

ICS 71.060

CCS G 15

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC XXXX—XXXX

工业用三（三甲基硅基）磷酸酯

Tris(trimethylsilyl) phosphate for industrial use

（征求意见稿）

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 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。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：江苏华盛锂电材料股份有限公司、苏州祺添新材料化工有限公司、江苏瀚康新材料有限公司、荣成青木高新材料有限公司、珠海市赛纬电子材料股份有限公司、广州天赐高新材料股份有限公司、福建创鑫科技开发有限公司、杉杉新材料衢州有限公司、中国化工情报信息协会、中质标研（北京）标准化服务中心

本文件主要起草人：张丽亚、杨志勇、孔智梅、周丽、傅人俊、艾玉玲、董俊、姜飞、陈群、王晓玲、云光、毛冲、戴晓兵、范伟贞、范超君、肖五三、吴茂祥、朱学全、潘立宁、张长安、姚建国

工业用三（三甲基硅基）磷酸酯

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

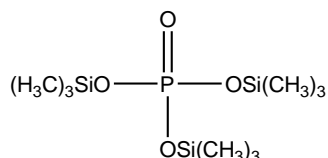
1 范围

本文件规定了工业用三（三甲基硅基）磷酸酯的技术的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和储存。

本文件适用于以三甲基氯硅烷和磷酸铵盐反应制得的工业用三（三甲基硅基）磷酸酯。主要用作锂离子电池电解液添加剂。

分子式： $C_9H_{27}O_4PSi_3$

结构简式：



相对分子质量：314.5（按 2022 年国际相对原子质量）

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- 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 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位—铂-钴色号）
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- 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 6819 溶解乙炔
- 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 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB 15258 化学品安全标签编写规定

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

工业用三（三甲基硅基）磷酸酯的技术要求见表 1。

表1 工业用三（三甲基硅基）磷酸酯技术要求

项 目		指 标
外观		无色透明液体，无悬浮物和机械杂质
三(三甲基硅基)磷酸酯含量, w/%		≥ 99.0
水分/(mg/Kg)		≤ 100
色度(铂-钴)/号		≤ 10
氯离子(以 Cl ⁻ 计)/(mg/Kg)		≤ 10
金属离子	钾(K)/(mg/Kg)	≤ 2
	钙(Ca)/(mg/Kg)	≤ 2
	钠(Na)/(mg/Kg)	≤ 2
	铁(Fe)/(mg/Kg)	≤ 2
	铅(Pb)/(mg/Kg)	≤ 2

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些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。

5.1 一般规定

本文件除另有规定，所用试剂均为分析纯试剂；试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。试验用水应符合GB/T 6682中三级水的规定。

5.2 外观的测定

取适量样品，置于具塞比色管中，在自然光线或日光灯下目测。

5.3 三（三甲基硅基）磷酸酯含量的测定

5.3.1 方法提要

采用气相色谱法。在选定的工作条件下，样品经汽化通过色谱柱，使其中的各组分离，用氢火焰离子化检测器（FID）检测，采用面积归一化法定量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 氮气：体积分数不低于 99.999%。经脱水装置、硅胶等干燥、净化处理。

5.3.2.2 氢气：体积分数不低于 99.999%。经脱水装置、硅胶等干燥、净化处理。

5.3.2.3 空气：无腐蚀性杂质。经脱油、脱水处理。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器，整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 中的有关规定，仪器的线性范围应高于 0.9995。

5.3.3.2 数据处理装置：色谱数据处理机或色谱工作站。

5.3.3.3 进样器：5 μL 或 10 μL。

5.3.4 色谱柱及色谱操作条件

推荐的分离柱和典型色谱操作条件如表2所示。典型色谱图及各组分相对保留时间参见附录A，其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。

表2 推荐的色谱柱和典型色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱固定相	5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷毛细管柱
柱长/柱内径/液膜厚度	30 m×0.53 mm×1.0 μm
气化室温度/℃	260
柱箱温度	初始温度 120 ℃，保持 2 min；升温速率 10 ℃/min，最终温度 250 ℃，保持 3 min
检测器温度/℃	280
空气流量/（mL/min）	400
氢气流量/（mL/min）	40
载气(N ₂)柱流量/（mL/min）	3.5
分流比	30: 1
进样量/μL	0.4

5.3.5 测试步骤

在表2规定的试验条件下，注入试样，工作站自动记录色谱峰，采用面积归一化法定量。

5.3.6 结果计算

三（三甲基硅基）磷酸酯的含量 w_1 ，以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_1 ——三（三甲基硅基）磷酸酯的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分峰面积的总和。

5.3.7 允许差

取两次平行测定值的算术平均值作为测定结果。计算结果保留到小数点后两位，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

