



中华人民共和国国家标准

GB/T 35501—2017

工业用甲基三甲氧基硅烷

Methyltrimethoxysilane for industrial use

2017-12-29 发布

2018-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 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/TC 63/SC 2)归口。

本标准负责起草单位：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、湖北新蓝天新材料股份有限公司、荆州市江汉精细化工有限公司、湖北力鼎化工有限公司。

本标准参加起草单位：浙江衢州硅宝化工有限公司。

本标准主要起草人：胡家啟、叶世胜、肖俊平、郑云峰、冯琼华、王中、甘书官、涂人杰、黎九香、李冲合、陈道伟。

工业用甲基三甲氧基硅烷

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的安全和健康措施,并应符合国家有关法规的规定。

1 范围

本标准规定了工业用甲基三甲氧基硅烷的要求、试验方法、检验规则以及标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以一甲基三氯硅烷和甲醇为原材料,通过醇解、中和和精馏等工艺制得的甲基三甲氧基硅烷。

结构简式: $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$

相对分子质量:136.22(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 191 包装运储图示标志

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 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

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 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,无可见固体颗粒。

3.2 工业用甲基三甲氧基硅烷指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 10		
甲基三甲氧基硅烷, $w/\%$	≥ 99.5	≥ 99.0	≥ 98.0
甲醇, $w/\%$	≤ 0.10		≤ 0.50
二甲基二甲氧基硅烷, $w/\%$	≤ 0.20	≤ 0.50	≤ 1.0
pH 值	3.8~7.0		
氯化物(以 Cl^- 计)/(mg/kg)	≤ 50		

4 试验方法

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。

4.1 一般规定

本标准所用的水,在没有注明其他要求,均指 GB/T 6682 规定的三级水。

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 干燥的具塞比色管中,日光灯或自然光下横向透视观察。

4.3 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

4.4 甲醇、二甲基二甲氧基硅烷和甲基三甲氧基硅烷质量分数的测定

4.4.1 方法提要

采用气相色谱仪,在规定的条件下,将适量的试样注入配有氢火焰离子化检测器(FID)的气相色谱仪中,甲醇、二甲基二甲氧基硅烷、甲基三甲氧基硅烷被色谱柱有效地分离,通过面积归一化法计算甲醇、二甲基二甲氧基硅烷和甲基三甲氧基硅烷的质量分数。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 氢气:体积分数不小于 99.99%,经硅胶和分子筛净化。

4.4.2.2 空气:经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.4.2.3 氮气:体积分数大于 99.99%,经硅胶和分子筛净化。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 气相色谱仪:配有分流装置及氢火焰离子化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。

4.4.3.2 色谱工作站或数据处理机。

4.4.3.3 微量注射器:1.0 μL。

4.4.4 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参见附录 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	二甲基聚硅氧烷,30 m×0.32 mm×1.0 μm
汽化室温度/℃	250
检测器温度/℃	260
柱箱温度	初始温度 50 ℃,保持 2 min,以 20 ℃/min 升温到 180 ℃,保持 10 min
进样量/μL	0.4
载气	氮气
载气流量/(mL/min)	1.2
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
分流比	50 : 1

4.4.5 分析步骤

样品应密封,尽量避免与空气接触。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。用微量进样器从取样瓶中抽取 3 次~5 次后进样分析,以面积归一化法定量。

4.4.6 结果计算

工业甲基三甲氧基硅烷中的各组分质量分数 w_i ,按式(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;
- $\sum A_i$ ——各全部组分的峰面积之和。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值甲基三甲氧基硅烷不大于 0.10%;甲醇和二甲基二甲氧基硅烷两次不大于 0.02%。

4.5 pH 值的测定

4.5.1 方法提要

甲基三甲氧基硅烷与分析实验室二级水按质量比 1 : 9 混合,溶解,溶液使用 pH 计进行测定即得到结果。

4.5.2 仪器及设备

4.5.2.1 pH 计:可精确至 0.01。

4.5.2.2 天平:精确至 0.01 g。

4.5.2.3 磁力搅拌器。

4.5.3 分析步骤

4.5.3.1 准确称取甲基三甲氧基硅烷样品 10 g,准确至 0.01 g,于 150 mL 的高型烧杯中,用量筒量取 90 mL 的分析实验室二级水,倒入上述样品中混合。

