



中华人民共和国国家标准

GB/T 28112—2011

硅橡胶中挥发性甲基环硅氧烷 残留量的测定

Determination of residual dimethylcyclosiloxane volatiles in silicone rubber

2011-12-30 发布

2012-10-01 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。

本标准同美国材料与试验协会标准 ASTM F 2466-05《运输用硅酮橡胶中硅酮挥发物测定的标准实施规程》的一致性程度为非等效。

本标准与 ASTM F 2466-05 相比存在以下技术性差异：

- 适用范围不同。本标准适用于硅橡胶生胶，而 ASTM F 2466-05 适用于硫化后的硅橡胶制品。
- 萃取剂不同。本标准采用丙酮作为萃取剂，而 ASTM F 2466-05 采用正戊烷作为萃取剂。
- 检测器工作原理不同。本标准采用气相色谱氢火焰离子化检测器(FID)检测方法，而 ASTM F 2466-05 采用气相色谱热导检测器(TCD)检测方法。
- 本标准选择十甲基环五硅氧烷(D5)或十二甲基环六硅氧烷(D6)之一作为标准物，正构十四烷烃($n\text{-C}_{14}\text{H}_{30}$)或正构十二烷烃($n\text{-C}_{12}\text{H}_{26}$)之一作为内标物，通过测试标准物与内标物的相对校正因子，内标法测定硅橡胶生胶中残留挥发性甲基环硅氧烷(D4~D10)含量。ASTM F 2466-05 则需要七个甲基环硅氧烷(D4~D10)和正构十二烷烃共八个标准品对样品中挥发性甲基环硅氧烷(D4~D10)进行定量。
- 定性用标准对照样品的形式不同。本标准采用一个混合甲基环硅氧烷(D4~D10)标准对照样品，而 ASTM F 2466-05 方法采用 D4~D10 七个单独的甲基环硅氧烷标准样品。
- 增加了气相色谱-质谱联用(GC-MS)定性方法。
- 增加了方法的精密度。

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。

本标准起草单位：中山大学测试中心、中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院。

本标准起草人：谢惜媚、陆慧宁、孙丽君、秦鹏。

硅橡胶中挥发性甲基环硅氧烷 残留量的测定

警告 1——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

警告 2——本标准的某些步骤中生成的物质和废料可能对当地的环境有所损害。应制定使用后安全处理的有关文件。

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定硅橡胶生胶中残留挥发性甲基环硅氧烷 D4(八甲基环四硅氧烷)~D10(二十甲基环十硅氧烷)含量的原理及试验方法。

本标准适用于硅橡胶生胶,甲基环硅氧烷(D4~D10)单组分最低检出量为 50 mg/kg。

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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14838—2009 橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定(ISO/TR 9272:2005, IDT)

GB/T 15340—2008 天然、合成生胶取样及其制样方法(ISO 1795:2000, IDT)

3 原理

用无水硫酸钠分散硅橡胶生胶试样,再用丙酮溶剂浸泡、超声波萃取其中残留的挥发性甲基环硅氧烷,气相色谱氢火焰离子化检测器(FID)检测。以定性用混合甲基环硅氧烷(D4~D10)标准对照品的保留时间定性或 GC-MS 定性。根据甲基环硅氧烷的碳氢组成比例相同,相同质量的各组分甲基环硅氧烷在 FID 检测器上的响应值一致,以十甲基环五硅氧烷(D5)或十二甲基环六硅氧烷(D6)为标准物,正构十四烷烃($n\text{-C}_{14}\text{H}_{30}$)或正构十二烷烃($n\text{-C}_{12}\text{H}_{26}$)为内标物测定相对校正因子。按内标法测定各个甲基环硅氧烷的残留量。

4 仪器

实验室常规仪器设备及以下:

4.1 气相色谱仪(GC):具备自动进样或手动进样装置,配有氢火焰离子化检测器(FID),能满足分析要求;定性分析也可采用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)。

4.2 毛细管柱:非极性的 100% 二甲基聚硅氧烷高惰性交联毛细管柱 DB-1(30 m×0.25 mm×0.25 μm),也可使用其他能达到同等分离效果的非极性毛细管色谱柱。

4.3 数据处理系统:色谱积分仪或色谱工作站。

4.4 分析天平:精确至 0.1 mg。