

ICS 71.080.99

G 17

备案号: 48646—2015

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4789—2014

工业用甲基三乙氧基硅烷

Methyltriethoxysilane for industrial use

2014-12-31 发布

2015-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会 (SAC/TC63/SC2) 归口。

本标准起草单位：浙江省化工研究院有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、浙江开化合成材料有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司。

本标准主要起草人：史婉君、方路、蒋云菊、方小青、黄煜、胡家啟、盛楠、陈清。

工业用甲基三乙氧基硅烷

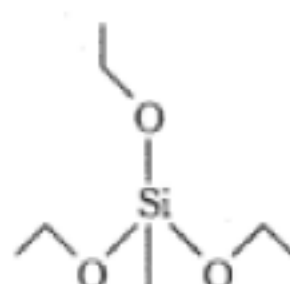
1 范围

本标准规定了工业用甲基三乙氧基硅烷的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于以甲基三氯硅烷为原料，与乙醇反应后精制而得的甲基三乙氧基硅烷。

分子式： $C_7H_{18}O_3Si$

结构式：



相对分子质量：178.30（按 2011 年国际相对原子质量）

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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6908 锅炉用水和冷却水分析方法 电导率的测定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

3 要求

3.1 外观：无色透明液体，无可见固体颗粒。

3.2 工业用甲基三乙氧基硅烷指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
甲基三乙氧基硅烷, w/%	≥99.5	≥98.0
乙醇, w/%	≤0.20	≤0.50
pH 值	4.0~6.0	3.5~6.0
氯化物(以 Cl^- 计)/(mg/kg)	≤5	—
电导率(25℃)/(μS/cm)	≤50	—

4 试验方法

警告：本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况，使用者应采取适当的安全和健康防护措施。

4.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 的三级水。

分析中所用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

4.2 外观的测定

量取 50 mL 实验室样品，置于 100 mL 干燥的具塞比色管内，日光灯或自然光下横向透视观察。

4.3 甲基三乙氧基硅烷和乙醇含量的测定

4.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的色谱条件下，试样经汽化通过色谱柱，使其中的各组分分离，用火焰离子化检测器（FID）检测，以面积归一化法定量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 氮气或氦气：体积分数大于 99.995 %。

4.3.2.2 氢气：体积分数大于 99.995 %。

4.3.2.3 空气：经硅胶或分子筛干燥、净化。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪：配有火焰离子化检测器（FID）。以苯为试样，整机灵敏度要求检出限 $D \leq 1 \times 10^{-11}$ g/s，稳定性应符合 GB/T 9722 的规定，线性范围满足分析要求。

4.3.3.2 记录仪：色谱工作站或色谱数据处理机。

4.3.3.3 进样器：1.0 μ L 注射器或自动进样器。

4.3.4 色谱柱及典型操作条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图和各组分相对保留值见附录 A 图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项 目	参 数
毛细管色谱柱	60 m \times 0.25 mm \times 1.0 μ m (柱长 \times 柱内径 \times 膜厚)
固定相	二甲基聚硅氧烷
柱管材质	熔融石英
汽化室温度/ $^{\circ}$ C	220
检测器温度/ $^{\circ}$ C	250
柱箱温度	初始温度 60 $^{\circ}$ C 保持 2 min, 以 10 $^{\circ}$ C/min 升温到 200 $^{\circ}$ C 保持 20 min
进样量/ μ L	0.6
载气	N ₂ 或 He
载气平均线速/(cm/s)	22 (起始)
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
分流比	50 : 1

4.3.5 分析步骤

启动气相色谱仪，按表2所列色谱操作条件调试仪器，稳定后准备进样分析。用注射器从采样瓶中抽取试样3次~5次后进样分析；或用自动进样器进样分析，以面积归一化法定量。

4.3.6 结果计算

甲基三乙氧基硅烷和乙醇的质量分数 w_i ，按公式(1)计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i ——组分 i 的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值报告结果，甲基三乙氧基硅烷两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.10%，乙醇两次平行测定结果的相对偏差应不大于10%。

4.4 pH值的测定

称取50 g样品，置于干燥的分液漏斗中，加入50 g无二氧化碳的水，精确至0.1 g。摇匀静置分层后，取水层，按GB/T 9724进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值报告结果，两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.1。

4.5 氯化物的测定（以 Cl^- 计）

4.5.1 方法提要

用电位滴定法，试样中加入选定的异丙醇-冰乙酸溶液，搅拌均匀，用硝酸银标准滴定溶液滴定至电位或pH值变化不大，用二级微商法确定滴定终点，求得的氯化物以 Cl^- 计。

4.5.2 仪器

4.5.2.1 电位滴定仪。

4.5.2.2 电子天平：最大称样量不小于200 g，感量为0.000 1 g。

4.5.3 试剂

4.5.3.1 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.5.3.2 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)=0.002 \text{ mol/L}$ 。

