团体标标准

T/ FSI XXX-XXXX

乙烯基三甲氧基硅烷

VinyItrimethoxysilane

(报批稿)

在提交反馈意见时,请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发 布

1

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本文件起草单位:浙江开化合成材料有限公司、湖北新蓝天材料股份有限公司、山东硅科新材料有限公司、江西宏柏新材料股份有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人: 黄根根、郑剑耀、冯琼华、张琳琳、纪冠丞、陈敏剑、罗晓霞、肖俊平、石秋菊、胡家啟。

本文件版权归中国氟硅有机材料工业协会。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会解释。

本文件为首次制定。

乙烯基三甲氧基硅烷

1 范围

本文件规定了乙烯基三甲氧基硅烷的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于以乙烯基三氯硅烷和甲醇为原料合成及三甲氧基硅烷和乙炔为原料制得的乙烯基三甲氧基硅烷。

结构简式: CH₂=CHSi(OCH₃)₃

相对分子质量: 148.2325 (按2022年国际相对原子质量)

CAS号: 2768-02-7

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件,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 191 包装储运图示标志

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen单位——铂钴色号)

GB/T 4472-2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6388 运输包装收发货标志

GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

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/T 14827 有机化工产品酸度、碱度的测定方法 容量法

GB 15258 化学品安全标签编写规定

HG/T 4894 不饱和硅烷偶联剂

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

无色透明液体。

4.2 技术要求

表 1 技术要求

编号	项目		指标
1	乙烯基三甲氧基硅烷质量分数,%	≥	99.0
2	色度 (Pt-Co), Hazen	€	20

表 1 技术要求(续)

编号	项目	指标
3	折光率, 25℃	1.3900-1.3930
4	密度(20℃),g/cm³	0.960-0.980
5	酸值(以氯化氢计), mg/kg <	10.0
6	四甲氧基硅烷质量分数,% <	0.30
7	甲醇质量分数,% ≤	0.20
8	乙基三甲氧基硅烷质量分数,% ≤	0.50

5 试验方法

5.1 外观测定

取约200 g样品,将样品放入清洁、干燥、无色透明的500 mL烧杯中,置于自然光线下用肉眼观察。

5.2 色度

按GB/T 3143的规定进行。

5.3 折射率的测定

按GB/T 6488 《液体化工产品 折光率的测定》的规定进行,在25 ℃下进行测试。

5.4 密度的测定

按GB/T 4472-2011 《化工产品密度、相对密度的测定》中4.3.3密度计法的规定进行测试。

5.5 甲醇、四甲氧基硅烷、乙基三甲氧基硅烷和乙烯基三甲氧基硅烷质量分数的测定

5.5.1 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,用氢火焰离子化检测器,采用面积归一法定量。

5.5.2 试剂和材料

氮气: 体积分数大于99.99%。

氢气: 体积分数大于99.99%。

压缩空气: 经硅胶及5A分子筛干燥,净化。

5.5.3 仪器

- 5.5.3.1 气相色谱仪:配有分流装置及具有氢火焰离子化检测器的任何型号的气相色谱仪。
- 5.5.3.2 色谱工作站或数据处理机。
- 5.5.3.3 微量注射器: 1 μ L~10 μ L。

5.5.4 色谱柱及典型操作条件

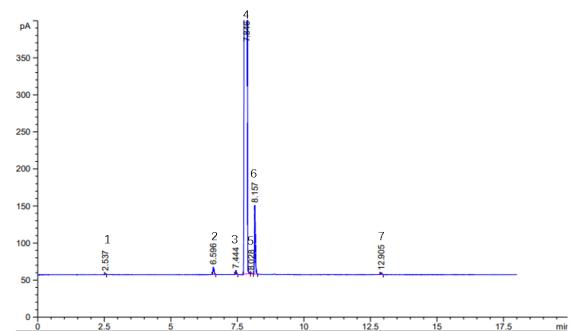
本文件推荐的色谱柱及典型操作条件见表2,典型色谱图见图1。能达到同等分离程度的其它毛细管柱及操作条件均可使用。

表2 色谱柱及典型操作条件

色谱柱	100%甲基聚硅氧烷, 30 m×0.25 mm×0.25 μ m
载气	氮气

表2 色谱柱及典型操作条件(续)

分流比	50: 1
毛细柱出口流量/(mL/min)	1.5
柱温	初始温度50 ℃,保持2 min,升温速率20 ℃/min,终温200 ℃,保持6 min
汽化温度,℃	250
检测温度, ℃	250
进样量,μL	0.4



标引序号说明: 1——甲醇; 2——甲基三甲氧基硅烷; 3——四甲氧基硅烷; 4——乙烯基三甲氧基硅烷; 5——未知峰X1; 6——乙基三甲氧基硅烷; 7——未知峰X2

图1 乙烯基三甲氧基硅烷典型色谱图

5.5.5 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,试样不需处理直接进行进样。用色谱数据处理机或色谱工作站记录各组分的峰面积。

