



中华人民共和国国家标准

GB/T 35500—2017

3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷

3,3,3-Trifluoropropylmethyldimethoxysilane

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技术委员会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位：浙江省化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人：史婉君、方路、孙海、盛楠、蒋云菊、黄煜、来明霞。

3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷

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3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷(别名:三氟丙基甲基二甲氧基硅烷)偶联剂的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以含氢氯硅烷和三氟丙烯反应或3,3,3-三氟丙基甲基二氯硅烷与无水甲醇反应精制而得3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷。

分子式: $C_6H_{13}F_3O_2Si$

结构式: $CF_3CH_2CH_2(CH_3)Si(OCH_3)_2$

相对分子质量:202.25(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/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB 6944 危险货物分类和品名编号

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 30000.7 化学品分类和标签规范 第7部分:易燃液体

3 要求

3.1 外观:无色透明液体、无可见杂质。

3.2 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷的指标应符合表1的规定。

表1 技术要求

项目	指标	
	优等品	合格品
3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷, $w/\%$	≥ 98.0	≥ 97.0
甲醇, $w/\%$	≤ 0.20	≤ 0.50

4 试验方法

4.1 外观

量取50 mL试样置于100 mL干燥的具塞比色管内,于自然光下横向观察试样。

4.2 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷含量及甲醇含量的测定

4.2.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的色谱条件下,试样经气化通过色谱柱,使其中的各组分分离,用火焰离子化检测器检测,校正面积归一化法定量。

4.2.2 试剂

- 4.2.2.1 氮气:体积分数大于 99.995%。
- 4.2.2.2 氢气:体积分数大于 99.995%。
- 4.2.2.3 空气:经硅胶或分子筛干燥、净化。
- 4.2.2.4 校准用标准样品:主含量应在 99.9%以上,否则应予以修正。

4.2.3 仪器

- 4.2.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器(FID),并能满足表 2 所示条件进行操作的气相色谱仪均可使用,灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定,线性范围满足分析要求。
- 4.2.3.2 记录仪:色谱工作站或色谱数据处理机。
- 4.2.3.3 采样瓶:250 mL 或 500 mL 聚乙烯瓶。
- 4.2.3.4 进样器:1.0 μ L 注射器或自动进样器。

4.2.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。配制样品色谱图和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程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项目	参数
色谱柱	熔融石英毛细管柱 30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μ m(柱长 \times 柱内径 \times 膜厚)
固定相	键合,聚二甲基硅氧烷
柱温	初始温度 50 $^{\circ}$ C 保持 3 min,以 15 $^{\circ}$ C/min 升温到 200 $^{\circ}$ C 保持 5 min
汽化室温度/ $^{\circ}$ C	180
检测器温度/ $^{\circ}$ C	200
载气(N ₂)/(mL/min)	2.0
空气/(mL/min)	350
氢气/(mL/min)	35
进样量/ μ L	0.6
分流比	50 : 1

4.2.5 分析步骤

4.2.5.1 相对质量校正因子的测定

4.2.5.1.1 校准用标准样品准备

试验中用到的各校准用标准样品其含量应预先准确测定。当用 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅

烷作为本底样品制备校准用标准样品时,需事先在本标准规定的试验条件下进行检查,应在待测组分处无杂质峰出现,否则应予以修正。

4.2.5.1.2 校准用标准样品配制

使用清洁、干燥、可以密封的磨口瓶,用准确称量的方法加入一定量的 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷样品及被测组分样品,配制与待测样品中各组分含量相近的校准用标准样品。

4.2.5.1.3 校准用标准样品中各杂质组分含量的计算

校准用标准样品中杂质组分 i 的质量分数 w_i ,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{m_i}{m_0 + \sum m_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_i ——校准用标准样品中杂质组分 i 的质量,单位为克(g);

m_0 ——校准用标准样品中 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷样品的质量,单位为克(g);

$\sum m_i$ ——校准用标准样品中杂质组分 i 质量的总和,单位为克(g)。

4.2.5.1.4 相对质量校正因子的计算

按表 2 推荐的色谱操作条件测定,以校准用标准样品的本底样品 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷为参照物,以参照物 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷的相对质量校正因子为 1 计,杂质组分 i 的相对质量校正因子 f_i ,按式(2)计算:

$$f_i = \frac{w_i A_R}{A_i w_R} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_i ——校准用标准样品中杂质组分 i 的质量分数;

A_R ——参照物 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷的峰面积;

A_i ——校准用标准样品中杂质组分 i 的峰面积;

w_R ——参照物 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷的质量分数。

取三次平行测定结果的算术平均值为报告结果,各杂质组分相对质量校正因子的三次平行测定结果的相对标准偏差小于 10%。

4.2.5.1.5 其他

未知组分的相对质量校正因子 f_i 采用各杂质组分中最大的相对质量校正因子。

4.2.5.2 测定

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进样分析,或用自动进样器进样分析,以校正面积归一化法定量。

4.2.6 结果计算

4.2.6.1 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷的质量分数 w_1 ,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{A_1 f_1}{\sum A_i f_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A_1 ——3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷的峰面积;

- f_1 ——3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷的相对质量校正因子；
- A_i ——各组分的峰面积；
- f_i ——各组分的相对质量校正因子；
- $\sum A_i f_i$ ——各组分峰面积与相对质量校正因子乘积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.1%。

