

T/CWDPA

团 体 标 准

T/CWDPA XXX—XXXX

气凝胶用高纯烷氧基硅烷单体

High-purity alkoxy silane monomers for aerogels

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国西部开发促进会 发布

目 次

前 言	III
1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 术语和定义	3
4 分类与典型产品	3
5 技术要求	4
6 试验方法	4
6.1 一般规定	4
6.2 外观	4
6.3 主含量、甲醇含量测定	4
6.4 色度测定	4
6.5 密度测定	4
6.6 折光率测定	5
6.7 水分含量测定	5
6.8 氯离子含量测定	5
6.9 金属杂质含量测定	5
7 检验规则	5
7.1 检验分类	5
7.2 出厂检验	5
7.3 型式检验	5
7.4 抽样与组批	5
7.5 检验项目	5
7.6 合格判据	6
8 标志、包装、运输和贮存	6
8.1 标志	6
8.2 包装	6
8.3 运输	6
8.4 贮存	6
9 安全	6
9.1 危险特性	6
9.2 防护措施	7
9.3 泄漏应急处理	7
9.4 急救措施	7
9.5 废弃处置	8

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专利的责任。

本文件由中国西部开发促进会提出。

本文件由中国西部开发促进会归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件首次发布。

气凝胶用高纯烷氧基硅烷单体

1 范围

本文件规定了气凝胶用高纯烷氧基硅烷单体的分类、典型产品、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存等内容。

本文件适用于气凝胶用高纯烷氧基硅烷单体。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen单位-铂-钴色号）
- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6324.8 有机化工产品试验方法 第8部分：液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法
- GB/T 6324.9 有机化工产品试验方法 第9部分：氯的测定
- 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 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 18597 危险废物贮存污染控制标准
- GB/T 29617 数字密度计测定液体密度、相对密度和API比重的试验方法
- GB/T 37837 四极杆电感耦合等离子体质谱方法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

气凝胶用高纯烷氧基硅烷单体 High-purity alkoxysilane monomers for aerogels
分子结构中含有烷氧基和硅原子，用于气凝胶制备的高纯度有机硅化合物。

4 分类与典型产品

4.1 气凝胶用高纯烷氧基硅烷单体根据烷氧基种类可分为有机烷氧基硅烷类和硅酸酯类，各品类典型产品及其相对分子质量（按2018年国际相对分子质量）见表1。

表1 分类与典型产品

类别	典型产品	英文缩写	分子式	CAS号	相对分子质量
----	------	------	-----	------	--------

有机烷氧基硅烷类	甲基三甲氧基硅烷	MTMS	$\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	1185-55-3	136.22
	甲基三乙氧基硅烷	MTES	$\text{CH}_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$	2031-67-6	178.30
硅酸酯类	正硅酸乙酯	TEOS	$\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$	78-10-4	208.33
	正硅酸甲酯	TMOS	$\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$	681-84-5	152.22

4.2 其他用于气凝胶制备的高纯烷氧基硅烷单体，可参照对应类别执行。

5 技术要求

气凝胶用高纯烷氧基硅烷单体的技术要求见表2。

表2 技术要求

项目	要求			
	甲基三甲氧基硅烷	甲基三乙氧基硅烷	正硅酸乙酯	正硅酸甲酯
外观	无色透明液体，无可见固体颗粒、浑浊及分层现象，无明显异味			
主含量/%	≥99.5			
色度/Hazen单位（铂-钴色号）	≤10	≤10	5~10	≤20
密度（20℃）/（g/cm ³ ）	0.9500~0.9600	0.8870~0.8970	0.9200~0.9600	1.0310~1.0410
折光率（25℃）	1.3650~1.3750	1.3770~1.3870	1.3780~1.3880	1.3610~1.3710
水分含量/（mg/kg）	≤50			
氯离子含量/（mg/kg）	≤50			
甲醇含量/%	≤0.5	—	—	≤0.5
金属杂质含量/（mg/kg）	≤10			

