

ICS 71.080.70

G 32

团 体 标 准

T/ FSI XXX-XXXX

有机硅密封胶中烷烃增塑剂快速检测方法

Rapid Determination Method of alkane plasticizer in silicone products

(报批稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-0X-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。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本标准参加起草单位：中蓝晨光成都检测技术有限公司、广州市白云化工实业有限公司、合盛硅业股份有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：陈敏剑、徐菁、张冠琦、管丽娟、罗晓霞、周平、王永志、白军伟。

本标准版权归中国氟硅有机材料工业协会。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会解释。

本标准为首次制定。

有机硅密封胶中烷烃增塑剂快速检测方法

1 范围

本文件规定了快速测定有机硅密封胶中烷烃增塑剂的两种方法，方法1为近红外建模法，方法2为薄膜法，方法1与方法2为平行的方法

本文件适用于有机硅密封胶产品烷烃增塑剂的快速测定，方法1适用于定性检测烷烃增塑剂含量不低于0.5%的有机硅密封胶产品。；方法2适用于定性检测烷烃增塑剂含量不低于2%的有机硅密封胶产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 4456-2008 包装用聚乙烯吹塑薄膜

GB/T 29858-2013 分子光谱多元校正定量分析通则

GB/T 37969-2019 近红外光谱定性分析通则

BB/T 0014-2011 夹链自封袋

3 方法1 近红外建模法

3.1 原理

样品的近红外光谱与物质本身的化学组成和含量相关，包含丰富的化学组成和结构信息，样品的化学组成、物质结构和含量决定了样品的属性、特征。将有机硅密封胶样品的近红外光谱作为变量，采用适合的模式识别方法，建立样品类属和光谱之间的对应关系，再将未知样品的光谱带入模型计算中，即可通过计算确定该样品的类属和特征。

3.1 仪器

使用仪器设备应符合GB/T 29858-2013中第5章规定的仪器设备要求。

仪器配备测样附件应采用积分球附件：采集方式为漫透射，光程为1mm。

3.2 制样工具

——注射工具，包括滴管、胶枪、注射器等。

——LDPE夹链自封袋，满足标准BB/T0014-2011中所规定的表面无印刷物。

3.3 试验方法

3.3.1 试验条件

除特殊规定外，试验均应在标准条件下进行。

温度：(23±2)℃；

相对湿度：(50±10)%。

3.3.2 试验步骤

3.3.2.1 制样

用注射工具将样品注射进入自封袋中，将自封袋封口。样品注入后无气泡，将样品铺展开后，样品的体积应大于等于近红外光谱仪积分球采集附件的直径面积，厚度为1mm。

3.3.2.2 采集光谱

接通光谱仪电源后，使用金镜作为参考背景，使用积分球附件采集金镜背景。

将3.2.1制得的自封袋中的样品使用漫透射附件压在积分球采集附件上进行样品的近红外光谱的采集。

将采集得到的光谱保存在制定的文件夹路径中。

3.3.2.3 光谱计算

调用定性模型，由计算机计算样品中是否含有烷烃增塑剂。

定性模型按照GB/T 37969-2019规定的近红外建模过程进行。定性模型光谱范围为11000-6000 cm^{-1} ，4400-6000 cm^{-1} ，红外光谱经过二阶导处理，使用PLS法进行回归。当模型计算为No时，说明样品未添加白油或者添加量<0.5%。

4 方法2 薄膜法

4.1 原理

含有烷烃增塑剂的有机硅密封胶与一定厚度的平整的聚乙烯薄膜接触，其中的烷烃增塑剂会扩散至聚乙烯薄膜内部，使其分子链间应力发生变化，导致薄膜表现出表面不平整。

4.2 试验器具

4.2.1 试验台：长度大于650mm，宽度大于450mm，具有平整、干净的硬质表面，无凸起和凹陷，无水滴、油污及化学试剂污染。

4.2.2 聚乙烯薄膜：矩形，符合GB/T 4456-2008《包装用聚乙烯吹塑薄膜》中PE-LD薄膜的要求，平整无折痕，厚度规格为0.015mm，尺寸约为290mm×210mm，长边与薄膜牵引方向平行。

