

团 体 标 准

T/ FSI XXX-XXXX

乙烯基硅油、甲基乙烯基硅橡胶中乙烯基 含量的测定 顶空气相色谱法

Determination of vinyl contents in

Poly(methylhydrosiloxane) fluid and gum

(HS-GC)

(报批稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发 布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本文件起草单位：山东东岳有机硅材料股份有限公司，合盛硅业股份有限公司，江西宏柏新材料股份有限公司，唐山三友硅业有限责任公司，江西蓝星星火有机硅有限公司，云南能投硅材科技发展有限公司，中蓝晨光化工研究设计院有限公司，中蓝晨光成都检测技术有限公司。

本文件主要起草人：伊港、郑建青、管丽娟、纪冠丞、李倩、陈绪龙、马海悦、陈敏剑、刘芳铭、瞿龙学、吴国明、周磊。

本文件版权归中国氟硅有机材料工业协会。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会解释。

本文件为首次制定。

乙烯基硅油、甲基乙烯基硅橡胶中乙烯基含量的测定 顶空气相色谱法

注意：使用本部分的人员应熟悉常规实验室操作，本部分未涉及任何使用中的安全问题，使用者有责任建立恰当的安全和健康措施，并保证符合国家规定。

1 范围

本文件规定了采用顶空气相色谱法测定乙烯基硅油、甲基乙烯基硅橡胶中乙烯基含量（-CH=CH₂的质量分数）的方法，包括原理、试剂、仪器等的相关规定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 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 气相色谱法通则术语和定义

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

乙烯基硅油、甲基乙烯基硅橡胶可在高温下被氢氧化钾裂解产生乙烯。将样品和过量的氢氧化钾加入到顶空瓶中，通过顶空进样系统裂解并将生产的乙烯注入气相色谱仪，检测其含量，裂解产生乙烯的量与乙烯基含量成正比，化学反应原理如下：



5 实验方法

5.1 仪器和设备

- 5.1.1 气相色谱仪：配有氢火焰检测器（FID），其灵敏度稳定性应符合 GB/T 9722 的规定。
- 5.1.2 自动顶空进样器：温度控制范围在 35℃~210℃，其它参数按仪器使用说明设置。
- 5.1.3 顶空瓶：20ml，钳口顶空瓶，金属密封盖，氟橡胶密封垫。
- 5.1.4 手套箱：真空度 ≤ -0.09Mpa。

5.2 试剂和材料

- 5.2.1 氢氧化钾：粉末，分析纯。
- 5.2.2 二甲基硅油：粘度为100mPa·s。
- 5.2.3 乙烯基硅油：已知乙烯基含量的乙烯基硅油。

5.3 仪器分析条件

5.3.1 顶空进样器参考条件

顶空进样器参考条件如表1所示：

表1 顶空进样器参考条件

样品加热温度/ °C	200
定量环温度/ °C	210
传输线温度/ °C	220
进样量/ mL	1.0
样品瓶平衡时间/ min	15
样品瓶填充压力/ psi	20

5.3.2 色谱柱及气相色谱仪参考条件

本标准推荐的色谱柱和气相色谱仪参考条件见表2，能达到同等分离程度的色谱柱和操作条件均可使用：

表2 色谱柱和气相色谱仪参考条件

色谱柱	分子筛毛细管柱, 30m×0.53mm
载气	氮气, 纯度≥99.999%
柱箱温度/ °C	50°C 保持10min
汽化室温度/ °C	250
检测器 (TCD) 温度/ °C	280
载气流速/ (mL/min)	20
分流比	1:9

5.4 标准样品配制

为了准确绘制标准曲线，将低乙烯基硅油和高乙烯基硅油分别绘制。规定乙烯基含量0.50%以下的为低乙烯基硅油，乙烯基含量0.50%~4.00%的为高乙烯基硅油。

5.4.1 低乙烯基含量标准样品的配制

在具盖玻璃瓶中，称取适量已知乙烯基含量的乙烯基硅油，用100mPa·s二甲基硅油将其稀释成乙烯基含量为0.01%、0.05%、0.10%、0.30%、0.50%的标准样品。

5.4.2 高乙烯基含量标准样品的配制

在具盖玻璃瓶中，称取适量已知乙烯基含量的乙烯基硅油，用100mPa·s二甲基硅油将其稀释成乙烯基含量为0.50%、1.00%、2.00%、3.00%、4.00%的标准样品。

