

ICS 83.060
G 35



中华人民共和国国家标准

GB/T 28610—2012

甲基乙烯基硅橡胶

Methyl vinyl silicone rubber

2012-06-29 发布

2012-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

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(SAC/TC 35)归口。

本标准负责起草单位:浙江新安化工集团股份有限公司。

本标准参加起草单位:蓝星化工新材料股份有限公司、江西星火有机硅厂、江苏宏达新材料股份有限公司。

本标准主要起草人:魏晓红、李建祥、叶世胜、刘林生、李锡锋、李友军、吴红、戴永琴。

甲基乙烯基硅橡胶

1 范围

本标准规定了甲基乙烯基硅橡胶的产品型号、要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。本标准适用于由二甲基硅氧烷环体与甲基乙烯基硅氧烷共聚的甲基乙烯基硅橡胶。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固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(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 分类

甲基乙烯基硅橡胶按封端基团的不同进行分类为 110 型和 112 型,(甲基)乙烯基封端的甲基乙烯基硅橡胶为 110 型,甲基封端的甲基乙烯基硅橡胶为 112 型。按乙烯基链节摩尔分数的不同各分为 1、2、3 型,每种型号又根据分子量范围的不同分为 A、B、C 三种牌号。

4 要求

4.1 110 型甲基乙烯基硅橡胶应符合表 1 的要求。

表 1 110 甲基乙烯基硅橡胶的技术要求

项目	110-1			110-2			110-3			试验方法
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
相对分子量 $\times 10^4$	45~ 59	60~ 70	71~ 85	45~ 59	60~ 70	71~ 85	45~ 59	60~ 70	71~ 85	附录 A 或附录 E
乙烯基链节摩尔分数/%	0.07~0.12			0.13~0.18			0.19~0.24			附录 B
挥发分(150℃,3h)/% ≤	2.0									附录 C
分子量分布	实测值									附录 D
外观	无色透明,无机械杂质									在自然光下,取约 50 g 试样置于无色透明广口试剂瓶中,目视观察

4.2 112 型甲基乙烯基硅橡胶应符合表 2 的要求。

表 2 112 型甲基乙烯基硅橡胶的技术要求

项目	112-1			112-2			112-3			试验方法
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
相对分子量 $\times 10^4$	45~ 59	60~ 70	71~ 85	45~ 59	60~ 70	71~ 85	45~ 59	60~ 70	71~ 85	附录 A 或附录 E
乙烯基链节摩尔分数/%	0.07~0.12			0.13~0.18			0.19~0.24			附录 B
挥发分(150℃,3h)/% ≤	2.0									附录 C
分子量分布	实测值									附录 D
外观	无色透明,无机械杂质									在自然光下,取约 50 g 试样置于无色透明广口试剂瓶中,目视观察

5 检验规则

5.1 检验分类与检验项目

5.1.1 检验分类

检验分为型式检验和出厂检验。

5.1.2 检验项目

5.1.2.1 出厂检验

出厂检验项目为分子量、乙烯基链节摩尔分数、挥发分、外观。

5.1.2.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章规定的所有项目。在正常情况下,每三个月至少进行一次型式检验。

有下列情况之一时,应进行型式检验:

- 新产品投产时;
- 当原料、配方或工艺条件改变时;
- 产品停产后,恢复生产时;
- 国家质量监督机构提出要求时;
- 合同规定。

5.2 组批

按生产方式的不同分为间歇法和连续法。间歇法生产的产品以相同原料、相同工艺条件下,同一反应釜的产品为一批;连续法生产的产品以相同原料、相同配比、相同工艺条件下,同一生产线每班生产的产品为一批。

5.3 取样

采样单元以包装桶(箱)计。按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 中规定的采样技术确定采样单元数和采样方法。

5.4 合格判据

5.4.1 按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

5.4.2 型式检验项目,全项通过检验为合格。

5.4.3 出厂检验项目,全项通过检验为合格;若某项不能通过检验,应重新自该批产品两倍量的包装单元数采样复检,全项通过,该批合格;复检结果若仍有任意一项不能通过时,则该批产品不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

产品包装容器上应涂刷清晰牢固的标志,其内容包括产品名称、型号、批号、净含量、生产厂名称、生产日期和标准号。

6.2 包装

6.2.1 产品采用清洁、干燥内衬塑料袋的铁桶、纸板桶或纸板箱包装,每件净含量 25 kg 或 50 kg, 或根据用户要求包装。

6.2.2 每个包装件上应附有合格证。

6.2.3 每一批产品应附有一份质量检验报告。质量检验报告中应至少包括如下内容:生产厂名、产品名称、批号、标准编号、各检验项目检测值、产品的类型及分子量分布,其中分子量分布注明“仅作参考”。

