

解决方案 | 气相色谱法测定硅氧烷类纯度

前言

硅氧烷类有机硅分子材料是由无机骨架和有机外壳组成的化合物，具有灵活多样的分子结构、兼具有机物和无机物的优良性质，特定结构的硅氧烷还具备良好的热稳定性，耐受极端高低温环境、防火阻燃、溶解锂盐的能力、柔韧兼备的力学性能，这些优点使其广泛应用于航空航天、电子信息、新能源、现代交通、电化学储能等领域和高新技术产业。

精确确定硅氧烷类的纯度，对硅氧烷类的合成及性能研究是至关重要的。采用气相色谱法测定硅氧烷类纯度，分析过程简单，分析速度快。本文根据 T/FSI 073-2021 的方法，经过检测条件的优化，建立了 GC-4100 气相色谱仪分别检测二甲基二乙氧基硅烷和四甲基二乙氧基二硅氧烷，二甲基硅氧烷混合环体的纯度。该方法重复性好，准确度高，可供相关人员参考。



GC-4100 气相色谱仪

仪器与试剂

GC-4100 气相色谱仪（FID 检测器）；

二甲基二乙氧基硅烷；

四甲基二乙烯基二硅氧烷；

二甲基硅氧烷混合环体。

实验条件

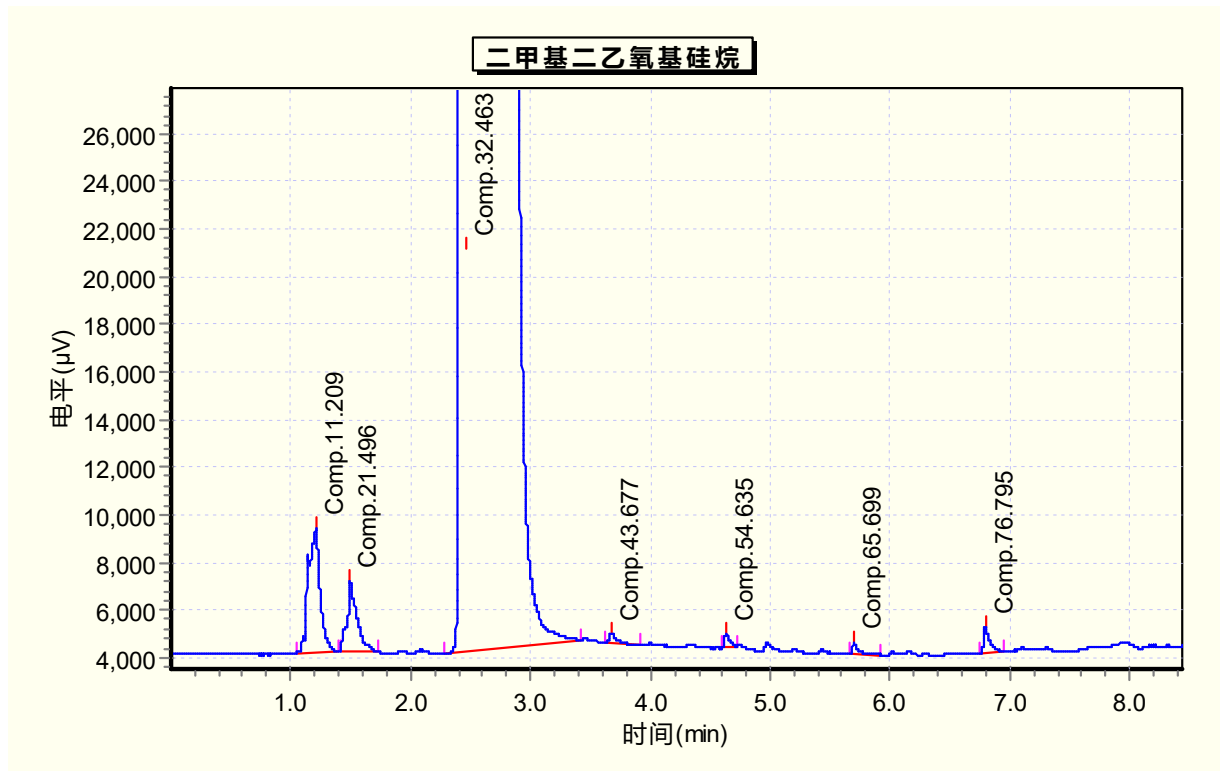
柱箱 温度	50°C (3min) 30°C/min to 200°C (3min)	检测器	氢焰(FID)
进样口 温度	260°C	检测器温度	300°C
柱流量 mL/min	2	尾吹类型	氮气
分流流量 mL/min	60.0	尾吹流量 mL/min	30.0
色谱柱	HP-5	衰减	1
色谱柱 规格	30.0m*0.32mm*0.25µm	进样量	0.4µL