5.4.3 标准样品的测定

在顶空瓶中加入0.0325g~0.0335g（称准至0.001g，以M1表示）配制好的标准样品，加入1.5g氢氧化钾粉末，使粉末平铺在样品上，在手套箱（真空度≤-0.09MPa）中封盖。

将顶空瓶放入顶空进样器中，按照5.3仪器分析条件进行测试，典型的气相色谱图见附录A。

5.4.4 标准曲线的绘制

用气相色谱仪测量系列低乙烯基含量标准样品和高乙烯基含量标准样品的乙烯峰面积(以Y表示),以各样品中-CH=CH₂的质量(以X表示)对应峰面积绘制标准曲线。标准曲线的线性回归系数至少为0.998。

5.5 试样测试

样品的测定方法按照5.4.3所述的标准样品的测定方法进行。

当样品的乙烯基含量≤4.0%时,建议样品的加入量0.0325g~0.0335g;当样品的乙烯基含量>4.0%时,需先将样品用100mPa·s二甲基硅油稀释至4%以下,加入0.0325g~0.0335g。

5.6 结果计算

将获得的乙烯峰面积Y带入标准曲线方程中,可以得到稀释后样品的乙烯基质量X。

样品的乙烯基含量可以按照公式(1)计算:

$$X_1 = \frac{X}{M_1 \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

其中:

X₁——乙烯基硅油、硅橡胶中乙烯基含量,质量百分比(%) ;

X——样品的乙烯基含量,单位为毫克(mg) ;

M₁——样品质量,单位为克(g) ;

5.7 允许差

取2次平行测定结果的算术平均值为测定结果,保留小数点后2位。按照GB/T 8170对结果进行修约。两次平行测试结果的绝对差值不大于平均值的3%。

6 测试报告

测试报告应至少包括下列内容:

- 1) 实验方法,注明参照本标准;
- 2) 所检测产品的特征;
- 3) 检测结果;
- 4) 实验日期;
- 5) 本标准中未规定或可选的任何细节以及可能影响结果的任何因素。

附录 A
(资料性)

顶空气相色谱法测定乙烯基硅油中乙烯基含量的典型气相色谱图

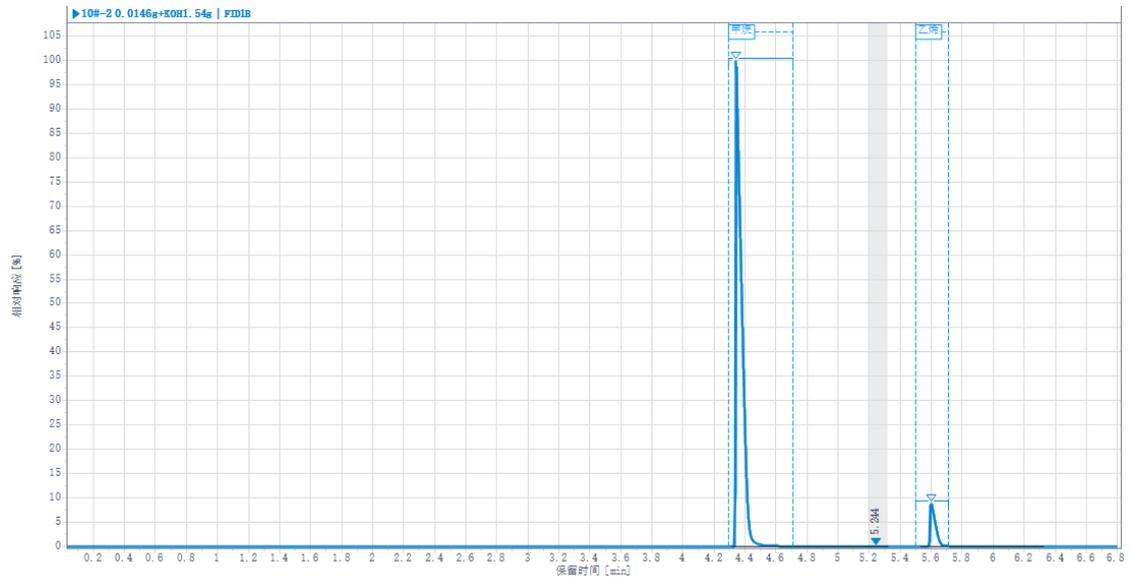


图1 典型气相色谱图