УДК 66.097.3

Группа Л-94

ИЗОПРОПИЛКАРБОРАН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ТУ 6-02-1107-77

(взамен ТУ 02-I-222-72)

Срок действия с "15" 08 1977 г

до "15" 08 I982 г

Согласовано:

Зав.отделом охраны труда
ЦК профсоюза рабочих нефтяной
и химической промышленности
письмом
№ 06-396/10 О.Г.Сорокин
"07" 05 I977 г

Разработано:

Б.А.[illegible]
"26" [illegible] I977 г

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
Совета Министров СССР

I977

Зарегистрировано и внесено в реестр
государственной регистрации

Инв.№ подл. | Подп. и дата | Взам. инв.№ | Инв.№ дубл. | Подп. и дата

gost.e-ecolog.ru

Настоящие технические условия распространяются на изопропилкарборан, применяемый для легирования полупроводниковых материалов.

Изопропилкарборан представляет собой высококипящую бесцветную прозрачную жидкость.

Эмпирическая формула $C_5H_{18}B_{10}$

Молекулярная масса 186,3.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Изопропилкарборан выпускают согласно технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке. Он должен соответствовать требованиям настоящих технических условий.

I.I. Основные свойства

По физико-химическим показателям изопропилкарборан должен соответствовать требованиям, указанным в таблице.

Наименование показателей	Нормы
I. Внешний вид	Прозрачная бесцветная жидкость
2. Содержание механических примесей	Отсутствие
3. Содержание изопропилкарборана, %, не менее	98,5
4. Суммарное содержание примесей %, не более	I,5
5. в том числе:	
изопропенилкарборана, %, не более	I,4
диметиланилина, %, не более	0,I

Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

Инв. № подл. | Подп. и дата

I.2. Упаковка

I.2.I. Изопропилкарборан заливают в полиэтиленовые бутылки по ГОСТ I7000-7I с навинчивающимися крышками и прокладками вместимостью до 5 л.

Тара перед заполнением должна быть сухой и чистой.

После заполнения банки плотно закрывают и пломбируют пломбой ОТК предприятия-изготовителя.

I.2.2. Каждую поставляемую партию изопропилкарборана сопровождают документом, удостоверяющим его качество.

Документ должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии и количество банок в партии;

массу брутто и нетто;

номер настоящих технических условий;

результаты проведенных испытаний или подтверждение о соответствии качества продукта, требованиям настоящих технических условий.

I.3. Маркировка

I.3.I. К каждой бутылке прикрепляют ярлык или наносят с помощью трафарета несмываемую водой надпись, содержащую:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии и номер места;

массу брутто и нетто;

дату изготовления;

номер настоящих технических условий.

Инв.№ подл. | Подп. и дата | Взам. инв.№ | Инв.№ дубл. | Подп. и дата

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Изопропилкарборан является веществом умеренно токсичным, взрывобезопасным, горючим.

Предельно-допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны I мг/м^3, утвержденная Минздравом СССР I4.04.7I г. (письмом №67/3-7I).

Предельно-допустимая концентрация определяется по методике алкилкарборанов, утвержденной Минздравом СССР 3I.03.76 г.

При попадании на кожу изопропилкарборан вызывает дерматиты.

Все работы с продуктом ведут в вытяжном шкафу при наличии приточно-вытяжной вентиляции, обеспечивающей необходимую чистоту в воздухе рабочей зоны.

Температурные пределы воспламенения нижний I05°С, верхний I75°С.

Температура самовоспламенения 3I5°С.

Температура вспышки II0°С.

Для безопасного ведения технологического процесса получения изопропилкарборана предусмотрены следующие мероприятия:

производственные помещения изолированы от других помещений;

управление процессом осуществляется с пульта управления;

все соединения трубопроводов и оборудование герметизированы;

все аппараты, работающие под давлением, снабжены предохранительными клапанами;

все рабочие помещения оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией;

предусмотрены местные локальные отсосы над аппаратами;

загрузка и выгрузка промежуточных продуктов осуществляется герметично с помощью съемного устройства, путем передавливания азотом.

