**名称：G120-01（2008年重新批准）**

**标准操作规程**

# 索氏萃取法测定可溶性残留污染物1

本标准以固定名称G120发布；紧跟在名称后面的数字表示最初采用的年份，如果是修订版，则表示最后修订的年份。括号中的数字表示上次重新批准的年份。上标epsilon（´）表示自上次修订或重新批准以来的编辑性修改。

## 1。范围

1.1本规程描述了用索氏抽提法测定需要高清洁度（如氧气）的系统和部件中残余污染物的程序。

1.2本规程可用于从新的和使用过的手套、新的和使用过的抹布、受污染的试样或控制试样、小件五金件、组件软商品等固体中提取非挥发性和半挥发性残留物。当与建议的清洁材料（抹布、手套等）一起使用时，本规程可用于从清洁材料中提取非挥发性和半挥发性残留物。CE可用于确定拟用溶剂提取污染物（增塑剂、残留洗涤剂、光亮剂等）并将其沉积在待清洁表面上的可能性。

1.3本规程不适用于颗粒物污染的评价。

1.4以国际单位制表示的数值为标准值。

1.5本标准并非旨在解决与其使用相关的所有安全问题（如有）。本标准的使用者有责任在使用前制定适当的安全和健康规程，并确定法规限制的适用性。

## 2。参考文件

2.1 ASTM标准：2

D1193试剂水规范

E1235航天器环境控制区域中不挥发残渣（Nvr）重量测定的试验方法

F331航空航天部件溶剂萃取物不挥发残渣的试验方法（使用闪蒸器）

|  |
| --- |
| D:\document\convert_tasks\transweb\1464786_1477007\1464786.pdf.files\image002.gif1 本规程由ASTM富氧大气中材料相容性和敏感性委员会G04管辖，由推荐规程小组委员会G04.02直接负责。现行版本于2008年9月1日批准。2008年10月出版。最初于1993年批准。上一版于2001年批准为G120-01。doi:10.1520/g0120-01r08。2 有关参考的ASTM标准，请访问ASTM网站www.astm.org，或通过service@astm.org联系ASTM客户服务。有关ASTM标准年鉴卷信息，请参阅ASTM网站上的标准文件摘要页。 |

G93富氧环境中使用的材料和设备的清洁方法和清洁度等级的实施规程

## 三。术语

3.1定义：

3.1.1污染物、N-不需要的分子和颗粒物质，可能影响其所在部件或材料的性能。

3.1.2污染，n—污染过程。

3.1.3不挥发物残渣（Nvr），n——过滤含有污染物的溶剂并在规定温度下完全蒸发溶剂后剩余的分子和颗粒物质。

3.1.4颗粒（颗粒污染物），n——具有可观测长度、宽度和厚度的固态物质。

3.1.4.1讨论颗粒的尺寸通常由其最大尺寸确定，并以微米为单位进行规定。

3.1.5分子污染物，n-非颗粒污染物。

3.1.5.1讨论——分子污染物可以是气态、液态或固态的，并且可以是均匀或不均匀分布的。

3.1.5.2讨论分子污染物占Nvr的大部分。

3.1.6控制试样（见证试样），n——由相同材料制成的试样，其制备方法与试样完全相同，用于验证方法或其部分的有效性。

3.1.6.1讨论在本试验方法中，控制试样将以与试验试样相同的方式受到污染，并将接受相同的提取程序。

## 4。实践总结

|  |
| --- |
| 版权所有©ASTM International，100 Barr Harbor Drive，邮政信箱C700，West Conshohocken，PA 19428-2959。美国 |

4.1将样品放置在萃取顶针或两个玻璃棉塞之间，并使用索格利特萃取器中的适当溶剂萃取污染物。溶剂被带到沸点；纯溶剂蒸汽进入冷凝器，在那里冷凝并滴入顶针。当顶针中的液位达到索氏虹吸管顶部时，溶剂和提取的可溶性污染物被虹吸管送回锅炉。这个过程可以持续几个小时。然后浓缩或干燥溶剂和提取物进行分析。

