

聚甲基倍半硅氧烷/三甲基硅烷氧基硅酸酯 原料技术要求

【基本信息】

中文名称	聚甲基倍半硅氧烷/三甲基硅烷氧基硅酸酯
INCI 名称	POLYMETHYLSILSESQUIOXANE/TRIMETHYLSILOXYSILICATE
INCI ID 号	23605
CAS 号	1402155-47-8
商品名	Granresin MQ-T50
化学结构式	$[\text{SiO}_{4/2}]_m [(\text{CH}_3)\text{SiO}_{3/2}]_n [(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}]_k$ 其中 $m:n:k = 2.71:1:1$
平均分子量	重量平均分子量: 2,000~10,000 Da 数量平均分子量: 1,500~8,000 Da
原料来源	本品为 MTQ 类有机硅树脂, 属于化学来源。由六甲基二硅氧烷、四乙氧基硅烷和甲基三甲氧基硅烷在催化剂的作用下, 经过水解、缩聚后得到。



【理化性质】

外观	无色至浅黄色、固体，无气味。
折光率 (25℃)	1.410~1.430 (药典 2020 版四部通则 0622 折光率测定法)

【鉴别】

项目	检测方法
红外吸收光谱	与标准图谱一致 (请参照附录 1 “标准图谱”) 检测方法: 药典 2020 版四部通则 0402 红外分光光度法

【定量】

纯度	检测方法
> 98%	计算所得 (100%-杂质含量)

【杂质检查】

项目	含量	检测方法
异十二烷 (残留溶剂)	<2.0%	气相质谱-质谱法 (附录 2 “残留溶剂检验方法”)



残留单体	<0.05%	气相色谱-质谱法（附录3“残留单体检验方法”）
乙醇（副产物）	<1500 mg/kg	《化妆品安全技术规范》2015版 2.33项：气相色谱-质谱法
甲醇（副产物）	<200 mg/kg	《化妆品安全技术规范》2015版 2.22项：气相色谱法
铅	<10 mg/kg	《化妆品安全技术规范》2015 1.6 项：电感耦合等离子体质谱法
汞	<1 mg/kg	
砷	<2 mg/kg	
镉	<5 mg/kg	

【使用目的】

作为成膜剂（film former）使用。

【使用范围】

本原料可用于各类化妆品，对使用范围没有特殊限制。

【使用限量】

≤ 30%

【其他限制和要求】

根据目前科学认知，尚无其他限制和要求。



【注意事项】

无

【贮存条件】

避光阴凉处（30℃以下），在容器中密封保存。

【保质期】

3 年



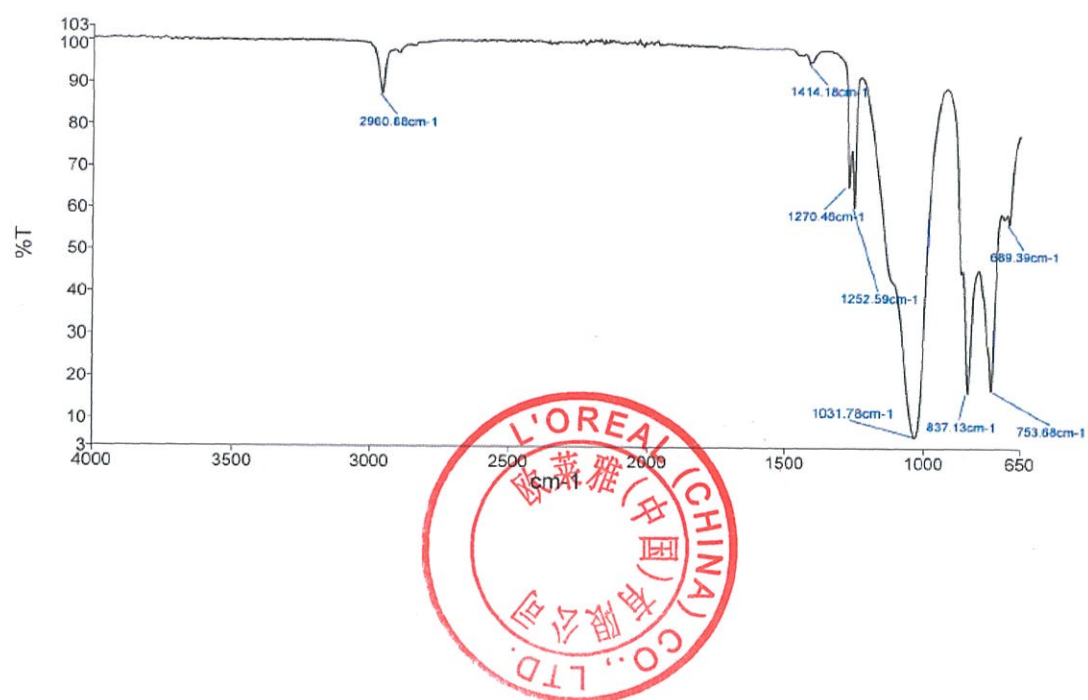
附件目录：

附录 1：标准红外谱图

附录 2：残留溶剂异十二烷检验方法

附录 3：残留单体检验方法

附录 1： 标准红外谱图



附录 2：残留溶剂异十二烷检验方法

本方法适用于聚甲基倍半硅氧烷/三甲基硅烷氧基硅酸酯中异十二烷的含量检测。

1、测试原则

聚甲基倍半硅氧烷/三甲基硅烷氧基硅酸酯中异十二烷的测试通过气相色谱-质谱联用法进行，通过异十二烷标准品做标准曲线对样品中的异十二烷进行外标法定量。

2、试剂

四氢呋喃，AR，国药集团化学试剂有限公司

异十二烷，>98.0%(GC)，上海阿拉丁生化科技股份有限公司

3、设备及方法

气相色谱质谱联用仪7890B-5977B

仪器（GC）条件：

项目	参数
实验室环境条件	15-25℃，20%~60% RH
色谱柱	DB-5MS UI (30m×0.25mm×0.25μm)
柱温程序	50℃保持1min，以30℃/min升温速率升温至320℃，保持3min
进样口温度	280℃