注：薄膜牵引方向指吹塑薄膜生产过程中牵引薄膜的方向，将薄膜置于明亮背景下观察，可以看到薄膜内存在细小、密集的平行条纹，这些条纹的方向就是薄膜牵引方向。

4.2.3 模框：外框尺寸约为240mm×60mm，内框尺寸约为200mm×20mm，厚度2mm±0.1mm，材质应不易变形，如图1所示。

4.2.4 刮刀或铲刀：钢制，具有长度不小于30mm的直边，用于将注入模框内的胶刮平。

4.2.5 细铁丝：直径不大于0.6mm，用于将胶与模框分离。

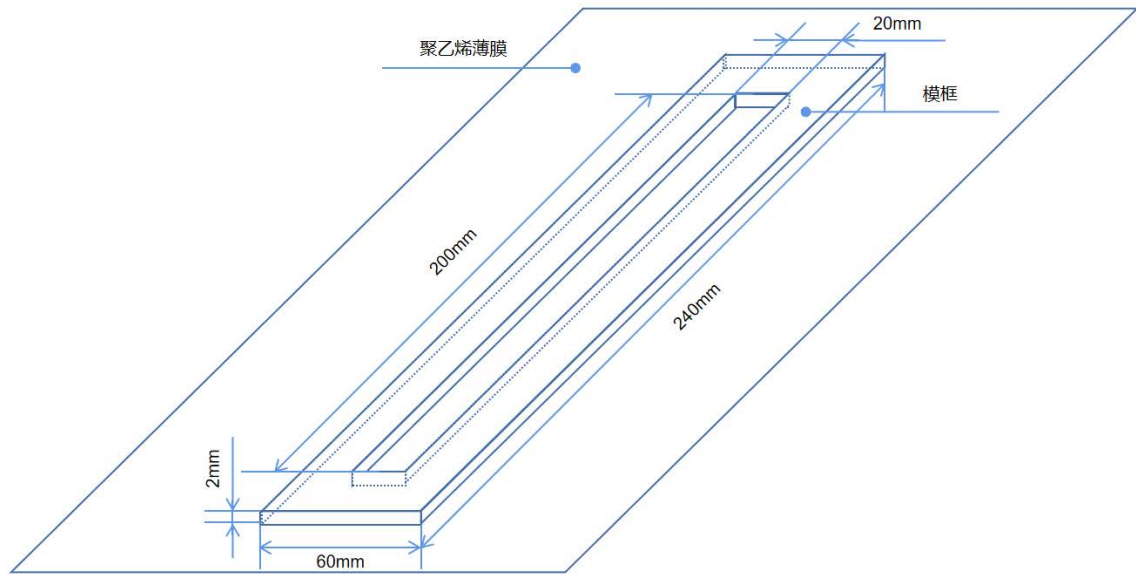


图1 塑料薄膜及模框示意图

4.3 标准试验条件

标准试验条件为：温度 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $50\% \pm 10\%$ 。

4.4 试验步骤

4.4.1 状态调节

试验前，待测密封胶样品及试验基材应在标准试验条件下放置至少24h。

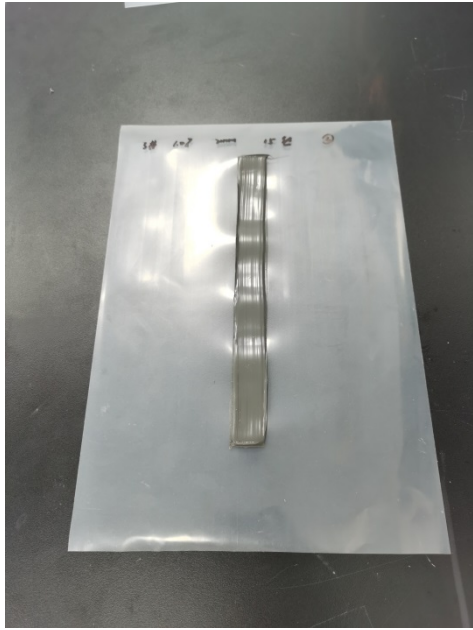
4.4.2 试样制备及养护

同一样品制备至少3个试样。在标准条件下，取1张符合4.4.2规定的聚乙烯薄膜置于试验台表面，如图1所示在薄膜中间平放模框，模框内框长边与薄膜长边平行，将待测密封胶（如为多组分密封胶按生产商要求混合均匀）注满模框并用刮刀刮平，立即用细铁丝在不影响薄膜表面平整度的情况下沿模框内侧将密封胶与模框分开，从聚乙烯薄膜上提起模框。试样密封胶表面不应有气泡或空穴。

