

《六甲基二硅氧烷》 编制说明

(征求意见稿)

编制单位：新亚强硅化学股份有限公司
中国化工情报信息协会

编制日期：2020年6月

《六甲基二硅氧烷》

编制说明

一、任务来源

（一）任务来源

本标准由中国化工学会提出并归口，由新亚强硅化学股份有限公司和中国化工情报信息协会联合牵头制定。

（二）标准制定的目的和意义

六甲基二硅氧烷是一种重要的有机硅初级原料，常作为封端剂用于有机硅硅油生产，或者用于硅橡胶、药品、气相色谱固定液、分析试剂、憎水剂及医疗电子元件等的清洗剂，具有重要的工业利用价值，有很好的应用前景。六甲基二硅氧烷做为环状和线状挥发性甲基硅氧烷(VMSs)的代表，与环境友好，不像氟碳类清洗剂一样破坏臭氧层。六甲基二硅氧烷分子链结构中的 Si-O-Si 键具有较高的化学键能(460.5 kJ/mol)，由其作为封头剂制得的聚硅氧烷有着较好的热稳定性及化学稳定性。可以作为电子、国防和航空工业使用的精密设备所用清洗剂的替代品。此外，六甲基二硅氧烷在医药工业、气相色谱分析、半导体工业光致刻蚀剂的粘结助剂、橡胶行业添加剂及硅藻土、白炭黑等的表面处理剂等领域应用广泛，也是甲基硅烷化剂之一。

国内一直没有六甲基二硅氧烷的相关标准。为了进一步规范市场管理，正确评价产品质量，促进行业进步，需对六甲基二硅氧烷产品质量、规格分类、生产包装、试验检验等尽早加以规范，不但能为广大消费者提供更好的选择、监督以及纠纷仲裁的依据，而且对六甲基二硅氧烷的推广应用和健康发展都具有深远的意义。该团体标准的建立，可弥补行业空白，为国内生产和使用企业提供统一的验收标准，促进六甲基二硅氧烷产业及其相关产业的可持续发展，减少贸易摩擦和提高国际市场竞争力。培育企业强大的核心竞争力，重点开发品质更高、功能更全，技术含量和附加值更高的功能性助剂产品，推动有机硅行业终端产品实现功能化、改性化、复合化的发展方向。

制定六甲基二硅氧烷的团体标准，让生产企业拥有一个共同的执行标准，促进企业加强管理，加大研发投入和技术创新，推动产品质量持续提升，从而增强企业的核心竞争力，实现行业成长进入有序竞争和良性发展的阶段，并为进一步开拓国际市场奠定坚实的基础。标准制定后有利于在行业内统一该产品的技术要求及试验方法等相关要求，为六甲基二硅氧烷产品发展提供良好的保障。

二、起草工作简要过程

按照中国化工学会标准制修订程序的要求，《六甲基二硅氧烷》团体标准的编制完成了以下工作：

（一）资料的收集

在标准编制过程中，起草工作组收集了以下资料：

- GB 190 危险货物包装标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- 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 液体化工产品颜色测定法(Hazen 单位-铂 钴色号)
- GB/T 4472 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 6678 化工产品采样总则
- 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
- 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
- GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件
- GB 15603 常用化学危险品贮存通则

(二) 标准的起草

1. 2019年6月至2019年9月，项目组完成标准的前期预研工作，联系六甲基二硅氧烷生产企业、科研单位以及下游用户等，对六甲基二硅氧烷标准化的有关问题进行调研和分析。

2. 2019年11月，召开标准启动会，成立起草工作组，正式启动《六甲基二硅氧烷》的团体标准编制工作，根据启动会企业代表意见，修改完成《六甲基二硅氧烷》工作组第一稿。

3. 2019年11月至2020年5月，工作组成员根据启动会讨论内容和要求，开展验证试验，按照标准指标项要求，开展了产品指标数据验证试验，并在此基础上统一各方意见，形成标准工作组第二稿。

4. 工作组拟定于2020年6月面向社会公开征求意见。

(三) 主要参加单位和工作组成员

标准牵头单位为新亚强硅化学股份有限公司、中国化工情报信息协会，工作组成员包括浙江硕而博化工有限公司、四川嘉碧新材料科技有限公司、江西蓝星星火有机硅有限公司、杭州硅宝化工有限公司、浙江佳汇新材料有限公司、四川川祥化工科技有限公司。具体情况如表1所示。

