

ICS 83.040

G 32

# 团 体 标 准

T/FSI 020-2019

---

## 甲基氯硅烷共沸物

Methylchlorosilane azeotrope

2019-04-01 发布

2019-06-01 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：浙江新安化工集团股份有限公司、合盛硅业股份有限公司、湖北兴瑞硅材料有限公司、浙江开化合成材料有限公司、山东东岳有机硅材料股份有限公司。

本标准主要起草人：陈道伟、郑云峰、罗焯栋、李书兵、伊港、胡家啟、罗伟琪、周治国、程佳卉。

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。



# 甲基氯硅烷共沸物

警示：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。

危险警告：甲基氯硅烷共沸物为易燃液体，有腐蚀性。

## 1 范围

本标准规定了甲基氯硅烷共沸物的要求、检验规则、试验方法及标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以甲基氯硅烷混合物为原料通过精馏共沸塔分离出的甲基氯硅烷共沸物。甲基氯硅烷共沸物主要由三甲基氯硅烷、甲基氢二氯硅烷、四氯化硅等组分构成。

## 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 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 12463 危险货物运输包装通用技术条件

## 3 定义

甲基氯硅烷共沸物是指以硅粉和氯甲烷合成的甲基氯硅烷混合物，用精馏塔分离其中的四氯化硅的过程中，形成的三甲基氯硅烷和四氯化硅为主要成分的物料。

## 4 要求

4.1 外观：无色至浅黄色透明液体。

4.2 甲基氯硅烷共沸物应符合表 1 的规定。

表1 技术要求

项 目		指 标
三甲基氯硅烷含量, w/%	≥	40.0
甲基氢二氯硅烷含量, w/%	≤	5.0
四氯化硅含量, w/%	≤	45.0

## 5 试验方法

## 5.1 外观测定

在自然光下，用目视法判定外观。

## 5.2 各组分含量的测定

### 5.2.1 方法提要

采用气相色谱仪，在规定的条件下，将适量的试样注入配有热导检测器（TCD）的气相色谱仪中，甲基氢二氯硅烷、三甲基氯硅烷、四氯化硅被色谱柱有效地分离，通过面积归一化法计算甲基氢二氯硅烷、三甲基氯硅烷、四氯化硅各组分的含量。

### 5.2.2 试剂

载气：氢气，体积分数大于99.99%，经硅胶和分子筛干燥、净化。

### 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气相色谱仪，整机的灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的要求。

5.2.3.2 色谱工作站或数据处理机。

5.2.3.3 微量注射器：10μ L 或 50μ L。

5.2.3.4 色谱柱：100 % 二甲基聚硅氧烷或能达到同等分离程度的毛细管柱。

### 5.2.4 试验步骤

#### 5.2.4.1 取样

采样用取样瓶应清洁干燥，取样时应尽量避免与空气接触，取样结束后应立即加盖密封保存。

#### 5.2.4.2 测定

气相色谱仪启动后进行必要的调节，以达到适宜表A.1的色谱操作条件或其他适宜的条件。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，对其中的空气峰和氯化氢峰进行锁定处理，不参与结果的计算。

### 5.2.5 试验数据处理

甲基氯硅烷共沸物中各组分的含量以质量分数以 $w_i$ 计，按公式（1）计算：

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

式中：

$A_i$  ——甲基氯硅烷共沸物中各组分的峰面积；

$\sum A_i$  ——甲基氯硅烷共沸物中全部组分的峰面积之和（空气峰、氯化氢峰除外）。

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甲基氢二氯硅烷不大于0.10 %，四氯化硅不大于0.30%，三甲基氯硅烷不大于0.30%。

## 6 检验规则

### 6.1 组批

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。

## 6.2 抽样

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。采样单元数按GB/T 6678规定确定，采样方法按GB/T 6680规定进行，每批采样量不少于200mL。由于甲基氯硅烷共沸物遇空气极易水解，所以采样过程时间要短，采样后应立即加盖密封。

## 6.3 出厂检验

生产厂应保证每批出厂的甲基氯硅烷共沸物都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名称、产品名称、批号或生产日期和本标准编号。

