

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

甲基氯硅烷中乙基二氯硅烷的测定
气相色谱质谱联用法

Determination of ethyldichlorosilane in methyl chlorosilane

— Gas chromatography-mass spectrometry

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

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

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会(SAC/TC 63/SC2)归口。

本文件起草单位：江西蓝星星火有机硅有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、合盛硅业股份有限公司、山东东岳有机硅材料股份有限公司、中石化（北京）化工研究院有限公司、湖北兴瑞硅材料有限公司、唐山三友硅业有限责任公司、山东金岭化学有限公司、鲁西化工集团股份公有限公司、浙江中天东方氟硅材料股份有限公司、江西赣江新区有机硅创新研究院有限公司、浙江佳汇新材料有限公司

本文件主要起草人：吴红、王睿、聂长虹、章娅仙、黄煜、伊港、胡家啟、刘志华、罗伟琪、龚兆鸿、刘立国、刘秀丽、毕静利、何靖、罗双云、文贞玉。

甲基氯硅烷中乙基二氯硅烷的测定

气相色谱质谱联用法

警示——本文件中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本文件并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本文件规定了使用气相色谱质谱联用法测定甲基氯硅烷中乙基二氯硅烷的方法。

本文件适用于以硅粉和一氯甲烷为原料、在铜催化剂的作用下反应制得的甲基氯硅烷（包括甲基氯硅烷粗单体、二甲基二氯硅烷等）中乙基二氯硅烷含量的测定，测定范围为0.5mg/kg~1000mg/kg。

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 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

3 术语和定义

以下术语和定义适用于本文件。

3.1

甲基氯硅烷粗单体 methyl chlorosilane crude monomer

甲基氯硅烷粗单体，即硅粉和一氯甲烷合成反应得到的、未经精制的甲基氯硅烷混合单体，主要包括三甲基氯硅烷、二甲基二氯硅烷、甲基三氯硅烷、甲基二氯硅烷等。

4 方法提要

使用气相色谱-质谱联用仪（GC-MS），通过毛细管柱分离甲基氯硅烷、乙基二氯硅烷等各组分，全扫描模式下通过保留时间和特征离子定性分析各待测物质和内标物，选择性离子模式下以内标校正因子法定量测定对甲基氯硅烷中乙基二氯硅烷的含量。

5 试剂和材料

5.1 二甲基二氯硅烷：质量分数不低于 99.5%，且乙基二氯硅烷含量不高于 20mg/kg。

5.2 乙基二氯硅烷：质量分数不低于 97.5%，在本文件的色谱条件下不得检出正辛烷。

5.3 正辛烷：质量分数不低于 99.0%，在本文件的色谱条件下不得检出正辛烷。

5.4 氦气：体积分数不低于 99.99%，经硅胶与分子筛干燥、净化。

6 仪器设备

6.1 气相色谱质谱联用仪：配有电子轰击离子源和四级杆质量分析器

6.2 电子天平：精度 0.1mg。

6.3 微量注射器：10 μ L

6.4 玻璃瓶：25 mL，带有聚四氟乙烯密封盖。

7 采样

采样按GB/T 6678-2003和GB/T 6680-2003中规定确定采样单元数和采样方法，采样量不应少于20mL。由于工业用二甲基二氯硅烷遇空气极易水解，因而采样过程中注意避免或尽量少接触空气，采样后应立即密封。

8 试验步骤

8.1 色谱柱和操作条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表1；特征离子选择见表2；离子流图见附录A。

表 1 推荐的色谱柱和操作条件

项 目	参 数
色谱柱固定相	5%苯基-甲基聚硅氧烷的非极性苯基芳基聚合物色谱柱
柱长/柱内径/液膜厚度	60m \times 0.25mm, 1 μ m
柱箱温度	初始温度35 $^{\circ}$ C，保持1 min， 再以0.5 $^{\circ}$ C/ min的速率升温至45 $^{\circ}$ C，保持1 min； 再以5 $^{\circ}$ C/ min的速率升温至90 $^{\circ}$ C，保持1 min； 再以20 $^{\circ}$ C/ min的速率升温至210 $^{\circ}$ C，保持10 min。
汽化温度/ $^{\circ}$ C	200
载气	氦气
柱流速/(mL/min)	2
分流比	50:1
进样量/ μ L	0.2
四级杆温度/ $^{\circ}$ C	150
离子源温度/ $^{\circ}$ C	230
连接口温度/ $^{\circ}$ C	250
离子源	电子轰击电离源
电离能量	70eV
溶剂延迟/min	0~3
全扫描模式质量扫描范围/amu	50~350

