

团 体 标 准

T/ FSI XXX-XXXX

含氢硅油中含氢量的测定 顶空气相色谱 法

Determination of Hydrogen contents in Poly(methylhydrosiloxane)

(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、中蓝晨光成都检测技术有限公司、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、中蓝晨光化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：伊港、石科飞、罗伟琪、陈敏剑、李丽、王睿、刘芳铭、浩瀚、王英明。

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。

含氢硅油中含氢量的测定 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含氢硅油中含氢量（Si-H 中 H 的质量分数）的方法。
本文件适用于高含氢硅油、低含氢硅油、端含氢硅油中含氢量的检测。

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。

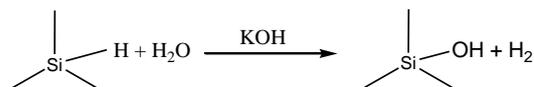
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

硅氢键（Si-H）遇氢氧化钾水溶液会产生氢气，氢气的产生量与Si-H中H的含量成正比，化学反应原理如下。将样品置于密封的顶空瓶中，加入过量的氢氧化钾水溶液，反应生成氢气，通过顶空气相色谱联用仪，检测出氢气的含量，从而计算出含氢量。



5 实验方法

5.1 仪器和设备

- 5.1.1 气相色谱仪：配有热导检测器（TCD），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。

5.2 试剂和材料

除另有规定外，本文件所用试剂的级别应在分析纯（含分析纯）以上，实验用水应符合 GB/T6682 中三级水及以上的规格。

5.2.1 氢氧化钾：分析纯。

5.2.2 正丁醇：分析纯。

5.2.3 含氢硅油：已知含氢量的含氢硅油。如：四甲基二硅氧烷： $\geq 99.0\%$ ，含氢量为 1.49%。

5.2.4 十甲基环五硅氧烷： $\geq 99.0\%$ 。

5.2.5 反应液：质量分数为 20%的氢氧化钾水溶液。

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	40
定量环温度/ °C	60
传输线温度/ °C	120
进样量/ mL	1.0
样品瓶平衡时间/ min	10
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	5A分子筛不锈钢填充柱，6FT*1/8，粒度60~80目
载气	氮气，纯度 $\geq 99.999\%$
柱箱温度/ °C	50°C保持10min
汽化室温度/ °C	150
检测器（TCD）温度/ °C	200
载气流速/（mL/min）	20

5.4 标准曲线的绘制

为了准确绘制标准曲线，将标准样品分为含氢量0.20%以下的低含氢量标准样品和0.20%~0.60%的高含氢量标准样品。

标准曲线建议根据实际情况定期校验，校验周期最长为3个月。

5.4.1 低含氢量标准样品的配制

取一只100ml具盖玻璃瓶，称取2.4g~2.6g（称准至0.001g）已知含氢量的含氢硅油，加入9.9g~10.1g（精确至0.001g）十甲基环五硅氧烷，配制成含氢量约为0.32%的母液。

进一步用十甲基环五硅氧烷用上述母液配制含氢量为0.01%、0.05%、0.10%、0.15%、0.20%的标准样品。

5.4.2 高含氢量标准样品的配制

用已知含氢量的含氢硅油和十甲基环五硅氧烷配制含氢量为0.20%、0.30%、0.40%、0.50%、0.60%的标准样品。

5.4.3 标准样品的测定

吸取2mL反应液于20mL顶空瓶中备用，另取一只2mL样品瓶，加入配制好的标准样品（低含氢量样品加入0.29g~0.31g，高含氢量样品加入0.090g~0.11g）和1mL正丁醇，用长镊子夹取样品瓶竖立放入顶空瓶中，不要让样品接触反应液，快速封好顶空瓶盖，示意图见图1。摇动顶空瓶使二者充分混匀，超声3min~5min，期间可多次摇动直至没有气泡产生。



图1 待测样品制备示意图

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

用顶空气相色谱联用仪测量系列低含氢量标准样品和高含氢量标准样品，得到系列H₂峰面积（以Y表示），以样品中硅氢键中氢的质量（以X表示）对应H₂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 样品测定

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。

含氢量小于0.20%的低（端）含氢硅油样品建议加入0.30g；含量氢为0.20%~0.60%的高（端）含氢硅油样品建议加入0.10g；氢含量>0.60%的（端）含氢硅油样品建议用十甲基环五硅氧烷稀释至0.20%-0.60%，加入0.10g。

5.6 结果计算

5.6.1 根据公式（1）计算出含氢硅油的含氢量：

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

X₁ ——含氢硅油的氢含量，质量百分比（%）；

M₁ ——样品质量，单位为克（g）；

X ——硅氢键中氢的质量，单位为毫克（mg）；

5.6.2 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3位，按照GB/T 8170对结果进行修约。两次测试结果与平均值的绝对差值不大于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含氢硅油中含氢量的典型气相色谱图

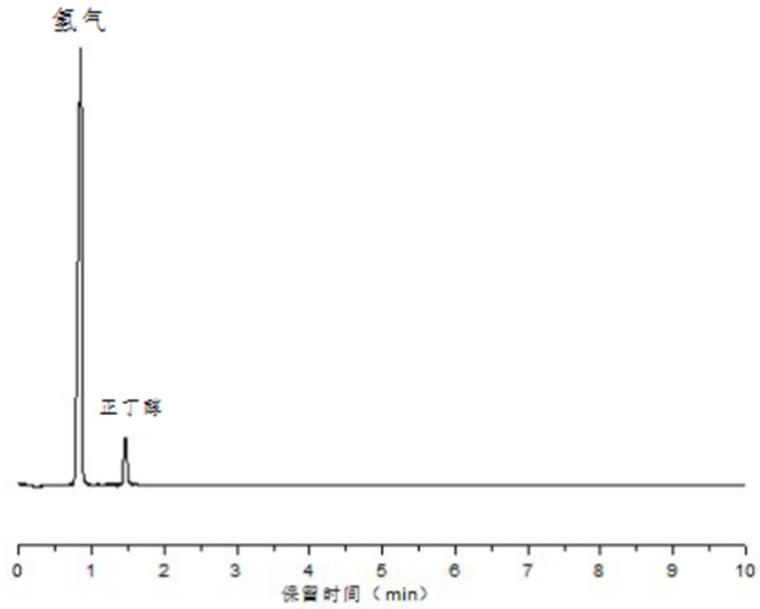


图 A.1 顶空气相色谱法测定含氢硅油中含氢量的典型气相色谱图