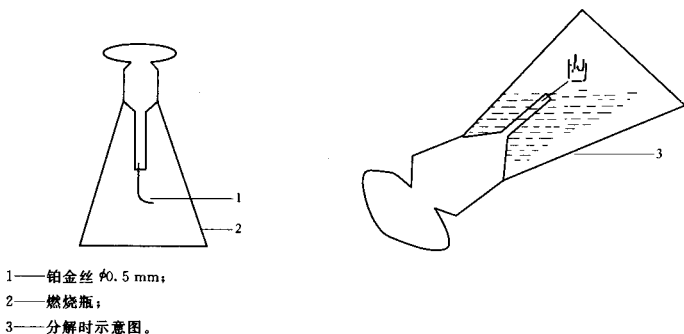


图 A.2 滤纸制作方法

A.3 燃烧分解示意图

燃烧分解示意图见图 A.3。

1——铂金丝 $\phi 0.5\text{ mm}$;

2——燃烧瓶;

3——分解时示意图。

图 A.3 燃烧分解示意图

称样方法:首先称取小胶囊(透明胶带制成)和预先制作好的滤纸(小旗子)的质量,再将试样滴入小胶囊中,用定性滤纸吸取多余的试样,然后用预先制作好的滤纸(小旗子)包裹小胶囊,具体操作顺序按图 A.2 进行,再称量包裹好的小胶囊,计算试样的质量。