

ICS 71.080.30; 71.080.99
G 17
备案号: 65328~65330—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5393~5395—2018

工业用三甲基一氯硅烷、 工业用对甲苯磺酰氯和 工业用对硝基苯甲酰氯 (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5393—2018	工业用三甲基一氯硅烷	(1)
HG/T 5394—2018	工业用对甲苯磺酰氯	(13)
HG/T 5395—2018	工业用对硝基苯甲酰氯	(27)

ICS 71.080.99
G 17
备案号: 65328—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5393—2018

工业用三甲基一氯硅烷

Trimethylchlorosilane for industrial use

2018-10-22 发布

2019-04-01 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。

本标准起草单位：浙江新安化工集团股份有限公司、新亚强硅化学股份有限公司、唐山三友硅业有限责任公司、中国化工信息中心、浙江中天氟硅材料有限公司、江西蓝星星火有机硅有限公司、陶氏化学（中国）投资有限公司、山东金岭化学有限公司、湖北兴发化工集团股份有限公司、浙江硕而博化工有限公司。

本标准主要起草人：过军芳、初亚军、蔡冬利、张华、杨庆红、邱玲、蔡宇豪、刘秀丽、龚兆鸿、李宏星、雷渭萍、李昌、王迪、徐青平、王武。

工业用三甲基一氯硅烷

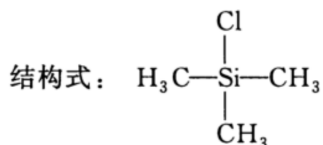
警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了工业用三甲基一氯硅烷的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于硅粉和一氯甲烷以直接合成法生产的甲基氯硅烷混合单体经过分馏制得的工业用三甲基一氯硅烷。

分子式： $\text{C}_3\text{H}_9\text{ClSi}$



相对分子质量：108.64（按 2016 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 3723 工业用化工产品采样安全通则

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 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 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

高沸物 high-boiling residues

有机硅行业的甲基氯硅烷单体分离过程中沸点高于二甲基二氯硅烷的混合物。

4 要求

4.1 外观：无色或微黄色透明液体，无机械杂质。

4.2 工业用三甲基一氯硅烷的技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
三甲基一氯硅烷, $w/\%$	≥ 99.5	≥ 99.0
一甲基三氯硅烷, $w/\%$	≤ 0.10	≤ 0.20
四氯化硅, $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.10
高沸物 ^a , $w/\%$	≤ 0.2	由供需双方协商约定
^a 附录 A 图 A.1 中二甲基二氯硅烷色谱峰后流出组分的总和。		

5 试验方法

5.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.2 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。

5.3 外观的测定

于具塞比色管中加入试样，在自然光或日光灯下目测。

5.4 工业用三甲基一氯硅烷中各组分含量的测定

5.4.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，样品经汽化通过毛细管色谱柱使其中各组分得到分离，用热导检测器检测，采用面积归一化法定量。

5.4.2 试剂

氢气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 气相色谱仪：配有分流装置及热导检测器的任何型号的气相色谱仪，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。线性范围满足分析要求。

5.4.3.2 色谱工作站或数据处理机。

5.4.3.3 微量注射器：1.0 μL 或 10.0 μL 。

5.4.4 色谱柱及色谱操作条件

本标准推荐的色谱柱及色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分相对保留值见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱及色谱操作条件

色谱柱	14 %氰苯基-86 %甲基聚硅氧烷
柱长/柱内径/液膜厚度	30 m×(0.32 mm 或 0.25 mm)×0.25 μm
柱温	初始温度 40 ℃，保持 2 min~4 min，升温速率 20 ℃/min， 终止温度 150 ℃，保持 2 min
汽化室温度/℃	180
检测器温度/℃	200
载气 (H ₂) 流量/(mL/min)	1.0~1.5
分流比	100 : 1
进样量/μL	0.8

5.4.5 分析步骤

启动气相色谱仪，按表 2 的色谱操作条件或其他合适的条件调节仪器，稳定后用进样器进样分析，用色谱工作站或数据处理机计算结果。采用面积归一化法定量分析。

5.4.6 结果计算

工业用三甲基一氯硅烷中各组分含量以各组分的质量分数 w_i 计，数值以 % 表示，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；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，三甲基一氯硅烷两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %，一甲基三氯硅烷、四氯化硅两次平行测定结果之差不大于其平均值的 10 %。

6 检验规则

6.1 本标准第 4 章规定的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 以同等质量的产品为一批，可按产品贮罐组批，或按生产周期进行组批。

6.3 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。采样量不应少于 20 mL。工业用三甲基一氯硅烷遇空气极易水解，因而采样过程中应注意避免或尽量少接触空气，采样后应立即密封。贴上标签。

6.4 检验结果的判定采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果如有任何一项指标不符合本标准的要求，应重新自两倍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的要求，则该批产品为不合格。

6.5 用户应按照本标准规定的技术要求、采样、试验方法，罐装在到货 24 h 内可提出异议，桶装在

到货 10 d 内对收到的工业用三甲基一氯硅烷进行验收。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 工业用三甲基一氯硅烷产品包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 厂址；
- d) 生产日期或批号；
- e) 本标准编号；
- f) 净含量；
- g) GB 190 中规定的“易燃液体”和“腐蚀品”标志。