5.4 水分的测定

按GB/T 6283的规定进行测定。

5.5 色度的测定

按GB/T 3143的规定进行测定。

5.6 氯离子（以Cl⁻计）的测定

5.6.1 方法提要

以银电极为指示电极，用硝酸银标准滴定溶液滴定样品中的氯离子，按照电位的“突越”点判定其滴定终点。根据硝酸银标准滴定溶液的消耗量，计算出试样中氯离子的含量。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 无水乙醇。

5.6.2.2 硝酸：0.5 mol/L。

5.6.2.3 硝酸银-乙醇标准滴定溶液：c=0.001 mol/L。

5.6.3 仪器和设备

5.6.3.1 电位测定仪。

5.6.3.2 分析天平：感量0.0001 g。

5.6.4 测定步骤

称取5 g试样（精确至0.0001 g），加入60 mL无水乙醇，混匀后加1滴0.5 mol/L硝酸，以银复合电极作为指示电极，用0.001 mol/L硝酸银-乙醇标准滴定溶液进行电位测定，直接读取结果。在测定的同时，按与测定相同的步骤，对不加试样的试剂溶液做空白试验。

5.6.5 结果计算

氯离子（以Cl⁻计）w₂，以mg/kg表示，按式（2）计算：

$$W_2 = \frac{c \times M \times (V_1 - V_2) \times 1000}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c——硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V₁——试样消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V₂——空白消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M——氯的摩尔质量，数值为35.45，单位为克每摩尔（g/mol）；

m——试样的质量，单位为克（g）。

5.6.6 允许差

取两次平行测定值的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的差不大于0.5 mg/kg。

5.7 金属离子（钾、钙、钠、铁、铅）的测定

5.7.1 方法提要

将试样稀释后，用火焰原子吸收法测定，利用吸收定律计算出待测元素的浓度。

5.7.2 试剂和材料

- 5.7.2.1 无水乙醇。
- 5.7.2.2 钙（Ca）标准溶液：0.1 mg/mL。
- 5.7.2.3 钠（Na）标准溶液：0.1 mg/mL。
- 5.7.2.4 铁（Fe）标准溶液：0.1 mg/mL。
- 5.7.2.5 铅（Pb）标准溶液：0.1 mg/mL。
- 5.7.2.6 溶解乙炔：符合 GB 6819 的规定。
- 5.7.2.7 压缩空气。

5.7.3 仪器和设备

- 5.7.3.1 火焰原子吸收分光光度计，符合 GB/T 9723 的规定。
- 5.7.3.2 钾元素空心阴极灯。
- 5.7.3.3 钙元素空心阴极灯。
- 5.7.3.4 钠元素空心阴极灯。
- 5.7.3.5 铁元素空心阴极灯。
- 5.7.3.6 铅元素空心阴极灯。
- 5.7.3.7 分析天平：感量 0.0001 g。
- 5.7.3.8 容量瓶：100 mL。

5.7.4 标准溶液的配制

按照表3分别移取各元素标准溶液，并稀释至100 mL，配制各被测元素的系列标准溶液。

表3 各被测元素标准溶液配制表

被测元素	移取含被测元素标准溶液（ $c=0.1$ mg/mL）的量/mL			
钾	0.5	1.0	1.5	2.0
钙	0.5	1.0	1.5	2.0
钠	0.2	0.5	1.0	1.5
铁	0.5	1.0	1.5	2.0
铅	0.5	1.0	1.5	2.0

5.7.5 试验步骤

5.7.5.1 仪器准备

按照仪器说明书调节仪器，将各元素的空心阴极灯预热15 min。具体操作条件见表4。

表4 推荐的操作条件

元素	乙炔和空气流量 (L/min)	波长 (nm)
钾	乙炔:空气 2.0:15.0	766.5
钙	乙炔:空气 2.0:15.0	422.7
钠	乙炔:空气 2.0:15.0	589.0
铁	乙炔:空气 2.0:15.0	248.3
铅	乙炔:空气 2.0:15.0	283.3

5.7.5.2 试样制备

称取20 g试样（精确至0.0001 g），置于100 mL容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度。

5.7.5.3 测定方法

按GB/T 9723中工作曲线法的规定进行。

5.7.5.4 结果计算

各被测元素的质量分数 w_3 ，数值以mg/kg表示，按公式（3）计算。

$$W_3 = \frac{(c_i \times V) / 1000}{m / 1000} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

c_i ——根据校准曲线扣除空白后的试样中所含被测元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.7.6 允许差

取两次平行测定值的算术平均值作为测定结果，两次测定结果的绝对差值不大于0.5 mg/kg。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第4章的全部项目均为出厂检验项目，产品应检验合格并附有一定格式的质量证明书方可出厂。

