

ICS 71.080.99; 71.100.40

G 17

备案号: 59434—2017

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5154—2017

工业用甲基苯基二甲氧基硅烷

Dimethoxymethylphenylsilane for industrial use

2017-07-07 发布

2018-01-01 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技术委员会 (SAC/TC63/SC2) 归口。

本标准负责起草单位：武汉大学有机硅化合物及材料教育部工程研究中心、九江宇仁新材料有限公司、荆州市江汉精细化工有限公司。

本标准参加起草单位：曲阜晨光化工有限公司、湖北武大有机硅新材料股份有限公司、湖北中珞新材料工程研究中心有限公司。

本标准主要起草人：廖俊、徐台赞、甘书官、彭建雄、张琳琳。

工业用甲基苯基二甲氧基硅烷

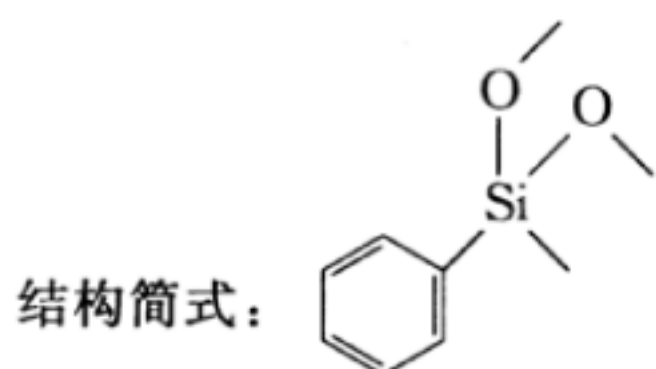
1 范围

本标准规定了工业用甲基苯基二甲氧基硅烷的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以甲基苯基二氯硅烷和甲醇为主要原料经酯化反应或以甲基三甲氧基硅烷和氯苯为主要原料经格氏反应制得的工业用甲基苯基二甲氧基硅烷。

化学名称：甲基苯基二甲氧基硅烷（CAS：3027-21-2）

分子式：C₉H₁₄O₂Si



相对分子质量：182.29（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/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 3050 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）

GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定（20℃）

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 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

3 要求

3.1 外观：无色透明液体。

3.2 工业用甲基苯基二甲氧基硅烷技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
色度 (Pt-Co) / Hazen 单位	≤ 20
密度 (20 ℃) / (g/cm ³)	1.001~1.011
折射率 n_D^{25}	1.472 0~1.482 0
甲基苯基二甲氧基硅烷, $w/\%$	≥ 99.0
游离氯, $w/\%$	$\leq 0.003 0$

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明,分析中所用标准溶液、制剂及制品均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备,分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

4.2 外观的测定

取适量实验室样品于无色透明比色管中,在自然光或日光灯下目视观察。

4.3 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行测定。

4.4 密度的测定

按 GB/T 4472—2011 中 4.3.3 密度计法的规定进行测定。测定温度为 20 ℃。

4.5 折射率的测定

按 GB/T 6488 的规定进行测定。测定温度为 25 ℃。

4.6 甲基苯基二甲氧基硅烷含量的测定

4.6.1 方法提要

在选定的色谱操作条件下,试样汽化后通过色谱柱将各组分分离,用氢火焰离子化检测器检测,采用面积归一化法计算,得到产品纯度。

4.6.2 试剂及材料

4.6.2.1 氮气:体积分数大于等于 99.99 %,经活性炭和分子筛净化。

4.6.2.2 氢气:体积分数大于等于 99.99 %,经活性炭和分子筛净化。

4.6.2.3 空气:经活性炭和分子筛净化。

4.6.3 仪器及设备

4.6.3.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器,灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的规定。

4.6.3.2 微量进样器：1 μL。

4.6.3.3 记录仪：色谱工作站。

4.6.4 操作条件

本标准所推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分相对保留值见附录 A 中图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离效果的色谱柱及色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱及典型色谱操作条件

项 目	操 作 条 件
色谱柱	5 %苯基+95 %聚二甲基硅氧烷或 100 %聚二甲基硅氧烷毛细管色谱柱
柱长/柱内径/液膜厚度	30m×0.25mm×0.25 μm
氮气流量/（mL/min）	2.0
氢气流量/（mL/min）	30
空气流量/（mL/min）	300
分流比	100：1
进样口温度/℃	280
检测器温度/℃	300
柱温	程序升温：初始温度 120 ℃，升温速率为 10 ℃/min，终温 280 ℃，保持 10 min
进样量/μL	0.2

4.6.5 分析步骤

按照表 2 给出的色谱操作条件调整仪器，基线稳定后，用微量进样器吸取 0.2 μL 试样注入气相色谱仪中，待程序完成后得到气相色谱图，用工作站记录各组分的峰面积，计算结果。

4.6.6 结果计算

工业用甲基苯基二甲氧基硅烷的质量分数 w ，按公式（1）计算：

$$w = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \%$$

..... (1)

式中：

A——主成分的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不得大于 0.3 %。

4.7 游离氯含量的测定

称取 10 g 左右实验室样品（精确至 0.01 g），置于 150 mL 烧杯中，加入约 80 mL 的 1：1（体积比）醋酸-异丙醇溶液，搅拌使之全部溶解。其余按 GB/T 3050 的规定进行测定。

取两次平行测定结果的平均值作为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不得大于 0.000 5 %。