7.1.2 生产厂应保证每批出厂的工业用三甲基一氯硅烷都符合本标准的要求。每批出厂的产品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) 生产日期或批号；
- d) 产品检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号等。

7.2 包装

工业用三甲基一氯硅烷产品的包装采用干燥、清洁的聚氟乙烯涂料（内衬塑料）钢桶或塑料桶包装，或根据用户要求使用符合安全规定的包装物进行包装。包装要求密封，不可与空气接触。槽车包装工业用三甲基一氯硅烷产品在装车前要用氮气置换吹扫车内残余物，避免污染产品。

7.3 运输

运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与强酸、强碱、强氧化剂、水、食用化工物品等混装运输。运输途中应严防日晒、雨淋。应远离火种、热源、高温区。搬运时要轻装、轻卸，防止包装容器损坏。

7.4 贮存

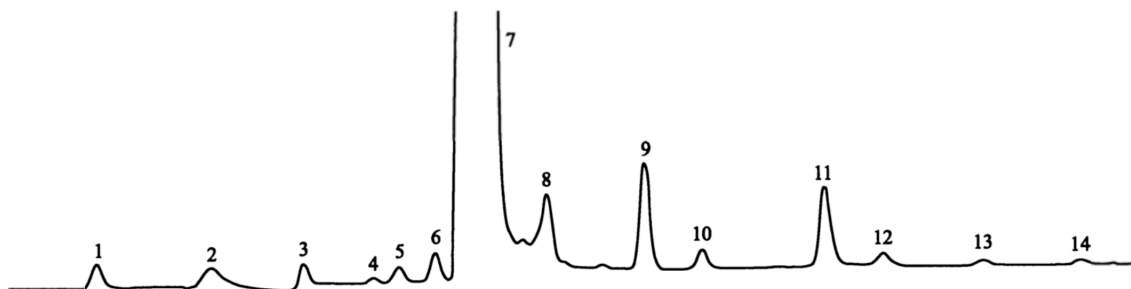
工业用三甲基一氯硅烷产品贮存地点应阴凉、干燥、通风，远离火源和热源及其他危险品，并应有防静电措施。

附 录 A (规范性附录)

工业用三甲基一氯硅烷含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值

A.1 典型色谱图

工业用三甲基一氯硅烷含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——空气；
- 2——氯化氢；
- 3——二甲基氢一氯硅烷；
- 4——一甲基氢二氯硅烷；
- 5——四氯化硅；
- 6——未知物 1；
- 7——三甲基一氯硅烷；
- 8——未知物 2；
- 9——一甲基三氯硅烷；
- 10——二甲基二氯硅烷；
- 11,12,13,14——高沸物。

图 A.1 工业用三甲基一氯硅烷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	空气	0.72
2	氯化氢	0.79
3	二甲基氢一氯硅烷	0.87
4	一甲基氢二氯硅烷	0.92
5	四氯化硅	0.95
6	未知峰 1	—
7	三甲基一氯硅烷	1.00
8	未知峰 2	—
9	一甲基三氯硅烷	1.12
10	二甲基二氯硅烷	1.17
11,12,13,14	高沸物	—

附 录 B
(资料性附录)
安 全

B.1 危险警告

工业用三甲基一氯硅烷是高度易燃液体和蒸气，对呼吸道和眼结膜有强烈刺激作用，吸入后可引起咽喉和支气管的痉挛与水肿、化学性肺炎、肺水肿而致死，遇明火、高热或与氧化剂接触有引起燃烧爆炸的危险。受热或遇水分解放热，放出有毒的腐蚀性烟气。若遇高热，容器内压增大，有开裂和爆炸的危险。有腐蚀性。

B.2 安全措施

工业用三甲基一氯硅烷应密闭操作，局部排风，使用防爆型的通风系统和设备。操作人员应经过专门培训，严格遵守操作规程。防止蒸气泄漏到工作场所中，可能接触其蒸气时建议操作人员佩戴防毒面具、防护眼镜和橡胶手套，配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。如皮肤接触，立即用大量流动清水彻底冲洗，若有灼伤，就医治疗；如眼睛接触，立即提起眼睑，用大量流动的清水或生理盐水冲洗至少 15 min 并就医。如吸入，迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸通畅，呼吸有困难时给予输氧并就医。

B.3 灭火方法

灭火剂：抗溶性泡沫、干粉、二氧化碳和砂土。禁止用水灭火。

B.4 泄漏处置

发生泄漏时，迅速撤离泄漏污染区人员至安全区，严格限制人员进入。切断火源。建议应急处理人员戴自给正压式呼吸器，穿防化服，不要直接接触泄漏物。尽可能切断泄漏源，防止进入下水道、排洪沟等限制性空间。小量泄漏：用砂土或其他不燃性材料吸附或吸收；也可以用大量水冲洗，洗水稀释后放入废水系统。大量泄漏：构筑围堤或挖坑收容，用抗溶性泡沫覆盖，用防爆泵转移至槽车或专用收集器内，回收或运至废物处理场所处置。

中华人民共和国
化工行业标准
工业用三甲基一氯硅烷、
工业用对甲苯磺酰氯和
工业用对硝基苯甲酰氯
(2018)

HG/T 5393~5395—2018

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2 $\frac{3}{4}$ 字数60.5千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2539

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。

定价：42.00元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