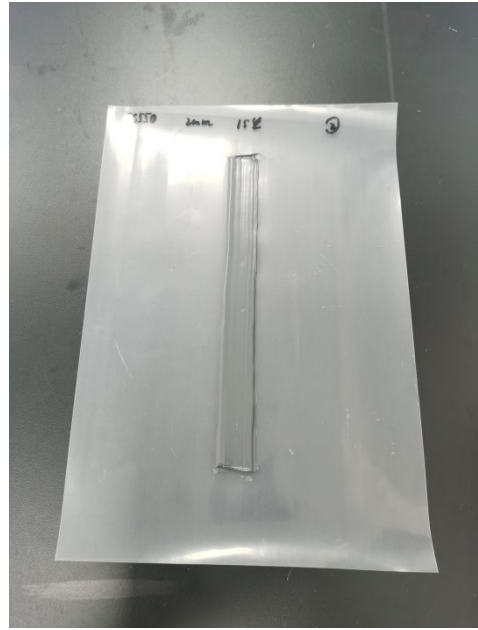
制备好的试样，在标准条件下放置24h。

4.5 结果观察与判断

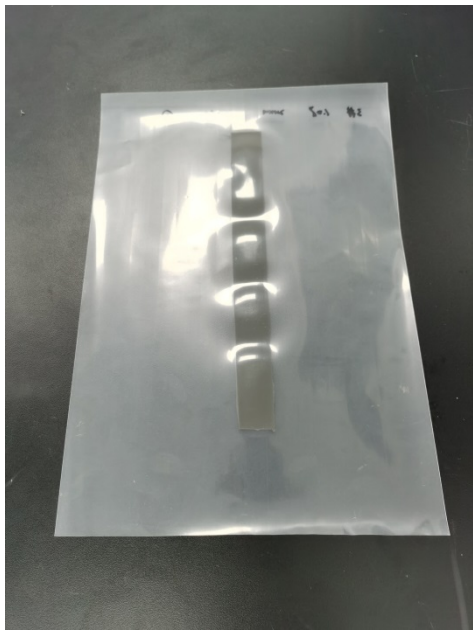
观察养护后试样正面和反面，确认聚乙烯薄膜是否出现如图1a)、图1c)所示的波浪状不平整现象。如试样中有2个或2个以上聚乙烯薄膜出现波浪状不平整现象，则记录样品中含有烷烃增塑剂；如出现聚乙烯薄膜波浪状不平整现象的试样不超过1个，则记录该样品中无烷烃增塑剂。



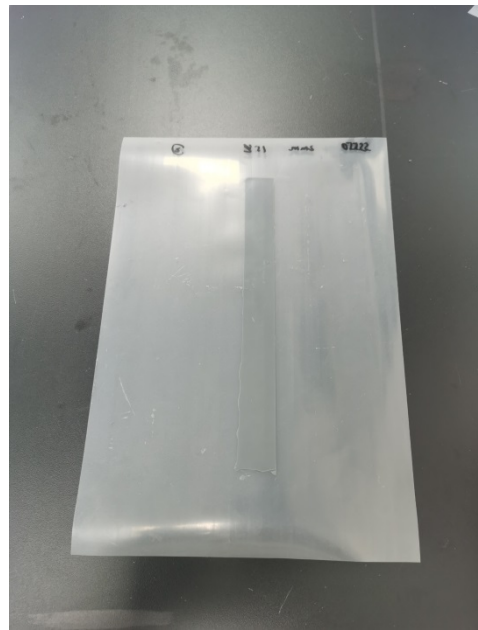
a) 有烷烃增塑剂的试样（正面）



b) 无烷烃增塑剂的试样（正面）



c) 有烷烃增塑剂的试样（反面）



d) 无烷烃增塑剂的试样（反面）

图2 薄膜法测试结果示意图

5 试验报告

试验报告应至少包含以下内容：

- a) 实验室的名称和试验日期；
- b) 采用的本文件编号及试验方法名称；
- c) 密封胶样品的种类、包装、颜色、批号和来源；
- d) 试验结果；

- e) 养护后试样正反面照片；
- f) 与本文件规定试验条件的差异。

6 安全（下述安全内容为提示性内容但不仅限于下述内容）

警告——使用本标准的人员应熟悉实验室的常规操作。本标准未涉及与使用有关的安全问题。使用者有责任建立适宜的安全和健康措施并确保首先符合国家的相关规定。
