

ICS 83.040  
CCS G 30



团 体 标 准

T/FSI 162—2024

# 硅油中挥发性甲基环硅氧烷 含量的测定

Determination of volatile methylcyclosiloxane content in silicone oil

2024-12-30 发布

2025-01-31 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发布  
中国标准出版社 出版



## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法概述 .....	1
5 仪器及材料 .....	1
6 试剂 .....	2
7 气相色谱条件 .....	3
8 工作溶液测定 .....	3
9 样品测定 .....	4
10 结果计算和表示 .....	4
11 精密度 .....	5
12 试验报告 .....	5
附录A(资料性) 试剂信息 .....	6
附录B(资料性) 不同甲基环硅氧烷的工作曲线图 .....	7
附录C(资料性) 工作溶液中各甲基环硅氧烷的气相色谱图及出峰时间 .....	10
附录D(资料性) 样品中各甲基环硅氧烷的气相色谱图 .....	11



## 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：江西蓝星星火有机硅有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、浙江润禾有机硅新材料有限公司、宣城硅鑫新材料有限公司、杭州之江有机硅化工有限公司、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：刘雪梅、程顺弟、杨金云、陆思琪、吴丽莉、周尚寅、罗晓霞、陈敏剑、喻琮惠、王昆仑、吴红。



# 硅油中挥发性甲基环硅氧烷 含量的测定

## 1 范围

本文件描述了硅油中挥发性甲基环硅氧烷含量的测定方法。

本文件适用于甲基硅油、乙烯基硅油、羟基硅油、氨基硅油、含氢硅油、端环氧硅油中甲基环硅氧烷的含量测定。

本文件适用于六甲基环三硅氧烷(D3)、八甲基环四硅氧烷(D4)、十甲基环五硅氧烷(D5)、十二甲基环六硅氧烷(D6)、十四甲基环七硅氧烷(D7)、十六甲基环八硅氧烷(D8)、十八甲基环九硅氧烷(D9)的含量测定。

本文件适用于质量分数不小于 5 mg/kg 的甲基环硅氧烷含量的测定。

## 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 8170—2008 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

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 方法概述

在样品中加入一定量的丙酮,震荡萃取 12 h,经离心后吸取上层清液,使样品经毛细管色谱柱得到分离,再采用气相色谱氢火焰检测器检测,以正十二烷作内标物,内标法定量待测组分的含量。

## 5 仪器及材料

5.1 气相色谱仪:配氢火焰离子化检测器,应符合 GB/T 9722 要求。

5.2 样品瓶:20 mL,底部直径宜为 22 mm±1 mm,高度宜为 73 mm±1 mm,具有可密封的瓶盖。

5.3 进样瓶:2 mL,具有可密封的瓶盖。

5.4 移液管:10 mL。

5.5 微量注射器:10 μL。

5.6 分析天平:分度值为 0.000 1 g。

5.7 离心机:转速为 2 000 r/min~5 000 r/min,或离心力为 716 g~4 472 g。

5.8 振荡器:200 r/min~250 r/min。

## 6 试剂

除非另有规定,使用的试剂均为分析纯及以上。

6.1 丙酮。

6.2 正十二烷( $n\text{-C}_{12}\text{H}_{26}$ ):质量分数 $\geq 99\%$ 。

6.3 内标溶液包括。

a) 内标溶液 I :100 00 mg/kg:

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)正十二烷(6.2)至样品瓶中,加入 9.9 g(精确至 0.000 1 g)丙酮(6.1),密闭混匀。

b) 内标溶液 II :3 000 mg/kg:

称取 3.0 g(精确至 0.000 1 g)内标溶液 I [6.3a)]至样品瓶中,加入 7 g(精确至 0.000 1 g)丙酮(6.1),密闭混匀。

6.4 六甲基环三硅氧烷(D3):质量分数 $\geq 98\%$ 。

6.5 八甲基环四硅氧烷(D4):质量分数 $\geq 99\%$ 。

6.6 十甲基环五硅氧烷(D5):质量分数 $\geq 99\%$ 。

6.7 十二甲基环六硅氧烷(D6):质量分数 $\geq 97\%$ 。

6.8 十四甲基环七硅氧烷(D7):质量分数 $\geq 99\%$ 。

6.9 十六甲基环八硅氧烷(D8):质量分数 $\geq 99\%$ 。

6.10 十八甲基环九硅氧烷(D9):质量分数 $\geq 98\%$ 。

注:所用试剂其他相关信息见附录 A。

6.11 标准溶液包括。

a) 标准溶液:10 000 mg/kg:

