

ICS 83.040

G 32

团 体 标 准

T/ FSI 013-2017

七甲基二硅氮烷

Heptamethyldisilazane

2018-04-01 发布

2018-06-01 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本标准参加起草单位：新亚强硅化学股份有限公司、合盛硅业股份有限公司、中蓝晨光化工研究院有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司。

本标准主要起草人：初亚军、聂长虹、陈敏剑、李昌、彭金鑫、罗晓霞、陈建梅、王永桂。

本标准版权归中国氟硅有机材料工业协会。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会解释。

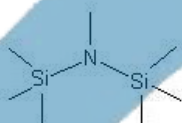
本标准为首次制定。

七甲基二硅氮烷

1 范围

本标准规定了七甲基二硅氮烷的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本标准适用于以三甲基一氯硅烷和一甲氨为主要原料，经合成精制而制成的七甲基二硅氮烷。

分子式： $(\text{CH}_3)_7\text{Si}_2\text{N}$



结构式：

相对分子量：175.42（按2016年国际相对原子质量）

CAS：920-68-3

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。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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen单位-铂拟钴色号)
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水国家标准
- 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 12463 危险货物运输包装通用技术条件
- GB 15603 常用化学危险品贮存通则

3 术语定义

3.1 低沸物

低于六甲基二硅氧烷沸点组分的统称。

3.2 高沸物

高于七甲基二硅氮烷沸点组分的统称。

4 要求

T/ FSI 013-2017

4.1 外观

七甲基二硅氮烷产品为无色透明液体，无明显可见杂质。

4.2 技术指标

七甲基二硅氮烷应符合表1的技术要求：

表1 技术要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
色度 (Hazen 单位) ≤	10	20
低沸物 % ≤	0.1	0.2
六甲基二硅氧烷 (质量分数) % ≤	0.2	0.3
六甲基二硅氮烷 (质量分数) % ≤	0.05	0.1
七甲基二硅氮烷 (质量分数) % ≥	99.5	99.0
高沸物 (质量分数) % ≤	0.2	0.4
氯离子 (Cl ⁻) (质量分数) % ≤	0.001	0.002

5 试验方法

在没有特殊要求下，本标准使用均为分析纯试剂和GB/T 6682标准中规定的三级水。

5.1 外观检测

取样品100 mL注入比色管至刻度线，在充足的光线下观察液体的透明度和有无可见杂质。

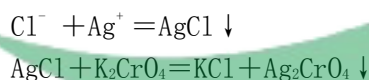
5.2 七甲基二硅氮烷含量检测

按本标准附录A的方法进行检测。

5.3 氯离子检测

5.3.1 方法原理

样品中的氯离子以铬酸钾为指示剂，用硝酸银标准滴定溶液滴定，溶液由无色至有砖红色沉淀析出为终点。



5.3.2 试剂

硝酸银标准滴定溶液： $C_{(\text{AgNO}_3)} = 0.01000 \text{ mol/L}$ ；

铬酸钾溶液： 5 % 水溶液。

5.3.3 仪器

三角瓶： 250 mL；

分液漏斗： 250 mL；

加热装置：2000 W；
 滴定管：棕色，2 mL。

5.3.4 分析操作

精确称取样品50 g（精确至0.01 g）于250 mL分液漏斗中，加入100 mL蒸馏水，振荡萃取10 min，静止分层后，移取水相于三角瓶中，加热煮沸后微沸30 min；冷却后，加入铬酸钾指示剂5滴，以硝酸银标准滴定溶液滴至有砖红色沉淀析出时为终点。同时做空白试验。

5.3.5 结果计算

样品中氯离子的质量分数 W_a 以(Cl⁻)计，按下式计算：

$$W_a = \frac{[(V - V_0)/1000]c \times M}{m} \times 100$$

式中：

c —— 硝酸银标准滴定溶液的物质的量浓度，mol/L；

V —— 试样消耗硝酸银标准滴定溶液的消耗体积，mL；

V_0 —— 空白消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

M —— 氯摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）；（ $M = 35.461$ ）

m —— 样品的质量，g。

5.4 色度检测

色度的测定按GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法(Hazen单位-铂钴色号)的规定进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准的所有检测项目均为出厂检验项目。

6.2 组批

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的产品为一检验组批，其最大组批量不超过50吨。每批随机抽产品0.5kg作出厂检验样品。随机抽取产品0.5kg，作为型式检验样品。

6.3 抽样规则

本产品按GB/T 6680《液体化工产品采样通则》的规定进行采样。采样量不少于500 g，分别装于两个清洁、干燥、带磨口的玻璃瓶中，一瓶供检验，一瓶作为保留样封存。采样瓶上贴有标签注明：产品名称、型号、批号、采样日期、取样人姓名。

6.4 判断规则

使用单位在一周内对所收到的产品进行验收。若检验结果出现不合格项，应从该批产品中加倍抽样复检不合格项，复检结果仍不合格，则判定该批产品不合格。

检验结果以GB/T 8170《数值修约规则与极限数值的表示和判定》标准中的修约值比较法进行判定。当供需双方对产品质量有异议时，由双方协商解决或申请仲裁。

T/ FSI 013-2017

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

本产品包装容器上的标志，按GB 190《危险货物包装标志》相关规定执行。

每批出厂产品均应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：生产厂名称、地址、电话号码、产品名称、批号、净重、毛重、生产日期和标准编号。

7.2 包装

本产品易于水解，遇酸性物质易发生剧烈反应，包装要求密封，不可与空气接触。

本产品采用清洁干燥密封良好的200 L 钢桶或塑料桶包装，也可根据客户要求并符合安全规定的容器进行包装。

7.3 运输

本产品按GB 12463《危险货物运输包装通用技术条件》的规定进行运输。在运输装卸过程中要轻装轻卸，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运输。