调谐方法	自动调谐
------	------

表 2 特征离子

组 分	特征离子 (质荷比)	定量离子 (质荷比)
乙基二氯硅烷	63/99/127	127
N-正辛烷	57/71/85/114	114

8.2 校正因子的测定

8.2.1 标准溶液储备液的制备

在配聚四氟乙烯密封盖的100mL干燥玻璃瓶中,准备称取一定量乙基二氯硅烷和二甲基二氯硅烷(精确至0.0001g),配制成乙基二氯硅烷浓度约5000mg/kg的储备液,密封摇匀。

8.2.2 内标标准溶液配制

在配聚四氟乙烯密封盖的25mL干燥玻璃瓶中,移取0.8mL的储备液、20 μL的内标物正辛烷、19.2mL的二甲基二氯硅烷,分别准确称量至0.0001g,配制成乙基二氯硅烷含量约为200mg/kg、正辛烷含量约为1000mg/kg内标标准溶液。

8.2.3 校正因子的测定与计算

按8.1的分析条件测定内标标准溶液,平行测定2次,取2次测定峰面积的算术平均值,按式(1)计算内标标准溶液中乙基二氯硅烷的相对校正因子 R_f 。

$$R_f = \frac{T_1 \times A_i}{T_i \times (A_1 - A_0)} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

T_1 ——乙基二氯硅烷的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_i ——正辛烷的峰面积;

T_i ——正辛烷的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_1 ——乙基二氯硅烷的峰面积;

A_0 ——二甲基二氯硅烷中乙基二氯硅烷的峰面积;

8.3 样品的测定

准备 25 mL 干燥样品瓶,加入 20 mL 甲基氯硅烷待测样品、20 μL 正辛烷,分别准确称重至 0.0001g,记为 m 、 m_i ,充分混匀。按与测定校正因子相同的分析操作条件测定,记录各组分的峰面积,采用内标校正因子法进行结果计算。

9 结果计算

9.1 计算

乙基二氯硅烷的质量分数 w ,数值以 mg/kg 表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{A \times R_f \times m_i}{A_i \times m} \times 1000000 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

