

傅立叶变换红外光谱法测定橡胶密封件表面硅油含量

FTIR-090

摘要：橡胶密封件需要硅化处理以增加润滑性，使其在贮存及运输过程中减少因摩擦产生的微粒，便于分装和压塞。硅油是一种使用广泛、性能优良的橡胶密封件润滑剂，最常用的是二甲基硅油。本文使用 IRXross 透射法测定橡胶密封件表面硅油红外谱图，二甲基硅油在 $(1260 \pm 10) \text{ cm}^{-1}$ 具有明显的特征吸收峰，利用特征峰校正峰高和浓度建立标准曲线，对未知样品进行含量测定。该方法可准确定量，对橡胶密封件表面硅油含量控制可起到指导作用。

关键词：红外光谱仪 透射法 密封件 二甲基硅油 液体池 含量

技术特点：

- ❖ 使用异丙醇提取橡胶密封件表面硅油，蒸干后使用环己烷溶解，标准曲线法定量测试
- ❖ 使用红外透射法及液体池附件分析橡胶密封件表面硅油含量，测试结果准确度高

近年来，丁基橡胶药包瓶塞澄清度方面的超标现象，引起了行业内对瓶塞的相容性的关注。有研究表明，药物瓶塞表面的硅油含量是影响药物溶液澄清度的原因之一。

现阶段各个胶塞生产厂家及各大制药企业在清洗胶塞时一般采用硅油。硅油能提高药物瓶塞的润滑性，有利于药厂瓶塞上机走线的顺利，提高生产效率；硅油能够减少了瓶塞之间的摩擦力，降低了瓶塞在运输过程中产生的微粒和粘连等。所以用于非肠道给药的包装材料的硅油，应当达到一定的质量控制标准，同

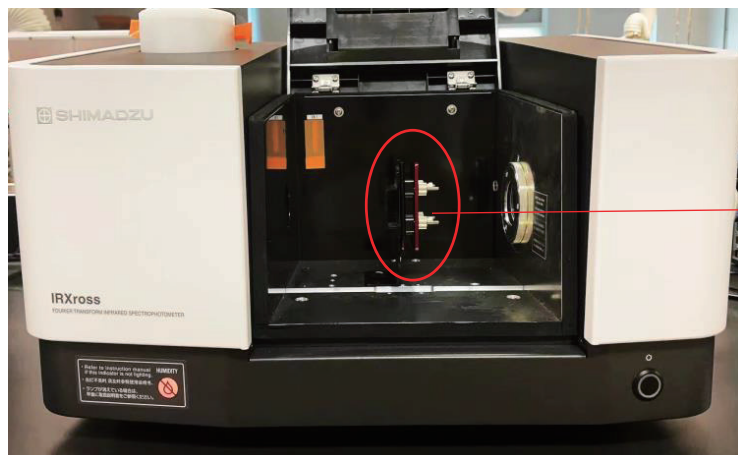
时又不能对药物的安全性、质量等方面造成影响。

国家药典委发布了《橡胶密封件表面硅油含量征求意见稿》，其中规定了采用傅立叶变换红外光谱仪对橡胶密封件进行测定，本文使用岛津傅立叶变换红外光谱仪 (FTIR) 及液体池附件分析了橡胶表面硅油的含量，二甲硅油在 $0 \sim 10.0 \text{ mg/mL}$ 浓度与峰高呈良好的线性关系，回收率为 87.1%，RSD 为 0.60% ($n=3$)。该方法准确度高，能满足二甲硅油的含量测定。

实验部分

1.1 仪器

傅立叶变换红外光谱仪 IRXross、液体池附件、旋转蒸发仪。



傅立叶变换红外光谱仪 IRXross (PN: 206-37000-58) + 液体池附件 (PN: GS01140)

1.2 分析条件

波数范围：1400 ~ 1000 cm^{-1}	扫描次数：20
分辨率：4 cm^{-1}	变迹函数：Happ-Genzel
测试方式：吸光度	液体池窗片：CaF ₂
液体池厚度：0.2 mm	