## 6.4 合格判定依据

6.4.1 按GB/T 8170规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

6.4.2 当检验结果不符合标准要求时，应在同批产品中以双倍抽样单元数采双倍量的样进行复检，重新检验的结果，即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

6.4.3 用户对收到的产品进行验收，应按本标准规定的抽样、验收方法进行。

6.4.4 当供需双方对产品质量发生异议时，由双方协商解决或法定质量检验部门进行仲裁。

## 7 标志、包装、运输、贮存

### 7.1 标志

甲基氯硅烷共沸物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、净含量和本标准编号及GB 190中规定的“易燃液体”、“腐蚀品”标志。

### 7.2 包装

甲基氯硅烷共沸物产品采用干燥、清洁的钢桶包装，或根据用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。

### 7.3 运输

运输包装应符合GB 12463中的要求。严禁与强酸、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。搬运时要轻装轻卸，防止包装及容器损坏。

### 7.4 贮存

甲基氯硅烷共沸物产品贮存地点应阴凉、干燥、通风、远离火源及其他危险品。

## 8 安全（下述安全内容为提示性内容但不仅限于下述内容）

### 8.1 危险警告

甲基氯硅烷共沸物是易燃液体，对呼吸道和眼结膜有强烈刺激作用，吸入后引起咽喉、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，容器内压力增大，有开裂和爆炸的危险。有腐蚀性。

## 8.2 安全措施

甲基氯硅烷共沸物应密闭操作，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，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清洗，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15min并就医。如吸入，迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸畅通，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。

## 9 标准中涉及危化品内容的规定

当标准的主体产品是危险化学品时，需将产品的 MSDS 说明书作为资料性附录，并在附录前加入如下声明：

“本产品根据其物性属于危险化学品，但未在《危险化学品目录》（2015 版）列入。

下列信息摘录自浙江开化合成材料有限公司的MSDS说明书，附录中信息供标准使用者参考。本标准未涉及所有与使用有关的安全、环境和健康问题。使用者有责任建立适宜的环境处置和健康保护措施并确保首先符合国家的相关规定。”

附 录 A  
(资料性附录)  
推荐的气相色谱测试条件

### A.1 色谱操作条件

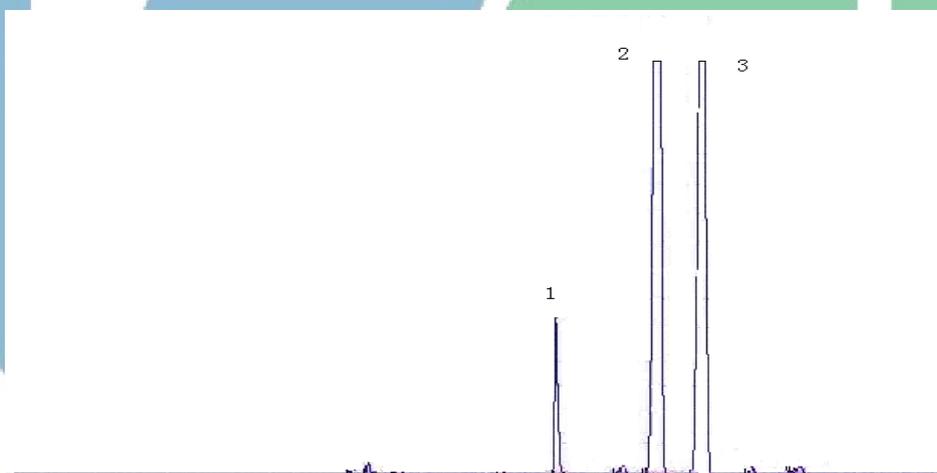
表A.1给出了测定甲基氯硅烷共沸物的气相色谱操作条件。

表A.1 色谱柱的色谱操作条件

色谱柱	100%二甲基聚硅氧烷 30m×0.32mm×0.25μ m
载气	氢气
分流比	50: 1
毛细柱出口流量/ (mL/min)	1.2
柱温/°C	初始温度 40°C, 保持 9min, 升温速率 15°C/min,终温 70°C, 保持 4min
汽化温度/°C	180
检测温度/°C	200
进样量/μ l	1.0

