

解决方案 | 气相色谱法测定硅烷偶联剂纯度

硅烷偶联剂是一类具有特征结构的有机硅化合物，可以表示为： $Y-R-SiX_3$ 。其中 Y 表示可以与有机物起反应的基团，比如乙烯基，苯基，氨基等，R 是短链烷撑基，通过它把 Y 和 SiX_3 连接起来，X 是可以水解生成 Si-OH 的基团，可以是卤素，乙酰基等。可以形象地表示成：无机材料-分子桥-有机材料。硅烷偶联剂由于其独特的结构，在纳米材料，复合材料，电化学材料，烤瓷等新材料的研究中扮演着十分重要角色。如在口腔临床中，补牙用的烤瓷材料，烤瓷性能在补牙中起着很大的作用，它要承受巨大的抗冲击力，同时要与牙齿有很好的粘合力，而硅烷偶联剂正好可以完成这项任务。

硅烷偶联剂的纯度对材料的合成及性能研究起着至关重要的作用。HG/T 4893-2016《环氧硅烷偶联剂》标准中规定采用气相色谱法（FID 检测器）对硅烷偶联剂的纯度进行分析。本文参考 HG/T 4893-2016《环氧硅烷偶联剂》标准，利用 GC-4000A 气相色谱，建立了硅烷偶联剂纯度分析方法，可供相关人员参考。

实验部分

实验原理

在选定的色谱操作条件下，试样汽化后通过色谱柱将各组分分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用面积归一化法计算产品纯度。

仪器与试剂

GC-4000A 气相色谱仪（FID 检测器）；

微量进样器；

氮气；

氢气；

空气。

实验条件

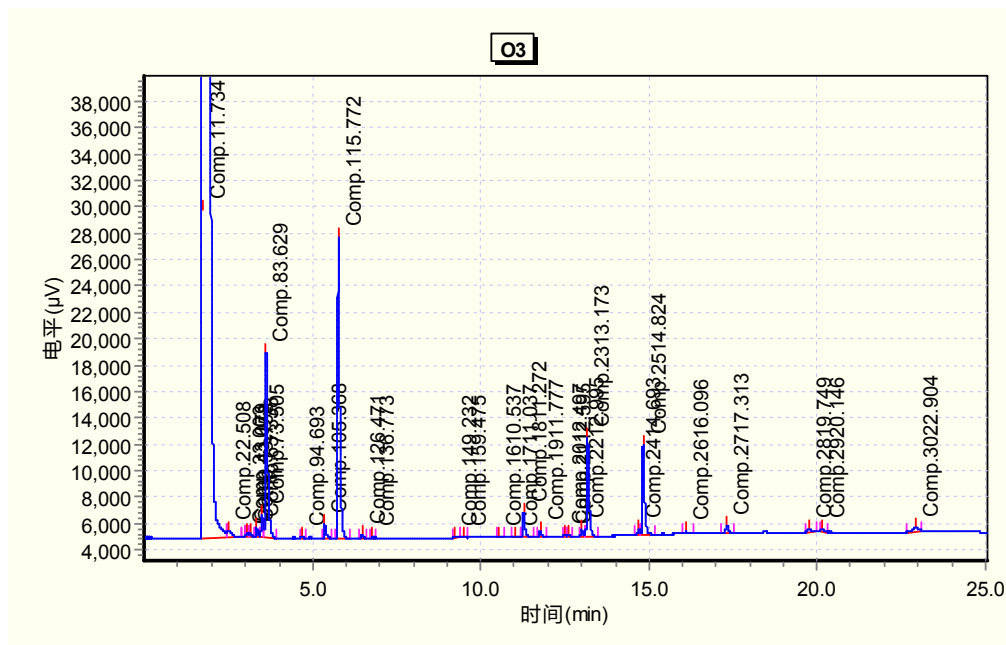
| | | | |
|----------------|---|----------------|---------|
| 柱箱 温度 | 150°C (2min) 10°C/min to 280°C (10min) | 检测器 | 氢焰(FID) |
| 进样口 温度 | 280°C | 检测器温度 | 290°C |
| 柱流量 mL/min | 2 | 尾吹类型 | 氮气 |
| 分流流量 mL/min | 110.0 | 尾吹流量 mL/min | 30.0 |
| 色谱柱 | HP-5 | 衰减 | 2 |
| 色谱柱 规格 | 30.0m*0.32mm*0.25μm | 灵敏度 | 高 |
| 进样量 | 1μL | 进样方式 | 分流 |