6.3 运输

产品在运输时,应防止雨淋、日光曝晒,按非危险货物运输。

6.4 贮存

产品应贮存在通风、干燥的库房内,防止日光直接照射。本产品自生产之日起,贮存期为 3 年,超过贮存期,可按本标准规定重新取样检验,若符合本标准要求,仍可使用。

附 录 A
(资料性附录)
分子量的测定(红外感光法)

A.1 方法提要

黏度法是测定高聚物分子量较为简捷的方法。特性黏数 $[\eta]$ 是高分子溶液浓度趋近于零时的比浓黏度或比浓对数黏度(η_{sp}/c 或 $\ln\eta_r/c$)。

在甲苯溶剂中,高分子物质的分子量和特性黏数的关系用下式表示:

$$[\eta] = K \cdot M^a$$

式中:

K —— 常数, $K = 9.46 \times 10^{-3}$;

M —— 试样分子量;

a —— 特性常数值, $a = 0.71$ 。

用此公式计算得到分子量。

A.2 试剂

甲苯:分析纯。

A.3 仪器设备

A.3.1 G2耐酸过滤漏斗。

A.3.2 振荡器:振幅 20 mm 或其他相当的设备。

A.3.3 分析天平:感量 0.000 1 g。

A.3.4 玻璃容量瓶:一级,25 mL。

A.3.5 量筒:10 mL。

A.3.6 分子量自动测试系统:包含恒温水槽、50 °C精密温度计一支(分度值为 0.01 °C)、制冷单元、加热单元、乌氏黏度计、继电器、红外感光系统、数据采集单元等(见图 A.1 和图 A.2)。

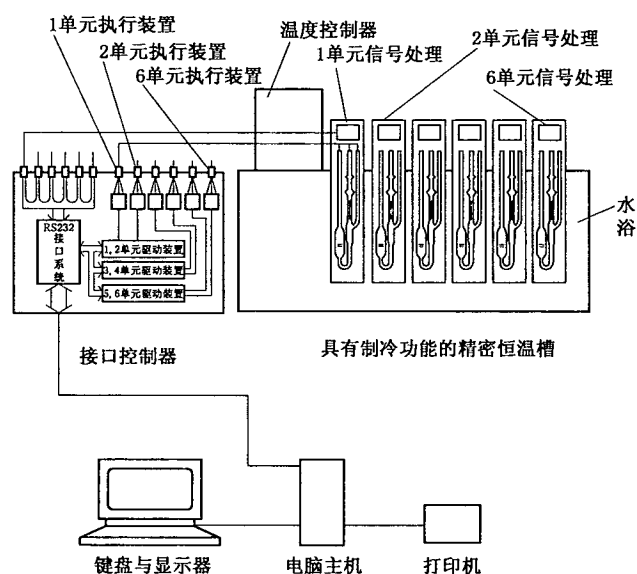


图 A.1 系统结构图

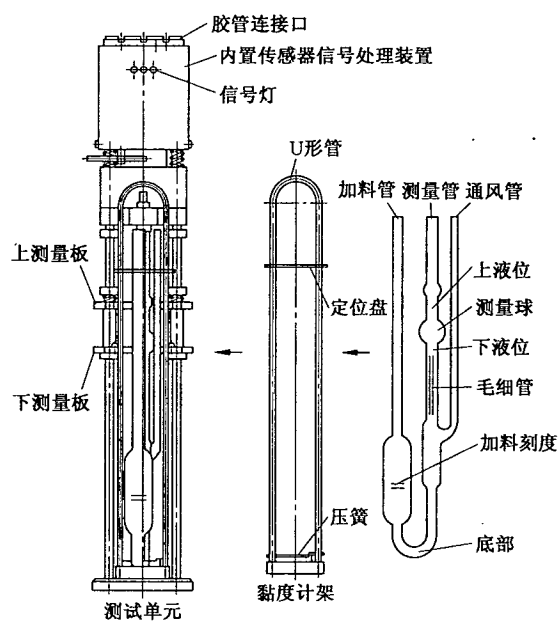


图 A.2 测试单元结构

A.4 试验步骤

A.4.1 溶剂值的测定

用量筒取甲苯 10 mL, 经 G2 耐酸过滤漏斗滤于清洁干燥的乌氏黏度计加料管, 至乌氏黏度计加料刻度线位置, 将乌氏黏度计装入测试单元中, 与分子量自动测试系统连接好, 待恒温槽温度 (25 ± 0.01) $^{\circ}\text{C}$ 稳定后, 进行溶剂值 t_0 的测定。平行测定不少于 5 次, 每次相差不大于 0.2 s。