由硝酸银标准滴定溶液(4.5.3.1)稀释50倍即得。

4.5.3.3 异丙醇-冰乙酸溶液：异丙醇和冰乙酸按7:3体积比配制而得。

4.5.4 分析步骤

称取30 g实验室样品，置于125 mL烧杯中，精确至0.000 1 g。加入75 mL异丙醇-冰乙酸溶液，磁力搅拌30 min后，再用硝酸银标准滴定溶液(4.5.3.2)进行电位滴定。记下消耗的硝酸银标准滴定溶液的毫升数和相应的电位，用二级微商法求出滴定终点时消耗的硝酸银标准滴定溶液体积 V ；若使用自动电位滴定仪，则直接从仪器上读出样品所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积 V 。按同样方法做空白试验，求出消耗的硝酸银标准滴定溶液的毫升数 V_0 。

4.5.5 结果计算

氯化物 w ，数值以 mg/kg 表示，按公式(2)计算：

$$w = \frac{C(V-V_0) \times 0.03545 \times 10^6}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C ——硝酸银标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V ——试样消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

0.035 45——与1.00 mL硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3)=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氯

化物（以 Cl^- 计）的质量的数值，单位为克每毫摩尔（g/mmol）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值报告结果，两次平行测定结果的相对偏差应不大于 20 %。

4.6 电导率的测定

称取 50 g 样品，置于干燥的分液漏斗中，加入 50 g 无二氧化碳的水，精确至 0.1 g。摇匀静置分层后，取水层，按 GB/T 6908 进行测定，测定温度为 25 ℃。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定报告结果，两次平行测定结果的绝对差值应不大于 1.0。

5 检验规则

5.1 本标准外观和表 1 技术要求中的全部项目为型式检验项目，其中外观、甲基三乙氧基硅烷和乙醇为出厂检验项目。在正常情况下，每 6 个月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产后恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异；
- e) 发生重大质量事故时；
- f) 质量监督机构依法提出要求时。

5.2 甲基三乙氧基硅烷以同等质量的均匀产品为一批，桶装产品以不大于 20 t 为一批，槽罐装产品以一槽车为一批。

5.3 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。用塑料采样瓶进行采样，采样总量应保证检验的要求。采样后将样品瓶密封，贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、产品等级、批号、采样时间和采样人姓名。

5.4 检验结果判定按 GB/T 8170 的修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时，产品应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 产品的包装容器上应有牢固清晰的标志，其内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称；
- c) 厂址；
- d) 商标；
- e) 批号或生产日期；
- f) 净含量；
- g) 产品等级；
- h) 本标准编号；
- i) GB 190 规定的“易燃液体”标志；
- j) GB/T 191 规定的包装储运“小心轻放”及“向上”图示标志。

6.1.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明，内容至少包括：

- a) 生产厂名称；

- b) 产品名称;
- c) 生产日期和/或批号;
- d) 产品质量检验结果或检验结论;
- e) 本标准编号。

6.2 包装

甲基三乙氧基硅烷应放置在清洁、干燥、密封良好的塑料包装桶或衬塑铁桶中,常用 25 L、50 L、100 L、200 L。

6.3 运输

甲基三乙氧基硅烷产品在装卸运输过程中应轻装、轻卸,避免直接曝晒。

6.4 贮存

甲基三乙氧基硅烷应贮存在通风、阴凉、干燥的地方,不得靠近热源,严禁日晒、雨淋和接触腐蚀性物质。产品自生产之日起,贮存期为 6 个月;逾期应按本标准规定重新检验,如符合质量要求仍可继续使用。