A ——乙基二氯硅烷的峰面积；

R_f ——乙基二氯硅烷的相对校正因子；

m_i ——正辛烷的质量，单位为克（g）；

A_i ——正辛烷的峰面积；

m ——试样的质量，单位为克（g）

9.2 结果的表示

以两次平行测定的算术平均值作为其分析结果，按 GB/T 8170 规定进行数值修约，精确至 0.1mg/kg。

10 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于两个测定值的算术平均值的 10%。

11 质量控制与保证

11.1 使用自行配制的内标标准溶液测定校正因子，应采用不同于此标准溶液的其他质量控制样品对校正因子进行分析验证。

11.2 每天需用质量控制样品检查系统性能，若质量控制样品的测定结果偏差大于 10%，应按照 8.2 重新计算校正因子。

11.3 质量控制(QC)样品可以是购买有证的标准溶液，也可以是自行制备的标准溶液，或是性状稳定的，并且经过多次重复分析和数理统计而确定其平均值的实际样品。

12 报告

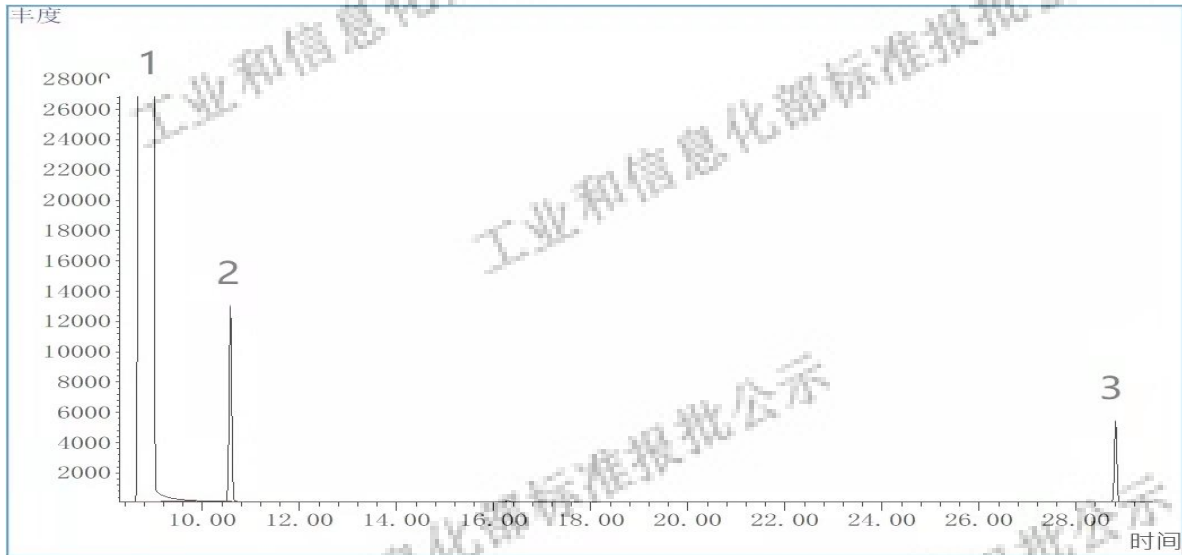
报告应包括下列内容：

- a) 有关试样的全部资料，例如名称、批号、采样地点、采样时间等；
- b) 本文件编号；
- c) 测定结果；
- d) 测定中观察到的任何异常现象的细节及其说明；
- e) 分析人员的姓名及分析日期等。

附录 A
(规范性)

典型离子流图

A.1 二甲基二氯硅烷的总离子流图

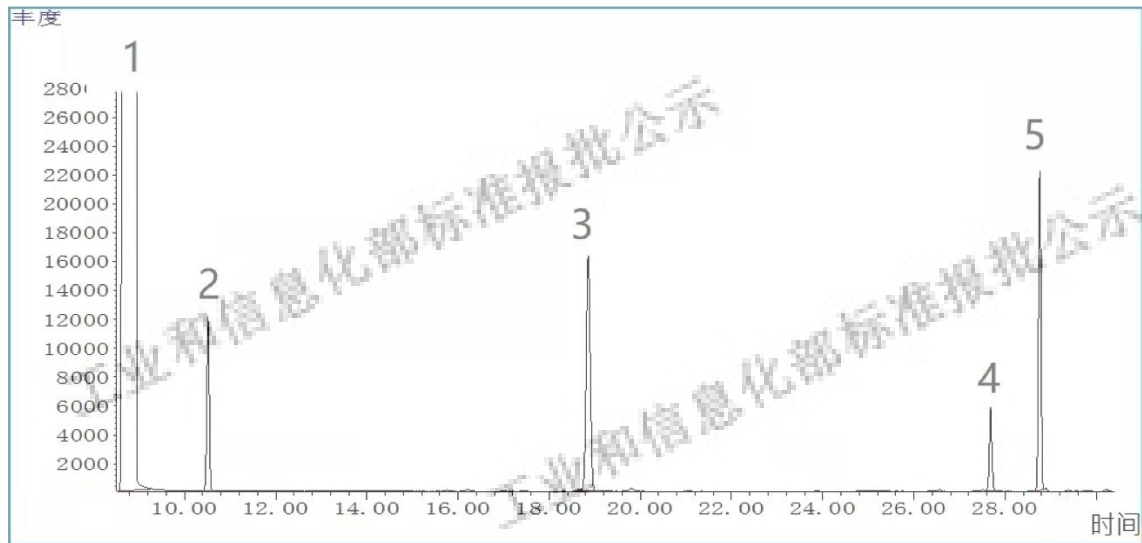


标引序号说明:

- 1 —— 二甲基二氯硅烷;
- 2 —— 乙基二氯硅烷;
- 3 —— 正辛烷。

图A.1 二甲基二氯硅烷的总离子流图

A.2 甲基氯硅烷粗单体的总离子流图。



标引序号说明:

- 1 —— 二甲基二氯硅烷;
- 2 —— 乙基二氯硅烷;
- 3 —— 未知峰1;

- 4 —— 未知峰2;
- 5 —— 正辛烷。

图A.2 甲基氯硅烷粗单体的总离子流图

