



中华人民共和国国家标准

GB/T 30302—2013

工业用苯基三氯硅烷

Phenyltrichlorosilane for industrial use

2013-12-31 发布

2014-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

本标准起草单位:浙江新安化工集团股份有限公司、浙江开化合成材料有限公司。

本标准主要起草人:胡家啟、叶世胜、皇甫祝军、吴涛、郑云峰、魏晓红、纪建华。

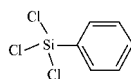
工业用苯基三氯硅烷

1 范围

本标准规定了工业用苯基三氯硅烷的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存及安全。本标准适用于格氏法、缩合法等工艺路线制得的苯基三氯硅烷。

分子式： $\text{C}_6\text{H}_5\text{SiCl}_3$

结构式：



相对分子质量：211.55(按 2007 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 3143 液体化学产品颜色测定方法(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 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/T 24165—2009 染料产品中多氯联苯的测定

SN/T 1877.2—2007 塑料原料及其制品中多环芳烃的测定方法

3 要求

3.1 外观:透明液体,无可见机械杂质。

3.2 苯基三氯硅烷指标应符合表 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		≤ 50
苯基三氯硅烷质量分数/%	≥ 99.0	≥ 98.0	≥ 98.0
苯并[a]芘含量/(mg/kg)	不得检出	≤ 1	≤ 20
16 种多环芳香烃(PAH)总量/(mg/kg)	不得检出	≤ 10	≤ 200
多氯联苯(PCBs)含量/(mg/kg)	≤ 0.5		

4 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。

4.1 外观的测定

取适量实验室样品，在自然光下目视观察。

4.2 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

4.3 苯基三氯硅烷含量的测定

4.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，使试样汽化后，通过毛细管色谱柱，使各组分得到分离，用热导检测器检测，采用面积归一化法定量。

4.3.2 试剂

氢气：体积分数不小于 99.99%，经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 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。

4.3.3.2 色谱工作站或数据处理机。

4.3.3.3 微量注射器：1 μL 或 10 μL 。

4.3.4 色谱柱及典型操作条件

本标准所推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2。典型色谱图和各组分的相对保留值参见附录 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操作条件均可使用。

表 2 色谱柱及典型操作条件

色谱柱	100%三氟丙基甲基聚硅氧烷, 30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 1.0 μm
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	初始温度 50 $^{\circ}\text{C}$, 保持 2 min, 升温速率为 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 终温 230 $^{\circ}\text{C}$, 保持 15 min
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	300
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	300
载气	氢气
载气流量/(mL/min)	1.8
恒定柱流量+尾吹/(mL/min)	7.0
分流比	50 : 1
进样量/ μL	1.0

4.3.5 分析步骤

色谱仪开启后,按表 2 色谱操作条件或其他合适的条件进行调节,待仪器稳定后,进行样品的测定,用色谱数据处理机或工作站记录各组分的峰面积。其中,空气和氯化氢组分峰在工作站或数据处理机上进行锁定处理,不列入结果计算。

4.3.6 结果计算

苯基三氯硅烷的质量分数 w 按式(1)计算:

$$w = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A —— 苯基三氯硅烷的峰面积;

$\sum A_i$ —— 各组分峰面积的总和。

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 0.10%。

4.4 苯并[a]芘含量和 16 种多环芳香烃(PAH)总量的测定

按 SN/T 1877.2—2007 中“第一法 气相色谱-质谱联用”的规定进行。其中,苯基三氯硅烷为液体,不需进行 SN/T 1877.2—2007 中第 6 章、7.1 和 7.2 步骤。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不超过平均值的 15%。

4.5 多氯联苯(PCBs)含量的测定

按 GB/T 24165—2009 的规定进行。其中,苯基三氯硅烷为液体,不需进行 GB/T 24165—2009 的 4.5.1 之步骤。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不超过平均值的 15%。

5 检验规则

5.1 第 3 章的全部项目为型式检验项目,其中外观、色度、苯基三氯硅烷为出厂检验项目。在正常情况下,每 3 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) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产后又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 发生重大质量事故时;
- f) 质量监督机构依法提出要求时。

5.2 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。

5.3 生产厂可从贮罐中采取有代表性的样品,用户可以从每次收到的产品中进行采样。按 GB/T 6678、GB/T 6680 中的规定确定采样单元数和采样方法。由于甲基苯基二氯硅烷遇空气极易水解,采样应用清洁干燥的玻璃或塑料取样瓶,事先用氮气吹扫,并尽量避免与空气接触,取样结束后应立即加盖密封保存。

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,桶装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验,罐装产品应重新多点采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则该批产品应作降等或不合格处理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

6.1.1 苯基三氯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 中规定的“易燃液体”、“腐蚀品”标志。

6.1.2 每批出厂的苯基三氯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

苯基三氯硅烷产品应采用干燥、清洁的衬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。包装应密封,不宜与空气接触。