表1 主要参加单位和工作组成员表

成员姓名	所在单位	专业方向	邮箱
陈建梅	新亚强硅化学股份有限公司	化工材料	QCD@newasiaman.com
何猛龙	新亚强硅化学股份有限公司	应用化工	pang198910@126.com
李宏星	浙江硕而博化工有限公司		

成员姓名	所在单位	专业方向	邮箱
胡凉彬	四川嘉碧新材料科技有限公司		
马晓煜	江西蓝星星火有机硅有限公司		
余波	湖北新蓝天新材料有限公司		
王伟	浙江衢州硅宝化工有限公司		
文贞玉	浙江佳汇新材料有限公司		
	四川川祥化工科技有限公司		
刘宇	中国化工情报信息协会	石油和化工	35594039@qq.com
张长安	中国化工情报信息协会	石油和化工	476821497@qq.com

三、编写原则和确定标准主要内容的依据

（一）标准的编写原则

本标准编制遵循经济社会发展需求原则、技术先进和经济合理原则、适应贸易全球化需求原则、维护公众利益原则、协商一致原则、广泛参与和公开透明原则。

本标准的编制结合了生产企业六甲基二硅氧烷的制备工艺流程、产品检验检测方法、试验数据等有关资料，在借鉴已有经验的基础上，提出了六甲基二硅氧烷产品的质量、采样、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输、贮存要求等。

（二）确定标准主要内容的依据

1. 指标项的确定

六甲基二硅氧烷指标的设定以及产品的分级，主要考虑色度、六甲基二硅氧烷含量、氯离子、水分、密度和折光率的影响。

2. 试验方法的确定

对已有国行标的试验方法，直接引用，对没有现行相关标准的或需满足本产品实际特性的指标（优等品氯离子的测定）根据工作组成员会议讨论形成一致，自定检测方法。

3. 指标值的设定

本标准指标值的设定是在工作组成员单位提供企业实际生产数据的基础上，综合行业实际情况设定。指标值验证数据见表2，各企业实验数据见附录。

表2 六甲基二硅氧烷数据与指标要求

指标项	指标要求	批次	新亚强	硕而博	星火有机硅
色度 (Hazen 单位)	优等品 ≤ 10 一等品 ≤ 10 合格品 ≤ 20	1	< 10	1.0	< 5
		2	< 10	1.1	< 5
		3	< 10	1.2	< 5
		4	< 10	1.1	< 5

指标项	指标要求	批次	新亚强	硕而博	星火有机硅
		5	<10	1.3	<5
		6	<10	1.2	<5
		7	<10	1.0	<5
		8	<10	1.3	<5
		9	<10	1.2	<5
		10	<10	1.2	<5
		11	<10	-	-
		12	<10	-	-
六甲基二硅氧烷含量 (%)	优等品 \geq 99.9 一等品 \geq 99.5 合格品 \geq 99	1	99.80	99.75	99.94
		2	99.83	99.72	99.92
		3	99.90	99.65	99.93
		4	99.84	99.72	99.92
		5	99.71	99.54	99.94
		6	99.40	99.65	99.94
		7	99.07	99.80	99.93
		8	99.86	99.57	99.94
		9	99.86	99.66	99.94
		10	99.93	99.63	99.95
		11	99.94	-	-
		12	99.92	-	-
氯离子 (mg/kg)	优等品 \leq 0.02 一等品 \leq 5 合格品 \leq 10	1	3.63	-	<1
		2	3.25	-	1
		3	1.98	-	1
		4	3.17	-	2
		5	2.74	-	1
		6	3.55	-	1
		7	3.87	-	1
		8	2.65	-	1
		9	3.52	-	1
		10	1.58	-	1
		11	0.007	-	-
		12	0.016	-	-
水分 (mg/kg)	优等品 \leq 50 一等品 \leq 200 合格品 \leq 300	1	56.5	128	133
		2	45.3	115	90
		3	48.6	169	60
		4	52.1	168	69
		5	39.8	150	69
		6	46.3	176	89
		7	37.5	125	167
		8	43.5	93	81
		9	50.2	169	74
		10	51.5	168	69
		11	23.6	-	-
		12	25.6	-	-
密度 (20℃, g/cm ³)	0.762~0.770	1	0.765	0.763	0.764
		2	0.766	0.763	0.764
		3	0.766	0.763	0.763
		4	0.767	0.765	0.763