6.2 组批

产品以连续生产同等质量的、均匀的产品为一批，最大批量不超过2 t。

6.3 采样

采样按GB/T 6678、GB/T 6680的规定进行。采样时，应用惰性气体（氮气、氩气等）进行保护，避免产品接触空气，所取样品总量不少于200 g。将样品分装入两个清洁、干燥的试样瓶中，密封，粘贴标签，注明名称、等级、批号和取样日期，一瓶由质量检验部门检验，另一瓶保存备查。

6.4 判定

检验结果的判定采用GB/T 8170规定的修约值比较法进行。检验结果中，如有一项指标不符合本文件要求时，应重新采两倍量样品进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

工业用三（三甲基硅基）磷酸酯包装袋上应有牢固的标志¹⁾，内容包括：产品名称、生产厂名称/厂址、商标、批号和生产日期、净含量、本文件编号、保质期，并符合GB 190规定的“易燃液体”标识和GB 15258规定的化学品安全标签。

7.2 包装

工业用三（三甲基硅基）磷酸酯使用清洁、干燥、密封的不锈钢包装桶（带快速接头），并充有惰性气体（如氮气、氩气等）保护，规格为1 kg、20 kg、100 kg、200 kg，或按客户要求包装。

7.3 运输

运输时要轻装轻卸，防止日晒雨淋，避免剧烈震动和撞击，避免高温运输，当环境温度高于60 ℃时，宜使用恒温车保持运输温度小于40 ℃。

7.4 贮存

工业用三（三甲基硅基）磷酸酯应贮存于阴凉、干燥的库房内。在本文件规定的包装贮存条件下，产品保质期为6个月。

1)工业用三（三甲基硅基）磷酸酯安全信息的内容参见附录B。

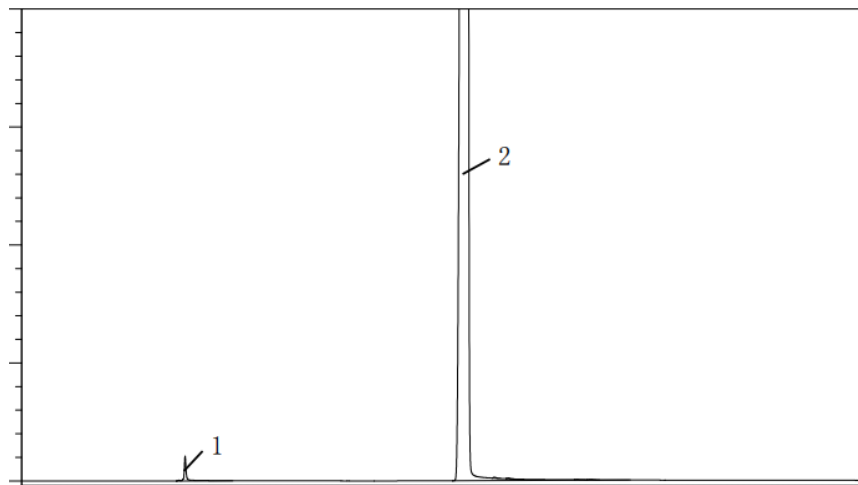
附录 A

(资料性)

三(三甲基硅基)磷酸酯的典型色谱图及各组分保留时间

A.1 三(三甲基硅基)磷酸酯的典型色谱图

三(三甲基硅基)磷酸酯典型色谱图见图 A.1。



标引序号说明：

1——六甲基二硅氧烷；

2——三(三甲基硅基)磷酸酯。

图 A.1 三(三甲基硅基)磷酸酯典型色谱图

A.2 各组分保留时间

各组分保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	六甲基二硅氧烷	2.879
2	三(三甲基硅基)磷酸酯	7.870

附 录 B
(资料性)
安全信息

B.1 危险警告

工业用三（三甲基硅基）磷酸酯应避免高温暴晒和与明火接触，吞咽可能有害，会造成皮肤刺激、严重眼刺激等症状。

B.2 安全措施

B.2.1 眼睛接触：用水小心清洗几分钟，如方便操作，摘除隐形眼镜，继续冲洗，如果眼睛刺激，就医（最好是眼科医生）。

B.2.2 皮肤接触：立即去除/脱掉所有被污染的衣物，用大量肥皂和水清洗，若皮肤刺激，就医。

B.2.3 吸入：将受伤者移到空气新鲜处，保持呼吸通畅，休息。若感不适，立即就医。

B.2.4 误服：漱口，立即就医。

B.3 消防措施

B.3.1 合适的灭火剂：干粉、泡沫、二氧化碳，不适合用水，可能会扩大灾情。

B.3.2 特殊危险性：燃烧或高温下可能分解产生毒烟。

B.3.3 灭火时防护：灭火时，一定要穿戴个人防护用品。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到
中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194
网址：www.ciesc.cn