

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。

本文件由上海市聚氨酯工业协会提出、归口并组织实施。

本文件起草单位：上海麦豪新材料科技有限公司、梦百合家居科技股份有限公司、浙江高裕家居科技股份有限公司、陶氏化学（中国）投资有限公司、赢创特种化学（上海）有限公司、上海树脂厂有限公司。

本文件主要起草人：张文凯、信延垒、吴蔚林、倪张根、杨云、崔慧明、丘国豪、国海玲、刘腾飞、樊榕、李楠、姚慧敏。

本文件首批承诺执行单位：上海麦豪新材料科技有限公司、梦百合家居科技股份有限公司、浙江高裕家居科技股份有限公司、陶氏化学（中国）投资有限公司、赢创特种化学（上海）有限公司、上海树脂厂有限公司。

软质聚氨酯泡沫用低环体有机硅表面活性剂

1 范围

本文件规定了软质聚氨酯泡沫用低环体有机硅表面活性剂的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于软质聚氨酯泡沫用低环体有机硅表面活性剂。

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 4472-2011 化工产品 密度、相对密度测定通则

GB/T 5327 表面活性剂 术语

GB/T 6368 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法 (GB/T 6368-2008, ISO 4316:1977 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位滴定法, IDT)

GB/T 6680 液体化工品采样通则

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11275 表面活性剂 含水量的测定

GB/T 12008.7-2010 塑料 聚醚多元醇 第7部分：粘度的测定

DIN 51757 矿物油和类似材料检验 密度测定 (Testing of mineral oils and related materials - Determination of density)

DIN 51777-1 矿物油碳氢化合物及溶剂的检验 根据卡尔·费休法的水分测定 直接法 (Testing of mineraloil hydrocarbons and solvents; determination of water content according to Karl Fischer, direct method)

DIN 51777-2 矿物油碳氢化合物及溶剂的检验 根据卡尔·费休法的水分测定 间接法 (Testing of mineraloil hydrocarbons and solvents; determination of water content according to Karl Fischer, indirect method)

DIN 53019 粘度测量 用标准几何形状和结构的放置粘度计测量粘度和流线 (所有部分) (Viscosimetry - Measurement of viscosities and flow curves by means of rotation viscosimeters with standard geometry, all parts)

DIN EN 1262 表面活性剂 溶液或分散剂 pH 值的测定 (Surface active agents - Determination of the pH value of solutions or dispersions)

3 术语和定义

GB/T 5327 界定的及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

环体挥发性甲基硅氧烷 **cyclic volatile methyl siloxane**
低环体 **low cyclic material**

八甲基环四硅氧烷 (D4)、十甲基环五硅氧烷 (D5) 和十二甲基环六硅氧烷 (D6) 的总含量小于 0.1% 的物质。

4 产品分类

根据产品中的环体挥发性甲基硅氧烷总含量，将产品分为合格品和优等品。

5 要求

产品的理化性能指标应符合表 1 的规定。

表 1

序号	项 目	要 求	
		合格品	优等品
1	外观 ^a	无色至淡黄色透明液体, 无机械杂质	
2	粘度 ^a /(mPa·s)	≤3000	
3	密度 ^a /(g/cm ³)	0.90~1.10	
4	pH 标称值偏差 ^b	±1.5	
5	含水量/%	≤0.3	
6	环体挥发性甲基硅氧烷总含量/%	<0.1	<0.05
^a 环境温度为 25℃。			
^b 5%水溶液环境。			

6 试验方法

6.1 试验条件

6.1.1 本文件所用试剂和水在没有说明其他要求时，均使用分析纯试剂和蒸馏水。

6.1.2 外观、粘度、密度的试验环境温度为 25℃±2℃。

6.2 外观

将样品放入清洁、干燥、无色透明的 250ml 烧杯中，置于室内自然光用肉眼观察。

6.3 粘度^a

按照 GB/T 12008.7-2010 中方法 B 或 DIN 53019 的方法测定。

6.4 密度^a

^a 以中华人民共和国国家标准作为仲裁试验方法。

按照 GB/T 4472-2011 中 4.3.1 或 DIN 51757 的方法测定。

6.5 pH 标称值偏差^a

按照 GB/T 6368 或 DIN EN 1262 的方法测定。

6.6 含水量^a

按照 GB/T 11275, DIN 51777-1 或 DIN 51777-2 的方法测定。

6.7 环体挥发性硅氧烷总含量

按照本文件附录 A 的方法测定。

7 检验规则

7.1 组批与抽样

7.1.1 以每釜为一个批次。

7.1.2 按照 GB/T 6680 的规定从每批产品中随机取样, 所取样品分成两份, 一份作为检测样, 一份作为留样, 装入干燥、清洁的样品瓶中密封保存, 并注明产品名称、型号、批号、生产日期; 留样保存 24 个月。

7.2 出厂检验

7.2.1 出厂检验项目至少应包括粘度、pH 值检测。

7.2.2 应客户要求, 经双方协商, 对于环体挥发性甲基硅氧烷总含量等技术指标可提供检测报告。

7.2.3 出厂检验不合格的产品不得出厂交付。

7.3 型式检验

7.3.1 型式检验样品应从出厂检验合格的产品中抽取。

7.3.2 型式检验项目为本文件表 1 规定的全部项目。

7.3.3 有以下情况之一时应进行型式检验:

- a) 生产工艺和设备有较大变化时;
- b) 生产原料和供货厂家出现变化时;
- c) 产品停产 6 个月后复产、转产;
- d) 正常生产时每年进行一次型式检验;
- e) 市场监管部门依法提出型式检验要求时。