指标项	指标要求	批次	新亚强	硕而博	星火有机硅
		5	0.765	0.763	0.764
		6	0.766	0.763	0.764
		7	0.765	0.765	0.764
		8	0.767	0.765	0.764
		9	0.765	0.765	0.763
		10	0.765	0.765	0.764
		11	0.767	-	-
		12	0.766	-	-
折光率 (n_D^{20})	1.375~1.379	1	1.377	1.3779	1.3775
		2	1.376	1.3779	1.3774
		3	1.376	1.3778	1.3775
		4	1.376	1.3774	1.3775
		5	1.378	1.3766	1.3774
		6	1.377	1.3765	1.3775
		7	1.377	1.3772	1.3775
		8	1.376	1.3774	1.3775
		9	1.377	1.3770	1.3774
		10	1.376	1.3768	1.3775
		11	1.376	-	-
		12	1.377	-	-

四、技术经济分析论证和预期的经济效益

本标准的制定，有助于进一步规范行业秩序，提升行业质量水平，促进行业技术水平的不断提升。标准实施后有助于增强行业的国际竞争力，将使六甲基二硅氧烷产品不仅在传统的有机化工及医药化工生产中的应用得到稳步提高，还将促使国内生产企业逐步进入半导体工业光致刻蚀剂的粘结助剂应用领域，以及电子、国防和航空工业使用的精密仪器的高效清洗剂领域，产品的高端化、国际化将使产品的应用领域大幅拓宽，同时，必将大幅提高国内六甲基二硅氧烷产品的附加值。

五、采用国际标准和国外先进标准情况及水平对比

起草单位对国内外标准资料进行了收集工作，目前未检索到有关六甲基二硅氧烷的国外标准。

六、与现行法律、法规、政策及相关标准的协调性

该标准严格遵循国务院印发的《深化改革标准化工作改革方案》（国发[2015]13号）中关于培育和发展团体标准的各项改革措施要求。同时，与国家标准化委员会修改标准化法和《关于培育和发展团体标准的指导意见》相协调，从而确保该标准可为相关法律法规的制定和实施提供支撑。

该标准在制定过程中，以尽量直接引用的方式与相关现行标准实现协调和衔接。

七、贯彻实施标准的措施和建议

本标准制定后，将统一各生产企业的产品质量标准，希望各生产企业严格执行标准的要求，共同维护行业的发展。

八、其它应予以说明的事项

无。

附录 A 新亚强硅化学股份有限公司六甲基二硅氧烷试验报告

A. 1 含量

A. 1. 1 样品精密度试验

按本标准拟定方法中 5.4 对公司两批六甲基二硅氧烷进行测定（仪器型号：Agilent 8860，色谱柱：HP-5, 60m*0.25mm*0.25 μ m），色谱图见图 1、色谱图局部放大图见图 2，精密度试验结果见表 1。