样品处理

取 0.4 µL 直接进样分析。

实验结果

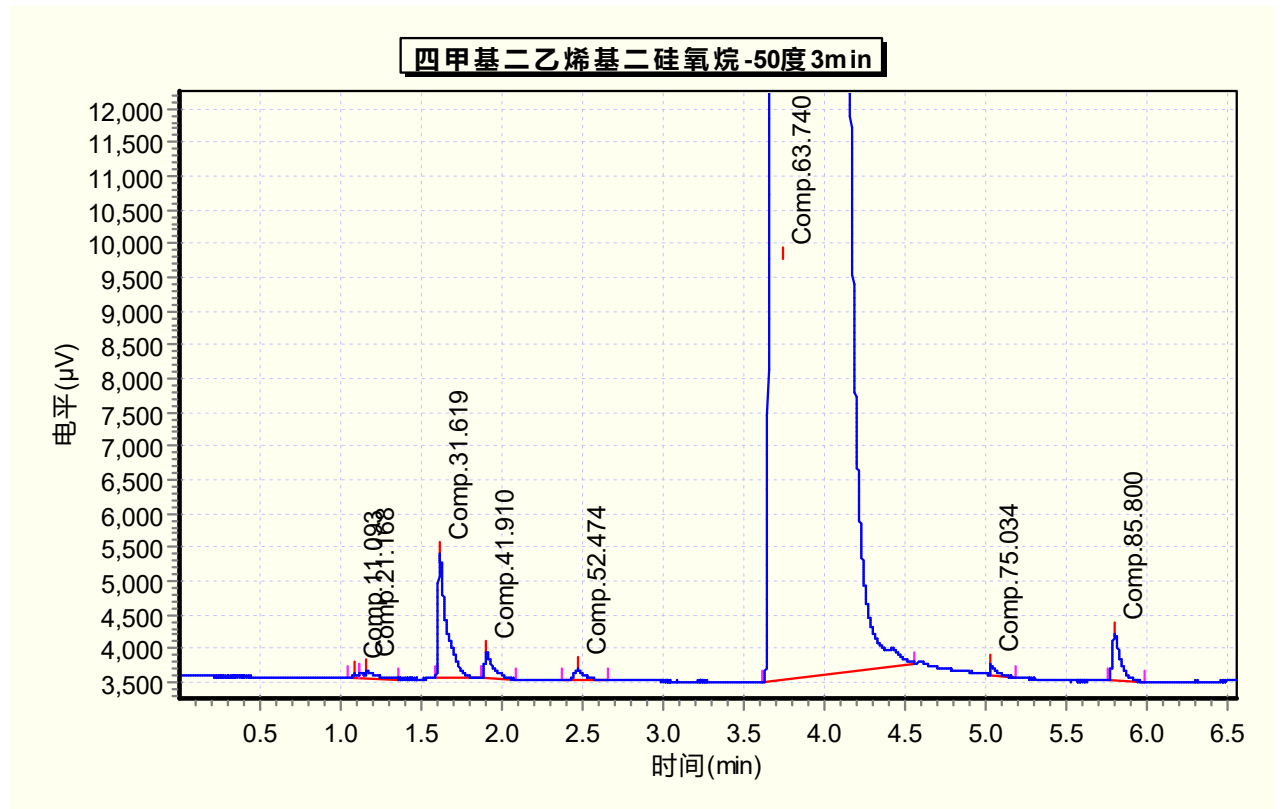
二甲基二乙氧基硅烷谱图



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	峰型
1	Comp.1	1.209	35478	5211	0.13%	BB
2	Comp.2	1.496	17139	2979	0.06%	BB
3	二甲基二乙氧 基硅烷	2.463	2.6899×10^7	1258129	99.77%	BB
4	Comp.4	3.677	1789	422	0.0066%	BB
5	Comp.5	4.635	1614	557	0.006%	BB
6	Comp.6	5.699	1648	442	0.0061%	BB
7	Comp.7	6.795	4039	1104	0.01%	BB