分别称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)D3(6.4)、D4(6.5)、D5(6.6)、D6(6.7)、D7(6.8)、D8(6.9)、D9(6.10)至同一样品瓶中,加入 9.9 g(精确至 0.000 1 g)丙酮(6.1),密闭混匀(所有标准溶液都需代入纯度计算)。

b) 标准溶液系列:5 mg/kg~5 000 mg/kg:

将 10 000 mg/kg 标准溶液[6.11a)]逐级稀释,具体见表 1。

表 1 标准溶液系列配制表

标准溶液编号	稀释前标准溶液的质量分数/(mg/kg)	稀释前标准溶液的加入量/g	丙酮加入量/g	稀释后标准溶液的质量分数/(mg/kg)
1	100	0.5	9.5	5
2	100	1.0	9.0	10
3	100	2.0	8.0	20
4	100	5.0	5.0	50
5	10 000	0.1	9.9	100
6	10 000	0.2	9.8	200
7	10 000	0.5	9.5	500
8	10 000	1.0	9.0	1 000
9	10 000	2.0	8.0	2 000

表 1 标准溶液系列配制表 (续)

标准溶液编号	稀释前标准溶液的质量分数/(mg/kg)	稀释前标准溶液的加入量/g	丙酮加入量/g	稀释后标准溶液的质量分数/(mg/kg)
10	10 000	5.0	5.0	5 000

## 7 气相色谱条件

气相色谱分析条件如下:

- 色谱柱:推荐聚二甲基硅烷毛细管色谱柱(30 m×0.32 mm×0.25 μm),或其他能达到同等分离效果的色谱柱;
- 柱箱温度:50 °C,保持 5 min,以 15 °C/min 升温至 280 °C,保持 20 min;
- 进样口温度:220 °C;
- 检测器温度:300 °C;
- 进样量:1 μL;
- 进样方式:分流进样,分流比 10:1;
- 载气:氮气,柱流量 1.3 mL/min;
- 尾吹气:氮气,流速 25 mL/min~35 mL/min;
- 燃烧气:氢气,流速 25 mL/min~35 mL/min;
- 助燃气:空气,流速 300 mL/min~400 mL/min。

## 8 工作溶液测定

### 8.1 工作曲线法(仲裁法)

8.1.1 分别称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)不同浓度的标准溶液[6.11a)、6.11b)]至不同样品瓶中,分别加入约 0.1 g(精确至 0.000 1 g)内标溶液 II [6.3b)],再用移液管分别加入 10 mL 丙酮,密闭混匀。

8.1.2 用微量注射器分别抽取 1 μL 不同工作溶液(8.1.1)至气相色谱仪(第 7 章)中进行分析,记录各组分的峰面积,按式(1)计算横坐标,按式(2)计算纵坐标,绘制工作曲线通过零点,工作曲线的斜率即为相对校正因子,以  $RF_i$  表示,具体详见附录 B。各组分保留时间和色谱图见附录 C。

$$X = \frac{A_i}{A_{s1}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$  ——横坐标比值;

$A_i$  ——不同工作溶液中各组分的峰面积;

$A_{s1}$  ——不同工作溶液中正十二烷的峰面积。

$$Y = \frac{m_i \times p_i}{p_{s1} \times m_{s1}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$Y$  ——纵坐标比值;

$m_i$  ——称取不同标准液的质量,单位为克(g);

$p_i$  ——不同标准溶液中各组分的的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

$p_{s1}$  ——内标溶液 II [6.3b)]中正十二烷的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

$m_{s1}$  ——称取内标溶液 II 的质量,单位为克(g)。

溶液在测试前应确认无干扰。

## 8.2 单点法

8.2.1 称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)1 000 mg/kg 标准溶液(表 1 中标准溶液编号 3)至样品瓶中,加入约 0.1 g(精确至 0.000 1 g)内标溶液 II [6.3b)],再用移液管加入 10 mL 丙酮,密闭混匀。

8.2.2 用微量注射器分别抽取 1  $\mu$ L 工作溶液(8.2.1)至气相色谱仪(第 7 章)中进行分析,记录各组分的峰面积,各组分校正因子按式(3)计算:

$$RF_i = \frac{m_i \times p_i \times A_{s2}}{p_{s1} \times m_{s2} \times A_i} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$RF_i$  ——各组分的校正因子;