4.2.6.2 甲醇的质量分数 ω_2 ,按式(4)计算:

$$\omega_2 = \frac{A_2 f_2}{\sum A_i f_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- A_2 ——甲醇的峰面积；
- f_2 ——甲醇的相对质量校正因子；
- A_i ——各组分的峰面积；
- f_i ——各组分相对质量校正因子；
- $\sum A_i f_i$ ——各组分峰面积与相对质量校正因子乘积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值应不大于两次平行测定结果的算术平均值的20%。

5 检验规则

5.1 本标准均采用出厂检验。本标准要求中的外观、3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷含量和甲醇含量均为出厂检验项目,应每批进行检验。

5.2 3,3,3-三氟丙基甲基二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20 t为一批,槽罐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。用聚乙烯采样瓶进行采样,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的要求时,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的要求,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 30000.7 中规定的“易燃液体”标签¹⁾。

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

3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷应放置在符合 GB 6944 包装规定的清洁、干燥、密封良好的塑料包装桶或衬塑铁桶或槽罐中,常用 25 L、50 L、100 L、250 L。如有特殊要求,可按销售协议另行规定包装。

6.3 运输

3,3,3-三氟丙基甲基二甲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。运输应符合中华人民共和国铁路、公路等对危险货物运输的有关规定。

6.4 贮存

3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷应贮存在通风、阴凉、干燥的地方,不得靠近热源、火源。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。

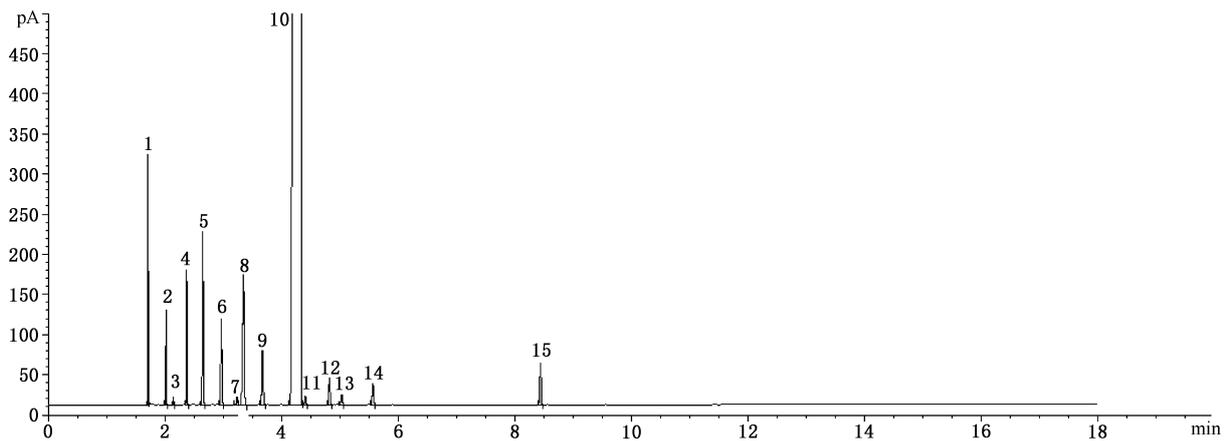
1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

附录 A
(规范性附录)

3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷含量测定配制样品色谱图和各组分相对保留值

A.1 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷的配制样品色谱图

配制样品色谱图见图 A.1。



说明：

- 1 —— 甲醇；
- 2 —— 二甲氧基甲基硅烷；
- 3 —— 未知杂质 1；
- 4 —— 二甲氧基二甲基硅烷；
- 5 —— 原甲酸三甲酯；
- 6 —— 三甲氧基甲基硅烷；
- 7 —— 未知物 2；
- 8 —— 三氟丙基甲基二氯硅烷；
- 9 —— 四甲氧基硅烷；
- 10 —— 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷；
- 11 —— 未知物 3；
- 12 —— 未知物 4；
- 13 —— 未知物 5；
- 14 —— 未知物 6；
- 15 —— 未知物 7。

图 A.1 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷含量测定配制样品色谱图

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

序号	组 分	保留时间/min	相对保留值
—	甲烷	1.56	—
1	甲醇	1.70	0.05
2	二甲氧基甲基硅烷	2.01	0.16
3	未知物 1	2.19	0.22
4	二甲氧基二甲基硅烷	2.36	0.28
5	原甲酸三甲酯	2.64	0.38
6	三甲氧基甲基硅烷	2.96	0.49
7	未知物 2	3.22	0.58
8	三氟丙基甲基二氯硅烷	3.32	0.62
9	四甲氧基硅烷	3.66	0.74
10	3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷	4.41	1.00
11	未知物 3	4.46	1.02
12	未知物 4	4.84	1.15
13	未知物 5	5.04	1.22
14	未知物 6	5.57	1.41
15	未知物 7	8.43	2.41
注：甲烷仅用于死时间的测定。			

附 录 B

(资料性附录)

3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷有关安全信息的提示

B.1 按 GB 6944 的规定,3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷属于易燃液体。遇明火、高热会引起燃烧,放出有毒气体;装有 3,3,3-三氟丙基甲基二甲氧基硅烷的包装容器,若遇高热,容器内压力增大,有开裂的危险。用水雾,耐醇泡沫,干粉或二氧化碳灭火;喷水冷却未打开的容器;如有必要,佩戴自给式呼吸器进行消防作业。

B.2 当接触其液体会引起皮肤刺激,其蒸气能刺激人眼皮肤和呼吸系统,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。