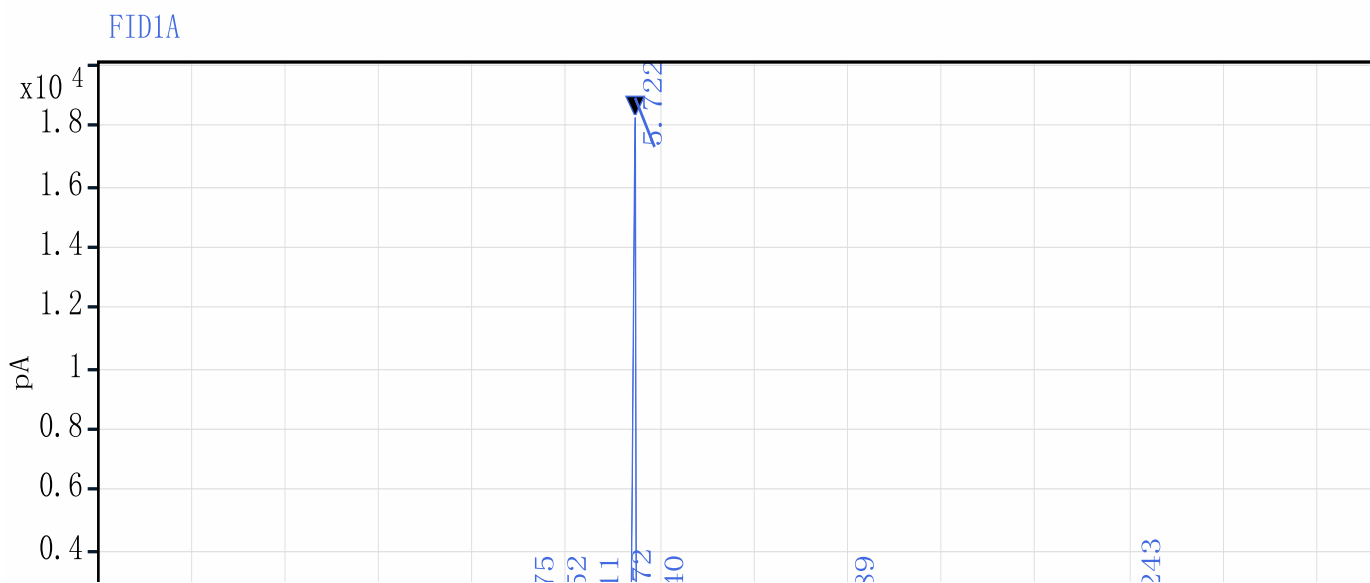


图 1 2020-2-02 的色谱图

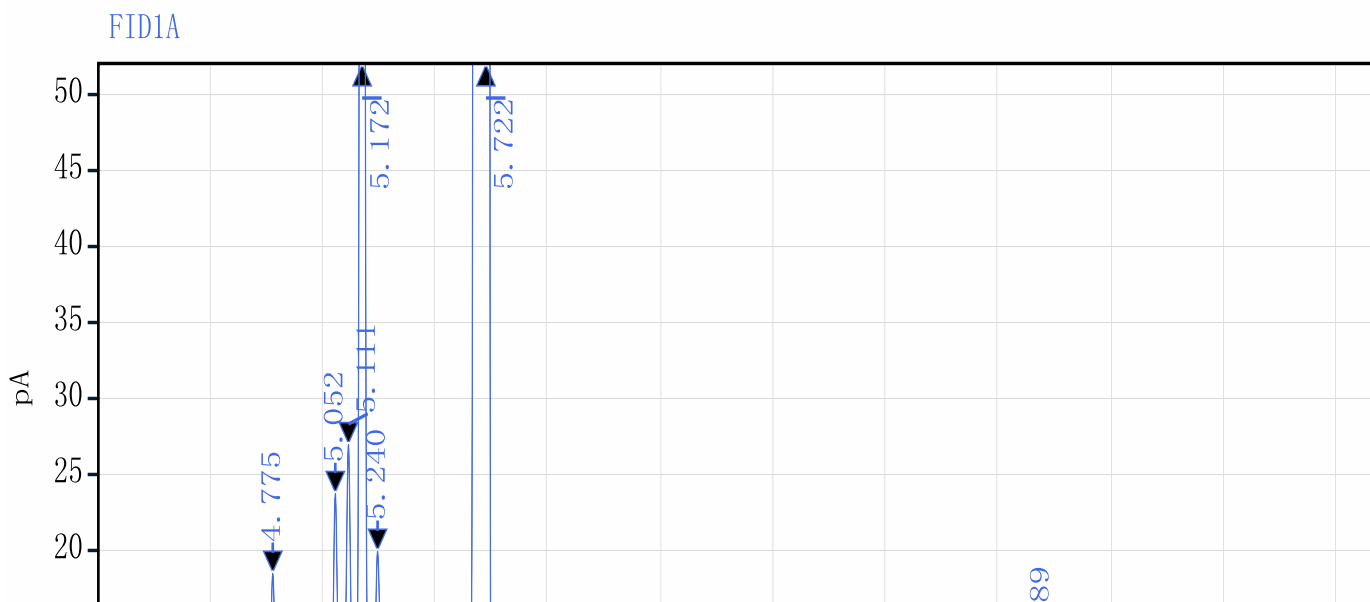


图 2 2020-02-02 的色谱图局部放大图

表 1 精密度试验结果

次数	含量	批号	
		2020-02-02	2020-02-03
1		99.07	99.83
2		99.07	99.82
3		99.07	99.82
4		99.07	99.82
5		99.06	99.82
6		99.06	99.82
7		99.05	99.82
8		99.06	99.82
9		99.05	99.82
10		99.04	99.83
11		99.03	99.83
	平均值	99.06	99.82
	标准偏差	0.01	0.01
	相对标准偏差	0.01	0.01

