

T/ FSI 138—2024

ICS 71.080.99

CCS G 17

团 体 标 准

T/ FSI 138—2024

硅氧烷低聚物中氯离子的测定—离子色 谱法

Determination of chlorine in siloxane oligomers—Ion Chromatography

2024-03-31 发布

2024-04-30 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。

本文件参加起草单位：江西蓝星星火有机硅有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、唐山三友硅业股份有限公司、湖北新蓝天新材料股份有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：程顺弟、高东静、刘芳铭、马佳、冯琼华、陈敏剑、范玉东、吴红。

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。

硅氧烷低聚物中氯离子的测定—离子色谱法

1 范围

本文件规定了硅氧烷低聚物中氯离子的测定。
本文件适用于氯离子含量大于10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的样品。

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、标准溶液制备方法
GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则
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 36240 离子色谱仪

3 术语和定义

3.1

硅氧烷低聚物 Siloxane Oligomers

是指初级形态聚硅氧烷产品，包括二甲基二氯硅烷水解物、经二甲基二氯硅烷水解物精馏后得到的羟基封端聚二甲硅氧烷线性体和二甲基硅氧烷环体等。

4 原理

以二级水萃取出样品中的氯离子离心分离后，水相采用离子色谱进行检测，以氯标准溶液定量样品中氯离子的含量。

5 一般规定

本文件所用试剂除另有说明外，均应使用符合国家标准的优级纯试剂，试验用水均为GB/T 6682-2008中规定的二级水。

6 试剂和材料

6.1 无水碳酸钠；

6.2 氢氧化钠；

6.3 氯标准溶液：1000 μg/mL，水为基质；

6.4 实验用水均为二级水。

7 仪器设备

7.1 离子色谱仪：配有电导检测器和抑制器（仪器应符合 GB/T 36240 要求）；

7.2 色谱柱：推荐季氨基改性的聚苯乙烯/二乙烯苯共聚物的阴离子色谱柱，也可使用其他能达到同等分离效果的阴离子色谱柱；

7.3 色谱工作站；

7.4 磁力搅拌器：转速（700~900）rpm，时间 30min；

7.5 离心机：转速 3000 rpm，时间 10min；

7.6 电子天平：分度值 0.0001 g；

7.7 样品瓶：30 mL, 50 mL；

7.8 容量瓶：1000 mL；

7.9 一次性注射器：10mL 或 20mL。

8 采样

按GB/T 3723和GB/T 6680规定的安全与技术要求采取样品。

9 测定步骤

9.1 离子色谱条件

9.1.1 淋洗液：7.5 mmol/L 碳酸钠和 0.75 mmol/L 氢氧化钠的混合水溶液；

配制过程：称取（0.795±0.001）g 碳酸钠和（0.030±0.001）g 氢氧化钠于容量瓶中，用二级水溶解稀释至 1000 mL，摇匀待用（有效期为 3 天）。

9.1.2 流速：0.8 mL/min；

9.1.3 进样量：100 μL；

9.1.4 柱温：45 °C。

9.2 标准曲线绘制

采用氯标准溶液（4.3）和二级水分别配制 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.4 μg/g 浓度的标准系列溶液，分别采用离子色谱进行检测，记录对应标准溶液氯离子的峰面积。以浓度为横坐标，氯离子峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，具体方程如式（1），要求 R² 值大于 0.995。

$$A = K \times C + b \dots \dots \dots (1)$$

式中：

A ——标准溶液中氯离子的峰面积的数值；

C ——标准溶液中氯离子的浓度，单位为微克每克（μg/g）；

K ——氯离子标准曲线方程的斜率；

b ——氯离子标准曲线方程的截距。

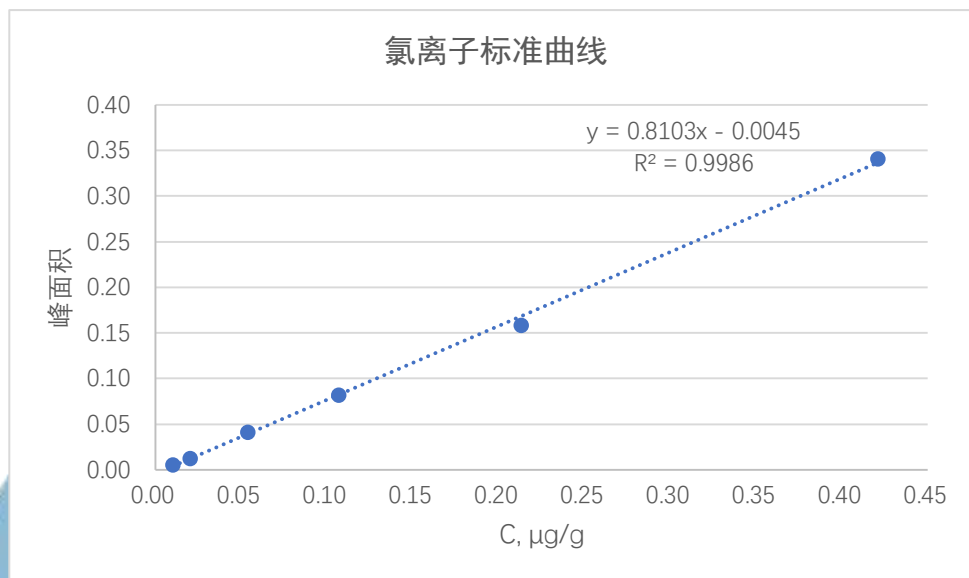


图 1 氯离子标准曲线图

9.3 分析步骤

9.3.1 试样测定

在干净的样品瓶中，按表 1 中的规定称取一定量的待测样品和二级水，在磁力搅拌器上搅拌萃取 30min，放入离心机中离心 10min，去除有机相后，水相采用离子色谱进行检测，记录氯离子的峰面积。样品的离子色谱图见图 2。