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件所用的水，在没有注明其他要求，均指GB/T 6682规定的三级水，分析中所用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 603的规定制备。

6.2 外观

量取50mL实验室样品，置于100mL干燥的具塞比色管中，日光灯或自然光下横向透视观察。

6.3 主含量、甲醇含量测定

6.3.1 试验仪器和材料

- 6.3.1.1 气相色谱仪：符合GB/T 9722中的有关规定，具备氢焰检测器。
- 6.3.1.2 色谱柱：尺寸30m×0.25mm×0.5μm，或选用同等分离效果的其它色谱柱。
- 6.3.1.3 氢气：体积分数不小于99.99%，经硅胶和分子筛净化。
- 6.3.1.4 氮气：体积分数大于99.99%，经硅胶和分子筛净化。
- 6.3.1.5 空气：经硅胶和分子筛干燥、净化。
- 6.3.1.6 分流比：30：1。
- 6.3.1.7 微量进样器：1μL。
- 6.3.1.8 进样量：0.2~0.4μL。

6.3.2 测定与结果计算

按照GB/T 9722的规定进行，采用面积归一化法计算。

6.4 色度测定

按GB/T 3143的规定进行。

6.5 密度测定

按GB/T 4472的规定执行。测定温度为20℃，平行测定3次，取算术平均值作为最终结果。当对测定结果有争议时，应以GB/T 29617规定的方法作为仲裁方法。

6.6 折光率测定

按照GB/T 6488的规定进行，采用阿贝折射仪法。

6.7 水分含量测定

按照GB/T 6324.8规定进行。

6.8 氯离子含量测定

按照GB/T 6324.9的规定进行。

6.9 金属杂质含量测定

按照GB/T 37837的规定进行，采用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定，样品经适当稀释后直接进样。

7 检验规则

7.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

7.2 出厂检验

产品出厂前须经检验部门进行出厂检验，检验合格并出具合格证书后方可出厂。

7.3 型式检验

有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产鉴定或老产品转厂生产时；
- b) 生产原料或生产工艺发生改变时
- c) 定期或积累一定产量后，应周期性进行一次检验；
- d) 停产较长时间重新恢复生产时；
- e) 出厂检验与上次型式检验有较大差异时；
- f) 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

7.4 抽样与组批

7.4.1 组批

以同一原料、同一工艺、同一设备连续生产的均匀产品为一批，桶装产品每批不大于50t，槽车产品以一槽车为一批。

7.4.2 抽样

按照GB/T 6678和GB/T 6680中规定的采样技术确定采样单元数和采样方法。

采样量应不少于500mL，分装于两个清洁干燥的采样瓶中，密封保存，瓶上粘贴标签，注明产品名称、批号、采用日期、采样人等信息，一瓶供检验，另一瓶留样用。

7.5 检验项目

出厂检验和型式检验的检验项目见表3。

表3 检验项目

检验项目	出厂检验	型式检验
外观	√	√
主含量	√	√

色度	√	√
密度	—	√
折光率	—	√
水分含量	√	√
氯离子含量	√	√
甲醇含量	—	√
金属杂质含量	√	√

7.6 合格判据

检验结果中如有一项指标不符合本文件要求，应从同批产品中加倍采样复验，复验结果仍有一项不合格，则判该批产品不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