5.5.6 结果计算

乙烯基三甲氧基硅烷中各组分的质量分数以Xi计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

Ai———各组分i的峰面积;

 ΣAi ———试样中全部组分的峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定甲基三甲氧基硅烷含量的绝对差值应不大于0.10%,两次平行测定甲醇、四甲氧基硅烷和乙基三甲氧基硅烷的含量应不大于0.03%。

本文件采用GB/T 8170对测试结果进行修约。

5.6 酸值的测定

5.6.1 方法提要

在中性溶液中,以四溴酚酞乙脂作指示剂,判断样品酸碱性,分别用氢氧化钾乙醇或盐酸标准滴定溶液滴定试样中的游离酸或碱。

5.6.2 试剂和材料

- 5.6.2.1 盐酸标准滴定溶液: 0.01 mol/L。
- 5. 6. 2. 2 0.01 mol/L 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液: 按 GB/T 14827 附录 B 中规定进行。
- 5. 6. 2. 3 四溴酚酞乙脂 (1%): 称取 1 g 四溴酚酞乙脂溶于 100 mL 中性溶液。
- 5.6.2.4 中性溶液: 异丙醇:甲苯=1:1, 混匀。

5.6.3 测定步骤

量取100 mL中性溶液于250 mL三角烧瓶中,加入2~3滴四溴酚酞乙脂指示剂,若溶液呈黄色,用0.01 mol/L氢氧化钾乙醇标准滴定溶液调至黄绿色(中性);若溶液呈青色,用0.01mol/L 盐酸标准滴定溶液调至黄绿色(中性)。

在上述100 mL中性溶液中加入29.5 g~30.5 g样品,观察其颜色。如呈黄绿色为中性,检测结果为未检出;若呈黄色为酸性,则用0.01 mol/L氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定样品至黄绿色,消耗氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积记为V。

5.6.4 结果计算

试样的酸值X(以HCl计)按式(2)计算,单位为mg/kg:

$$X = \frac{CVM}{m} \times 100 \dots (2)$$

式中:

- C——氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V——氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的消耗体积,单位为毫升(mL);
- m——称取试样的质量,单位为克(g);
- M——盐酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)(M=36.45)。

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应不大于0.3 mg/kg。

6 检验规则

6.1 检验分类

乙烯基三甲氧基硅烷检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

乙烯基三甲氧基硅烷需经生产厂的质量检验部门按本文件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;
- b) 乙烯基三甲氧基硅烷质量分数;
- c) 色度;
- d) 酸值;
- e) 甲醇质量分数;
- f) 四甲氧基硅烷质量分数;
- g) 乙基三甲氧基硅烷质量分数。

6.3 型式检验

乙烯基三甲氧基硅烷型式检验为本文件第4章要求的所有项目。有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品投产或老产品定型检定时:
- b) 正常生产时,定期或积累一定产量后,应每半年进行一次;
- c) 产品结构设计、材料、工艺以及关键的配套元器件等有较大改变,可能影响产品性能时;
- d) 产品长期停产后,恢复生产时;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时:
- f) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.4 组批和抽样

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 100000 kg,每 批随机抽产品 0.25 kg,作出厂检验样品。随机抽取产品 0.5 kg,作为型式检验样品。

6.5 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。

7 标志、产品随行文件

7.1 标志

7.1.1 标志内容

7.1.1.1 产品与生产者标志

产品或者包装、说明书上标注的内容应包括以下几方面:

a) 产品的自身属性

内容包括产品的名称、产地、规格型号、等级、成份含量、所执行标准的代号、编号、名称等。

b) 生产者相关信息

内容包括生产者的名称、地址、联系方式等。

7.1.1.2 储运图示标志

GB 190 中规定的"易燃液体"标志以及"小心轻放"、"请勿倒置"和"防水"等字样或图形。

7.1.2 标志的表示方法

使用金属牌(铭牌)、标签、印记、颜色、线条(在电线上)或条形等方式。

7.1.3 标志相关要求

标志相关要求可参见: GB/T 191 包装储运图示标志、GB/T 190 危险货物包装标志、GB/T 6388 运输包装收发货标志、GB 15258 化学品安全标签编写规定等。

7.2 产品随行文件的要求

提供如下随行文件,包括:

- a) 产品合格证;
- b) 产品质量证明书:
- c) 必要时,产品的安全技术说明书(MSDS);
- d) 化学品安全标签。

8 包装、运输和贮存

8.1 包装

乙烯基三甲氧基硅烷采用清洁干燥密封良好的铁桶或塑料桶包装。净含量可根据用户要求包装。

8.2 运输

运输、装卸工作过程,应轻装轻卸,防止撞击,避免包装破损,防止日晒雨淋,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。

8.3 贮存

乙烯基三甲氧基硅烷应贮存在阴凉、干燥、通风的场所。仓温不宜超过 37℃,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。