表 1 氯离子含量与样品量对应关系表

Cl ⁻ , μg/g	样品, g	水, g
Cl ⁻ ≥ 0.10	2.0 ± 0.2	10
0.03 ≤ Cl ⁻ < 0.10	5.0 ± 0.5	10
Cl ⁻ < 0.03	10.0 ± 0.5	10

9.3.2 空白实验

同时以实验用水代替试样，经与试样制备相同的前处理过程，按照试样分析步骤，测定空白试样的峰面积。

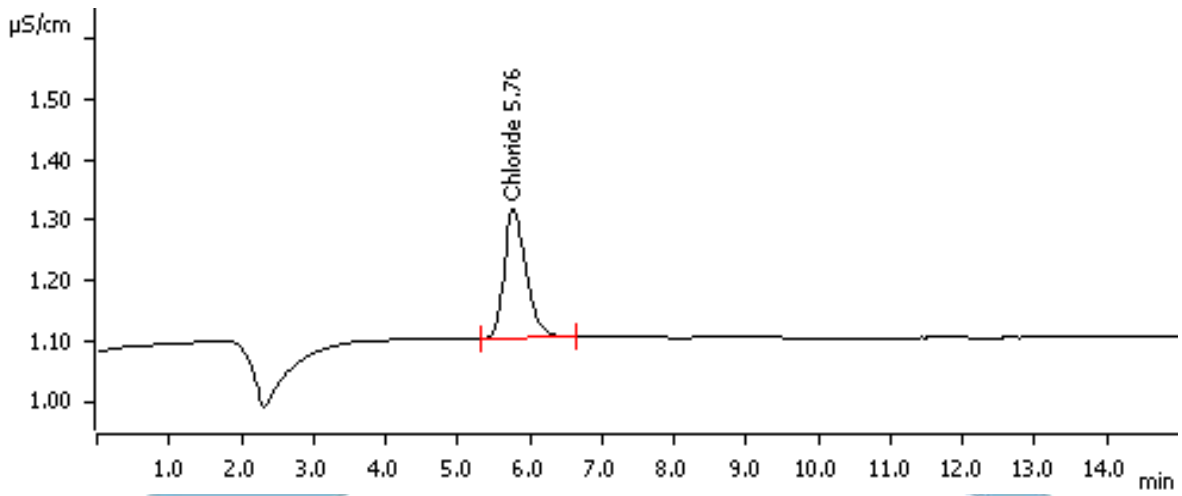


图2 样品的离子色谱图

9.4 结果计算

样品中氯离子的含量以氯计，单位为 μg/g，按式（2）进行计算：

$$Cl^- = \frac{(A_i - A_0 - b) \times m_2}{K \times m_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- Cl^- ——样品中氯离子的含量，单位为微克每克(μg/g)；
- A_i ——样品中氯离子的峰面积的数值；
- A_0 ——空白中氯离子的峰面积的数值；
- m_1 ——称取待测样品的质量，单位为克(g)；
- m_2 ——称取二级水的的质量，单位为克(g)；
- K ——氯离子标准曲线方程的斜率；
- b ——氯离子标准曲线方程的截距。

10 允许差

取三次平行测定的算术平均值为测定结果，测定结果≥0.03 μg/g 之间，三次测定结果的极差值应不大于这三个测定值的算术平均值的 10 %。测定结果<0.03 μg/g，三次测定结果的极差值不应不大于这三个测定值的算术平均值的 20 %。

11 精密度

11.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过这两次测定结果算术平均值的10%。

11.2 再现性

在不同的实验室，由不同操作者操作不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试所获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过这两次测定结果算术平均值的 20%。

11.3 回收率

在已知含量的试样中加入已知浓度的氯离子，按照第9章的操作，测得的回收率在98%~106%之间。

12 报告

报告应包括下列内容：

- a) 有关试样的全部资料，例如名称、批号、采样地点、采样时间等；
- b) 本文件编号；
- c) 测定结果；
- d) 测定中观察到的任何异常现象的细节及其说明；
- e) 分析人员的姓名及分析日期等；



中国氟硅有机材料工业协会

团体标准

硅氧烷低聚物中氯离子的测定—离子色谱法

T/FSI 138—2024

中国氟硅有机材料工业协会

北京朝阳区北三环东路 19 号蓝星大厦 6 层

(100029)

网址: <http://www.sif.org.cn> 联系电话: (010) 64443598

邮箱: cafsi@sif.org.cn

开本: 880×1230 1/8 印张 0.5 字数: 2.2 千字

2024 年 3 月第一版 2024 年 3 月第一次印刷

氟硅协会内部发行, 供会员使用

如有印装差错 由氟硅协会调换

版权所有 侵权必究

举报电话: (010) 64443598