

一甲基三氯硅烷，二甲基二氯硅烷的含量测定-气相色谱法

1-1 前言

一甲基三氯硅烷，二甲基二氯硅烷，主要有碳、氢、氯、硅组成，用作硅酮制造的中间体。本方法参照 GB/T 23953-2009 及 GB/T 20434-2006，在选定的色谱条件下，使样品汽化后经色谱柱分离，用热导检测器，采用校正面积归一化法定量。

1-2 仪器和设备

2.1 气相色谱仪(GC1290，上海舜宇恒平科学仪器有限公司)，具有毛细管分流/不分流进样口(EPC控制)，微热导检测器(EPC控制)，柱温箱二十阶程序升温，双通道全反控中文色谱工作站。

2.2 色谱柱：OV-1701型石英毛细管柱，长30m，内径0.32mm，膜厚0.25 μm

2.3 电子分析天平：AE2004（万分之一，上海舜宇恒平科学仪器有限公司）

2.4实验室常用仪器和设备。

1-3 分析条件和结果

3.1 色谱条件

进样口：260℃；柱温：50℃（4min）-40℃/min-250℃-（2min）；检测器：280℃；载气：氢气；载气流量：1mL/min；分流比：20:1；进样量1ul。

空瓶中加入1g样品，加5ml水至20ml顶空瓶中，密封，按照3.1的条件平衡，然后进样分析。

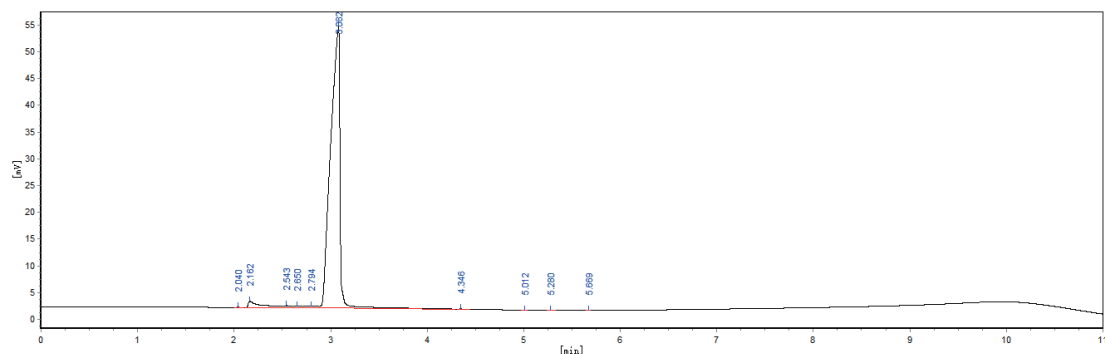


图1 一甲基三氯硅烷谱图

表1 一甲基三氯硅烷积分结果表

峰序	组分名	保留时间[min]	峰高[uV]	峰面积[uV*s]	峰面积%	含量[%]	峰类型
1		2.04	71	144	0.0382	0.0382	BB
2		2.162	1159	11858	3.156	3.156	BV
3		2.543	422	2199	0.5852	0.5852	VV
4		2.65	359	2177	0.5795	0.5795	VV
5		2.794	410	3848	1.024	1.024	VV
6	一甲基三氯硅烷	3.082	52620	355250	94.5487	94.5487	VB
7		4.346	41	85	0.0226	0.0226	BB
8		5.012	40	64	0.0169	0.0169	BB
9		5.28	46	84	0.0224	0.0224	BB
10		5.669	17	24	0.0064	0.0064	BB
---	总计	-----	55185	375732	100	100	---

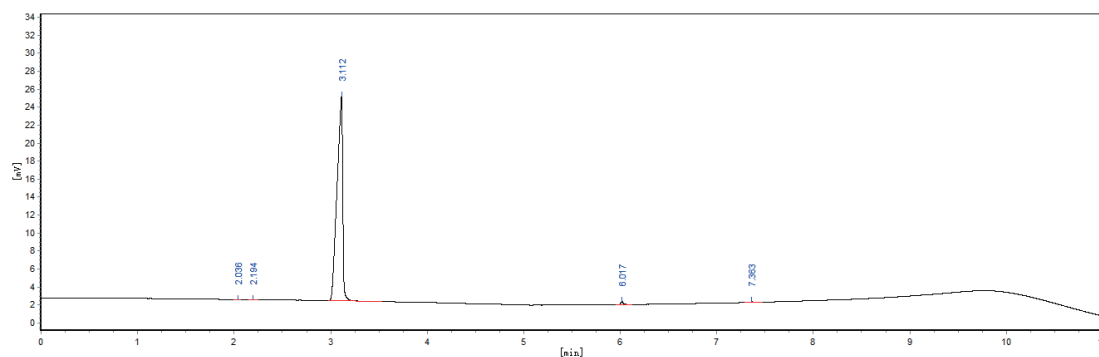


图2 二甲基二氯硅烷谱图

表2 二甲基二氯硅烷积分结果表

峰序	组分名	保留时间[min]	峰高[uV]	峰面积[uV*s]	峰面积%	含量[%]	峰类型
1		2.036	26	51	0.0545	0.0545	BB
2		2.194	41	105	0.1129	0.1129	BB
3	二甲基二氯硅烷	3.112	22718	92446	98.9878	98.9878	BB
4		6.017	331	651	0.6972	0.6972	BB
5		7.363	77	138	0.1476	0.1476	+BB
---	总计	-----	23193	93391	100	100	---

3.2 检测结果

表1和表2的数据结果表明，采用本方法可以进行一甲基三氯硅烷和二甲基二氯硅烷来料检测，符合国标要求。

注：一甲基三氯硅烷，二甲基二氯硅烷样品容易附着气相色谱流路，需要严格按照清洗要求进行清洗。