В качестве индивидуальных средств защиты применяют резиновые перчатки, хлопчатобумажную спецодежду.

Средства пожаротушения:

песок, кошма, пенный огнетушитель.

Инв.№ подл. | Подп. и дата | Взам.инв.№ | Инв.№ дубл. | Подп. и дата

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.I. Приемку изопропилкарборана производят партиями.

Партией считают количество изопропилкарборана до 20 кг., сопровождаемое одним документом о качестве.

3.2. Пробу продукта отбирают из каждой емкости (бутылки).

3.3. При неудовлетворительных результатах испытания, хотя бы по одному из показателей, производят повторное испытание вновь отобранной в двойном количестве средней пробы, по тем показателям, по которым получены неудовлетворительные результаты.

Результаты повторного испытания являются окончательными и распространяются на всю партию.

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ

4.I. Отбор пробы производят стеклянным пробоотборником в сухую чистую банку. Масса средней пробы около 20 г.

На каждую банку наклеивают ярлык с обозначениями:

номера партии;

наименование продукта;

массы брутто и нетто;

даты изготовления.

4.2. Определение внешнего вида и механических примесей

Внешний вид и наличие механических примесей определяют визуально, просмотром продукта в проходящем свете в пробирке из прозрачного бесцветного стекла диаметром I5–20 мм.

4.3. Определение содержания изопропилкарборана и изопропенилкарборана.

Определение содержания изопропилкарборана проводят методом газожидкостной хроматографии на модифицированном хроматографе ЛХМ–8МД.

4.3.I. Приборы, посуда , реактивы

Хроматограф ЛХМ-8МД или любой другой с детектором по теплопроводности.

Измеритель расхода газа;

секундомер по ГОСТ 5072-72;

чашка фарфоровая по ГОСТ 9I47-73;

стакан химический по ГОСТ I0394-72, вместимостью I00 мл;

колонки хроматографические (сравнительная и рабочая), длина 2 м, диаметр 3 мм;

микрошприц на I0 мкл;

магний хлорнокислый безводный (ангидрон) по ТУ 6-09-3880-75;

фосфора пятиокись по ТУ 6-09-4I73-76;

пемза зернением 3-5 мм;

хлороформ хч или чда;

хромосорб Р 30/60 меш или хроматрон N-A W , 0,20-0,25 мм;

полиэтиленгликольадипинат по ТУ 6-09-06I78-73;

гелий по ТУ 5I-650-74.

4.3.2. Подготовка к испытанию

Для осушки газа-носителя, установленные перед входом в хроматограф осушительные колонки заполняют одну ангидроном, другую пятиокисью фосфора, нанесенной на кусочки пемзы. Для этого в сухую банку вместимостью I л вносят равные по объему количества пемзы и пятиокиси фосфора и встряхивают до однородной массы.

а) Приготовление сорбента

В фарфоровой чашке взвешивают 20 г носителя - хромосорба Р или хроматрона N-A W , с погрешностью не более 0,0I г. В химическом стакане вместимостью I00 мл взвешивают 3,5 г полиэтиленгликольадипината, используемого в качестве неподвижной фазы, растворяют в хлороформе, который берут в количестве необходимом для полного смачивания носителя. Полученный раствор выливают в фарфоровую чашку

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

с носителем, ставят чашку на нагреватель с закрытой спиралью, нагретый до 60°С и испаряют хлороформ. Испарение производят в вытяжном шкафу, соблюдая правила противопожарной безопасности.

б) Заполнение хроматографических колонок

Заполнение их производят по инструкции, прилагаемой к прибору.

в) Стабилизация колонок с сорбентом

Заполненные сорбентом хроматографические колонки вставляют в термостат хроматографа и продувают сухим газом-носителем со скоростью 100 мл/мин со ступенчатым повышением температуры: при 100°С – – 1 час, при 200°С – 2 часа, при 220°С – 3 часа.

