



中华人民共和国国家标准

GB/T 20434—2006

一 甲 基 三 氯 硅 烷

Trichloromethylsilane

2006-01-23 发布

2006-11-01 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

GB/T 20434—2006

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准负责起草单位:蓝星化工新材料股份有限公司江西星火有机硅厂。

本标准主要起草人:陈卫东、刘雪英、吴萍、陈其阳。

本标准为首次制定。

一 甲 基 三 氯 硅 烷

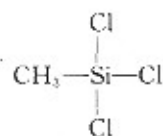
1 范围

本标准规定了一甲基三氯硅烷的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存及安全。

本标准适用于以直接合成法生产的混合甲基氯硅烷经分馏提纯制得的一甲基三氯硅烷。

分子式: CH_3SiCl_3

结构式:



相对分子质量: 149.48 (按 2001 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 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法 (GB/T 6682—1992, eqv ISO 3696:1987)

3 性状

一甲基三氯硅烷为无色透明液体。

4 要求

一甲基三氯硅烷应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标	
		一等品	合格品
一甲基三氯硅烷的质量分数/%	$\geq$	99.0	98.0
三甲基一氯硅烷的质量分数/%	$\leq$	0.1	0.3
四氯化硅的质量分数/%	$\leq$	0.1	0.2

5 试验方法

5.1 一般规定

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 规定的三级水。

5.2 一甲基三氯硅烷中各组分含量的测定

5.2.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,使样品汽化后经色谱柱得到分离,用热导检测器,采用校正面

GB/T 20434—2006

积归一化法定量。

5.2.2 试剂

载气：氢气，体积分数大于 99.99%。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 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。以丙烷为样品，仪器灵敏度 ≤ 400 pg/mL。

5.2.3.2 色谱工作站或数据处理机。

5.2.3.3 微量注射器：1 μ L 或 10 μ L。

5.2.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2，典型色谱图见图 1。能达到同等分离程度的其他毛细管色谱柱及操作条件均可使用。组分的相对保留值见表 3，相对质量校正因子见表 4。

表 2 色谱柱及典型操作条件

色谱柱	14% 氰苯基 86% 甲基聚硅氧烷, 30 m $\times$ (0.32 mm 或 0.25 mm) $\times$ 0.25 μ m
载气	氢气
分流比	100 : 1
毛细柱出口流量/(mL/min)	1.2~1.5
柱温/ $^{\circ}$ C	初始温度 50 $^{\circ}$ C, 保持 3 min~3.5 min, 升温速率 50 $^{\circ}$ C/min, 终温 150 $^{\circ}$ C, 保持 2 min
汽化温度/ $^{\circ}$ C	150 $^{\circ}$ C
检测温度/ $^{\circ}$ C	300 $^{\circ}$ C
进样量/ μ L	0.5~1.0

表 3 组分的相对保留值

峰序	组分名称	相对保留值
1	二甲基一氯硅烷	0.83
2	一甲基二氯硅烷	0.86
3	四氯化硅	0.88
4	三甲基一氯硅烷	0.90
5	一甲基三氯硅烷	1.00
6	二甲基二氯硅烷	1.02

表 4 组分的相对质量校正因子

峰序	组分名称	相对质量校正因子
1	二甲基一氯硅烷	0.79
2	一甲基二氯硅烷	0.87
3	四氯化硅	1.36
4	三甲基一氯硅烷	0.82
5	一甲基三氯硅烷	1.00
6	二甲基二氯硅烷	0.88

5.2.5 分析步骤

色谱仪启动后进行必要的调节, 以达到表 2 的色谱操作条件或其他适宜条件。当色谱仪达到设定的操作条件并稳定后, 进行样品的测定。用色谱数据处理机或色谱工作站记录各组分的峰面积。

5.2.6 结果计算

一甲基三氯硅烷中各组分的质量分数 w_i , 数值以%表示, 按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i f_i}{\sum (A_i f_i)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

f_i ——组分 i 的相对质量校正因子;

$\sum A_i f_i$ ——各组分校正峰面积的总和。

取两次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: 对于一甲基三氯硅烷, 不大于 0.20%; 对于三甲基一氯硅烷, 不大于 0.03%; 对于四氯化硅, 不大于 0.05%。