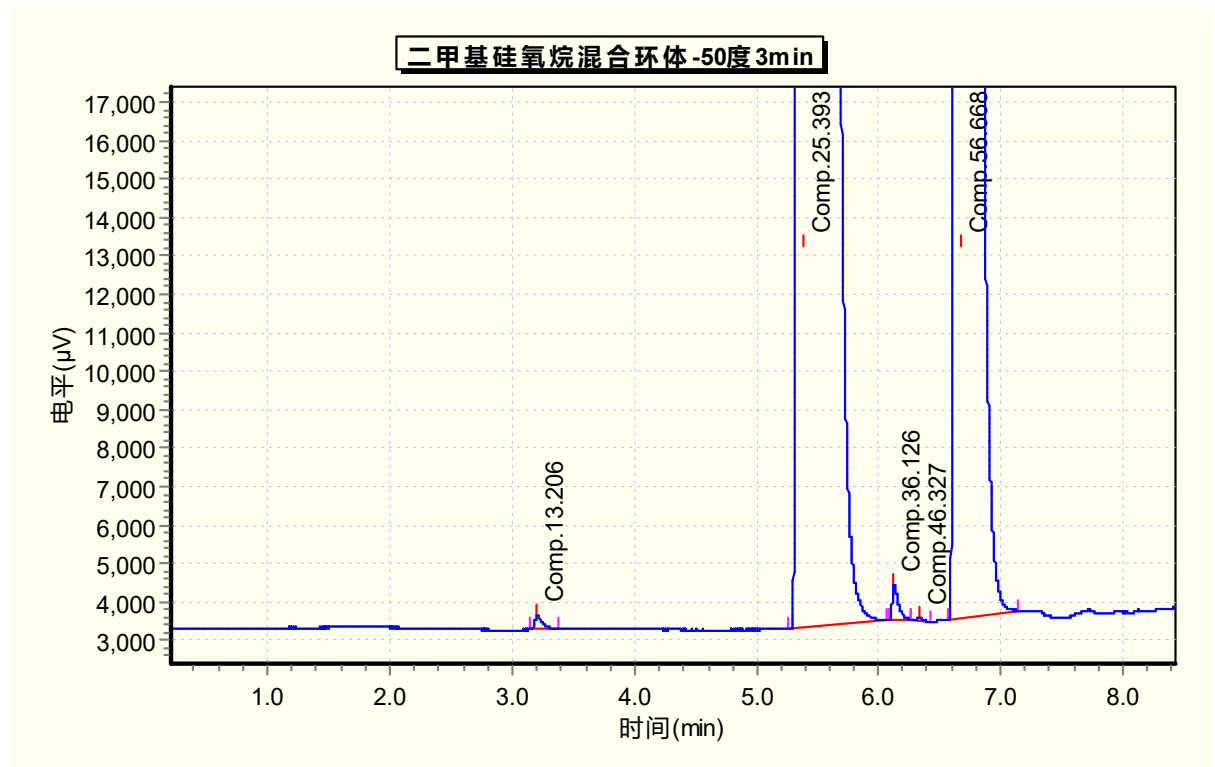
四甲基二乙烯基二硅氧烷谱图



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	峰型
1	Comp.1	1.093	126	63	0.0006%	BV
2	Comp.2	1.168	642	123	0.0029%	VB
3	Comp.3	1.619	6850	1846	0.03%	BB
4	Comp.4	1.910	1473	394	0.0066%	BB
5	Comp.5	2.474	752	160	0.0034%	BB
6	四甲基二乙烯基 二硅氧烷	3.740	2.2373×10^7	1258722	99.94%	BB
7	Comp.7	5.034	370	144	0.0017%	BB
8	Comp.8	5.800	2561	709	0.01%	BB

二甲基硅氧烷混合环体谱图（进样量 0.2uL）



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	峰型
1	Comp.1	3.206	1643	350	0.0075%	BB
2	Comp.2	5.393	1.5271×10^7	1259014	69.43%	BB
3	Comp.3	6.126	3232	938	0.01%	BB
4	Comp.4	6.327	357	109	0.0016%	BB
5	Comp.5	6.668	6717638	1258811	30.54%	BB

结 论

本文根据 T/FSI 073-2021 的方法，经过检测条件的优化，建立了 GC-4100 气相色谱仪分别检测二甲基二乙氧基硅烷和四甲基二乙氧基二硅氧烷，二甲基硅氧烷混合环体的纯度。实验过程中，使用了面积归一法定量。本文实验表明，该方法操作简单，结果准确，可以满足硅氮烷类化合物的纯度测定需求，供相关人员参考。