$m_i$  ——称取标准溶液的质量,单位为克(g);

$p_i$  ——标准溶液中各组分的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A_{s2}$  ——工作溶液中正十二烷的峰面积;

$p_{s1}$  ——内标溶液 II 中正十二烷的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

$m_{s2}$  ——称取内标溶液 II 的质量,单位为克(g);

$A_i$  ——工作溶液中各组分的峰面积。

## 9 样品测定

9.1 称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)样品至样品瓶中,加入约 0.1 g(精确至 0.000 1 g)内标溶液 II [6.3b)],再用移液管加入 10 mL 丙酮,密闭,放入振荡器中振荡 12 h 后,离心 5 min~10 min,吸取 1 mL 上层液体至进样瓶中待测。

9.2 用微量注射器抽取 1  $\mu$ L 进样瓶中的溶液(9.1)至气相色谱检测(第 7 章),记录各组分的峰面积,样品色谱图见附录 D。

## 10 结果计算和表示

### 10.1 结果计算

样品中各组分的质量分数  $W_i$  按公式(4)计算:

$$W_i = \frac{A_i \times m_{s3} \times p_{s1} \times RF_i}{A_{s3} \times m_{样}} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$W_i$  ——样品中待测组分  $i$  的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A_i$  ——样品中各组分  $i$  的峰面积;

$m_{s3}$  ——称取内标溶液 II 的质量,单位为克(g);

$p_{s1}$  ——内标溶液 II 中正十二烷的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

$RF_i$  ——各组分  $i$  的相对校正因子;

$A_{s3}$  ——内标溶液 II 中正十二烷的峰面积;

$m_{样}$  ——样品的质量,单位为克(g)。

## 10.2 结果表示

计算结果以两次平行测定结果的算术平均值表示,按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 中要求进行修约,结果保留到小数点后 1 位。测定结果低于 5 mg/kg 时,结果为“未检出”。

## 11 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按照相同的测定方法对样品进行测定,测定结果在 5 mg/kg~100 mg/kg 之间,两次测定结果的绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的 30%,测定结果在 100 mg/kg~10 000 mg/kg 之间,两次测定结果的绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。

## 12 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 本文件的编号;
- b) 样品的详细说明;
- c) 气相色谱仪及测试条件;
- d) 测定结果;
- e) 试验日期。

附 录 A  
(资料性)  
试剂信息

所用试剂的中文名称、英文名称、CAS号、分子式及相对分子质量见表A.1。

表 A.1 试剂相关信息

序号	中文名称	英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量
1	六甲基环三硅氧烷	Hexamethylcyclotrisiloxane	541-05-9	$C_6H_{18}O_3Si_3$	222.46
2	八甲基环四硅氧烷	Octamethylcyclotetrasiloxane	556-67-2	$C_8H_{24}O_4Si_4$	296.62
3	十甲基环五硅氧烷	Decamethylcyclopentasiloxane	541-02-6	$C_{10}H_{30}O_5Si_5$	370.77
4	十二甲基环六硅氧烷	Dodecamethylcyclohexasiloxane	540-97-6	$C_{12}H_{36}O_6Si_6$	444.92
5	十四甲基环七硅氧烷	Tetradecamethylcycloheptasiloxane	107-50-6	$C_{14}H_{42}O_7Si_7$	519.08
6	十六甲基环八硅氧烷	Hexadecamethylcyclooctasiloxane	556-68-3	$C_{16}H_{48}O_8Si_8$	593.23
7	十八甲基环九硅氧烷	Octadecamethylcyclononasiloxane	556-71-8	$C_{18}H_{54}O_9Si_9$	667.39
8	正十二烷	Dodecane	112-40-3	$C_{12}H_{26}$	170.33
9	丙酮	Acetone	67-64-1	$C_3H_6O$	58.08

## 附录 B

(资料性)