本产品运输途中应严防日晒雨淋，应远离火种、热源、高温区。

7.4 贮存

本产品按GB 15603《常用化学危险品贮存通则》的规定进行贮存，要求在清洁、干燥、通风、防水和远离火源的环境中常温密封贮存。

本产品贮存中如出现火情应立即用沙子、干粉灭火器、石棉布等进行扑救。

本产品符合上述规定贮存条件下，自生产之日起，保质期为一年。超过保质期可按本标准进行取样复验，如符合标准要求，仍可使用。

8 安全（下述安全内容为提示性内容但不仅限于下述内容）

警告——使用本标准的人员应熟悉实验室的常规操作。本标准未涉及所有与使用有关的安全问题。使用者有责任建立适宜的安全和健康措施并确保首先符合国家的相关规定。

附 录 A
(规范性附录)
七甲基二硅氮烷含量的气相色谱分析法

A.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,样品经汽化后在色谱柱得到分离,用氢火焰检测器检测,面积归一化法定量。

A.2 试剂

载气: 氮气, 体积分数大于99.99 % ;
燃气: 氢气, 体积分数大于99.99 % ;
助燃气: 空气, 体积分数大于99.99 % 。

A.3 仪器

A.3.1 气相色谱仪: 配有分流装置及氢火焰检测器的气相色谱仪, 整机灵敏度和稳定性符合GB/T 9722 《化学试剂 气相色谱法通则》中的有关规定。

A.3.2 色谱工作站。

A.3.3 微量进样器: 1~10 μL 。

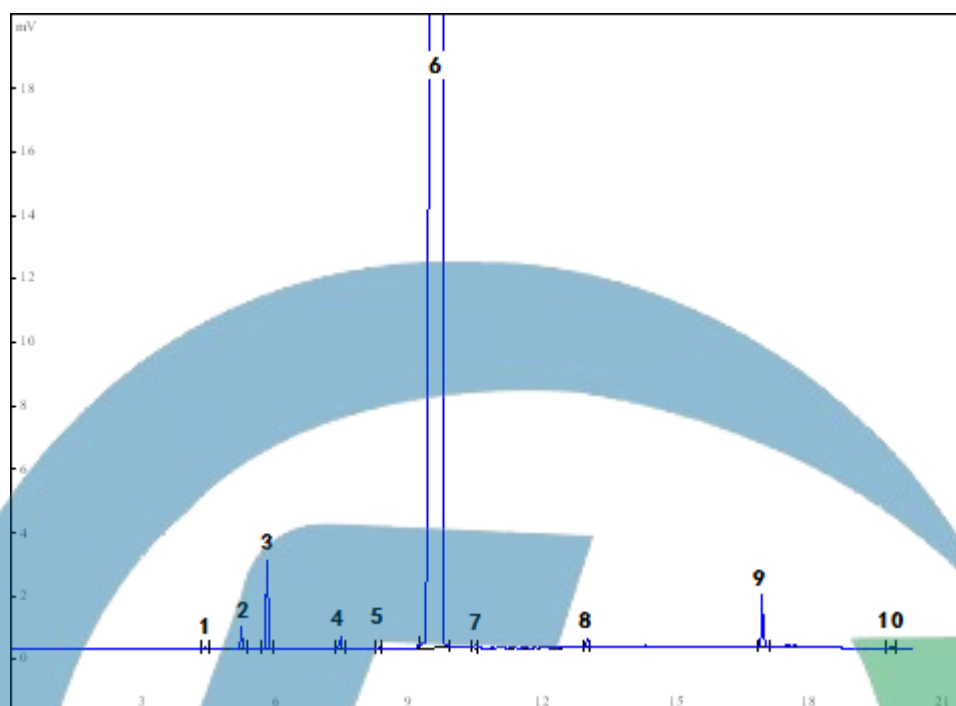
A.3.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱及典型操作条件见表 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。典型色谱图见图 1, 组分的相对保留值见表 2。

表A.1 色谱柱及典型操作条件

色谱柱	95 % 二甲基聚硅氧烷, 60 m \times 0.32 mm (0.25) \times 0.25 μm
载气	氮气
分流比	100:1
毛细柱流量/ml/min	1.2~1.5
氢气/ml/min	30
空气/ml/min	300
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	初始温度 50 $^{\circ}\text{C}$, 升温速率 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 终温 220 $^{\circ}\text{C}$, 保持 5 min
汽化温度/ $^{\circ}\text{C}$	220
检测温度/ $^{\circ}\text{C}$	250
进样量/ μL	0.2~0.5

图A.1 七甲基二硅氮烷分析谱图



图中：1- 低沸物；2- 低沸物；3-六甲基二硅氧烷；4-六甲基二硅氮烷；5-未知物；
6-七甲基二硅氮烷；7-高沸物；8-高沸物；9-高沸物；10-高沸物。

表A.2 七甲基二硅氮烷各组分的相对保留值

序号	名称	相对保留值
1	低沸物	0.45
2	低沸物	0.50
3	六甲基二硅氧烷	0.60
4	六甲基二硅氮烷	0.77
5	未知物	0.86
6	七甲基二硅氮烷	1.00
7	高沸物	1.08
8	高沸物	1.31
9	高沸物	1.34
10	高沸物	1.67

A.4 检测

色谱仪启动后，按表A.1的色谱操作条件。当色谱仪达到设定的操作条件并稳定后，进行样品测定。用色谱工作站记录各组分的峰面积

A.5 计算

七甲基二硅氮烷中各组分的质量分数 W_a ，按下式计算：

$$W_a = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100$$

式中：

A_i ——待测组份*i*的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分峰面积的总和。

A.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。七甲基二硅氮烷两次平行测定结果的绝对差值小于0.20 %。