4.3.3. Проведение испытания

Хроматограф, согласно инструкции, приводят в рабочее состояние. В дозатор вставляют трубочку длиной 50 мм, внешний диаметр 1,5 мм, внутренний – 1,0 мм, чтобы не было соприкосновения продукта с металлической поверхностью дозатора и проверяют герметичность прибора. Устанавливают скорость газа-носителя – гелия 70 мл/мин, температуру колонок 220°С, температуру дозатора 300°С, ток детектора 120 мА.

После выхода прибора на режим, о чем свидетельствует устойчивая нулевая линия на ленте потенциометра, чистым откалиброванным микрошприцем в дозатор хроматографа вводят 3 мкл изопропилкарборана одновременно включают секундомер и записывают время выхода изопропилкарборана и примеси изопропенилкарборана.

Пик изопропенилкарборана записывают на шкале 1.

По полученным хроматограммам рассчитывают площади пиков,.

Примечание. Трубочку в дозаторе меняют в зависимости от количества анализов, примерно 1 раз в две недели. Показателем смены трубочки является наличие на хроматограмме пиков анализируемой смеси при введении в дозатор чистого растворителя.

4.3.4. Обработка результатов

а) Идентификацию изопропилкарборана и изопропенилкарборана

производят по времени их выхода

изопропенилкарборана ~ 4 мин 10 с

изопропилкарборана ~ 5 мин 30 с

б) Площадь пика (S) в квадратных сантиметрах изопропилкарборана и изопропенилкарборана вычисляют по формуле:

$$S = h \cdot a,$$

где: h –высота пика, см;

а –ширина пика, замеренная на середине его высоты, см,

в) Содержание изопропилкарборана (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_1 \cdot n}{n \cdot S_1 + S_2} \cdot 100,$$

где:

S_1 –площадь пика изопропилкарборана, $см^2$;

S_2 –площадь пика изопропенилкарборана, $см^2$;

n –шкала, на которой записывают содержание изопропилкарборана.

г) Содержание примеси изопропенилкарборана (X_I) в процентах вычисляют поформуле:

$$X_I = \frac{S_2 \cdot 100}{n S_1 + S_2}$$

где:

S_2 –площадь пика изопропенилкарборана, $см^2$;

S_1 –площадь пика изопропилкарборана, $см^2$;

n – шкала, на которой записывают содержание изопропилкарборана.

За результат испытания принимают среднюю арифметическую величину из трех параллельных определений.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,1%.

4.4. Определение содержания диметиланилина

Определение содержания диметиланилина в изопропилкарборане основано на реакции взаимодействия диметиланилина с диазосульфокисло-

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

той с образованием азокрасителя желто-красно-оранжевого цвета.

Образующаяся окраска наиболее стабильна при pH раствора равного 5, интенсивность окраски пропорциональна концентрации диметиланилина в анализируемой пробе.

Интенсивность окраски раствора измеряют на фотоколориметре ФЭК-М.

4.4.1. Приборы, посуда, реактивы

фотоколориметр ФЭК-М, с набором кювет и светофильтров;

колбы мерные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 10,25 и 100 мл;

микробюретка по ГОСТ 20292-74, вместимостью 10 мл;

пипетка градуированная по ГОСТ 1770-64, вместимостью 5 мл;

бюретка по ГОСТ 20292-74, вместимостью 50 мл;

кристаллизатор по ГОСТ 10973-64;

кислота сульфаниловая по ГОСТ 5821-69, 1%-ный раствор в 0,1 н растворе соляной кислоты, диазотированная;

диазотирование производят следующим образом: в мерный цилиндр вместимостью 100 мл берут из расчета на 10 мл 1%-ного солянокислого раствора сульфаниловой кислоты, 1 мл 1 н раствора азотистокислого натрия и все тщательно перемешивают. Раствор должен быть свежеприготовленным (пользоваться этим раствором не более 6 дней).

кислота соляная по ГОСТ 3118-67, концентрированная, 0,1 н раствор; 0,012 н раствор и 3% спиртовой раствор;

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197-74, 0,1 н раствор (пользоваться этим раствором не более 5 дней);

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5963-67;

калий уксуснокислый по ГОСТ 5820-68, 0,1 н и спиртовой раствор;

бумага йодкрахмальная по ТУ 6-09-3409-73.