7.4 结果判定

7.4.1 应按照 GB/T 8170-2008 中 4.3.3 的修约比较法判断检测结果是否符合技术要求。

7.4.2 检测结果全部合格则判断该批次产品型式检验合格。

7.4.3 检测结果如有任意一项不合格, 应重新加倍取样, 对不合格项进行复检, 复检样品全部合格则判定该批次产品型式检验合格; 若复检仍不合格, 则判定该批次产品不合格。

^a 以中华人民共和国国家标准作为仲裁试验方法。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

8.1.1 产品外包装上至少应标注产品名称、商标、生产商名称、地址、联系方式、批号、执行标准。

8.1.2 应客户要求，可标注产品等级、生产日期、保质期等信息。

8.2 包装

产品应使用内衬塑的铁桶或塑料桶包装，桶口应作密封、防水处理。

8.3 运输

产品在运输及装卸过程中应轻装轻放，防止撞击、防火、防水。

8.4 贮存

产品应贮存在阴凉、通风的仓库中，不得接触热源和腐蚀品。

附录 A

(规范性)

环体挥发性甲基硅氧烷总含量的测定

A.1 试剂和器材

试剂：十二烷（内标）、挥发性硅氧烷（纯度>99%）、丙酮。

器材：20ml 带旋盖的一次性玻璃瓶、电子天平（精确到小数点后四位）、容积式实验室玻璃器皿、具有 FID 检测和分流进样功能的气相色谱仪。

A.2 试验程序

A.2.1 内标溶液

A.2.1.1 在丙酮中制备适当体积的内标溶液，用于制备储备标准、工作标准和样品提取。

A.2.1.2 将 0.5g 十二烷溶解在丙酮中，稀释为 50ml 浓度为 10mg/ml 的溶液，再用 1L 丙酮将 10ml 浓度为 10mg/ml 的溶液稀释至浓度为 0.1mg/ml 的最终内标工作溶液。

A.2.2 样品制备

A.2.2.1 将 0.5g 样品（记录到最接近的 0.1 mg）放入 20 ml 玻璃小瓶中，然后加入 10ml 内标工作溶液。

A.2.2.2 快速盖上小瓶，轻轻搅拌，萃取隔夜（或至少 12h）。

A.2.2.3 分离、沉淀多相溶液，可通过离心来加速该过程。

A.2.2.4 将样品提取物放入气相色谱仪中进行分析。

注：某些基质所需的提取时间可能更短，需要由测试实验室对每种基质进行验证。

A.2.3 气相分析

A.2.3.1 试验条件

进样器温度：250℃。

分流：50:1。

进样量：1μL。

载气：氦气 1.5 ml/min 恒流。

色谱柱：DB-5 30 mm×0.25mm×0.1μm 薄膜（或等效色谱柱）。

烤箱：50℃（5min）至 200℃，15℃/min，然后到 315℃保持 20min 以洗脱更高沸点的物质。

检测器：火焰电离(FID)，温度为 325℃（或比分析过程中达到的最高柱温高 15℃）。

A.2.3.2 操作

A.2.3.2.1 应根据需要调整色谱分离参数，以避免内标和目标分析物与混合物中的其他组分重叠；特定样品基质可能需要备用色谱柱；修改后的条件应在使用前进行验证。

A.2.3.2.2 宜使用填充的注射器内衬（玻璃棉）；根据分析情况可能需要定期更换喷油器内衬。

A.2.3.2.3 由于半挥发性物质可能会保留在色谱柱上而影响后续分析的，应定期对气相色谱仪清洁运行和空白运行。

A. 2.4 校准

A. 2.4.1 cVMS 原液制备

A. 2.4.1.1 将大约 50 mg cVMS 原液称重至 10 ml 容量瓶中，精确到 0.1 mg；用内标工作溶液将烧瓶装满至刻度制备形成储备标准溶液 A。

A. 2.4.1.2 用内标工作溶液将 5ml 标准储备标准溶液 A 稀释至最终体积为 50 ml，制备形成储备标准溶液 B。

A. 2.4.2 气相色谱标准品制备

A. 2.4.2.1 根据表 A. 1 在额外的内标工作溶液中制备气相色谱标准品。

表 A. 1

标准浓度(mg/ml)	储备标准溶液 B(mL)	最终稀释体积(ml)
0.005	1	100
0.025	5	100
0.050	5	50
0.250	25	50

A. 2.4.2.2 在使用前转移到适当尺寸的密封良好的玻璃小瓶或瓶子中并储存在阴凉处。

A. 2.4.2.3 在取出等分试样进行仪器校准之前，将每种溶液充分混合。

A. 2.4.2.4 将标准溶液放入适当大小的自动进样器小瓶中进行分析。

A. 2.5 结果计算

该方法使用内标校准，并根据其对应的峰面积，形成式 (A. 1) 的线性校准函数关系式；通过应用这些校准函数，可以计算出每种分析物的浓度。

$$\frac{\text{Area}_{\text{cVMS}}}{\text{Area}_{\text{内标}}} = m \times \frac{C_{\text{cVMS}}}{C_{\text{内标}}} \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中：

Area_{cVMS} — 样品对应 D4、D5、D6 峰的波峰面积；

Area_{内标} — 内标 D4、D5、D6 峰的波峰面积；

C_{cVMS} — 样品中 D4、D5、D6 的浓度 (mg/ml)；

C_{内标} — 内标 D4、D5、D6 的浓度 (mg/ml)；

m — 样品质量(mg)。

A. 3 干扰修正

由于该方法是分析各类硅氧烷产品中挥发性硅氧烷的通用程序，不同基质的组分可能会干扰目标分析物以及内标物的分析物；在怀疑存在干扰的情况下，应考虑对数据进行 GC/MS 验证；可使用纯样品的初步 GC 分析检查每种基质的内标干扰可能性。