在符合本文件包装、运输和贮存条件下,本产品自生产之日起,贮存期为一年。逾期可重新检验, 检验结果符合本文件要求时,仍可继续使用。

9 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——使用本文件的人员应熟悉实验室的常规操作。本文件未涉及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)

乙烯基三甲氧基硅烷的安全技术说明书(MSDS)

A.1 化学品名称

乙烯基三甲氧基硅烷 (Vinyltrimethoxysilane for industrial use)。

A. 2 产品推荐及限制用途

用于有机硅系列产品。

A.3 危险情况概述

高度易燃。可造成皮肤和眼刺激。

A. 4 GHS 危险性类别

易燃液体 2类;急性毒性-吸入4类;皮肤腐蚀/刺激2类;严重损伤/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: 高度易燃液体和蒸气,造成皮肤刺激,造成严重眼刺激,吸入有害。

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。避免吸入粉尘/烟/气体/烟雾/蒸气/喷雾。作业后彻底清洗双手。只能在室外或通风良好处使用。戴防护手套/穿防护服/戴防护眼镜/戴防护面具。

应急措施:如皮肤(或头发)接触:立即脱掉所有沾染的衣服。用水清洗皮肤/淋浴。如误吸入: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。如戴隐形眼睛且可方便取出,取出隐形眼镜。继续冲洗。如感觉不适,呼叫解毒中心或医生。如发生皮肤刺激;求医/就诊;如仍觉眼刺激:求医/就诊;立即脱掉沾染的衣服,清洗后方可重新使用。火灾时:撤离现场。

安全储存:保持低温、存放于通风良好处,并保持容器密闭。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: 吸入有害。长期或反复接触可能对器官造成伤害。

成分/组成信息

物质 √纯净物

危险组分浓度或浓度范围CAS No.乙烯基三甲氧基硅烷99%2768-02-7

A.5 急救措施

A. 5. 1 急救

皮肤接触:立即脱去被污染的衣着,用大量流动着清水冲洗,至少15分钟。就医。

眼睛接触:立即提起眼脸,用大量流动清水或生理盐水冲洗至少15分钟,就医。

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。

食 入:误服者用水漱口,给饮牛奶或蛋清。就医。

A. 5. 2 消防措施

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。

有害燃烧产物: 一氧化碳、二氧化碳、氧化硅。

灭火方法及灭火剂:切断泄漏源。喷水雾冷却密闭容器,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。

A. 5. 3 泄漏应急处理

作业人员防护措施、防护装备和应急处理程序: 建议应急处理人员戴携气式呼吸器,穿防静电服, 戴橡胶耐油手套。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。根据液体流动、蒸 汽或粉尘扩散的影响区域划定警戒区,无关人员从侧风、上风向撤离至安全区。

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。大量泄漏: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。

A. 5. 4 操作处置与储存

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 37℃。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。

A. 5. 5 接触控制/个体防护

最高容许浓度:中国未制定制定标准

监测方法: GBZ/T 160.1 ~ GBZ/T 160.81-2004 工作场所空气有毒物质测定(系列标准), EN 14042 工作场所空气 用于评估暴露于化学或生物试剂的程序指南

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。

A.6 理化特性

外观与性状:无色透明液体。

pH 值: 不适用

熔点 (°C): -97 (101.3kpa) 相对密度 (水=1): 0.970 (25 °C) 沸点 (°C): 123 相对蒸气密度 (空气=1): 5.1

溶解性: 不溶于水,可混溶于醇、醚、苯,可在酸性水溶液中水解。

A.7 稳定性和反应活性

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、甲醇。

A.8 毒理学资料

急性毒性: 半数致死浓度(LC50) 吸入 - 大鼠 - 雄性和雌性 - 4 h - 16.8 mg/l

半数致死剂量 (LD50) 经皮 - 兔子 - 雄性和雌性 - 3,600 - 4,000 mg/kg

亚急性和慢性毒性:无资料 刺激性:造成皮肤刺激、造成严重眼损伤

致敏性: 无资料致突变性: 无资料致畸性: 无资料致癌性: 无资料

A.9 生态学资料

生态毒性: 对鱼类的毒性 半数致死浓度(LC50)- 虹鳟 (红鳟鱼)-191 mg/l-96 h 对水蚤和其他水生无脊 静态试验 半数效应浓度(EC50)-大型蚤 (水蚤)-168.7 mg/l-48 h 椎动物的毒性

生物降解性: 好氧的 - 接触时间 28 d 结果: 51 % - 不易生物降解。 非生物降解性: 无资料 生物富集或生物积累性: 无资料

其他有害作用:无资料

A. 10 废弃处置

废弃处置方法:

- **一产品**:应受限考虑回收利用,小批量也可用控制焚烧法处理。
- —**不洁的包装**:把倒空的容器归还厂家或在规定场所掩埋。

废弃注意事项:选择空旷地,防止分解后产生的酸气污染环境。
