ICS 71.100.40
G 71

中华人民共和国国家标准

GB/T 24796—2009

环己基甲基二甲氧基硅烷

Cyclohexyl-methyl-di-methoxysilane

2009-12-15 发布　　2010-06-01 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

本标准的附录A为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会化学助剂分技术委员会归口。

本标准负责起草单位：江西师大化工有限公司。

本标准主要起草人：廖维林、熊斌、崔国娣、林春花、王姓。

环己基甲基二甲氧基硅烷

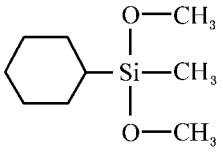
1 范围

本标准规定了环己基甲基二甲氧基硅烷的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以二氯氢硅、环己烯、氯代环己烷、甲基三氯硅烷或甲基三甲氧基硅烷等为主要原料经不同工艺而合成的环己基甲基二甲氧基硅烷。

分子式：$C_9H_{20}O_2Si$

结构式：



相对分子质量：188.34(按 2007 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 1664 增塑剂外观色度的测定

GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定(20 ℃)

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 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD)

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

环己基甲基二甲氧基硅烷应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 环己基甲基二甲氧基硅烷的技术要求

项 目		指 标
外观		无色透明液体
色度(铂-钴色号)	≤	10
纯度/%	≥	99.70
水分的质量分数/%	≤	0.10
甲醇含量/%	≤	0.01
折光率(20 ℃)		1.436 0～1.438 0
密度(d^{20})/(g/cm^3)		0.942～0.947

4 试验方法

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

本标准中试验数据的表示方法和修约规则应符合 GB/T 8170 中的有关规定。

警示：环己基甲基二甲氧基硅烷为易燃品，进行分析时应注意安全。

4.1 外观的测定

在自然光下目测。

4.2 色度的测定

按 GB/T 1664 之规定进行测定。

4.3 纯度及甲醇含量的测定

4.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，样品经气化通过毛细管色谱柱，使其中各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器(FID)检测，用校正面积归一化法计算各组分的含量。

4.3.2 试剂及材料

4.3.2.1 氮气：体积分数不低于 99.99%。

4.3.2.2 氢气：体积分数不低于 99.99%。

4.3.2.3 空气：经活性炭和分子筛净化。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器(FID)，整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 中的有关规定。对样品中 0.001%(质量分数)的组分所产生的峰高应大于噪声的两倍。

4.3.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

4.3.3.3 进样器：1 μL 或 10 μL 微量注射器。

4.3.4 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 规定。

表 2 色谱操作条件

色谱柱	OV-17 熔融石英毛细管柱
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.5 μm
柱箱温度/℃	100
气化室温度/℃	200
检测器温度/℃	200
柱前压/kPa	120
燃气(氢气)流量/(mL/min)	40～50
助燃气(空气)流量/(mL/min)	500
补充气(氮气)流量/(mL/min)	10～30
载气流量/(mL/min)	1～1.5
分流比	(50～60)∶1
进样量/μL	0.2～0.3

4.3.5 操作步骤

按照色谱操作条件调整仪器，基线稳定后，用微量注射器进样，测量各峰面积，按校正面积归一化法进行计算。

4.3.6 典型色谱图见图 1，各组分保留时间和推荐的校正因子见表 3。

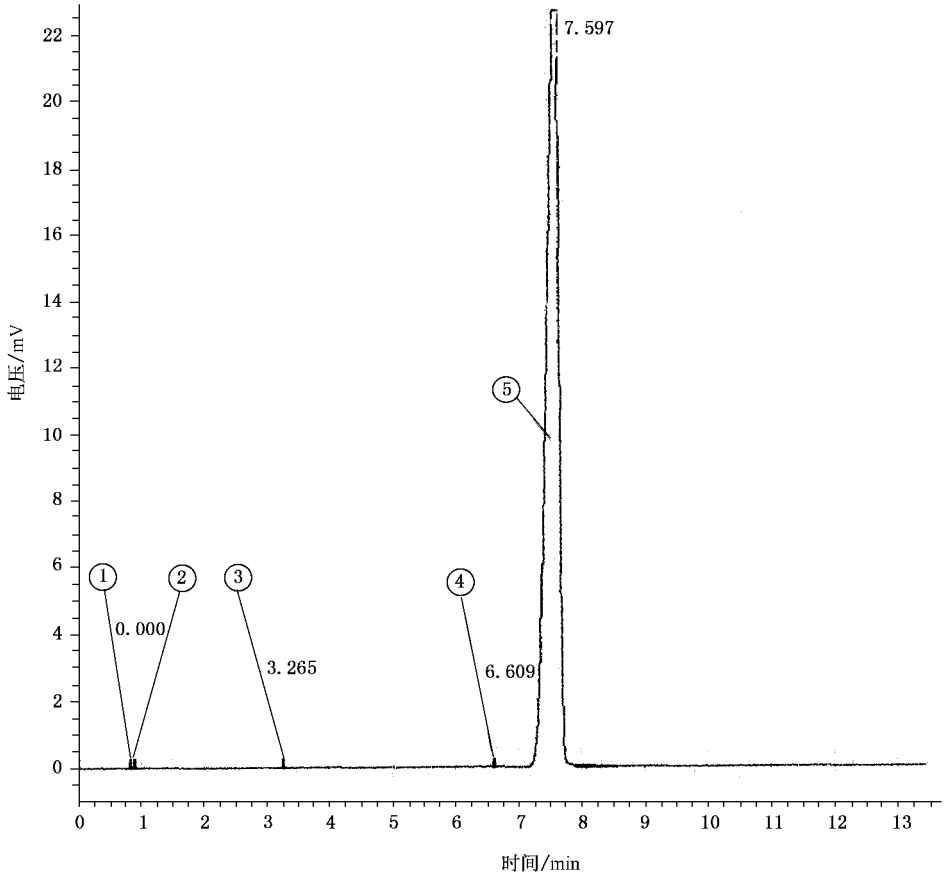


图 1　环己基甲基二甲氧基硅烷典型色谱图

表 3　环己基甲基二甲氧基硅烷色谱图组分相对保留时间及推荐的校正因子
（校正因子的测定参见附录 A）

峰号	相对保留时间/min	组分名	推荐的校正因子 （相对于环己基甲基二甲氧基硅烷）
1	0.83	甲醇	0.68
2	0.90	杂质	1
3	3.26	环己酮	1
4	6.60	三甲基甲氧基硅烷	1
5	7.59	环己基甲基二甲氧基硅烷	1