样品处理

取 1 μL 直接进样分析。

实验结果

样品-1

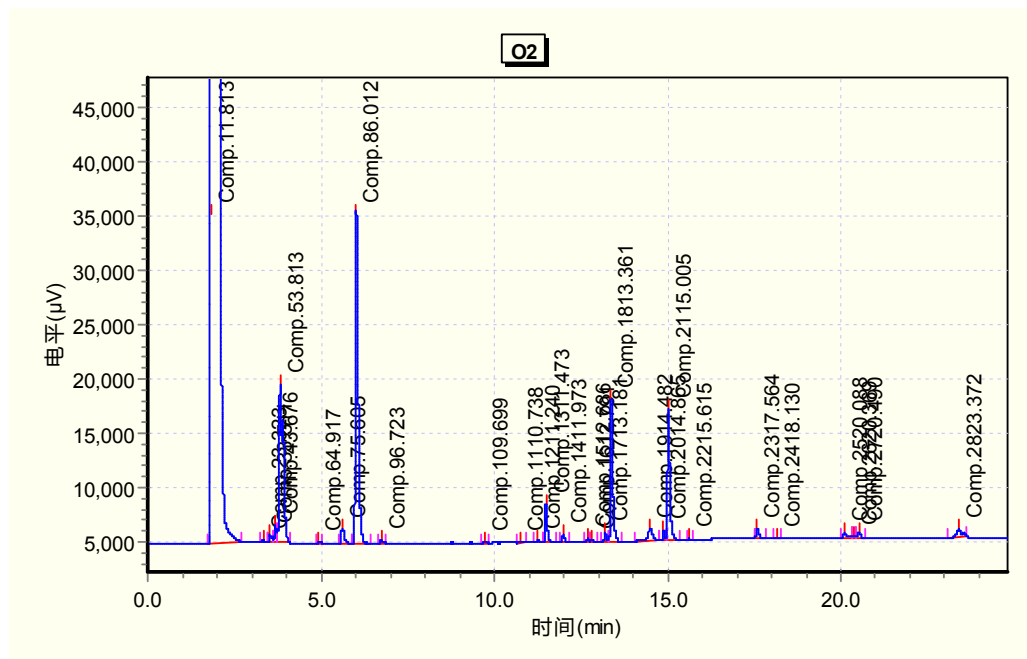


定量方法：归一法

| 序号 | 组分名 | 保留时间 | 峰面积 | 峰高 | 样品含量 |
|----|---------|--------|---------|--------|---------|
| 1 | Comp.1 | 1.734 | 5296615 | 637323 | 95.01% |
| 2 | Comp.2 | 2.508 | 4923 | 499 | 0.09% |
| 3 | Comp.3 | 3.003 | 399 | 106 | 0.0072% |
| 4 | Comp.4 | 3.079 | 1305 | 287 | 0.02% |
| 5 | Comp.5 | 3.158 | 1346 | 299 | 0.02% |
| 6 | Comp.6 | 3.338 | 2608 | 682 | 0.05% |
| 7 | Comp.7 | 3.505 | 7231 | 1687 | 0.13% |
| 8 | Comp.8 | 3.629 | 64627 | 13902 | 1.16% |
| 9 | Comp.9 | 4.693 | 336 | 98 | 0.006% |
| 10 | Comp.10 | 5.368 | 4684 | 1073 | 0.08% |
| 11 | Comp.11 | 5.772 | 97164 | 22783 | 1.74% |
| 12 | Comp.12 | 6.471 | 1456 | 321 | 0.03% |
| 13 | Comp.13 | 6.773 | 326 | 122 | 0.0058% |
| 14 | Comp.14 | 9.232 | 433 | 80 | 0.0078% |
| 15 | Comp.15 | 9.475 | 292 | 73 | 0.0052% |
| 16 | Comp.16 | 10.537 | 494 | 90 | 0.0089% |
| 17 | Comp.17 | 11.037 | 614 | 130 | 0.01% |
| 18 | Comp.18 | 11.272 | 8233 | 1846 | 0.15% |
| 19 | Comp.19 | 11.777 | 2361 | 540 | 0.04% |
| 20 | Comp.20 | 12.497 | 680 | 175 | 0.01% |
| 21 | Comp.21 | 12.595 | 755 | 178 | 0.01% |
| 22 | Comp.22 | 12.995 | 2197 | 489 | 0.04% |
| 23 | Comp.23 | 13.173 | 33380 | 7449 | 0.60% |

