ICS 71.080.70 CCS G30/39

团 体 标准

T/NXZX 038-2025

电子级正硅酸甲酯 Electronic-grade methyl orthosilicate

2025-03-14 发布

2025-03-20 实施

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》 规定编写。

本文件由宁夏明凌新材料科技有限公司提出。

本文件由宁夏质量技术协会归口。

本文件起草单位:宁夏明凌新材料科技有限公司,宁夏明羽供应链管理有限公司,宁夏浩多邦信息咨询合伙企业。

本文件主要起草人: 李强,梁世秋,梁世龙,梁成炎,程凯璇。

电子级酚醛树脂

1 范围

本文件规定了电子级硅酸甲酯的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于精馏法制备的电子级硅酸甲酯,用于电子工业、光学玻璃、有机硅合成等领域。

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/T 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法-卡尔·费休法

GB/T 3050 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位-铂-钴色号)

HG/T 3944 聚氯乙烯树脂 金属离子含量的测定 ICP 法

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

GB/T 43965 电子级正硅酸乙酯

GB 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 15258 化学品安全标签编写规定

3 术语和定义

无。

电子级正硅酸甲酯性能应符合表1中的要求。

表 1 性能要求

项目		指标
性状		无色透明液体,无可见固体颗粒
色度 (Pt-Co) 号, ≤		20
主含量,%,≥		99.9
甲醇,%,≤		0.5
游离氯,ppm,≤		500
水分含量,ppm,≤		500
	Fe	10
	Cr	10
	Cu	10
	Mn	10
金属杂质含量,	Ni	10
ppb, ≤	V	10
	Со	10
	Al	2.5
	Ca	50
	Ti	50
总金属杂质含量,ppb,≤		200

5 试验方法

5.1 外观

量取 50 mL 待测样品,置于 100 mL 干燥光滑的具塞比色管中,日光灯或自然光下横向透视观察。

5.2 色度

按 GB/T 3143 中的规定进行。

5.3 相对密度

按照 GB/T 4472 中的密度计法规定进行。

5.4 主含量

参照 GB/T 9722 中的规定并结合气相色谱法进行测定。

5.4.1 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分离各组分,用氢火焰离子化检测器(FID)进行检测,采用面积归一化法定量。

5.4.2 仪器与材料

- a) 气相色谱仪: 带分流/不分流进样口氢火焰离子化检测器,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定:
- b) 色谱柱: 柱子固定液 5%苯基+95%聚二甲基硅氧烷或 100%聚二甲基硅氧烷,尺寸 30 m*0.25 mm*0.5 um,或选用同等分离效果的其它色谱柱;
 - c) 载气: 氮气, 纯度≥99.99%;
 - d) 燃气: 氢气,纯度≥99.99%,流量30-40 mL/min;
 - e) 助燃气: 空气, 干燥无油, 流量 300-400 mL/min;
 - f) 分流比: 30: 1;
 - g) 微量进样器: 1 uL;
 - h) 进样量: 0.2-0.4 uL。

5.4.3 试验条件

汽化温度: 250℃;

柱箱温度(程序升温): 初始温度 50℃, 保持 2 min, 升温速率 5℃/min, 升至 100 ℃, 保持 5 min, 升温速率 15℃/min, 终温 250 ℃, 保持 10 min;

柱温: 80℃;

检测器温度: 260℃。

注:此系典型操作参数,可根据不同仪器特点、环境条件,对给定参数作适当调整。5.4.4 测定步骤

根据气相色谱仪的操作手册,调节仪器达到以上的操作条件,待仪器稳定后即可开始测定,用色谱数据处理机或色谱工作站记录各组分的峰面积。

5.4.5 结果计算

用面积归一法计算各组分含量,按式(1)计算:

$$m_{i} = \frac{A_{i}}{\sum_{i=1}^{n} A} \times 100\%$$
(1)

式中:

m:——主成分的含量,%;

A: 主成分的峰面积:

$$\sum_{i=1}^{n} A$$
 ______所有组分的峰面积之和。

5.4.6 允许差

取两次平行测定的结果的算数平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.5%。

5.5 游离氯的测定

按 GB/T 43965 中的规定进行。

5.6 水分含量的测定

按照 GB/T 606 中卡尔·费休库仑电量法的规定进行。

5.7 金属杂质含量的测定

按照 GB/T 43965 中的规定进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

- 6.1.1 本产品需经质检部质量检验,合格后,签发质量报告单,方可以出厂。
- 6.1.2 抽样方法和数量

每次进料出料的工艺条件、生产线、规格相同的产品为一批,每批次取样 100g 进行分析。

6.1.3 出厂检验项目

应包括本文件技术要求中的全部项目。

6.2 型式检验

- 6.2.1 同一批原料检验一次,发生下列情况之一亦应进行检验。
- a) 更改主要原料或更改关键工艺;
- b) 原料、工艺变更影响产品主要性能时;
- c) 中断生产6个月后,恢复生产时;
- d) 正常批量生产,每年进行一次;
- e) 国家质量监督部门提出型式检验要求时。
- 6.2.2 抽样方法和数量

工艺条件、生产线、规格相同的产品为一批,每批次取样 100g 进行分析。

6.2.3 型式检验项目

应包括本文件技术要求中的全部项目。确保容器不泄漏、不倒塌、 不坠落、不损坏。运输途中应避免碰撞等操作及暴晒、雨淋等环境。

6.2.4 判定规则

6.2.4.1 出厂检验结果,检验项目要求如不符合本文件时,对不合格项目从该批货中加倍抽

样复检。复检结果,仍有一项不合格,判定该批产品为不合格品。

6.2.4.2 型式检验结果,表 1 内全部项目有任意一项要求如不符合本文件时,对不合格项目 从该批货中加倍抽样复检。复检结果,仍有一项不合格,判定该批产品为不合格品。

7 包装、标志、运输及贮存

7.1 包装

用清洁,干燥聚乙烯桶包装,封口严密。产品每桶包装应于明显部位标明生产企业、产品名称、执行标准、净重、批号、生产日期、贮存期等。

7.2 运输

在运输过程中,应轻提轻放,不应日光暴晒与猛烈撞击,不应与氧化剂与有毒有害物质混运,防止污染。搬运时需小心谨慎,避免撞击,轻拿轻放,防止容器破损。

7.3 贮存

电子级正硅酸甲酯的贮存符合以下要求:

- a) 电子级正硅酸甲酯产品应存放在阴凉、干燥、通风的库房内,避免暴晒,并远离热源;
- b) 电子级正硅酸甲酯存储温度应位于 0℃~40 ℃范围, 应与氧化剂、酸类、碱类分开存放, 不应混储;
 - c) 存储区域应采用防爆型照明、通风设施;
 - d) 不应使用易产生火花的机械设备和工具;
 - e) 储区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。