1.3 二甲基硅油红外图谱

取二甲基硅油 0.25 g 置 25 mL 容量瓶中，用环己烷溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品，并注入液体池，封口。以环己烷为背景进行扫描，在 1400-1000 cm^{-1} 范围内扫描对照品，得到二甲基硅油红外图谱。

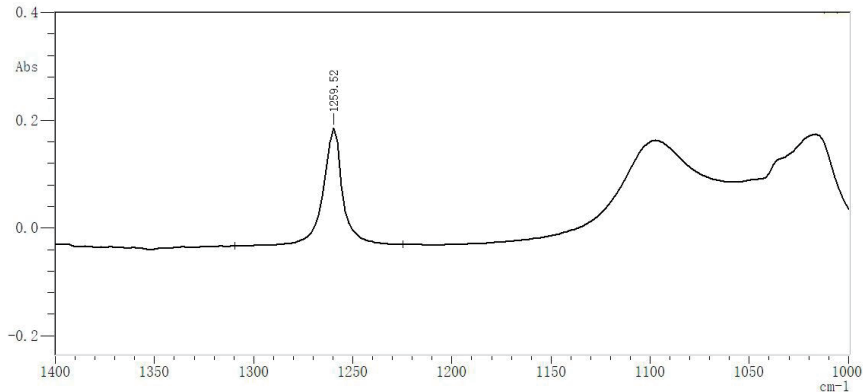


图 1 二甲基硅油红外光谱图 (1400-1000 cm^{-1} 范围内)

1.4 样品分析

取密封橡胶件 19 个 (总表面积约 200 cm^2)，加入 84 mL 的异丙醇 (按照表面积与异丙醇体积 2.5 cm^2/mL 比例加入异丙醇)，浸泡五分钟，振摇，将溶液转移至圆底烧瓶中，橡胶密封件用 20 mL 异丙醇荡洗，洗液合并至圆底烧瓶中，于 65°C 水浴旋转蒸干，加环己烷适量溶解，转移至 2 mL 量瓶中，用环己烷稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。同法制备空白溶液。

精确称取不同质量的二甲基硅油 (运动黏度 300~1000 mm^2/s)，置 25 mL 容量瓶中，用环己烷溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品贮备液。精密量取对照品贮备液适量，用环己烷定量稀释制成每 1 mL 分别约含 0.3 mg、0.5 mg、1.0 mg、2.0 mg、4.0 mg 和 10.0 mg 的溶液，作为对照品溶液。

按照透射法测定，将对照品溶液及供试品溶液注入液体池，封口。以环己烷为背景进行扫描，在 1400~1000 cm^{-1} 范围内扫描对照品溶液及供试品溶液的红外光谱，根据校正峰高与二甲基硅油浓度建立标准曲线。