7 安全

7.1 甲基三乙氧基硅烷应远离明火、高热,明火或高热会引起燃烧,放出有毒气体;装有甲基三乙氧基硅烷的包装容器若遇高热会使容器内压力增大,有开裂的危险。

7.2 接触甲基三乙氧基硅烷会引起皮肤刺激,其蒸气能刺激眼睛、皮肤和呼吸系统,经常与皮肤接触会引起皮炎,现场人员应采取必要的防护措施。

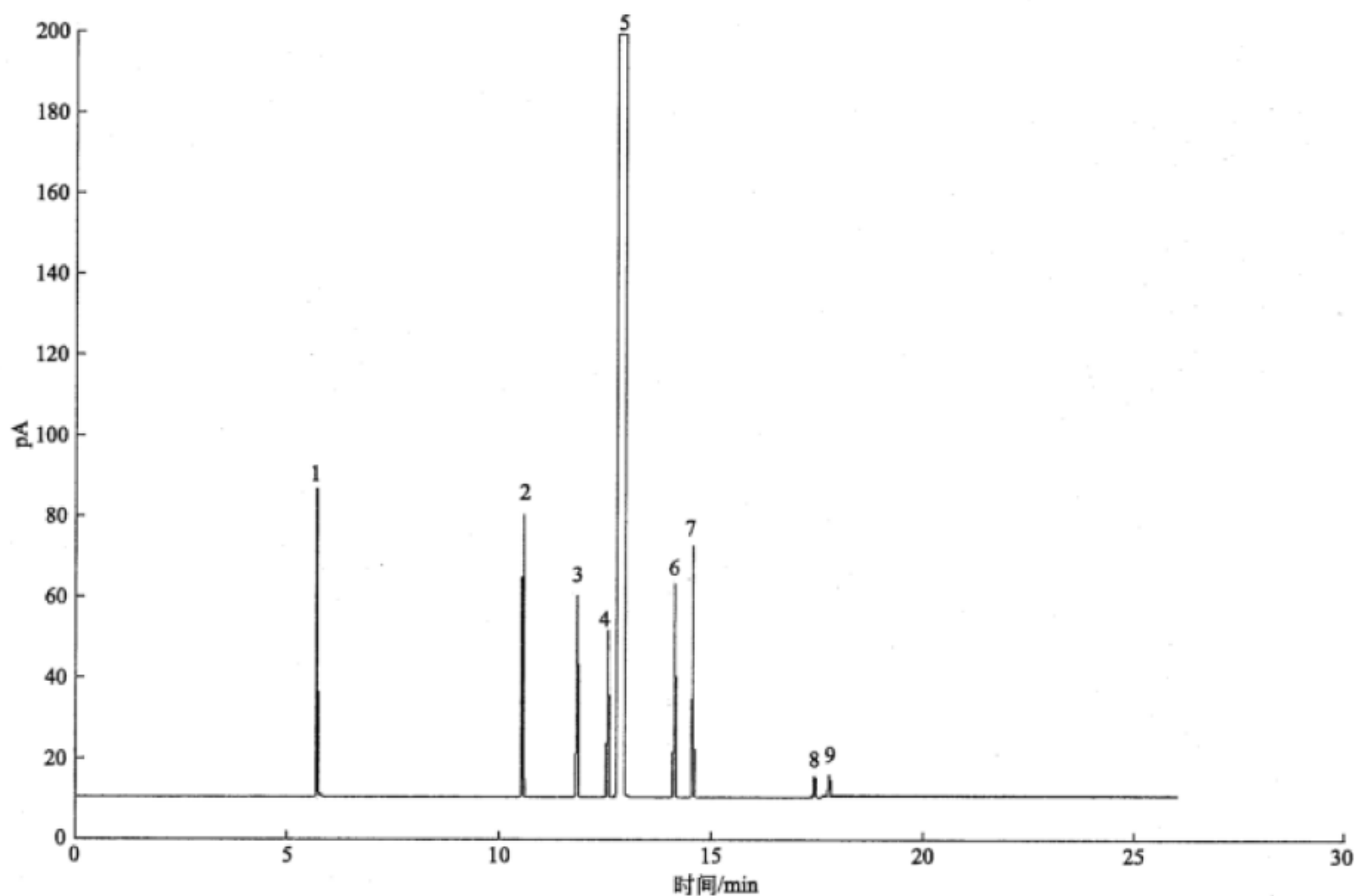
附录 A

(规范性附录)

甲基三乙氧基硅烷和乙醇含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 甲基三乙氧基硅烷和乙醇含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明:

- 1——乙醇;
- 2——二甲基二乙氧基硅烷;
- 3——三乙氧基硅烷;
- 4——未知杂质 1;
- 5——甲基三乙氧基硅烷;
- 6——乙烯基三乙氧基硅烷;
- 7——四乙氧基硅烷;
- 8——未知杂质 2;
- 9——未知杂质 3。

图 A.1 甲基三乙氧基硅烷和乙醇含量测定的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 毛细柱气相色谱法相对保留值

峰序	组分名称	相对保留值
1	乙醇	0.119
2	二甲基二乙氧基硅烷	0.716
3	三乙氧基硅烷	0.873
4	未知杂质 1	0.962
5	甲基三乙氧基硅烷	1.000
6	乙烯基三乙氧基硅烷	1.157
7	四乙氧基硅烷	1.211
8	未知杂质 2	1.567
9	未知杂质 3	1.611

中华人民共和国
化工行业标准
工业用甲基三乙氧基硅烷
HG/T 4789—2014

出版发行：化学工业出版社
(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部
880mm×1230mm 1/16 印张1 字数18.9千字
2015年4月北京第1版第1次印刷
书号：155025·2013

购书咨询：010-64518888
售后服务：010-64518899
网址：<http://www.cip.com.cn>
凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

版权所有 违者必究