## 不同甲基环硅氧烷的工作曲线图

不同甲基环硅氧烷的工作曲线见图B.1~图B.7。

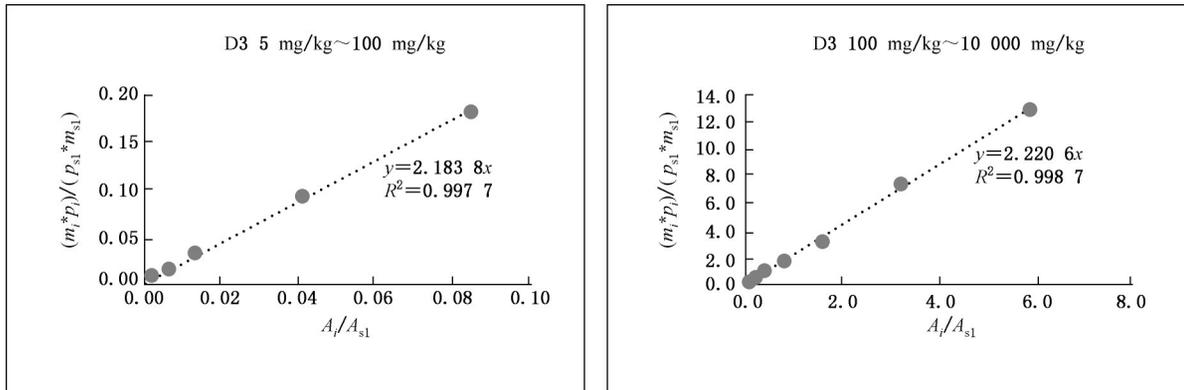


图 B.1 D3工作曲线图

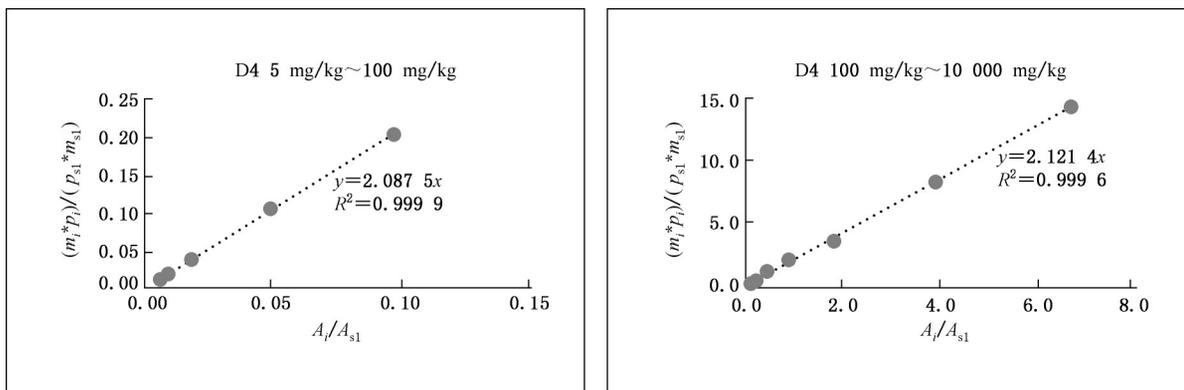


图 B.2 D4工作曲线图

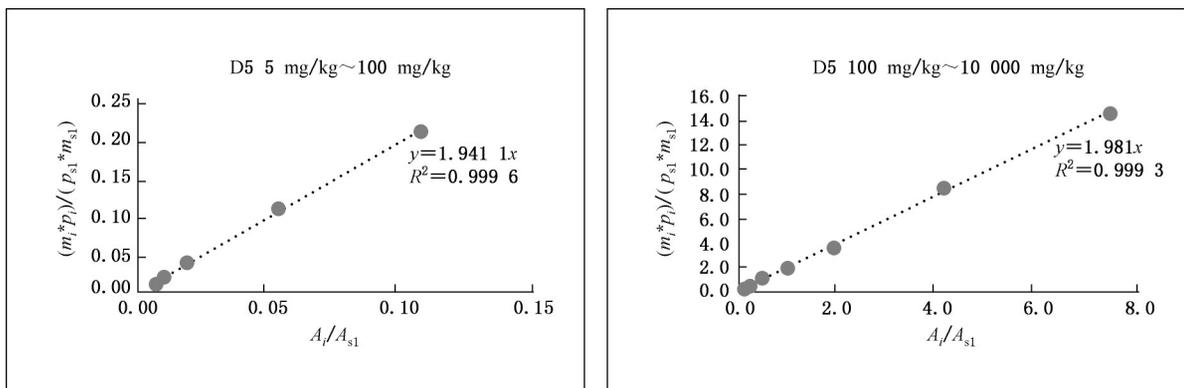


图 B.3 D5工作曲线图

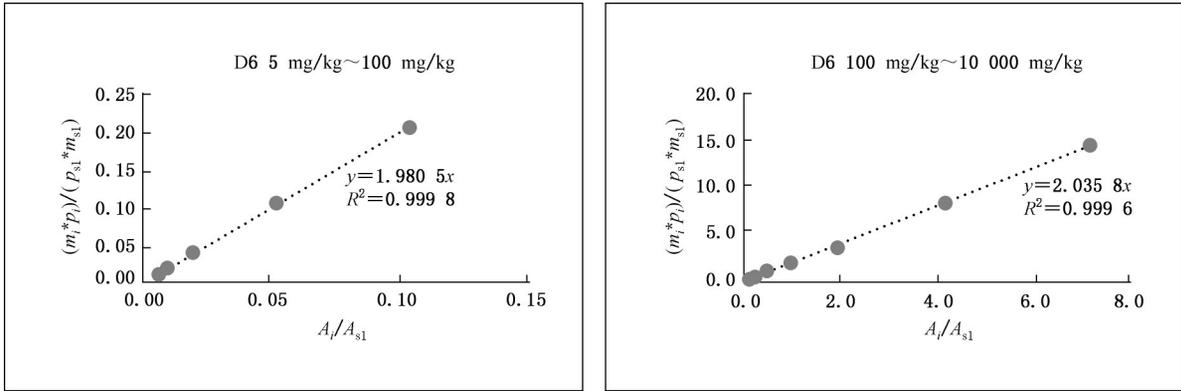


图 B.4 D6 工作曲线图