## 5。意义和用途

5.1预计本规程适用于识别和量化系统、系统材料和系统中使用的部件（如氧气）中发现的污染物。如密封件和阀座等软货物可在收到时进行测试。清洁操作中使用的手套和湿巾或其样品可在使用前进行评估，以确保建议的清洁溶剂不会提取待清洁表面上的污染物和残留物。

5.2擦拭布或其他清洁设备可在使用后进行测试，以确定从表面去除的污染物量。该程序可用于使用受污染的控制试片获取用于NVR分析的样品，这些试片受清洗过程控制，以验证清洗操作。

5.3溶剂的选择需要对污染物有一定的了解（建议见实施规程G93）。如果要对分子污染物进行非挥发性残渣（NVR）分析，溶剂的沸点应明显低于污染物的沸点。对于其他分析方法，试验人员必须知道分析方法的准确度，并且应选择溶剂，以免干扰所选分析方法。为了确定NVR的成分，已令人满意地使用了红外光谱法或气相色谱/质谱法等分析方法。

## 6。仪器

6.1索氏提取器-500ml蒸发烧瓶及相关设备，如图1所示。

6.2提取的沸腾片溶剂。

6.3水浴加热，温度控制在65°C。

6.4顶针玻璃或纸。

6.5加热罩变阻器控制。

6.6天平量程至少为50 g，精度为0.1 mg。

6.7蒸发器旋转。

6.8 500毫升浓缩瓶。

## 7。试剂

7.1可用于制备标准污染物溶液的溶剂包括：2-丙醇、2-丁酮、己烷、二氯甲烷和全氟化碳流体。

7.2所有试验均应使用试剂级化学品的纯度。除非另有说明，否则所有试剂均应符合美国化学学会分析试剂委员会的规范，其中



### **图1索氏提取装置**

可提供此类规范。【1】可使用其他等级，前提是首先确定试剂的纯度足够高，可以在不降低测定准确度的情况下使用。

注1-警告：2-丙醇和2-丁酮等溶剂极易燃烧。读者应参考适当的安全处理程序。

7.3水应符合D1193第二类的要求。

## 8。程序

8.1准备样品，将其放入提取器中。

8.1.1为了确定抹布（新的或使用过的）中可提取材料的量，切下一个约30厘米（cm）平方的试验段，精确测量并计算面积（a）（单位：平方厘米），并以克为单位称重，精确到十分之一毫克（w1）。记录面积和重量。

8.1.1.1如果要在使用过的擦拭布上测定Nvr，以评估零件或系统的清洁度，则应根据试验方法E1235或试验方法F331，在使用之前，对具有相同表面积的未使用过的代表性样品进行Nvr分析。将Nvr记录为w3（mg/g）或w4（mg/cm2）。必须从污染布的测定值中减去该nvr值。

8.1.2为了确定清洁操作中手套中可提取材料的数量，从手指和手掌上切下几条矩形条，这些条通常会暴露在清洁溶剂中的区域，以克计，精确到十分之一毫克，并记录重量（w1）。以厘米为单位确定每条带的尺寸，并以平方厘米为单位记录带（A）的总表面积。

8.1.3为了确定控制试样上Nvr的量，测量总污染表面积（即前或前、后和侧），单位为平方厘米，并称重。

克，精确到十分之一毫克。记录表面积（a）和重量（w1）。

8.1.4为了测定小零件上Nvr的量，测量并记录总表面积（a）（单位：平方厘米）和重量（单位：克），精确到待评估的十分之一毫克（w1）。

8.2将要提取的材料放在提取顶针中，或放在提取器的两个玻璃棉塞之间。

8.2.1用于塞子的玻璃棉应在使用提取溶剂之前进行清洗。

8.3将300毫升萃取溶剂放入500毫升平底烧瓶中，烧瓶内装有一个或两个干净的煮沸片。将烧瓶置于加热套（或高于溶剂沸点15至20°C的水浴）中，并将提取器连接到烧瓶上。将冷凝器连接到抽提器上，打开冷凝器的冷却水，将烧瓶煮沸并提取样品6小时。

8.3.1通宵提取特别厚或致密的材料。如果存在任何疑问，建议在不同的时间（每次对新样品）进行萃取，以验证较短的萃取时间去除了所有萃取物。

8.4提取完成后，让提取物冷却。

8.5组装旋转蒸发器。

8.6小心地将500 ml沸腾烧瓶中的提取物倒入500 ml浓缩烧瓶中。用25至50毫升的新鲜试剂级萃取溶剂冲洗500毫升烧瓶，并将冲洗液添加到浓缩器烧瓶中。再重复两次漂洗过程以完成定量转移。