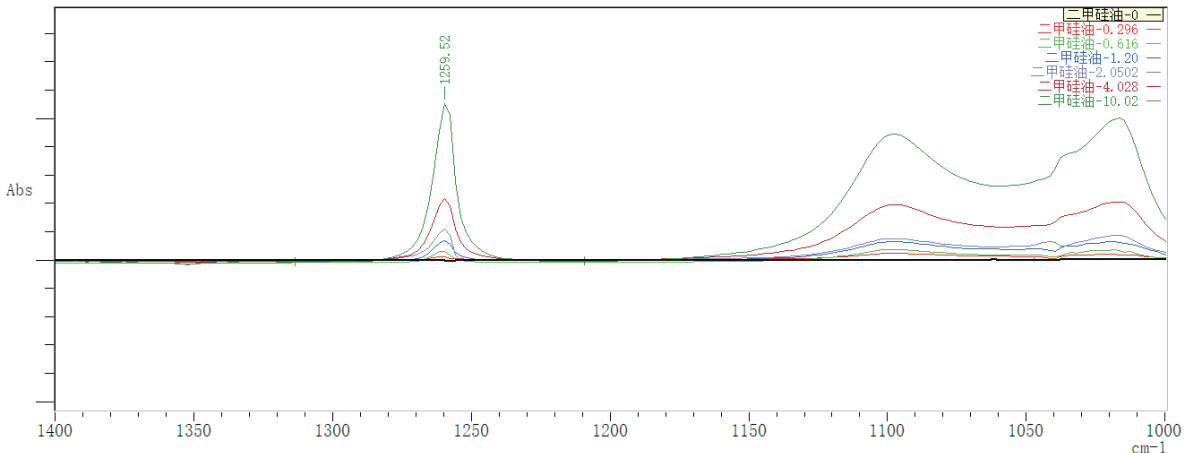


图 2 不同浓度二甲基硅油定量特征峰

■ 测试结果

2.1 二甲基硅油校准曲线

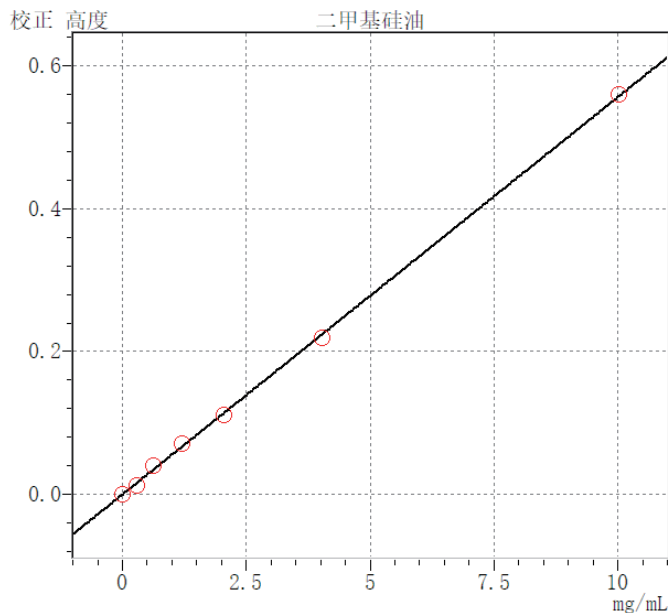


图3 二甲基硅油标准曲线图

二甲基硅油在 0~10 mg/mL 范围内的和校正峰高做校准曲线，线性良好， $r=1.0000$ 。

2.2 密封橡胶件表面硅油含量测试结果

表 1 密封橡胶件表面硅油测试结果

测定次数	二甲基硅油含量 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)
第一次	21.49
第二次	21.75
第三次	21.89
平均值	21.71
RSD (%)	0.60

使用傅立叶变换红外光谱法独立的三次测定橡胶密封件表面硅油含量，定量二甲基硅油结果中，相邻两次测定结果之差分别为 $0.26 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 和 $0.14 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ，三次测定结果极差为 $0.40 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ，满足测试需求。

橡胶密封件表面硅油测试结果平均值为 $21.71 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ，三次测试结果相对标准偏差 $\text{RSD}=0.60\%$ ，测试精密度好。

2.3 密封橡胶件表面硅油含量加标回收测试结果

表 2 密封橡胶件表面硅油加标回收测试结果

测定次数	以标准曲线求出的供试品溶液中硅油浓度 (mg/mL)	加入 2 mg/mL 后以标准曲线求出的加标样品中硅油浓度 (mg/mL)	加标回收率 (%)
第一次	2.922	4.630	85.4
第二次	2.949	4.689	87.0
第三次	2.964	4.742	88.9
平均值	2.945	4.687	87.1

根据样品的含量，加入浓度 2 mg/mL 的二甲基硅油标准品，按照供试品溶液的制备进行处理，得到加标后的样品溶液，上机测试三次，加标回收率分别为：85.4%、87.0%、88.9%，得到平均值为 87.1%，加标回收率良好。

■ 结论

本文使用岛津傅立叶变换红外光谱仪及液体池附件分析了橡胶密封件表面硅油含量，样品进行异丙醇浸泡并旋转蒸干，RSD 为 0.60%，加标回收率为 87.1%，分析测试精密度满足测试需求，适用于橡胶密封件表面硅油含量的测定。

岛津应用云

