

T/ FSI 139—2024

ICS 71.080.99

CCS G 17

# 团 体 标 准

T/ FSI 139—2024

## 硅氧烷低聚物中硅氢的测定—反应气相 色谱法

Determination of SiH groups in siloxane oligomer— Reaction gas  
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、中蓝晨光化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：吴红、王睿、刘芳铭、陈敏剑、陈绪龙。

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。

# 硅氧烷低聚物中硅氢的测定

## —反应气相色谱法

### 1 范围

本文件适用于初级形态聚硅氧烷硅(包含二甲基二氯硅烷水解物及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及二甲硅氧烷环体)中硅氢的测定。

本文件适用于硅氢含量1mg/kg~100 mg/kg的样品,超出检测范围需稀释。

### 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 3723	工业用化工产品采样安全通则
GB/T 30431	实验室气相色谱仪
HG/T 4804	甲基高含氢硅油

### 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硅氧烷环体等。

### 4 原理

用气相色谱法,样品放入硅氢反应器,在碱性催化作用下,反应释放出氢气,在选定的工作条件下,将反应释放出氢气注射进色谱柱,使其中各组分得到分离,外标法定量。

### 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和分析纯试剂,试验用水均为蒸馏水或同等纯度的水,所使用的玻璃器皿使用前用自来水反复冲洗,再用蒸馏水冲洗干净。

### 6 试剂和材料

6.1 硅氢反应液:异戊醇 95mL + 氢氧化钠 5g;

6.2 甲基高含氢硅油标准物质:符合 HG/T 4804 规定,并通过 HG/T 4804 中附录 A 测得其氢含量。

## 6.2 硅氢标准溶液:

配制方法: 以甲基高含氢硅油为硅氢标准物质, 加入至 D4 溶液中, 配制成 50mg/kg 硅氢标准溶液。

## 6.3 硅氢反应瓶: 25mL, 三口反应瓶;

## 6.4 注射器: 1mL, 精度 0.02mL。

## 7 仪器设备

## 7.1 气相色谱仪, 配热导检测器及气相色谱工作站。

## 7.2 流量控制器: 吹扫流量 70 mL/min~80 mL/min

## 7.3 磁力搅拌控制器: 搅拌速度 300 rad/min~400 rad/min;

## 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 色谱柱和色谱操作条件

按GB/T30431规定的色谱技术要求配备气相色谱仪。推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表1, 典型色谱图和各组分的保留时间见附录A。其它能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件也可使用。

表 1 推荐色谱参数

色谱柱	J&W 19095P-MSO, 30m×530 μm×30 μm
进样口温度	50℃
分流比	5: 1
柱箱温度	35℃ (恒定)
检测器温度	200℃
参比流量	30 mL/min
尾吹流量	2 mL/min
柱流量	10 mL/min
进样量	0.5mL
载气	N <sub>2</sub> ≥99.99%

## 9.2 操作步骤

9.2.1 吸取 10mL 硅氢反应液于硅氢反应瓶中, 打开流量控制器开关, 通 N<sub>2</sub> 净化系统至少 10min, 关闭开关。

9.2.2 准确吸取 0.5mL 已知浓度的硅氢标准溶液注入硅氢反应瓶中, 反应 10min。

9.2.3 准确抽取 0.5mL 反应瓶中的气体, 注射至气相色谱, 检测标准溶液中氢气的峰面积  $A_i$ 。

9.2.4 打开流量控制器开关, 通 N<sub>2</sub> 净化系统至少 10min, 关闭开关。准确吸取 0.5mL 样品注入硅氢反应瓶中, 反应 10min。

9.2.5 准确抽取 0.5mL 反应瓶中的气体, 注射至气相色谱, 检测样品中氢气的峰面积  $A_0$ 。

## 10. 结果计算

### 10.1 计算

硅氢的质量分数 $W_i$ ，数值以 mg/kg 表示，按式（1）计算：

$$\text{SiH}(\text{mg/kg}) = T_i \times A_0/A_i \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中：

$T_i$ ——标准溶液中 SiH 的浓度，mg/kg；

$A_0$ ——样品中氢气的峰面积；

$A_i$ ——标准溶液中氢气的峰面积。

### 10.2 结果的表示

以两次平行测定的算术平均值作为其分析结果（按 GB/T 8170 规定进行数值修约），两次平行测定结果之差的绝对值应符合表 2 的要求。

表 2 平行测定结果误差

测量值, mg/kg	允许误差, mg/kg
1~10	≤1
10~50	≤2
50~90	≤3
≥90	≤4

## 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三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三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%。

## 12 报告

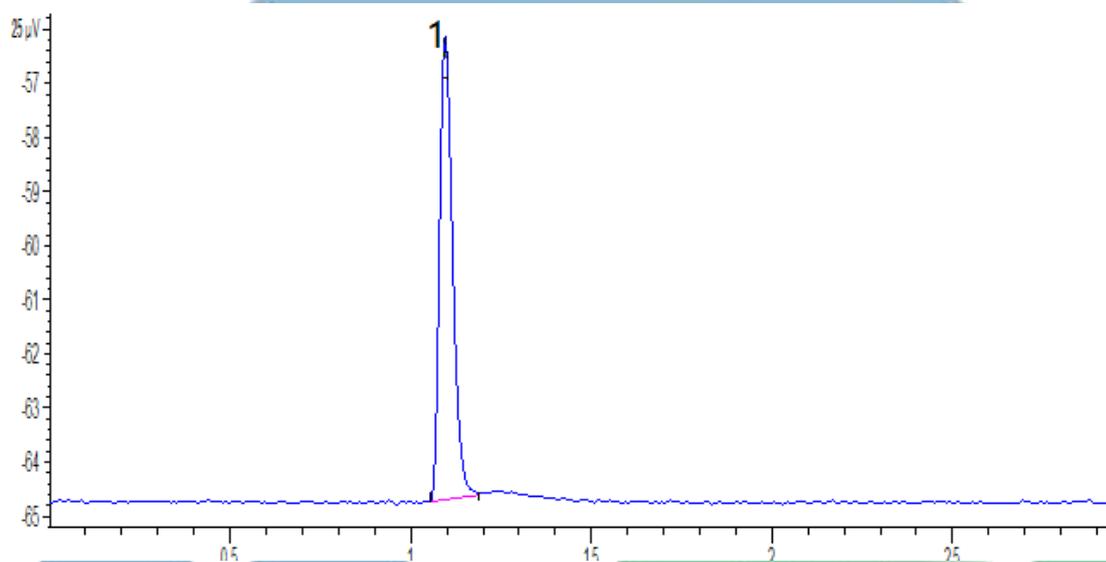
报告应包括下列内容：

- 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；
- f) 未包括在本文件中的任何操作及自由选择的操作条件的说明。

附录 A  
(规范性)  
典型色谱图

A.1 典型色谱图

A.1.1 硅氢的典型色谱图见图A.1。



图A.1 典型硅氢色谱图

标引序号说明:

1 —— 氢气;

表 A 组分在 DB-1 色谱柱中的相对保留时间

组 分	保留时间
氢气	1.096



中国氟硅有机材料工业协会

团体标准

硅氧烷低聚物中硅氢的测定—反应气相色谱法

T/FSI 139—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](mailto: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