A. 4.2 样品溶液值的测定

称取 0.05 g~0.15 g(精确至 0.000 1 g)样品于 25 mL 容量瓶中,加入约 15 mL 甲苯,静置 8 h 以上或置于振荡器中摇摇 3 h 以上,使其完全溶解,用甲苯稀释至刻度,摇匀。按 A. 4.1 测定过程测试样品溶液值 t 。

A. 5 结果的表述

试样的分子量(M)按式(A. 1)~式(A. 6)计算:

$$\begin{aligned} \eta_r &= \frac{t}{t_0} && \dots\dots\dots (A. 1) \\ \eta_{sp} &= \eta_r - 1 && \dots\dots\dots (A. 2) \\ \rho &= \frac{m}{25} && \dots\dots\dots (A. 3) \\ [\eta] &= \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - \ln\eta_r)}}{\rho} && \dots\dots\dots (A. 4) \\ [\eta] &= K \cdot M^a && \dots\dots\dots (A. 5) \\ M^a &= \frac{[\eta]}{K} && \dots\dots\dots (A. 6) \end{aligned}$$

式中:

- η_r ——相对黏度的数值;
- t ——溶液值,单位为秒(s);
- t_0 ——溶剂值,单位为秒(s);
- η_{sp} ——增比黏度的数值;
- ρ ——溶液浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL);
- m ——试样质量的数值,单位为克(g);
- $[\eta]$ ——特性黏数的数值,单位为毫升每克(mL/g);
- $\ln\eta_r$ ——对数相对黏度值;
- K ——常数, $K=9.46 \times 10^{-3}$;
- M ——试样分子量;
- a ——特性常数值, $a=0.71$ 。

A. 6 允许差

平行两次测定结果的绝对差值应不大于 1.0×10^4 ,取其算数平均值为测定结果。

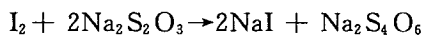
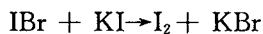
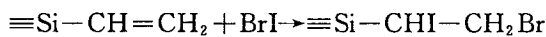
附 录 B (规范性附录)

乙烯基链节摩尔分数的测定

B.1 方法提要

在过量溴化碘存在下,溴化碘与乙烯基加成反应,剩余的溴化碘再与碘化钾作用析出碘。析出的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

反应方程式为:



B.2 仪器设备

B.2.1 振荡器:振幅 20 mm 或其他相当的设备。

B.2.2 量筒:50 mL。

B.2.3 分析天平:感量 0.000 1 g。

B.3 试剂和溶液

本附录所用的水,在没有注明其他要求时,均指符合 GB/T 6682 中规定的三级水或相应纯度的水。

B.3.1 四氯化碳:分析纯。

B.3.2 溴化碘溶液:称取分析纯碘 16.0 g,置于 1 000 mL 圆底烧瓶中,再加入 3.0 mL 分析纯溴,瓶口用表面皿盖好,置于电炉上微热至碘全溶,然后冷却至室温。用 1 000 mL 四氯化碳冲洗圆底烧瓶,使溴化碘全溶于四氯化碳中,将该溶液置于棕色瓶中备用。

B.3.3 碘化钾溶液:质量分数为 10%。称取 10 g 碘化钾溶于 90 mL 水中。

B.3.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液:0.1 mol/L。按 GB/T 601 的规定进行配制和标定。

B.3.5 淀粉指示液:质量分数为 0.5%。称取 0.5 g 淀粉,加 5 mL 水使之成糊状,在搅拌下将糊状物加到 90 mL 沸水中,煮沸 1 min~2 min 后冷却,稀释至 100 mL。使用时配制。

B.3.6 碘酸钾溶液:质量分数为 4%。称取 4 g 碘酸钾溶于 96 mL 水中。

B.4 试验步骤

称取 2.0 g~5.0 g(精确至 0.000 1 g)的样品于 250 mL 碘量瓶中,加入 40 mL 四氯化碳,静置 12 h 以上或放入振荡器中振摇 3 h 以上,使胶样全溶,用移液管加入 10 mL 溴化碘溶液、摇匀。在暗处放置 1 h 后,加入 50 mL 水和 5 mL 碘化钾溶液。摇动 2 min~3 min 后,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。滴定时应剧烈摇动,当上层溶液呈淡黄色下层溶液呈淡粉红色时,加入 2 mL 淀粉指示液,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色刚褪,然后加入 5 mL 碘酸钾溶液,若返现蓝色则再滴定至蓝色刚消失为终点。