4.5.3.2 往烧杯中放入磁力搅拌子,放于磁力搅拌器上,以 150 r/min 的速度搅拌 30 min,确保甲基三甲氧基硅烷完全溶于分析实验室二级水中。停止搅拌,取出磁力搅拌子,静置,溶液待测。

4.5.3.3 用校准好的 pH 计对溶液进行测定,在静止的情况下待读数稳定后,读出 pH 值。

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。

4.6 氯化物的测定

4.6.1 方法提要

甲基三甲氧基硅烷与分析实验室二级水按质量比 1 : 9 混合,溶解,溶液使用电位滴定法测定甲基三甲氧基硅烷的氯离子含量。

4.6.2 仪器及设备

4.6.2.1 电位滴定仪。

4.6.2.2 磁力搅拌器。

4.6.2.3 天平:精确至 0.01 g。

4.6.3 试剂与溶液

4.6.3.1 水:分析实验室二级水。

4.6.3.2 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.01 \text{ mol/L}$ 。

4.6.3.3 硝酸溶液:1+1。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 样品的前处理同 4.5.3。

4.6.4.2 向处理好的样品中滴加 2 滴硝酸溶液予以酸化,用硝酸银标准溶液(4.6.3.2)使用自动电位滴定仪进行电位滴定。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 。

4.6.5 结果计算

氯化物(以 Cl^- 计)以 mg/kg 表示,按式(2)计算:

$$\omega = \frac{c_{(\text{AgNO}_3)}(V - V_0) \times 0.035\ 45}{m} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$c_{(\text{AgNO}_3)}$ ——硝酸银标准溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试样消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

0.035 45 ——氯化物(以 Cl^- 计)的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

取两次测定的算术平均值为报告结果,两次平均测定结果的相对偏差应不大于 10%。

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、甲基三甲氧基硅烷含量和 pH 值为出厂检验项目,应逐批检验。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) 新产品投产鉴定时;
- b) 原材料、工艺、设备有较大改变,可能影响产品性能时;
- c) 停产较长时间,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。

5.2 甲基三甲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 50 t 为一批,槽罐装产品以一槽车为一批。

5.3 按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 中的规定的采样技术确定采样单元数和采样方法。由于甲基三甲氧基硅烷产品遇空气易水解,所以采样时间要短,采样结束后样品应立即加盖密封。

5.4 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时,则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的要求,则整批产品为不合格。

6 标识、包装、运输、贮存

6.1 标识

6.1.1 工业用甲基三甲氧基硅烷包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志,其内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 厂址;
- c) 产品名称;
- d) 生产日期或批号;
- e) 净含量;
- f) 质量等级;
- g) 本标准编号;
- h) GB 190 规定的“易燃液体”标志¹⁾;
- i) 桶装容器还应有 GB/T 191 规定的“向上”标志。

6.1.2 每批出厂的工业用甲基三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) 批号和生产日期;
- d) 产品质量检验结果或检验结论;
- e) 本标准编号。

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

6.2 包装

工业用甲基三甲氧基硅烷产品采用干燥、清洁的涂塑铁桶或塑料桶包装,或根据用户要求包装,并符合国家安全规定。包装要求密封,不可与空气接触。

6.3 运输

运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。运输途中应严防日晒雨淋。搬运时要轻装轻卸,防止包装及容器损坏。