4.4.2. Построение калибровочной кривой

Построение калибровочной кривой производят по стандартному раствору диметиланилина.

Для приготовления стандартного раствора берут навеску диметил-

анилина в количестве 0,12–0,14 г с погрешностью не более 0,0002 г. и растворяют в 1 мл концентрированной соляной кислоты в мерной колбе на 250 мл, доводят объем колбы до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. 50 мл полученного раствора переносят в другую мерную колбу на 250 мл, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Этим раствором пользуются как стандартным.

В мерные колбы вместимостью 50 мл помещают соответственно 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 и т.д. до 6 мл стандартного раствора диметиланалина. Затем в каждую колбу прибавляют 0,012 н раствор соляной кислоты в таком количестве, чтобы весь объем составлял 12 мл и туда же прибавляют 10 мл спиртового раствора соляной кислоты. После этого в каждую колбу вносят по 3,5 мл солянокислого раствора сульфаниловой кислоты, предварительно продиазотированной и помещают колбы в кристаллизатор с холодной водой на 10–15 минут. Затем в колбы вносят по 5 мл 1 н спиртового раствора уксуснокислого калия и по 12 мл 0,012 и раствора соляной кислоты, содержимое колб тщательно перемешивают и оставляют стоять еще 30 минут в холодной воде. По истечении 30 минут объем в колбах доводят до метки этиловым спиртом и после энергичного перемешивания снимают показания оптической плотности полученного раствора на фотоколориметре ФЭК-М, пользуясь кюветами с рабочей длиной в 1 см и синими светофильтрами.

Отсчет оптической плотности производят на левом барабане.

По полученным показаниям оптической плотности строят калибровочную кривую, откладывая на оси абсцисс концентрацию стандартного раствора в мг, на оси ординат – значение оптической плотности колориметрируемых растворов.

4.4.3. Проведение испытания.

В сухую, чистую мерную колбу, вместимостью 50 мл взвешивают 0,05–0,30 г изопропилкарборана с погрешностью не более 0,0002 г и приливают 10 мл спиртового раствора соляной кислоты. После растворе-

ния массы изопропилкарборана в колбу приливают 3,5 мл солянокислого раствора сульфаниловой кислоты, предварительно продиазотированной в колбу с раствором ставят на 10–15 минут в холодную воду. Затем туда же приливают 5 мл 1 н спиртового раствора уксуснокислого калия и 12 мл 0,012 н растворе соляной кислоты. Содержимое колбы тщательно перемешивают и ставят в холодную воду еще на 30 минут. После этого объем колбы доводят до метки этиловым спиртом и после энергичного перемешивания снимают показания оптической плотности полученного раствора на фотоколориметре ФЭК-М, пользуясь кюветами рабочей длины 1 см и синими светофильтрами.

Если растворы мутные, их отфильтровывают отбросив первые порции.

Измерение оптической плотности полученного раствора проводят по отношению к контрольной пробе со всеми реактивами без массы изопропилкарборана.

По полученным показаниям шкалы оптической плотности, пользуясь калибровочной кривой, находят содержание диметиланилина.

4.4.4. Обработка результатов

Содержание диметиланилина (X_2) в процентах рассчитывают по формуле:

$$X_2 = \frac{G}{m} \cdot \frac{100}{1000}$$

где: G – количество диметиланилина, содержащееся в массе изопропилкарборана, мг (находят по кривой);

m – масса изопропилкарборана, взятая на испытание, мг.

За результат испытания принимают среднее арифметическое из двух параллельных определений.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,05%.

5. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Изопропилкарборан транспортируют в крытых автомашинах.

5.2. Изопропилкарборан хранят в закрытом складском помещении вдали от источников тепла. Совместное хранение с окислителями не допускается.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-изготовителя.

Изготовитель должен гарантировать соответствие выпускаемого продукта требованиям настоящих технических условий при соблюдении потребителем условий транспортирования и хранения, установленных настоящими техническими условиями.