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，精密度符合要求，拟订方法可行。

A. 2 密度

按本标准拟定方法中 5.7（密度计）对公司两批六甲基二硅氧烷进行测定，结果见表 2：

表 2 密度测定数据

指标	产品批号	
	2020-02-02	2020-02-03
密度 (20℃), ρ / (g/mL)	0.765	0.767
	0.764	0.767
平均值, g/mL	0.765	0.767

实验结果：实测数据符合拟定指标，试验方法无异常。

A. 3 折光率

按本标准拟定方法中 5.8 对公司两批六甲基二硅氧烷进行测定（仪器型号：上海申光 WYA-2S），结果见表 3。

表 3 折光率数据

指标	产品批号	
	2020-02-02	2020-02-03
折光率 (n_D^{20})	1.377	1.376
	1.377	1.375
平均值	1.377	1.376

实验结果：实测数据符合拟定指标，试验方法无异常。

A. 4 水分

按本标准拟定方法中 5.6 对公司两批六甲基二硅氧烷进行测定（仪器型号：大庆日上 JF-3）。结果见

表 4。

表 4 水分数据

指标	产品批号	
	2020-02-02	2020-02-03
水分 (H ₂ O), mg/kg	36.7	45.3
	38.2	41.6
平均值, mg/kg	37.5	43.5

实验结果：实测数据符合拟定指标，试验方法无异常。

A.5 色度

按本标准拟定方法中 5.3 对公司两批六甲基二硅氧烷进行测定，结果见表 5。

表 5 色度测定

指标	产品批号	
	2020-02-02	2020-02-03
色度 (Hazen 单位)	<10	<10
	<10	<10
平均值 (Hazen 单位)	<10	<10

实验结果：实测数据符合拟定指标，试验方法无异常。

A.6 氯离子

按本标准拟定方法中 5.5 对公司两批六甲基二硅氧烷进行测定。结果见表 6。

表 6 氯离子检测数据

批号	样品重量(g)	硝酸银浓度 (mol/L)	空白消耗体积 ml	样品消耗体积 ml	氯离子 (Cl), mg/kg	平均氯离子 (Cl), mg/kg
2020-02-02	20.35	0.01011	0.02	0.25	4.06	3.87
	20.50			0.23	3.68	
2020-02-03	20.44			0.18	2.81	2.65
	20.18			0.16	2.49	

实验结果：实测数据符合拟定指标，试验方法无异常。

A.7 试验数据汇总

试验数据汇总见表 7。

表 7 试验数据汇总

名称	合格品	优级品	批号：2020-02-02	批号：2020-02-03
含量(C ₃ H ₈ O ₂), w/%	≥ 99.0	99.5	99.07	99.82
密度(20℃), ρ / (g/cm ³)	0.762~0.770		0.765	0.767
折光率 (n _D ²⁰)	1.375~1.379		1.377	1.376
水分(H ₂ O), mg/kg	≤ 200	100	37.5	43.5
色度(Hazen 单位)	≤ 10		<10	<10
氯化离子(Cl), mg/kg	≤ 10.0	5.0	3.87	2.65

公司连续十批次六甲基二硅氧烷数据见表 8。

表 8 连续十批次六甲基二硅氧烷数据

批号 检测项目	项目					
	含量 (C ₃ H ₈ O ₂), w/% ≥	密度 (20℃), ρ / (g/cm ³)	折光率 (n _D ²⁰)	水 (H ₂ O), mg/kg ≤	色度 (Hazen 单 位) ≤	氯化离子(Cl ⁻), mg/kg ≤
2020-01-03	99.80	0.765	1.377	56.5	<10	3.63
2020-01-04	99.83	0.766	1.376	45.3	<10	3.25
2020-01-05	99.90	0.766	1.376	48.6	<10	1.98
2020-01-06	99.84	0.767	1.376	52.1	<10	3.17
2020-01-07	99.71	0.765	1.378	39.8	<10	2.74
2020-02-01	99.40	0.766	1.377	46.3	<10	3.55
2020-02-02	99.07	0.765	1.377	37.5	<10	3.87
2020-02-03	99.86	0.767	1.376	43.5	<10	2.65
2020-03-01	99.86	0.765	1.377	50.2	<10	3.52
2020-03-02	99.93	0.765	1.376	51.5	<10	1.58

