

TB

中华人民共和国氟硅协会团体标准

T/FSI 004-2016

六甲基二硅氮烷

Hexamethyl disilazane (HMDS)

2017-04-10 发布

2017-06-01 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。

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、浙江硕而博化工有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、四川嘉碧新材料科技有限公司、四川川祥化工科技有限公司、江西蓝星星火有机硅有限公司

本标准主要起草人：初亚军、李宏星、陈敏剑、胡凉彬、邱玲、刘春山、熊瑞香、罗晓霞、饶剑秋、吴红

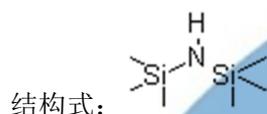
本标准为首次制定

六甲基二硅氮烷

1 范围

本标准规定了六甲基二硅氮烷的技术要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输、贮存和安全。本标准适用于以三甲基氯硅烷、液氨为原料，经合成而制成的六甲基二硅氮烷。

分子式： $C_6H_{19}NSi_2$



分子量：161.39（按2007年国际相对原子质量）

CAS:999-97-3

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，仅所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 4472-2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6488-2008 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 9722 化学试剂气相色谱法通

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 技术要求

3.1 外观与性状

六甲基二硅氮烷为无色透明液体，无明显可见杂质。

3.2 技术要求

六甲基二硅氮烷的产品要求应符合表1的规定。

表1 六甲基二硅氮烷技术要求

序号	项 目	指标	
		优级品	合格品
1	各组分含量(质量分数, %)		
	六甲基二硅氮烷	≥ 99.50	≥ 99.00
	六甲基二硅氧烷	≤ 0.30	≤ 0.50
	三甲基硅醇	≤ 0.15	≤ 0.25

2	折光率, n_D^{20}	1.4080±0.0020
3	密度, g/cm ³	0.770-0.780

4 试验方法

4.1 外观检验

目测法：在充足的光线下观察，产品应为无色透明，无明显可见杂质的液体。

4.2 各组分含量检测

气相色谱法：在规定的条件下，使试样汽化后经色谱柱分离，采用面积归一法定量。

4.2.1 氢火焰离子化检测器（FID）法设备及试剂

4.2.1.1 配备氢火焰离子化检测器（FID），整机稳定性和灵敏符合 GB/T 9722-2006 的要求。

4.2.1.2 色谱工作站或数据处理机。

4.2.1.3 氢气，纯度≥99.99%(体积分数)。

4.2.1.4 氮气，纯度≥99.99%(体积分数)。

4.2.1.5 空气，需用硅胶和分子筛干燥净化。

4.2.1.6 微量注射器：0.001 mL（1 μL）。

4.2.1.7 色谱柱：柱 1：5%二苯基 95%二甲基硅氧烷柱毛细柱, 60 m×0.25 mm×0.25 μm 或达到同等分离程度的毛细管柱；

4.2.2 采样

样品的采样方法按GB/T 6680-2003《液体化工产品采样通则》规定进行，分别装于两个清洁、干燥、密封样品瓶。瓶上应贴有标签，注明：产品名称、型号、批号、采样日期、采样人姓名。

4.2.3 测定

色谱仪启动后进行必要的调节，以达到满意分离效果的操作条件，当仪器稳定后，连续进样两次，记录色谱图，并测量各组份的色谱峰面积。推荐的色谱操作条件参见附录1。

4.2.4 结果计算

采用面积归一法按下式计算各组份的质量分数 ω_i ：

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

式中：

f_i ——组分 i 的相对质量校正因子；

A_i ——组分 i 的色谱峰面积；

$\sum A_i f_i$ ——各组分校正峰面积的总和。

4.2.5 允许差

取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六甲基二硅氮烷不大于0.20%；六甲基二硅氧烷、三甲基硅醇不大于0.05%。

4.3 折光率检验

按照GB/T 6488-2008 《液体化工产品折光率的测定(20℃)》的规定进行测定。

4.4 密度检验

按照GB/T 4472-2011 《化工产品密度、相对密度的测定》的规定进行测定。

5 检验规则

5.2 检验分类

检验分出厂检验和型式检验。

5.3 出厂检验

产品需经企业质检部门按本标准检验合格并出具合格证后方可出厂。

出厂检验项目为：

- a) 外观检验；
- b) 各组分含量检验；

5.4 型式检验

型式检验为本标准第3章要求的所有项目。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 首次生产时；
- b) 主要原材料或工艺方法有较大改变时；
- c) 正常生产满一年时；
- d) 停产半年以上，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f) 质量监督机构提出要求或供需双方发生争议时。

5.5 组批与抽样规则

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。每批随机抽产品1kg作出厂检验样品。从出厂检验合格的产品中随机抽取产品2kg，作为型式检验样品。

5.6 判定规则

所有检验项目合格，则产品合格；若出现不合格项，允许加倍抽样对不合格项进行复检。若复检合格，则判该批产品合格；若复检仍不合格，则判该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.2 标志

六甲基二硅氮烷的包装容器上的标志，按GB 190-2009《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、型号、批号、净重、毛重、生产日期和标准编号。

6.3 包装

该产品易于水解，遇酸性物质易发生剧烈反应，应保存在密闭容器中。产品采用清洁干燥密封良好的铁桶或塑料桶包装，或根据客户要求并符合安全规定进行包装。包装要求密封，不可与空气接触。