用同样方法做空白试验。

B.5 结果表述

试样中乙烯基链节摩尔分数 X_1 , 按式(B.1)计算:

$$X_1 = \frac{\frac{1}{2}c(V_1 - V_2)}{\frac{m}{74} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{B.1})$$

式中:

- X_1 —— 乙烯基链节摩尔分数, %;
- c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的数值, 单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 —— 空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);
- V_2 —— 试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);
- m —— 试样质量的数值, 单位为克(g);
- 74 —— 二甲基硅氧烷($[-(\text{CH}_3)_2\text{SiO}-]$)链节的分子量。

B.6 允许差

两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.02%, 取其算术平均值为测定结果。

附 录 C
(规范性附录)
挥发分的测定

C.1 仪器设备

- C.1.1 玻璃培养皿:直径 80 mm~90 mm,高度为 10 mm~30 mm。
 C.1.2 干燥器。
 C.1.3 分析天平:感量 0.000 1 g。
 C.1.4 电热鼓风干燥箱:控温精度±2 ℃。

C.2 试验步骤

将清洁干燥的玻璃培养皿置于分析天平上称量,然后将 2 g~3 g(精确至 0.000 1 g)试样分切成 8~10 小块,均匀置于已称量的培养皿中,并称得总量。将试样和培养皿放入(150±2)℃电热鼓风干燥箱中加热 3 h,取出放于干燥器中冷却至室温,称量。

C.3 结果表述

试样挥发分质量分数 w_1 按式(C.1)计算:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(C.1)$$

式中:

- w ——试样挥发分的质量分数,%;
 m_1 ——玻璃培养皿质量的数值,单位为克(g);
 m_2 ——烘前试样与培养皿质量的数值,单位为克(g);
 m_3 ——烘后试样与培养皿质量的数值,单位为克(g)。

C.4 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%,取其算数平均值为测定结果。

附录 D
(规范性附录)
分子量分布的测定

D.1 方法提要

采用凝胶渗透色谱(GPC)法,试样溶解在甲苯中,制备成待测试样溶液,在合适的仪器条件下,将试样溶液注入 GPC 系统中,经示差折光检测器检测,从而得到相应色谱图,使用该系统测定的校正曲线计算出相对分子量分布。

D.2 试剂

D.2.1 甲苯:色谱纯。

D.2.2 聚苯乙烯标准品(能覆盖样品的全部分子量范围)。

D.3 仪器与设备

D.3.1 凝胶色谱仪:配有柱温箱,示差折光检测器。

D.3.2 微孔过滤器:孔径 0.45 μm 。

D.3.3 玻璃注射器:5 mL。

D.3.4 微量注射器:250 μL 。

D.4 色谱典型操作条件

D.4.1 色谱柱:可使用甲苯为溶剂的脂溶性凝胶柱,分子量范围 $0\sim 4\times 10^6$ 。

D.4.2 柱温:40 $^{\circ}\text{C}$ 。

D.4.3 检测器温度:40 $^{\circ}\text{C}$ 。

D.4.4 流动相:甲苯。

D.4.5 流速:1.0 mL/min。

D.4.6 进样体积:50 μL 。

D.5 试验步骤

D.5.1 窄标样校正曲线建立

将聚苯乙烯标准品溶解在甲苯中,根据分子量的不同,配置的溶液浓度也有所不同,当分子量大于 100 万时,溶液浓度应控制在 1 mg/mL;当分子量小于 100 万时,溶液浓度应控制在 2 mg/mL。校正曲线的范围应包括所样品的全部分子量范围。根据实际的仪器情况,选择合适的拟和方式建立最佳的拟和校正曲线。

D.5.2 样品的测定

称取合适的样品量,溶解于甲苯溶液中,配置成浓度为 2 mg/mL 的样品待测液。色谱仪开启后,

按 D.4 色谱典型操作条件或其他合适的条件进行调节,待仪器稳定后,进行样品的测定。

D.6 结果表述

使用创建的校正曲线计算样品的分子量分布,分子量分布可用聚合物分散度 D 来表征,按式(D.1)给出:

$$D = \frac{\overline{Mw}}{\overline{Mn}} \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

D ——分子量分布;

\overline{Mw} ——重均分子量;

\overline{Mn} ——数均分子量。

附录 E
(资料性附录)
分子量的测定(目视法)

E.1 方法提要

粘度法是测定高聚物分子量较为简捷的方法。特性黏数 $[\eta]$ 是高分子溶液浓度趋近于零时的比浓黏度或比浓对数黏度(η_{sp}/c 或 $\ln\eta_r/c$)。