### A.2 典型的气相色谱图

甲基氯硅烷共沸物在100 %二甲基聚硅氧烷毛细管上典型的色谱图见图A.1。



说明:

- 1——甲基氯二氯硅烷;
- 2——三甲基氯硅烷;
- 3——四氯化硅;

图A.1 甲基氯硅烷共沸物典型的色谱图

### A.3 各组分的相对保留值

表A.2 给出了甲基氯硅烷共沸物各组分在100 %二甲基聚硅氧烷毛细管柱上的相对保留值。

表 A.2 各组分的相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	甲基氢二氯硅烷	0.66
2	三甲基氯硅烷	0.89
3	四氯化硅	1.00



附录 B  
(资料性附录)

甲基氯硅烷共沸物安全技术说明书

化学品中文名：甲基氯硅烷共沸物

化学品英文名：Methylchlorosilane monomer azeotrope

产品推荐及限制用途：用于有机硅系列产品。

紧急情况概述：易燃。严重刺激眼睛、皮肤。遇水易生成氯化氢气体，具有腐蚀性。

GHS 危险性类别：易燃液体 2 类；急性毒性-口服 3 类；急性毒性-皮肤 4 类；急性毒性-吸入 3 类；皮肤腐蚀/刺激 1A 类；严重眼损伤/眼刺激 1 类；特定目标器官毒性-单次接触 3 类。

标签要素：

象形图：



警示词：危险

危险信息：易燃液体和蒸气，吞咽会中毒，皮肤接触有害，造成严重皮肤灼伤和眼损伤，造成严重眼损伤，吸入会中毒，可能引起呼吸道刺激。

防范说明：

预防措施：远离热源/火花/明火/热表面。禁止吸烟。保持容器密闭。容器与接收设备接地/等势联接。使用防爆的电器/通风/照明设备。只能使用不产生火花的工具。采取防止静电放电的措施。不要吸入粉尘/烟/气体/烟雾/蒸气/喷雾。避免吸入粉尘/烟/气体/烟雾/蒸气/喷雾。作业后彻底清洗双手。使用本产品时，不要进食、饮水或吸烟。只能在室外通风良好处使用。戴防护手套/穿防护服/戴防护眼镜/戴防护面具。

应急响应：如误吞服：立即呼叫解毒中心或医生。如误吞服：漱口。不要诱导呕吐。如皮肤沾染：用大量水清洗。如皮肤（或头发）沾染：立即脱掉所有沾染的衣服。用水清洗皮肤/淋浴。将受害人转移到空气新鲜处，保持呼吸舒适。如进入眼睛：用水小心冲洗几分钟。如戴隐形眼镜且可方便取出，取出隐形眼镜。继续冲洗。如感觉不适，呼叫解毒中心或医生。漱口。立即脱掉沾染的衣服，清洗后方可重新使用。沾染的衣服清洗后方可重新使用。火灾时：使用灭火器灭火。