6.4 运输

根据 GB 12463-2009，按危险化学品的规定进行运输。运输过程中要确保容器不泄露、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与强酸、强碱、水等混装混运。运输时应避免碰撞，防雨淋、日晒。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。

6.5 贮存

产品应贮存于通风、阴凉、干燥、防雨的环境中，远离热源、火源、水气必须密封保存，贮存温度为 $-50^{\circ}\text{C}\sim 40^{\circ}\text{C}$ ，防止接触水，并符合 GB 15603-1995《常用化学危险品贮存通则》规定要求。

如出现火情应立即用沙子、干粉灭火器、石棉布等进行扑救。

保质期：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。

7 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
(资料性附录)
推荐色谱操作条件(FID)

A.1 操作条件

毛细管色谱柱的推荐色谱操作条件如下：

- a) 柱前压： 0.08 ~0.11 MPa；
- b) 分流比： 100:1；
- c) H₂ 流量： 20~25 mL/min；
- d) 空气流量： 300~350 mL/min；
- e) 尾吹流量： 20~25 mL/min；
- f) 进样量： 0.2 ~0.3 μL；
- g) 柱箱温度： 100 °C，保持 32min；
- h) 汽化室温度： 180 °C；
- i) 检测器温度： 200 °C；

A.2 六甲基二硅氮烷FID检测方法分析报告(谱图仅为测试条件完全一致时的参考值,不作为判定依据)

六甲基二硅氮烷在FID上典型的色谱图见图A. 1. 1。

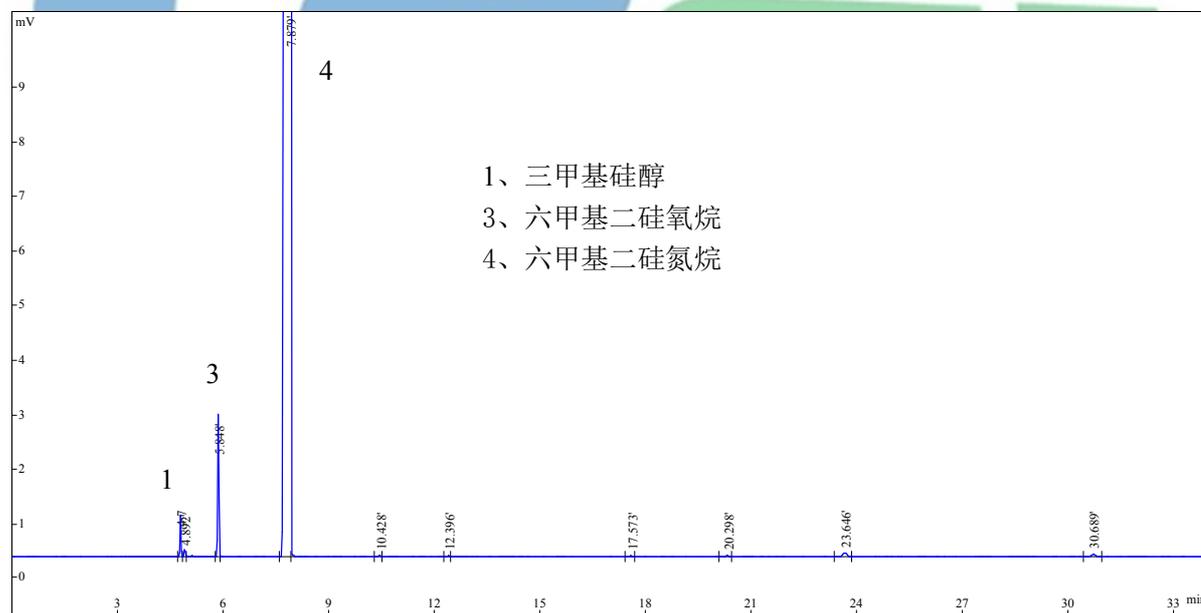


图 A.1.1 六甲基二硅氮烷在 FID 毛细管色谱柱上典型的色谱图

A.3 各组分的相对保留值

表 A.1.1 给出了六甲基二硅氮烷各组分在 FID 毛细管色谱柱上的相对保留值。

表 A.1.1——各组分的相对保留值

序号	保留时间	名称	浓度	峰面积
----	------	----	----	-----

1	4.773	三甲基硅醇	0.06	1586
2	4.892	低沸物	0.02	449
3	5.848	六甲基二硅氧烷	0.26	6615
4	7.879	六甲基二硅氮烷	99.58	2524375
5	10.428	高沸物	0.01	150
6	12.396	高沸物	0.01	150
7	17.573	高沸物	0.01	160
8	20.298	高沸物	0.01	233
9	23.646	高沸物	0.03	788
10	30.689	高沸物	0.02	554
总计			100	2535060



中国氟硅有机材料工业协会

团 体 标 准

六甲基二硅氮烷

T/ FSI 004-2016

中国氟硅有机材料工业协会

北京朝阳区北三环东路 19 号蓝星大厦 6 层 (100029)

网址: <http://www.sif.org.cn/>

联系电话: (010) 64443598

邮箱: cafsi@sif.org.cn

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 2.736 千字

2016 年 7 月第一版 2017 年 4 月第一次印刷

氟硅协会内部发行, 供会员使用

如有印装差错 由氟硅协会调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 64443598