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。不应与强酸、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。搬运时应轻装轻卸,防止包装及容器损坏。

6.4 贮存

苯基三氯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。

7 安全

7.1 危险警告

苯基三氯硅烷是易燃液体,对呼吸道和眼结膜有强烈刺激作用,吸入后可引起咽喉、支气管的痉挛、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。

7.2 安全措施

苯基三氯硅烷应密闭操作,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。防止蒸汽泄漏到工作场所空气中,可能接触其蒸汽时,操作人员应佩戴防毒面具、

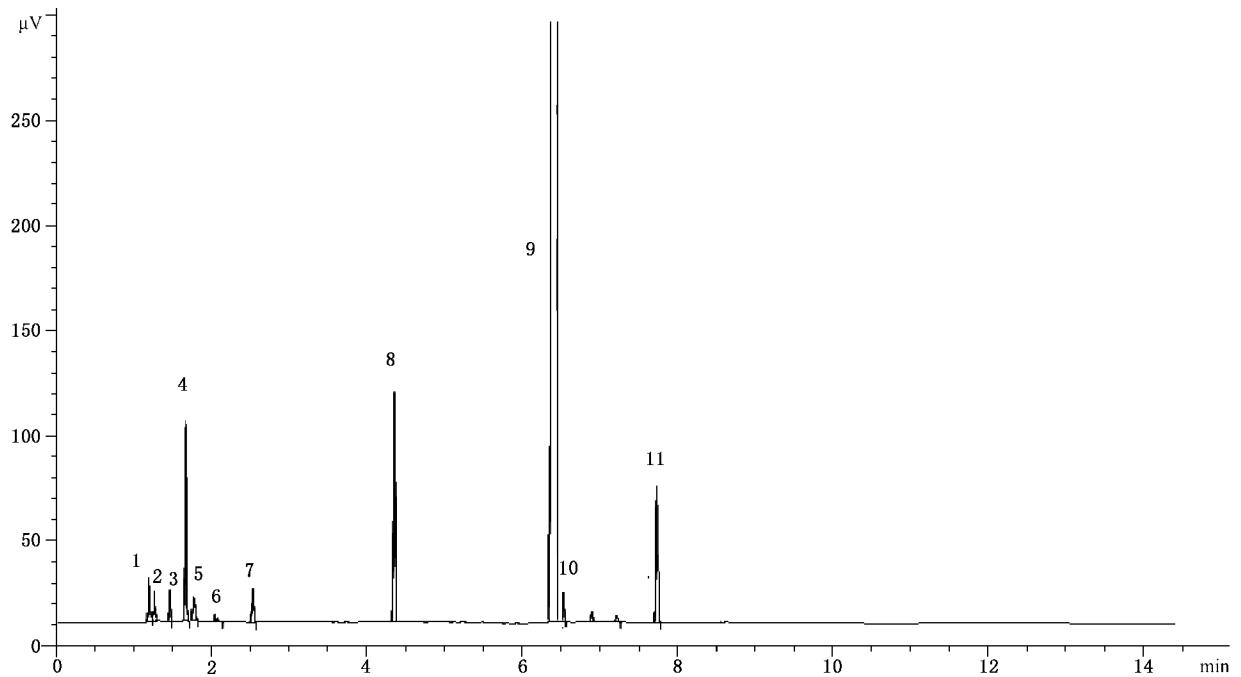
防护眼镜和橡胶手套,配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。如皮肤接触,立即用流动清水彻底冲洗,若有灼伤,就医治疗;如眼睛接触,立即提起眼睑,用流动的清水或生理食盐水冲洗至少 15 min 并就医。如吸入,应迅速脱离现场至空气新鲜处,保持呼吸通畅,呼吸有困难时给输氧并就医。如食入,患者清醒时立即漱口,给饮牛奶或蛋清并就医。

附 录 A
(资料性附录)

苯基三氯硅烷含量测定的典型色谱图和各组分的相对保留值

A.1 苯基三氯硅烷含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——空气；
- 2——氯化氢；
- 3——三氯氢硅；
- 4——甲基氢二氯硅烷；
- 5——四氯化硅；
- 6——甲基三氯硅烷；
- 7——苯；
- 8——氯苯；
- 9——苯基三氯硅烷；
- 10——甲基苯基二氯硅烷；
- 11——高沸物。

图 A.1 苯基三氯硅烷含量测定的典型色谱图

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 各组分相对保留值

序号	组分名称	相对保留值
1	三氯氢硅	0.05
2	甲基氢二氯硅烷	0.08
3	四氯化硅	0.09
4	甲基三氯硅烷	0.17
5	苯	0.25
6	氯苯	0.61
7	苯基三氯硅烷	1.00
8	甲基苯基二氯硅烷	1.04