A. 8 特优品中氯离子测定与试验数据

A. 8.1 仪器

ECO IC (瑞士万通)、85-2 型恒温磁力搅拌器、津腾抽滤机。

A. 8.2 试剂

实验用水 (二次去离子水、电阻率大于 18.2 兆欧)、氯离子标准储备液 (使用时可稀释至所用浓度)

A. 8.3 离子色谱条件。

ASUPP 5-150 阴离子柱、A SUPP 1 GUARD、RP2 GUARD 保护柱、MSM 万通抑制器、流动相为 KOH 溶液、流速 0.7ml/min

A. 8.4 样品前处理

称取样品 1g 于 50mL 烧杯中,用水 20mL 分三次萃取 (放在磁力搅拌器进行搅拌萃取 20min/次),然后合并三次水样,去除残留有机物 (经过 C18 固相萃取柱),最终的到检测水样进行离子检测。

检测结果见表 9。

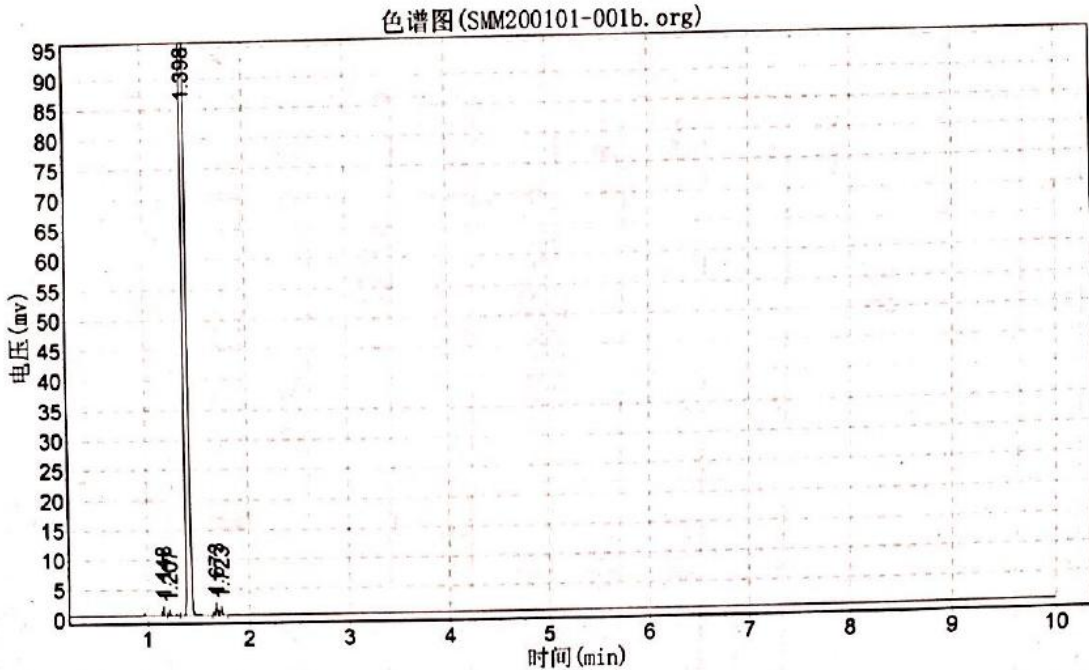
表 9 特优品产品数据

批号 检测项目	项目					
	含量 (C ₃ H ₈ O ₂), w/% ≥	密度 (20℃), ρ / (g/cm ³)	折光率 (n _D ²⁰)	水 (H ₂ O), ppm ≤	色度 (Hazen 单 位) ≤	氯化离子 (Cl ⁻), mg/kg ≤
2020-03-05	99.94	0.767	1.376	23.6	<10	0.007
2020-03-06	99.92	0.766	1.377	25.6	<10	0.016