安全储存：存放于通风良好处并保持容器密闭。存放处凉爽/通风处。存放处须加锁。

废弃处置：根据地方法规处置内装物/容器。

物理化学危险：易燃液体和蒸汽。其蒸汽与空气混合，能形成爆炸性混合物，遇明火、高热可引起燃烧爆炸。

健康危害：对呼吸道和结膜有强烈刺激，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。

急救：

—皮肤接触：立即脱去被污染的衣着，用大量流动清水冲洗，至少15分钟。就医。

—眼睛接触：立即提起眼睑，用大量流动清水或生理盐水冲洗至少15分钟，就医。

**一吸入：**迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道通畅。如呼吸困难，给输氧。如呼吸停止，立即进行人工呼吸。就医。

**一食入：**误服者用水漱口，给饮牛奶或蛋清。就医。

**危险特性：**易燃，其蒸气与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热或氧化剂接触，有引起燃烧爆炸的危险。遇水或水蒸汽反应放热并产生有毒的腐蚀性气体。

**有害燃烧产物：**一氧化碳、二氧化碳、氯化氢。

**灭火方法及灭火剂：**切断气源。若不能立即切断气源，则不允许熄灭正在燃烧的气体。喷水冷却容器，可能的话将容器从火场移至空旷处。灭火剂：干粉、二氧化碳、砂土灭火。

**灭火注意事项：**禁止用水和泡沫。

**作业人员防护措施、防护装备和应急处理程序：**首先切断火源，迅速撤离泄漏污染区人员至上风处，并立即隔离150米，严格限制出入，建议应急处理人员戴正压式呼吸器，穿防毒服，不要直接接触泄漏物，勿使泄漏与有机物、还原剂，易燃物接触。尽可能切断，合理通风，加速扩散，喷雾状水稀释。

**环境保护措施：**防止泄漏物进入水体、下水道、地下室或受限空间。

**泄露化学品的收容、清楚方法及使用的处理材料：**小量泄露：用砂土或不燃性材料吸附或吸收。用不燃性分散剂制成的乳液刷洗，洗液稀释后放入废水系统。大量泄露：构筑围堤或挖坑收容；用泡沫覆盖，降低蒸汽灾害。用防爆泵转移至槽车或专用收集器内，回收或运至废物处理场所处置。

**操作注意事项：**密闭操作，加强通风，操作人员必须经过专门培训，严格遵守操作规程。建议操作人员戴化学安全防护眼镜，穿防毒物渗透工作服，戴橡胶耐油手套。远离火种、热源，工作场所严禁吸烟。使用防爆型的通风系统和设备。避免与氧化剂接触。灌装时应注意流速（不超过5m/s）有接地装置，防止静电积累。搬运时要轻装轻卸，防止包装及容器损坏。配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。

**储存注意事项：**储存于阴凉、干燥、通风仓间内。远离热源、火种，仓温不宜超过30℃。防止阳光直射。包装要求密封，不可与空气接触。应与氧化剂、卤素、氯、氟分开存放。禁止使用易产生火花的机械设备和工具。定期检查是否有泄漏现象。储区应备有泄露应急处理设备和合适的收容材料。

**最高容许浓度：**中国未制定制定标准

**监测方法：**气相色谱法

**工程控制：**密封操作，局部排风。

**呼吸系统防护：**可能接触毒物时，应该佩戴过滤或防毒面具或自给式呼吸器。

**眼睛防护：**戴防护眼镜

**身体防护：**穿酸、碱、防静电工作服。

**手防护：**戴橡胶手套

**其他防护：**工作场所禁止吸烟。饭前要洗手，工作完毕，淋浴更衣。保持良好的卫生习惯。

**外观与性状：**无色至淡黄色透明液体，具有强烈的气味。

**pH值：**暴露空气中即呈酸性

**熔点（℃）：**无资料

**相对密度（水=1）：**1.15（25℃）

**沸点（℃）：**无资料

**相对蒸气密度（空气=1）：**4.5

**饱和蒸气压（kPa）：**无资料

**燃烧热（kJ/mol）：**无资料

**临界温度（℃）：**无资料

**临界压力（MPa）：**无资料

**闪点（℃）：**-2

**爆炸上限%（V/V）：**无资料

引燃温度(°C)：无资料

爆炸下限%(V/V)：无资料

溶解性：溶于苯、醚。易水解而释出氯化氯气体。

稳定性：稳定

禁配物：强氧化剂、潮湿空气

避免接触的条件：明火、高热、潮湿空气。

聚合危害：不聚合

分解产物：具有粘性的二氧化硅、氯化氢、二氧化碳、一氧化碳。





中国氟硅有机材料工业协会

团 体 标 准

甲基氯硅烷单体共沸物

T/FSI 020-2019

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](mailto:cafsi@sif.org.cn)

开本: 880×1230 1/16 印张 0.5 字数: 5.4 千字

2019 年4 月第一版 2019 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

版权所有 侵权必究

举报电话:(010) 64443598