8.1.1 产品包装标志应符合 GB 190 和 GB/T 191 的规定。产品包装容器上应有牢固、清晰的标志，至少包括下列内容：

- a) 生产企业名称；
- b) 产品名称；
- c) 产品批号或生产日期；
- d) 净含量；
- e) 本文件编号。

8.1.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明书，至少包括下列内容：

- a) 生产企业名称；
- b) 产品名称；
- c) 产品批号或生产日期；
- d) 产品检验结果和检验结论；
- e) 本文件编号。

8.2 包装

采用干燥、清洁、密封的涂塑铁桶或塑料桶包装，或按用户要求包装。包装应密封，不可与空气接触，且应防止受潮、水解。

8.3 运输

运输过程中要确保容器不泄漏、不倒场、不坠落、不损坏。运输途中应严防日晒雨淋。搬运时要轻装轻卸，防止包装及容器损坏。

8.4 贮存

贮存地点应阴凉、干燥、通风、远离火源及其他危险品。产品自生产之日起，保质期为12个月，逾期应按本文件的规定重新检验，如符合质量要求仍可继续使用。

9 安全

9.1 危险特性

9.1.1 易燃性

本文件涉及的正硅酸四甲酯（TMOS）、正硅酸四乙酯（TEOS）、甲基三甲氧基硅烷（MTMS）、甲基三乙氧基硅烷（MTES）均属于易燃液体，蒸气与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热、氧化剂易引发燃烧爆炸，爆炸极限范围为1.0%~10.0%。各产品的闪点见表4。

表4 各产品的闪点

类型	闪点/℃
甲基三甲氧基硅烷	11
甲基三乙氧基硅烷	24
正硅酸乙酯	50
正硅酸甲酯	28

9.1.2 水解性

本文件涉及的四类产品遇水或潮湿空气均会缓慢水解，释放出甲醇、乙醇等易燃、刺激性蒸气，水解产物可能对皮肤、黏膜产生刺激作用，同时水解过程会伴随轻微放热。

9.1.3 刺激性

蒸气和液体对眼睛、皮肤、呼吸道具有刺激性，长期或反复接触可能引起皮肤干燥、瘙痒，眼部红肿、流泪，呼吸道不适等症状。

9.2 防护措施

9.2.1 呼吸系统防护

作业环境中蒸气浓度超标时，应佩戴自吸过滤式防毒面具，必要时佩戴空气呼吸器；通风不良环境下需加强机械通风，降低蒸气浓度。

9.2.2 眼部防护

佩戴化学安全防护眼镜，防止液体溅入眼睛；若不慎接触，立即用大量流动清水冲洗眼部，必要时就医。

9.2.3 皮肤防护

穿戴防静电工作服、耐油橡胶手套，避免皮肤直接接触；作业后及时清洗皮肤，更换衣物。

9.2.4 其他防护

作业现场严禁吸烟、使用明火，配备相应的灭火器材；操作人员应经过专业培训，熟悉产品危险特性及应急处理方法。

9.3 泄漏应急处理

9.3.1 少量泄漏

立即撤离泄漏污染区人员至安全区，禁止无关人员进入；用干燥砂土、惰性吸附材料吸收泄漏物，收集于密闭容器中，标识后交由专业机构处置，严禁随意丢弃。

9.3.2 大量泄漏

立即启动应急预案，疏散周边人员，设置警戒区；构筑围堤或挖坑收容泄漏物，防止流入下水道、河流等水体；处置过程中严禁使用明火、产生火花的工具。

9.4 急救措施

9.4.1 吸入

立即将吸入者转移至空气新鲜、通风良好的区域，保持呼吸道通畅；若出现呼吸困难、咳嗽等症状，给予吸氧，必要时就医。

9.4.2 皮肤接触

立即脱去被污染的衣物，用大量流动清水冲洗接触部位至少15分钟，若出现皮肤红肿、瘙痒等不适，及时就医。

9.4.3 眼睛接触

T/CWDPA XXX—XXXX

立即用大量流动清水或生理盐水冲洗眼部，期间不断转动眼球，避免残留，必要时就医。

9.5 废弃处置

废弃产品、泄漏物及清洗废水，不得直接排放至环境或下水道，应收集于专用密闭容器中，委托具备相应资质的危险废物处理机构，按照国家危险废物处置相关规定进行处理，处置过程应符合GB 18597的规定。