4.3.7　结果计算

4.3.7.1　计算公式

采用校正面积归一法，以质量分数 w_s 表示的被测组分含量，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_s = \frac{f_s A_s}{\sum f_i A_i} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

f_s——试样中被测组分的校正因子；

A_s——试样中被测组分的峰面积；

f_i——试样中各组分的校正因子；

A_i——试样中各组分的峰面积。

4.3.7.2　试样中被测组分实际含量的计算

试样中被测组分的实际含量应为色谱数据处理机或色谱工作站计算出的数值(纯度)减去试样中的水分的质量分数。数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_s' = \frac{w_s}{100} \times (100 - X_1) \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中:

w_s'——试样中环己基甲基二甲氧基硅烷的实际含量;

X_1——试样中水分的质量分数。

4.3.7.3 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。

纯度两次平行测定结果之差值不得大于0.2%。

4.4 水分的测定

按GB/T 6283之规定进行测定。

4.5 折光率的测定

按GB/T 6488之规定进行测定。

4.6 密度的测定

按GB/T 4472—1984中2.3.2韦氏天平法之规定进行测定。

5 检验规则

5.1 检验分类

表1中规定的全部项目为出厂检验项目。

5.2 生产厂检验

本产品应由生产厂的质量检验部门按本标准检验合格后方可出厂,并应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:产品名称、本标准号、生产厂名称、地址、生产日期、批号等。

5.3 组批规则

本产品以同次精馏产品为一批。

5.4 采样

按GB/T 6680规定采样。取样量不得少于1 000 mL,分装于两个清洁干燥的玻璃瓶中,密封瓶口,贴标签并注明:产品名称、采样日期、批号、采样人。一瓶用于检验,另一瓶保存以备复查。

5.5 复检

出厂检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应从同批产品中重新自两倍量的包装件中采样进行复检,复检结果中即使只有一项指标不符合本标准要求,也判该批产品为不合格产品。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

本产品为易燃品,每个包装容器上应有清晰的符合GB 190中规定的易燃品标志。

每个包装容器上还应有清晰牢固的如下内容的标志:产品名称、生产厂名称、本标准号、生产日期、批号、净含量、商标、详细地址及联系电话。

6.2 包装

本产品应使用镀锌马口桶包装,每桶净含量180 kg。也可根据用户要求采用其他包装方式。本产品在灌装时应注意流速,并有接地装置,防止静电积聚。装完后充氮密封,隔绝空气。

6.3 运输

本产品在运输时应防止猛烈撞击,轻装、轻卸,防止包装及容器损坏。同时应防雨、防晒,应备有遮蓬。

6.4 贮存

本产品应贮存于通风、阴凉、干燥的库房内，仓库温度不宜超过30 ℃，防止阳光直射，远离火种及热源，保持容器密封，应与氧化剂分开存放。

在符合本标准规定的运输、贮存条件下，自生产之日起贮存期为6个月。

本产品超过贮存期后，按本标准规定检验合格后仍可使用。

附 录 A
（资料性附录）
环己基甲基二甲氧基硅烷相对校正因子的测定

A.1 方法提要

配制与产品成分接近的含甲醇的环己基甲基二甲氧基硅烷标准样品，按与测定样品相同的试验条件对标准样品进行测定，记录各组分的响应面积值。根据各组分的质量分数及各组分响应面积值计算甲醇相对于环己基甲基二甲氧基硅烷的响应值之比即为其相对质量校正因子。其他已知和未知组分相对校正因子均采用环己基甲基二甲氧基硅烷的相对校正因子。

A.2 试剂

A.2.1 甲醇[67-56-1]：色谱纯。

A.2.2 环己基甲基二甲氧基硅烷 [17865-32-6]：蒸馏后纯度大于 99.92%未检出甲醇的样品。

A.3 校正因子的测定

在已知质量的 100 mL 容量瓶中加入环己基甲基二甲氧基硅烷至标线附近，称量（精确至 0.000 2 g）。再用微量注射器加入甲醇 100 μL 立即称量（精确至 0.000 2 g），充分摇匀。配制成校准用标准样品，按与测定样品相同的试验条件进行测定。标准样品有效期为 0.5 d。

A.4 校正因子的计算

甲醇相对于环己基甲基二甲氧基硅烷的校正因子按式（A.1）计算：

$$f'_i = \frac{m_i b_i A'_s}{m_s b_s A'_i} \qquad \cdots\cdots (A.1)$$

式中：

m_i——标准样品中甲醇的质量的数值，单位为克（g）；

b_i——甲醇的纯度；

A'_s——环己基甲基二甲氧基硅烷的峰面积；

m_s——标准样品中环己基甲基二甲氧基硅烷质量的数值，单位为克（g）；

b_s——环己基甲基二甲氧基硅烷的纯度；

A'_i——甲醇的峰面积。

A.5 校正因子的定期测定

校正因子应定期测定，按鉴定周期或仪器状态发生变化时更换。