



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 33074—2016

---

## 工业用甲基三丁酮肟基硅烷

Methyltris(methylethylketoxime)silane for industrial use

2016-10-13 发布

2017-05-01 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。

本标准负责起草单位：湖北新蓝天新材料股份有限公司、浙江衢州硅宝化工有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、湖北中珞新材料工程研究中心有限公司。

本标准参与起草单位：湖北德众化工有限公司、湖北武大有机硅新材料股份有限公司、浙江华进科技股份有限公司。

本标准主要起草人：廖俊、钟文德、肖俊平、黄煜、李冲合、彭建雄。

## 工业用甲基三丁酮肟基硅烷

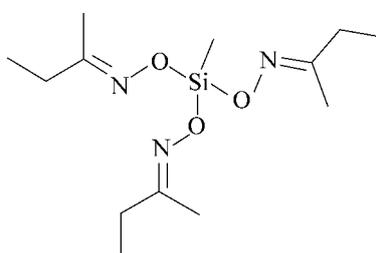
### 1 范围

本标准规定了工业用甲基三丁酮肟基硅烷的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以甲基三氯硅烷或甲基三烷氧基硅烷和丁酮肟等为原料制得的工业用甲基三丁酮肟基硅烷(简称 MOS)。

分子式:  $C_{13}H_{27}N_3O_3Si$

结构式:



相对分子质量: 301.46(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 试验方法中所用试剂及制品的制备
- 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 液体化工产品颜色测定法(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 °C)
- 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
- GB 30000.7 化学品分类和标签规范 第 7 部分:易燃液体

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

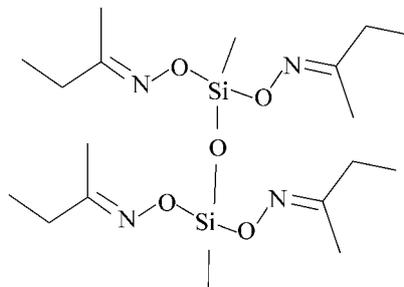
**主含量 main content**

第1章中结构式所示的甲基三丁酮肟基硅烷的含量。

3.2

**二聚体 dimer**

甲基三丁酮肟基硅烷水解产生的二聚物,其结构式为:



3.3

**有效含量 effective content**

主含量与二聚体含量之和。

4 要求

4.1 外观:无色至淡黄色透明液体,无可见机械杂质。

4.2 工业用甲基三丁酮肟基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
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤50
密度(20 °C)/(g/cm <sup>3</sup> )	0.975~0.995
折光率, n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	1.450 0~1.456 0
氯含量/(mg/kg)	≤30
有效含量, w/%	≥95.0
主含量, w/%	≥90.0
二聚体含量, w/%	≤5.0
丁酮肟含量, w/%	≤1.0

5 试验方法

**警告:**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。

5.1 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、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。

## 5.2 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。

## 5.3 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行测定。

## 5.4 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。

## 5.5 折光率的测定

按 GB/T 6488 的规定进行测定。测定温度为 25 ℃。

## 5.6 氯含量的测定

按 GB/T 3050 的规定进行测定。

其中,试样处理:准确称取约 20 g 样品,精确至 0.01 g,置于 150 mL 杯中,加入 70 mL 乙醇溶液(1+1),将烧杯放置于电位滴定仪实验台上,开启搅拌,然后滴加 0.5 mL 硝酸溶液(1+1),搅拌 15 min,静置 2 min 后,按电位滴定仪滴加键开始测试。

## 5.7 有效含量、主含量、二聚体含量及丁酮肟含量的测定

### 5.7.1 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,采用面积归一法计算各组分含量。

### 5.7.2 试剂及材料

5.7.2.1 氮气:含量大于或等于 99.99%,经活性炭和分子筛净化。

5.7.2.2 氢气:含量大于或等于 99.99%,经活性炭和分子筛净化。

5.7.2.3 空气:经活性炭和分子筛净化。

### 5.7.3 仪器及设备

5.7.3.1 气相色谱仪:配有氢火焰检测器,灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的规定。

5.7.3.2 微量进样器:5  $\mu\text{L}$  或 10  $\mu\text{L}$ 。

5.7.3.3 记录仪:色谱工作站。

### 5.7.4 色谱柱及操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图见图 A.1,各组分相对保留值见表 A.1,其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 2 色谱柱和色谱操作条件

项目	参数
色谱柱	5%苯基-95%聚二甲基硅氧烷毛细管色谱柱
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.25 mm×0.25 μm
氮气流速/(mL/min)	2
氢气流速/(mL/min)	40
空气流速/(mL/min)	400
分流比	100 : 1
汽化室温度/℃	280
检测器温度/℃	280
柱温/℃	初始温度 110 ℃,保持 1 min,升温速率为 20 ℃/min,最终温度 280 ℃,保持 15 min
进样体积/μL	0.2

### 5.7.5 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,待程序完成后得到一个气相色谱图,读取数据。

### 5.7.6 结果计算

组分  $i$  的含量的质量分数  $w_i$ ,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;