5 检验规则

5.1 检验分类

第3章规定的项目全部为出厂检验项目。

5.2 组批规则

工业用甲基苯基二甲氧基硅烷以同等质量的均匀产品为一批。可按产品储罐组批。

5.3 采样

工业用甲基苯基二甲氧基硅烷以批为单位，按GB/T 6680的规定采样。取样量不少于250 g，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明产品名称、批号、采样日期、采样人等。一瓶供检验部门检验，另一瓶保存备查。

5.4 复检

检验结果的判定采用GB/T 8170修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验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 工业用甲基苯基二甲氧基硅烷的每个包装件上应有牢固而清晰的标识，其内容包括：

- a) 生产厂名；
- b) 厂址；
- c) 产品名称；
- d) 生产日期和批号；
- e) 净含量；
- f) 本标准编号；
- g) 保质期；
- h) 按GB/T 191的规定标明“怕晒”“怕雨”标识。

6.1.2 每批出厂的工业用甲基苯基二甲氧基硅烷都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 批号或生产日期；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号。

6.2 包装

工业用甲基苯基二甲氧基硅烷采用塑料桶或钢桶包装，每桶净含量按用户要求确定。也可根据用户要求采取其他包装方式。

6.3 运输

工业用甲基苯基二甲氧基硅烷运输时要避免日晒、雨淋，在搬运时轻装、轻卸。

6.4 贮存

工业用甲基苯基二甲氧基硅烷应贮存在通风、干燥的仓库中，防止雨淋、受潮、日晒。

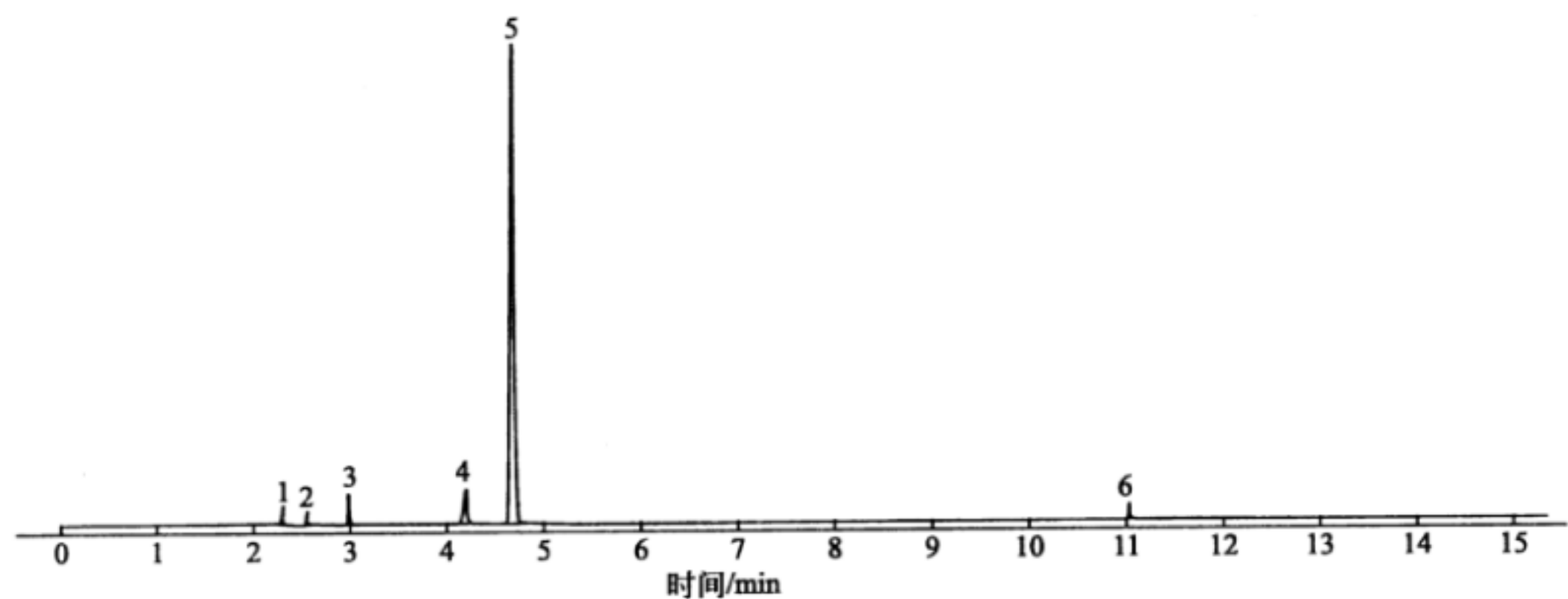
工业用甲基苯基二甲氧基硅烷在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下，自生产之日起未开封产品的贮存期为 12 个月，超过 12 个月重新检验合格后可继续使用。

附 录 A
(规范性附录)

工业用甲基苯基二甲氧基硅烷各组分含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值

A.1 工业用甲基苯基二甲氧基硅烷各组分含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——甲醇；
2——甲基三甲氧基硅烷；
3——氯苯；
4——二甲基苯基甲氧基硅烷；
5——甲基苯基二甲氧基硅烷；
6——二聚体。

图 A.1 工业用甲基苯基二甲氧基硅烷各组分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 各组分相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	甲醇	0.490 6
2	甲基三甲氧基硅烷	0.546 5
3	氯苯	0.636 3
4	二甲基苯基甲氧基硅烷	0.895 8
5	甲基苯基二甲氧基硅烷	1.000 0
6	二聚体	2.345 8