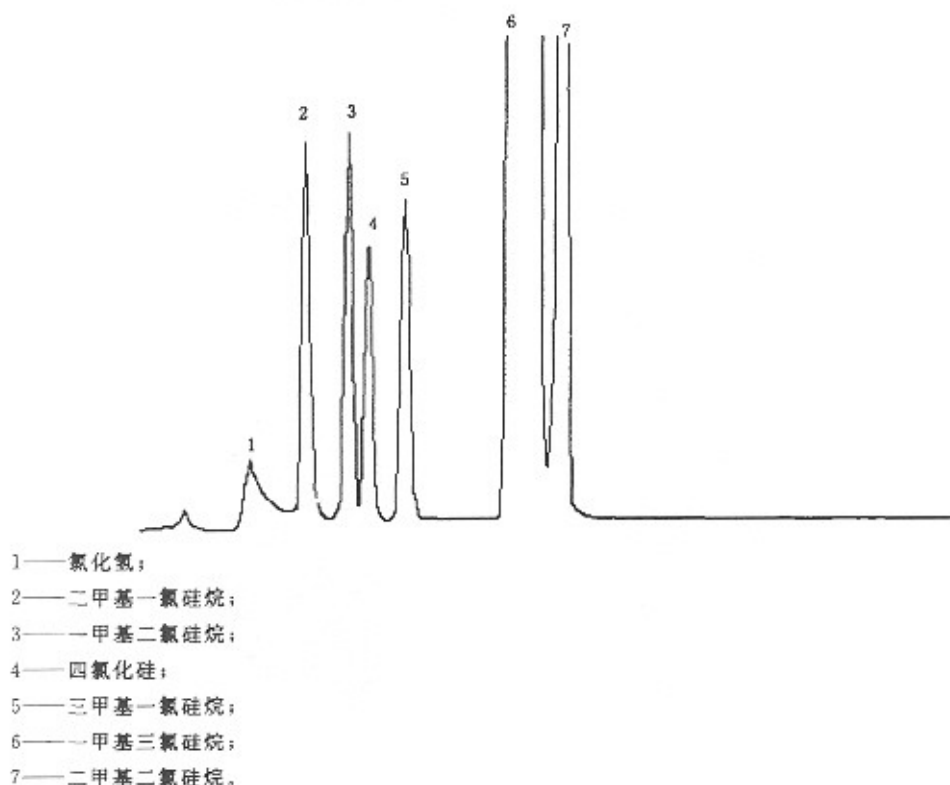


图 1 一甲基三氯硅烷的典型色谱图

6 检验规则

6.1 表 1 中规定的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 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。

6.3 生产厂可从贮罐中或生产线上采取有代表性的样品, 用户可以从贮运槽车中或从同一批桶装产品中采样。由于一甲基三氯硅烷遇空气极易水解, 所以采样过程时间要短, 采样后应立即加密封。

6.4 生产厂应保证每批出厂的一甲基三氯硅烷都符合本标准的要求。每一批出厂的一甲基三氯硅烷都应附有一定格式的质量证明书。内容包括: 生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、等级和本标准编号。用户可按照本标准规定的技术要求、采样、试验方法, 在到货 10 d 内对收到的一甲基三氯硅烷进行验收。

6.5 检验结果的判定按 GB/T 1250 中规定的修约值比较法进行。检验结果如果有任何一项指标不符合本标准要求时, 应重新采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求, 则该批产品为不合格。

GB/T 20434—2006

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

一甲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:生产厂名称、厂址、产品名称、生产日期或批号、净质量和本标准编号等及 GB 190 中规定的“易燃液体”标志。

7.2 包装

一甲基三氯硅烷产品采用干燥、清洁的衬塑铁桶或塑料桶包装或根据用户要求包装。包装要求密封,不可与空气接触。

7.3 运输

运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与强酸、强碱、强氧化剂、水、食用化工物品等混装混运。运输途中应防曝晒、雨淋。中途停留时应远离火种、热源、高温区。搬运时要轻装轻卸,防止包装及容器损坏。

7.4 贮存

一甲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。在符合本标准包装、运输和贮存条件下,自生产之日起,本产品保质期为 6 个月,逾期可按本标准重新检验,检验结果符合本标准的要求时,仍可继续使用。

8 安全

8.1 一甲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,吸入后可有咽喉、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。

8.2 一甲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。操作人员须经过专门培训,严格遵守操作规程。防止蒸气泄漏到工作场所空气中,可能接触其蒸气时,建议操作人员佩戴防毒面具、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,用流动清水或生理盐水冲洗至少 15 min 并就医。如吸入,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。



GB/T 20434-2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-28290

定价: 8.00 元