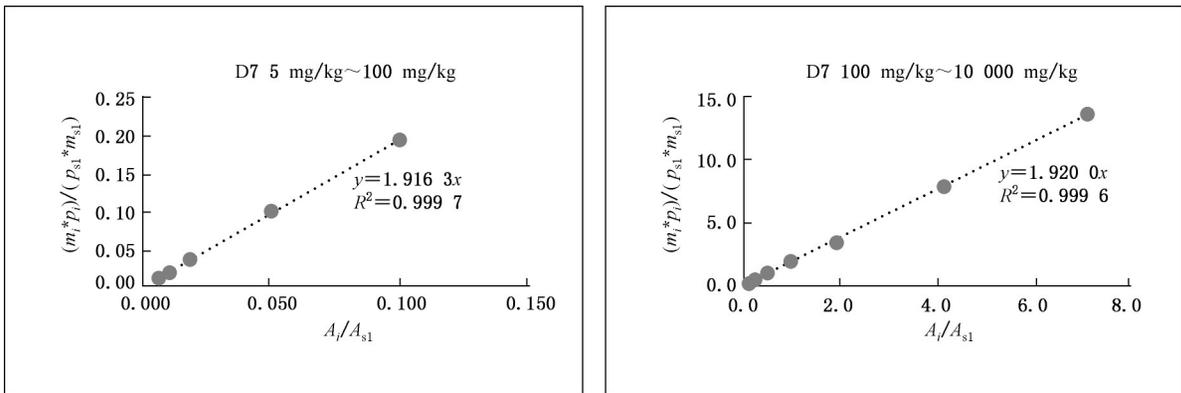


图 B.5 D7 工作曲线图

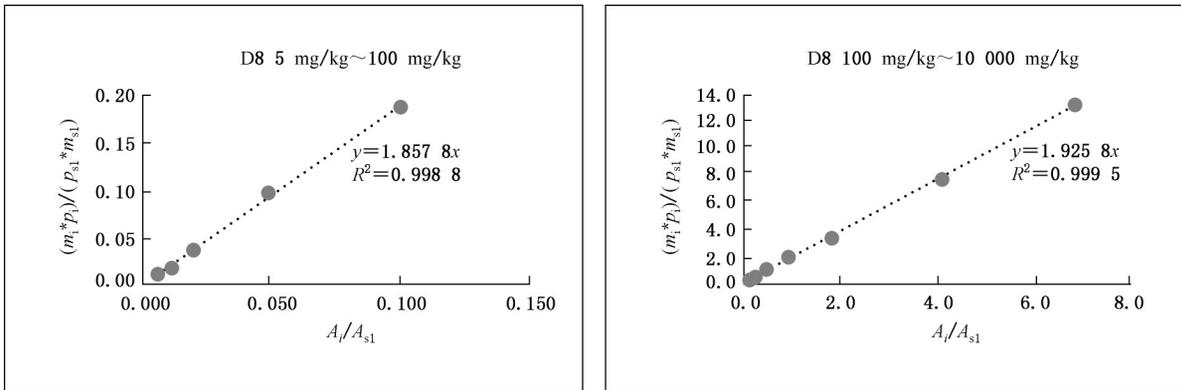


图 B.6 D8 工作曲线图

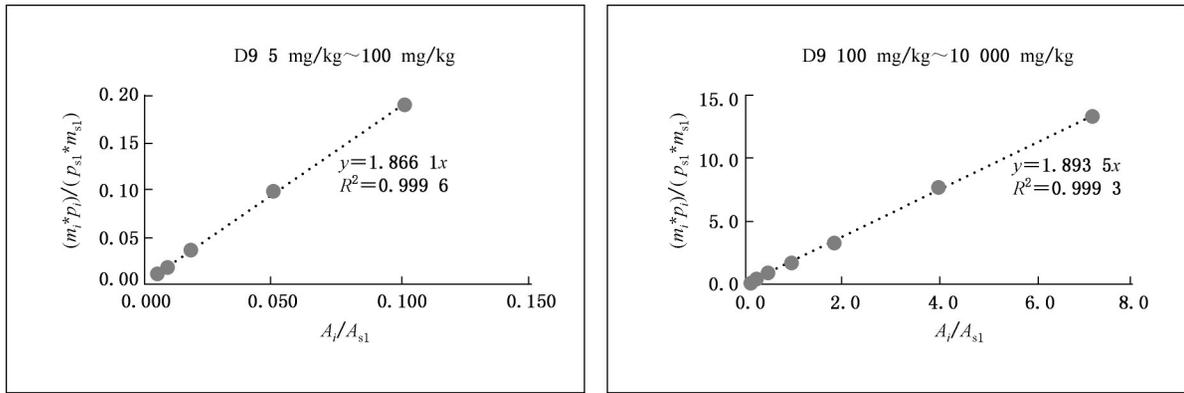


图 B.7 D9工作曲线图

## 附录 C

(资料性)

## 工作溶液中各甲基环硅氧烷的气相色谱图及出峰时间

工作溶液中各组分色谱出峰时间及相对保留值见表 C.1, 气相色谱图见图 C.1。

表 C.1 各甲基环硅氧烷的出峰时间及相对保留值

组分	保留时间/min	相对保留值
六甲基环三硅氧烷(D3)	5.569	0.489
八甲基环四硅氧烷(D4)	9.012	0.792
十甲基环五硅氧烷(D5)	11.056	0.972
正十二烷( $n\text{-C}_{12}\text{H}_{26}$ )	11.379	1.000
十二甲基环六硅氧烷(D6)	12.758	1.121
十四甲基环七硅氧烷(D7)	14.216	1.249
十六甲基环八硅氧烷(D8)	15.498	1.362
十八甲基环九硅氧烷(D9)	16.605	1.459