8.7将浓缩器烧瓶连接到旋转蒸发器上。将烧瓶部分浸入高于溶剂沸点约15至20°C的水浴中。当液体的表观体积达到大约5毫升时，从水浴中取出烧瓶，并让烧瓶在室温下冷却至少10分钟。

8.8使用试验方法E1235或试验方法F331测定非挥发性残渣的重量（W2），单位为克，精确到十分之一毫克。

## 9。计算

9.1计算不挥发残渣如下：

9.1.1对于新材料、湿巾、手套等，每单位重量的总Nvr为：

### 1000×W2

NVR 5（1）W1

在哪里？

Nvr=不挥发残渣，mg/g样品，

w1=提取前样品的重量，g，w2=不挥发残渣的重量，g。

9.1.2对于新材料、湿巾、手套等，单位面积的Nvr为：

### 1000×W2

NVR 5（2）A

在哪里？

Nvr=不挥发残渣，mg/cm2样品，

A=样品的表面积，cm2和w2=不挥发残渣的重量，g。

9.1.3对于使用过的材料，单位重量的总Nvr为：

### 1000×W2

NVR 52 W（3）W3          1

在哪里？

Nvr=不挥发残渣，mg/cm2样品，

w1=提取前样品的重量，g，

W2=不挥发残渣的重量，g，W3=新样品的Nvr，mg/g。

9.1.4对于使用过的材料，单位面积的总Nvr为：

### 1000×W2

NVR 52 W（4）A4

在哪里？

Nvr=不挥发残渣，mg/cm2样品，

w2=不挥发残渣的重量，g，a=样品的表面积，cm2，w4=新样品的Nvr，mg/cm2。

## 10。报告

10.1报告应包括以下内容：

10.1.1提取材料的标识（包括商标名、正确的化学名称、ASTM名称、批号、批号和制造商）；

10.1.2萃取溶剂，

10.1.3提取时间，

10.1.4蒸发温度，

10.1.5用于确定NVR重量的方法，

10.1.6 Nvr值（使用公式1、2、3或4）。

## 11。精度和偏差

11.1精度正在确定实施规程G120中程序的精度。

11.2偏差，因为没有公认的参考材料来确定实施规程G120中程序的偏差，因此尚未确定偏差。

## 12。关键词

12.1污染物；污染；萃取；非挥发性残渣；氧气系统；索氏萃取

*对于与本标准提及的任何项目相关的任何专利权的有效性，ASTM国际不承担任何责任。明确建议本标准的用户，任何此类专利权的有效性以及侵犯此类权利的风险的确定完全由他们自己负责。*

*本标准可随时由负责的技术委员会修订，必须每五年审查一次，若未修订，则重新批准或撤销。请您对本标准的修订或其他标准提出意见，并将意见发送至ASTM国际总部。您的意见将在负责的技术委员会会议上得到仔细考虑，您可以参加会议。如果您认为您的意见没有得到公正的听证，您应将您的意见告知ASTM标准委员会，地址如下所示。*

*本标准版权归美国材料试验协会所有，地址：100 Barr Harbor Drive，邮政信箱C700，West Conshohocken，PA 19428-2959，United States。可通过上述地址或610-832-9585（电话）、610-832-9555（传真）或service@astm.org（电子邮件）或通过astm网站（www.astm.org）联系astm获得本标准的单独再版（单份或多份）。复印本标准的许可权也可从版权许可中心获得，222*

*马萨诸塞州丹佛斯市罗斯伍德大道，邮编：01923，电话：（978）646-2600；http://www.copyright.com/*

[〔1〕](%22%20%5Cl%20%22_ftnref1%22%20%5Co%20%22)化学试剂，美国化学学会规范，美国化学学会，华盛顿特区。有关美国化学学会未列出的试剂测试建议，请参阅英国多塞特郡普尔的BDH有限公司《实验室化学品分析标准》，以及马里兰州洛克维尔的美国药典和国家处方集《美国药典公约》（USPC）。