$\sum A_i$  ——各组分峰面积之和。

主含量两次平行测定结果的绝对差值不得大于 0.3%,丁酮肟含量及二聚体含量两次平行测定结果的绝对差值不得大于 0.2%,取两次平行测定结果的平均值作为测定结果。

## 6 检验规则

6.1 第 4 章规定的全部项目为型式检验项目,出厂检验项目为:外观、色度、氯含量、有效含量(包括主含量和二聚体含量)、丁酮肟含量。正常生产时,每季度进行一次型式检验;出现下列情况之一时,亦应进行型式检验:

- a) 生产设备及工艺有重大改变时;
- b) 生产的重要原料发生更换时;
- c) 停产较长时间(如 3 个月以上),后再生产时;
- d) 国家法定质量检验部门要求或有新规定时。

6.2 工业用甲基三丁酮肟基硅烷以相同工艺条件、同一批次原料生产的同等质量的均匀产品为一批。

6.3 取样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。取样量不少于 500 mL,分装于两个清洁干燥的塑料瓶中,密封后粘贴标签,注明:产品名称、批号、采样日期、采样人等,一瓶供质量检验部门检验,另一瓶

保存备查。

6.4 检验结果的判断按 GB/T 8170 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复检。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。

## 7 标志、包装、运输和贮存

### 7.1 标志

7.1.1 工业用甲基三丁酮肟基硅烷的每个包装件上应有牢固而清晰的标志,其内容包括:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名称;
- c) 厂址;
- d) 批号和生产日期;
- e) 净含量;
- f) 本标准编号;
- g) GB/T 191 规定的“怕晒”“怕雨”等标识;
- h) GB 30000.7 规定的“警告”“可燃液体”字样。

7.1.2 生产厂应保证每一批出厂的产品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。

### 7.2 包装

工业用甲基三丁酮肟基硅烷采用塑料桶包装,每件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。包装时应充氮气保护。

### 7.3 运输

工业用甲基三丁酮肟基硅烷可采用一般运输工具运输,运输时严禁碰撞、抛丢,禁止与尖锐物品混装混运,运输途中要避免日晒、雨淋,在搬运时轻装轻卸。

### 7.4 贮存

工业用甲基三丁酮肟基硅烷应贮存在通风、干燥、远离热源的仓库中,防止雨淋、受潮、日晒。

工业用甲基三丁酮肟基硅烷在符合本标准规定的包装、运输、贮运条件下,自生产之日起未开封产品的贮存期为 12 个月。

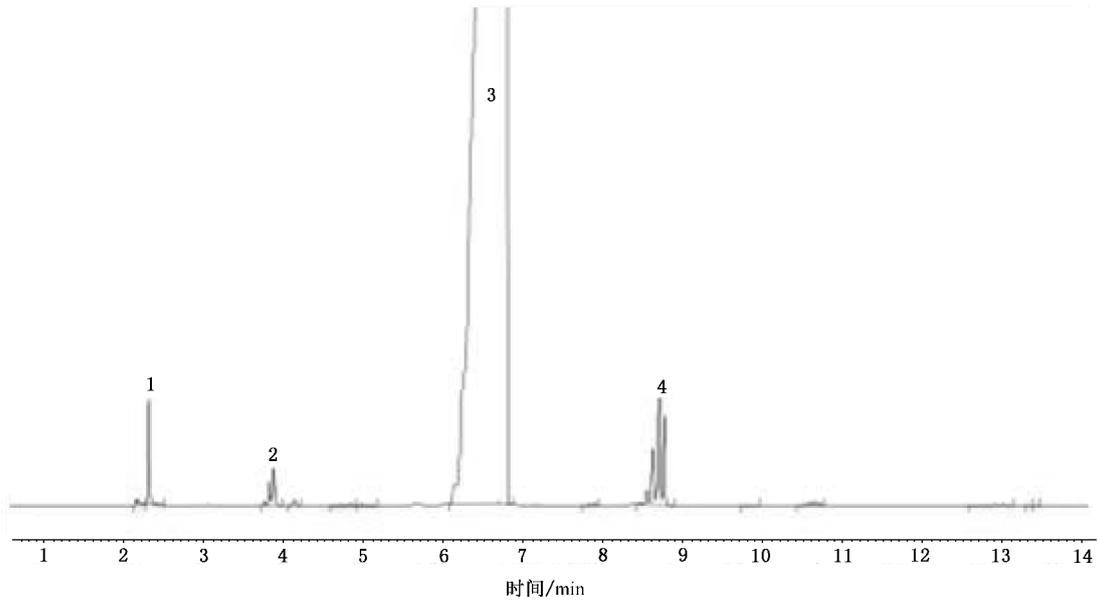
工业用甲基三丁酮肟基硅烷包装开封以后应尽快使用。

附录 A  
(规范性附录)

甲基三丁酮肟基硅烷各组分含量测定的典型色谱图及相对保留值

A.1 甲基三丁酮肟基硅烷各组分含量测定的典型色谱图

工业用甲基三丁酮肟基硅烷各组分含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——丁酮肟；
- 2——未知物；
- 3——甲基三丁酮肟基硅烷；
- 4——二聚体。

图 A.1 工业用甲基三丁酮肟基硅烷典型气相色谱图

A.2 各组分的相对保留值

各组分的相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分的相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	丁酮肟	0.338
2	未知物	0.568
3	甲基三丁酮肟基硅烷	1
4	二聚体	1.297