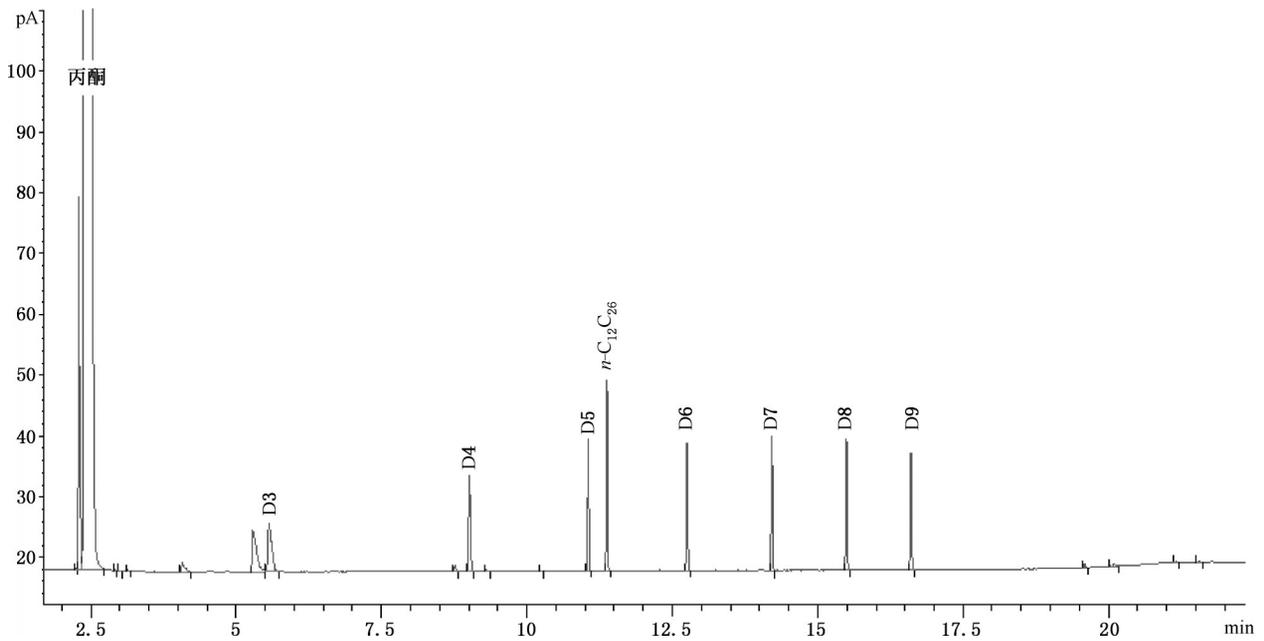


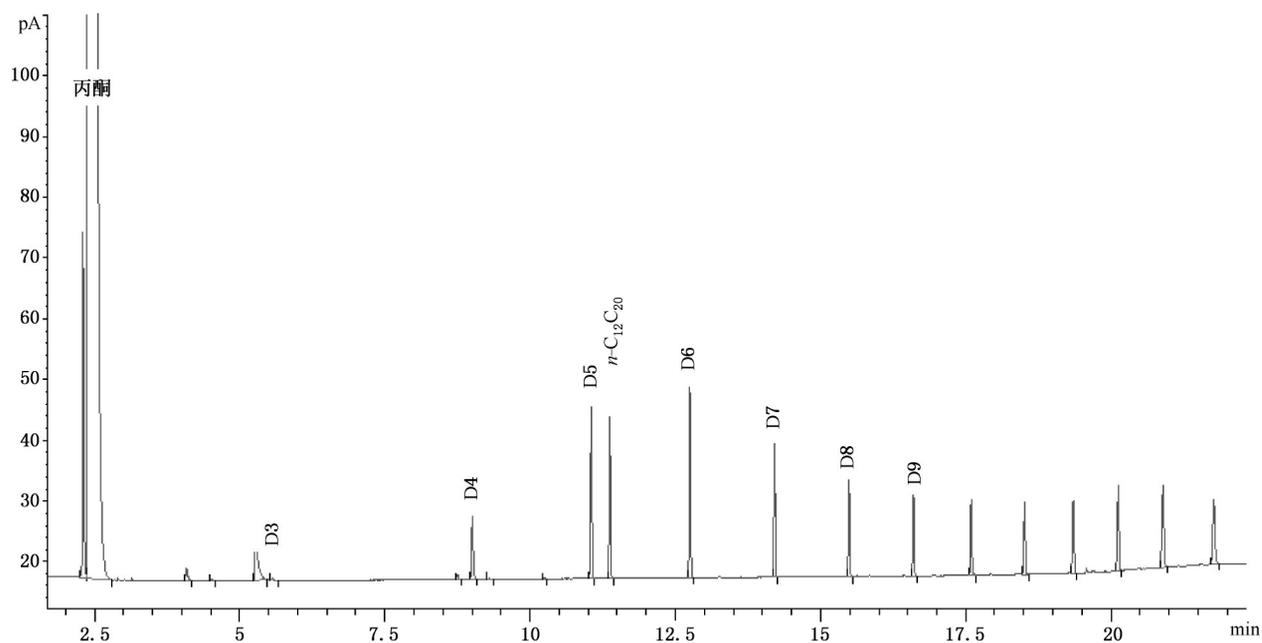
图 C.1 工作溶液色谱图

## 附录 D

(资料性)

## 样品中各甲基环硅氧烷的气相色谱图

样品中各甲基环硅氧烷的气相色谱图见图D.1。



图D.1 样品中各甲基环硅氧烷的气相色谱图