| | | | | | |
|----|---------|--------|-------|------|-------|
| 24 | Comp.24 | 14.693 | 1994 | 477 | 0.04% |
| 25 | Comp.25 | 14.824 | 30493 | 6860 | 0.55% |
| 26 | Comp.26 | 16.096 | 823 | 122 | 0.01% |
| 27 | Comp.27 | 17.313 | 3224 | 548 | 0.06% |
| 28 | Comp.28 | 19.749 | 1920 | 235 | 0.03% |
| 29 | Comp.29 | 20.146 | 897 | 157 | 0.02% |
| 30 | Comp.30 | 22.904 | 2744 | 298 | 0.05% |

样品-2



定量方法： 归一法

| 序号 | 组分名 | 保留时间 | 峰面积 | 峰高 | 样品含量 |
|----|---------|--------|---------|--------|---------|
| 1 | Comp.1 | 1.813 | 8408948 | 637361 | 94.60% |
| 2 | Comp.2 | 3.323 | 494 | 148 | 0.0056% |
| 3 | Comp.3 | 3.511 | 4142 | 665 | 0.05% |
| 4 | Comp.4 | 3.676 | 6855 | 1548 | 0.08% |
| 5 | Comp.5 | 3.813 | 108584 | 14499 | 1.22% |
| 6 | Comp.6 | 4.917 | 699 | 124 | 0.0079% |
| 7 | Comp.7 | 5.605 | 8739 | 1376 | 0.10% |
| 8 | Comp.8 | 6.012 | 173410 | 30713 | 1.95% |
| 9 | Comp.9 | 6.723 | 1857 | 354 | 0.02% |
| 10 | Comp.10 | 9.699 | 541 | 123 | 0.0061% |
| 11 | Comp.11 | 10.738 | 702 | 143 | 0.0079% |
| 12 | Comp.12 | 11.240 | 1091 | 234 | 0.01% |
| 13 | Comp.13 | 11.473 | 15424 | 3491 | 0.17% |
| 14 | Comp.14 | 11.973 | 3266 | 768 | 0.04% |

| | | | | | |
|----|---------|--------|-------|-------|---------|
| 15 | Comp.15 | 12.686 | 1265 | 301 | 0.01% |
| 16 | Comp.16 | 12.791 | 818 | 175 | 0.0092% |
| 17 | Comp.17 | 13.181 | 3707 | 844 | 0.04% |
| 18 | Comp.18 | 13.361 | 57383 | 13024 | 0.65% |
| 19 | Comp.19 | 14.482 | 11257 | 1123 | 0.13% |
| 20 | Comp.20 | 14.865 | 3427 | 846 | 0.04% |
| 21 | Comp.21 | 15.005 | 54608 | 11996 | 0.61% |
| 22 | Comp.22 | 15.615 | 331 | 79 | 0.0037% |
| 23 | Comp.23 | 17.564 | 5223 | 961 | 0.06% |
| 24 | Comp.24 | 18.130 | 346 | 68 | 0.0039% |
| 25 | Comp.25 | 20.088 | 3771 | 460 | 0.04% |
| 26 | Comp.26 | 20.369 | 1496 | 249 | 0.02% |
| 27 | Comp.27 | 20.490 | 3518 | 502 | 0.04% |
| 28 | Comp.28 | 23.372 | 6987 | 677 | 0.08% |

实验总结

本文参考参考 HG/T 4893-2016《环氧硅烷偶联剂》标准采用 GC-4000A 气相色谱仪配置氢火焰离子化检测器对硅烷偶联剂的纯度进行了测定,并面积归一法定量。实验结果表明,该方法操作简单,取两次平均值作为测定结果,结果准确,适用于材料科学中如硅烷偶联剂产品的纯度分析,可供相关人员参考。