在甲苯溶剂中,高分子物质的分子量和特性黏数的关系用下式表示:

$$[\eta] = K \cdot M^a$$

式中:

K ——常数, $K=9.46 \times 10^{-3}$;

M ——试样分子量;

a ——特性常数值, $a=0.71$ 。

用此公式计算得到分子量。

E.2 试剂

甲苯:分析纯。

E.3 仪器设备

E.3.1 乌氏黏度计(见图 E.1):甲苯流经黏度计 b 球上下刻线的时间不少于 100 s,黏度计 b 球体积 (3 ± 0.2) mL,毛细管内径 $(0.48 \sim 0.50)$ mm,毛细管长 120 mm。

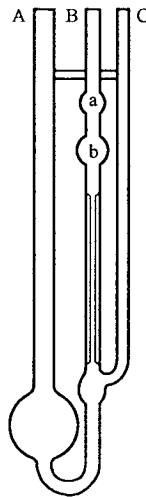


图 E.1 乌氏黏度计示意图

E.3.2 G2 耐酸过滤漏斗。

E.3.3 振荡器:振幅 20 mm 或其他相当的设备。

E.3.4 分析天平:感量 0.000 1 g。

E.3.5 玻璃容量瓶:A级,25 mL。

E.3.6 量筒:10 mL。

E.3.7 秒表:最小分度值为0.1 s。

E.3.8 恒温装置:包括恒温水槽一只、50℃精密温度计一支(分度值为0.1℃)、电子继电器、搅拌装置及电加热器等。

E.4 试验步骤

E.4.1 溶剂值的测定

用量筒量取甲苯10 mL,经G2耐酸过滤漏斗滤于清洁干燥的乌氏黏度计A管中(见图E.1),并在其B、C管口套上粗细合适的乳胶管。将该黏度计垂直放置在(25±0.1)℃的恒温水槽中,恒温约10 min后,封闭C管上通大气的乳胶管,用橡皮吸球经套在B管上的乳胶管将甲苯吸至a球的二分之一处,此时,毛细管内及液面都不应有裂隙和气泡。然后停止吸液,并使B、C管都接通大气让液体自然流下,用秒表记下液体流经b球上下刻线之间的时间。这样平行测试不少于5次,每次相差不大于0.2 s。取其算术平均值作为该黏度计的溶剂值 t_0 。

E.4.2 试样溶液值的测定

称取0.05 g~0.15 g(精确至0.000 1 g)样品于25 mL容量瓶中,加入约15 mL甲苯,静置8 h以上或置于振荡器中摇动3 h以上,使其完全溶解。然后将盛有溶液的25 mL容量瓶于25℃恒温条件下用甲苯稀释至刻度,摇匀。按E.4.1测定过程测试样品溶液的溶液值 t 。

E.5 结果的表述

试样的分子量(M)按式(E.1)~式(E.7)计算:

$$\eta_r = \frac{t}{t_0} \quad \dots\dots\dots (E.1)$$

$$\eta_{sp} = \eta_r - 1 \quad \dots\dots\dots (E.2)$$

$$\eta_{sp} = \eta_r - 1 \quad \dots\dots\dots (E.3)$$

$$\rho = \frac{m}{25} \quad \dots\dots\dots (E.4)$$

$$[\eta] = \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - \ln \eta_r)}}{\rho} \quad \dots\dots\dots (E.5)$$

$$[\eta] = K \cdot M^a \quad \dots\dots\dots (E.6)$$

$$M^a = \frac{[\eta]}{K} \quad \dots\dots\dots (E.7)$$

式中:

η_r ——相对黏度的数值;

t ——溶液值,单位为秒(s);

t_0 ——溶剂值,单位为秒(s);

η_{sp} ——增比黏度的数值;

ρ ——溶液浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

$[\eta]$ ——特性黏数的数值,单位为毫升每克(mL/g);

$\ln \eta_r$ ——对数相对黏度值;

K ——常数, $K=9.46 \times 10^{-3}$;

GB/T 28610—2012

M —— 试样分子量；

a —— 特性常数值, $a=0.71$ 。

E.6 允许差

平行两次测定结果的绝对差值应不大于 1.0×10^4 , 取其算术平均值为测定结果。

中华人民共和国
国家标准
甲基乙烯基硅橡胶
GB/T 28610—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

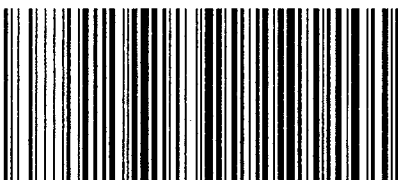
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 28 千字
2012年11月第一版 2012年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-45559 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 28610-2012