附录 B 浙江硕而博化工有限公司六甲基二硅氧烷试验数据

B.1 六甲基二硅氧烷含量检测试验

按照企业自行调试的色谱条件开展验证试验，得到以下谱图，谱图中各组分达到与标准给定色谱条件同等分离效果。



按照标准中含量计算公式求出组分含量。

B.2 其它指标检测验证

其它指标检测验证均按照标准要求试验方法进行，具体数据如表 B.1 所示。

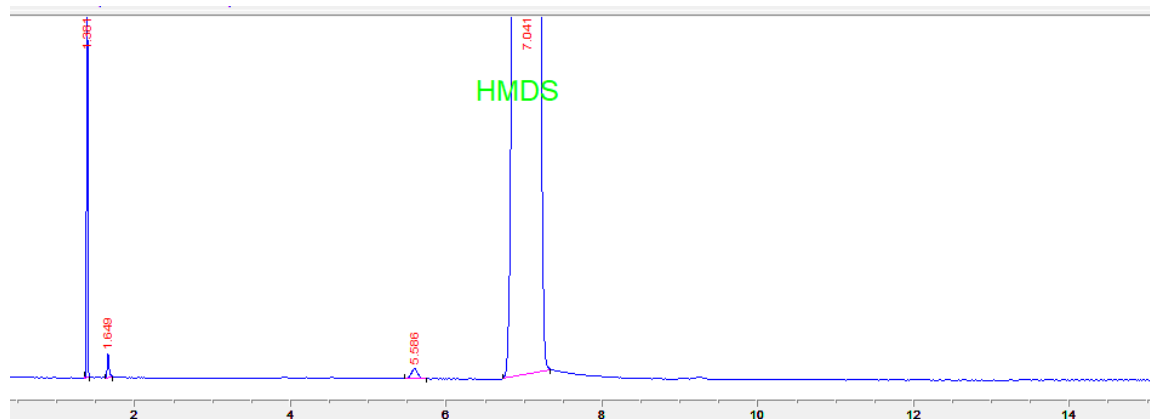
表 B.1 六甲基二硅氧烷试验数据

批次	技术指标					
	色度, Hazen 单位 (铂-钴色号)	六甲基二硅氧烷含量/% (质量分数)	氯离子, mg/kg	水分, mg/kg	密度, 20°C, g/cm ³	折光率, n _{20 D}
1	1.0	99.75	-	128	0.763	1.3779
2	1.1	99.72	-	115	0.763	1.3779
3	1.2	99.65	-	169	0.763	1.3778
4	1.1	99.72	-	168	0.765	1.3774
5	1.3	99.54	-	150	0.763	1.3766
6	1.2	99.65	-	176	0.763	1.3765
7	1.0	99.80	-	125	0.765	1.3772
8	1.3	99.57	-	93	0.765	1.3774
9	1.2	99.66	-	169	0.765	1.3770
10	1.2	99.63	-	168	0.765	1.3768

附录 C 江西蓝星星火有机硅有限公司六甲基二硅氧烷试验数据

C.1 六甲基二硅氧烷含量检测试验

按照企业自行调试的色谱条件开展验证试验，得到以下谱图，谱图中各组分达到与标准给定色谱条件同等分离效果。



按照标准中含量计算公式求出组分含量。

C.2 其它指标检测验证

其它指标检测验证均按照标准要求试验方法进行，具体数据如表 C.1 所示。

表 C.1 六甲基二硅氧烷试验数据

批次	技术指标					
	色度, Hazen 单位 (铂-钴色 号)	六甲基二硅氧 烷含量/% (质量分数)	氯离子, mg/kg	水分, mg/kg	密度, 20℃, g/cm ³	折光率, n _{20 D}
1	<5	99.94	<1	133	0.764	1.3775
2	<5	99.92	1	90	0.764	1.3774
3	<5	99.93	1	60	0.763	1.3775
4	<5	99.92	2	69	0.763	1.3775
5	<5	99.94	1	69	0.764	1.3774
6	<5	99.94	1	89	0.764	1.3775
7	<5	99.93	1	167	0.764	1.3775
8	<5	99.94	1	81	0.764	1.3775
9	<5	99.94	1	74	0.763	1.3774
10	<5	99.95	1	69	0.764	1.3775