

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专利的责任。

本文件由上海市聚氨酯工业协会提出并组织实施。

本文件由上海市聚氨酯工业协会负责归口。

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、倪张根、杨云、丘国豪、国海玲、刘腾飞、樊榕、李楠、姚慧敏。

本文件申明执行单位：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产品的技术要求、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产品的生产。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 1721-2008 清漆、清油及稀释剂外观和透明度测定法

GB/T 4472-2011 化工产品 密度、相对密度测定通则

GB/T 6368 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法

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 卡尔·费休法

GB/T 12008.7-2010 塑料 聚醚多元醇 第7部分：黏度的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件

3.1

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 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	无色至淡黄色透明液体	
2	透明度/%	≥90	

表 1 (续)

序号	项 目	要 求	
		合格品	优等品
3	粘度 ^a /(mPa·s)	≤3000	
4	密度 ^a /(g/ml)	0.90~1.10	
5	pH 值 ^b	4.0~10.0	
6	水分/%	≤0.3	
7	环体挥发性硅氧烷总含量/%	<0.1	<0.05
^a 环境温度为 25℃。 ^b 5%水溶液环境。			

5 试验方法

5.1 试验用品

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。

5.2 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，目测样品的颜色、透明度及有无杂质。

5.3 透明度

按照 GB/T 1721-2008 中 4.2 的方法测定。

5.4 粘度

按照 GB/T 12008.7-2010 中方法 B 的方法测定。

5.5 密度

按照 GB/T 4472-2011 中 4.3.1 的方法测定。

5.6 pH 值

按照 GB/T 6368 的方法测定。

5.7 含水量

按照 GB/T 11275 的方法测定。

5.8 环体挥发性硅氧烷总含量

按照本文件附录 A 的方法测定。

6 检验规则

6.1 组批与抽样

6.1.1 以每釜为一批次。

6.1.2 在每釜的头、尾按照 GB/T 6680 的规定进行取样，所取样品等分 2 组装入干燥、清洁样品瓶中密封保存，并注明产品名称、型号、批号、生产日期，留样保存 24 个月。

6.2 出厂检验

6.2.1 出厂检验项目为外观、粘度、密度、水分、pH 值、环体挥发性硅氧烷总含量。

6.2.2 产品经质检部门检验合格并附有质检报告单，方可出厂交付。

6.3 型式检验

6.3.1 型式检验项目为本文件表 1 规定的全部项目。

6.3.2 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更；
- b) 生产原料和供货厂家出现变化；
- c) 产品停产 3 个月后复产、转产；
- d) 正常生产时每 6 个月进行一次型式检验。

6.4 结果判定

6.4.1 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。

6.4.2 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；若复检仍不合格，则判定该批次产品不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

产品外包装上应标注产品名称、商标、生产商名称、地址、联系方式、生产日期、批号、执行标准，以及 GB/T 191 所规定的运输包装标志。

7.2 包装

产品应使用内衬塑的铁通或塑料桶包装，桶口应作密封、防水处理。

7.3 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。

7.4 贮存

7.4.1 产品应贮存在阴凉、通风的仓库中，不得接触热源和腐蚀品。

7.4.2 产品在本文件规定的贮存条件下，有效期自生产日期起算为 2 年。

附录 A

(规范性)

硅油中环体挥发性甲基硅氧烷残留量的测定

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：1 μ L。

载气：氦气 1.5 ml/min 恒流。

色谱柱：DB-5 30 mm \times 0.25mm \times 0.1 μ m 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。

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

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。