流速	1.0 mL/min
分流比	50 : 1
载气	高纯氮气 (99.999%)
进样量	1μL

仪器 (MS) 条件:

项目	参数
质谱接口温度	280℃
溶剂延迟	2.3 min
离子源温度	230℃
四极杆温度	150℃
保留时间	RT=4.201min

4、 样品测试

4.1 标准储备溶液异十二烷

用天平准确称取异十二烷0.1g (精确至0.0001g) 于100mL容量瓶中,并用四氢呋喃定容后混匀,制成标准母液(1000mg/L)。

4.2 异十二烷标准溶液

按下表用移液枪精密移取一定体积的混合标准溶液(1000mg/L),用四氢呋喃定容后混匀,制成线性标准溶液。



标准品溶液配制浓度

序号	标准品溶液浓度 (mg/L)	移取母液体积 (μL)	定容体积 (mL)
1	2	20	10
2	5	50	10
3	10	100	10
4	20	200	10
5	50	500	10
6	100	1000	10

4.3 样品溶液的制备

称取样品约0.2g（精确到0.001g），用四氢呋喃溶解稀释，定容至10mL。



5. 含量计算

计算公式：

$$\text{含量}\% = a \times \left(\frac{b}{m} \times c \right) \times 10^{-4}$$

其中：

a: 仪器读取值 (mg/L)；

b: 定容体积 (mL)；

c: 稀释倍数；

m: 称样量 (g)

附录3：残留单体检验方法

本方法适用于聚甲基倍半硅氧烷/三甲基硅烷氧基硅酸酯中六甲基二硅氧烷、四乙氧基硅烷、甲基三甲氧基硅烷单体残留含量测定。

1、 测试原则

聚甲基倍半硅氧烷/三甲基硅烷氧基硅酸酯中六甲基二硅氧烷、四乙氧基硅烷、甲基三甲氧基硅烷的测试通过气相色谱-质谱联用法进行，通过外标法对样品中的六甲基二硅氧烷、四乙氧基硅烷、甲基三甲氧基硅烷进行定量。

2、 试剂

四氢呋喃，HPLC，国药集团化学试剂有限公司

六甲基二硅氧烷，Sigma Aldrich，98.5%

四乙氧基硅烷，Sigma Aldrich，98.5%

甲基三甲氧基硅烷，Sigma Aldrich，99%

3、 设备及方法

气相色谱质谱联用仪 7890B-5977B



仪器 (GC) 条件

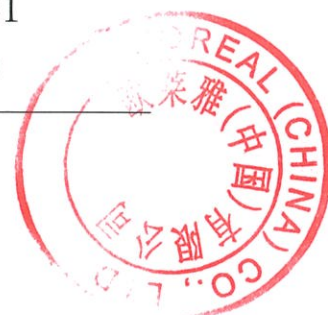
项目	参数
实验室环境条件	15-25℃, 20%~60% RH
色谱柱	DB-5MS UI (30m×0.25mm×0.25μm)
柱温程序	50℃保持 1min, 以 30℃/min 升温速率升温至 320℃, 保持 3min
进样口温度	280℃
流速	1.0 mL/min
分流比	20:1
载气	高纯氦气 (99.999%)
进样量	1μL

仪器 (MS) 条件

项目	参数
质谱接口温度	280℃
溶剂延迟	2.01 min
离子源温度	230℃
四极杆温度	150℃

物质保留时间和 SIM 参数

物质	RT/min	定性离子	定量离子
六甲基二硅氧烷	2.204	73, 131, 147	131
四乙氧基硅烷	4.051	121, 91, 105	121
甲基三甲氧基硅烷	2.418	79, 193, 149	79



4、 样品测试

4.1 标准储备溶液

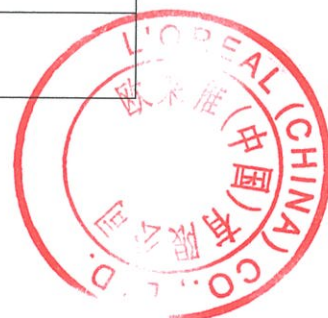
用天平准确称取六甲基二硅氧烷、四乙氧基硅烷、甲基三甲氧基硅烷各 0.1g (精确至 0.0001g) 于 100mL 容量瓶中, 并用四氢呋喃定容后混匀, 制成标准母液 (1000mg/L); 取 1mL 母液于 10mL 容量瓶中, 并用四氢呋喃定容后混匀, 制成二级标准储备液 (100mg/L)。

4.2 标准溶液

按下表用移液枪精密移取一定体积的混合标准溶液 (100mg/L), 用四氢呋喃定容后混匀, 制成线性标准溶液。

标准品溶液配制浓度

序号	标准品溶液浓度 (mg/L)	移取母液体积 (μL)	定容体积 (mL)
1	0.5	50	10
2	1	100	10
3	2	200	10
4	5	500	10
5	10	1000	10



4.3 样品溶液的制备

称取样品约 0.5g (精确到 0.001g), 用四氢呋喃溶解稀释, 定容至 10mL。

5. 含量计算

计算公式: 目标物质含量% = $a \times \left(\frac{b}{m} \times c\right) \times 10^{-4}$

其中:

a: 目标物仪器读取值 (mg/L);

b: 定容体积 (mL);

c: 稀释倍数;

m: 称样量 (g)