6.2. Гарантийный срок хранения изопропилкарборана в таре изготовителя, в условиях указанных в п.5.2. с момента изготовления – – 2 года.

ОРГАНИЗАЦИЯ П/Я А-1488

УДК

Группа Л-94

Зарегистрировано в ВИФС

"____"_____ 1980г.

За № _____

УТВЕРЖДАЮ

Зам. руководителя

организации п/я А-1488

_____ Т.Г.Лагошный

"25" ____ 1980г.

ИЗВЕЩЕНИЕ № I

об изменении ТУ 6-02-1107-77

Изопропилкарборан

Срок введения с 01.01.1980г.

СОГЛАСОВАНО

Главный инженер

предприятия п/я А-3562

письмом

№ 9-3950 Г.Э.Корнильев

"17" декабря 1979г.

Зам. руководителя

предприятия п/я В-2836

письмом

№ 16-10019 В.В.Лебедев

"19" октября 1979г.

Нач. ВПО "Союзпластпереработка"

письмом

№ 13-9/2468 Ю.А.Поливанов

"17" октября 1979г.

РАЗРАБОТАНО

Предприятие п/я Г-4236

Зам. руководителя

_____ О.В. Кузьмин

"07" 01 1980г.

Нач. лаборатории

_____ В.Т.Лаптев

"3" сентября 1979г.

Нач. сектора стандартизации

_____ М.М.Зубова

"15" 06 1979г.

Главный инженер

предприятия п/я В-8097

_____ Б.А.Селяков

"12" сентября 1979г.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ Совета Министров СССР

Зарегистрировано и внесено в реестр государственной регистрации за № 80.02.09 1980

Подп. и дата

Инв. № дубл.

Взам. инв. №

Подп. и дата

Инв. № подл.

Литера изменения	: Номер раздела, пункта	: Новая редакция
I	Титульный лист	Срок действия до 01.01.85.
	Раздел I п.I.2,ппI.2.I "Упаковка" дополнить:	Допускается заливать изопропилкарборан в герметично закрывающиеся банки из белой жести по ГОСТ 20882-75 вместимостью до 20 литров или в герметично закрывающиеся бочки вместимостью I00 - 200 литров из алюминия по ГОСТ 2I029-75 или из стали по ГОСТ I3950 - 76. Банки упаковывают в деревянные ящики по ГОСТ I8573 - 73.

Инв.№ подл. | Подп. и дата | Взам.инв.№ | Инв.№ дубл. | Подп. и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	ТУ 6-02-II07-77			
Разраб.					Изопропилкарборан	Лит.	Лист 2	Листов 2
Пров.					Извещение № I об изменении			
Н.контр.								
Утв.								

ОКП 24 3912 0100

УТВЕРЖДЕНО

организацией

"01" 08 1984г.

СОГЛАСОВАНО

с заказчиком

"11" 04 1984г.

с базовой организацией

по стандартизации

"11" 06

УДК

Группа Д-94

ИЗОПРОПИЛКАРБОРАН

Извещение № 2

об изменении ТУ 6-02-1107-77

Срок введения с 01.01.85

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ (Госстандарт)

...зарегистрировано и включено в реестр государственной регистрации

84.09.12 № 172569/02

Литера изменения	Номер раздела, пункта	Новая редакция
2	Титульный лист	Срок действия до 01.01.90

Заменить по тексту:

ГОСТ 5072-72 на ГОСТ 5072-79Е

ГОСТ 9147-73 на ГОСТ 9147-80Е

ГОСТ 10394-72 на ГОСТ 25336-82

ГОСТ 10973-75 на ГОСТ 25336-82

ГОСТ 5821-69 на ГОСТ 5821-78

ГОСТ 3118-67 на ГОСТ 3118-77

ГОСТ 5820-68 на ГОСТ 5820-78

ГОСТ 18573-73 на ГОСТ 18573-78

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

Извещение №2 об изменении ТУ 6-02-1107-77

Разраб. Доктионова

Пров.

Н. контр.

Утв.

Изопропилкарборан

Извещение № 2

Лист	Листов
А	2

gost.e-ecolog.ru