6.4 贮存

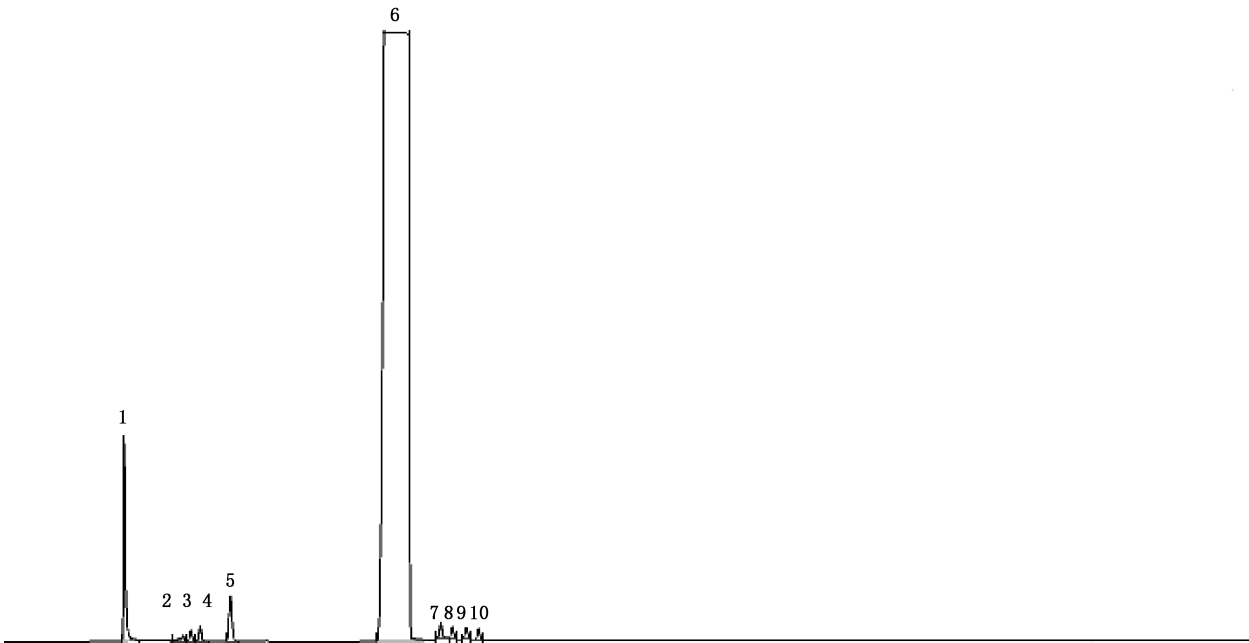
工业用甲基三甲氧基硅烷产品贮存地点应阴凉、干燥、通风、远离火源及其他危险品。产品自生产之日起,保质期为 12 个月,逾期应按本标准规定重新检验,如符合质量要求仍可继续使用。

附 录 A
(资料性附录)

甲基三甲氧基硅烷、甲醇和二甲基二甲氧基硅烷含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 甲基三甲氧基硅烷、甲醇和二甲基二甲氧基硅烷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 —— 2-甲基-2-戊烯；
 - 3 —— 3-甲基-2-戊烯；
 - 4 —— 2,3-二甲基-2-丁烯；
 - 5 —— 二甲基二甲氧基硅烷；
 - 6 —— 甲基三甲氧基硅烷；
 - 7 —— 2-甲基-2-氯-戊烷；
 - 8 —— 2,3-二甲基-2-氯-丁烷；
 - 9 —— 四甲氧基硅烷；
 - 10 —— 3-甲基-3-氯-戊烷。

图 A.1 甲基三甲氧基硅烷、甲醇和二甲基二甲氧基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 毛细管气相色谱法相对保留值

峰序	组分名称	相对保留值
1	甲醇	0.54
2	2-甲基-2-戊烯	0.64
3	3-甲基-2-戊烯	0.65
4	2,3-二甲基-2-丁烯	0.66
5	二甲基二甲氧基硅烷	0.72
6	甲基三甲氧基硅烷	1.00
7	2-甲基-2-氯-戊烷	1.05
8	2,3-二甲基-2-氯-丁烷	1.07
9	四甲氧基硅烷	1.10
10	3-甲基-3-氯-戊烷	1.12

附 录 B
(资料性附录)
安 全

B.1 工业用甲基三甲氧基硅烷闪点为 11 ℃,其蒸气与空气可形成爆炸性混合物,遇明火、高热可导致燃烧或爆炸。应远离明火、高热,明火或高热会引起燃烧,放出有毒气体;装有甲基三甲氧基硅烷的包装容器若遇高热会使容器内压力增大,有开裂爆炸的危险。

B.2 接触甲基三甲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。
