

УДК 66.097.3

Группа А-94

ИЗОПРОПИЛКАРБОРАН
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ТУ 6-02-1107-77

(взамен ТУ 02-1-222-72)

Срок действия

с " 15 " 08 1977 г

до " 15 " 08 1982 г

Согласовано:

Разработано:

ЦК профсоюза рабочих нефтяной и химической промышленности
номер 06-396/к Ю.Г.Сорокин

Зав.отделом охраны труда
ЦК профсоюза рабочих нефтяной
и химической промышленности
письмом
номер 06-396/к Ю.Г.Сорокин

" 07 " 05 1977 г 1977

Б.А.Реминов
" 26 " 08 1977 г

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
Совета Министров СССР

внесено в реестр
государственной регистрации

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

Изопропилкарборан представляет собой высококипящую бесцветную прозрачную жидкость.

Эмпирическая формула $C_5H_{18}B_1O$

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
1. Внешний вид	Прозрачная бесцветная жидкость
2. Содержание механических примесей	Отсутствие
3. Содержание изопропилкарборана, %, не менее	98,5
4. Суммарное содержание примесей %, не более	1,5
5. в том числе:	
изопропенилкарборана, %, не более	1,4
диметиланилина, %, не более	0,1

ТУ 6-02-1107-77

изд. 1. ст. № 0504 подп. дата
разреж. Мальгинова 7.03.77
7005 Фролова 7.03.77

Изопропилкарборан
Технические условия

Лист	Лист	Листов
5	2	12

Изобретение подано в
журнал № 100

I.2. Упаковка

I.2.1. Изопропилкарбонат заливают в полистиреновые бутылки по ГОСТ 17000-71 с навинчивающимися крышками и прокладками вместимостью до 5 л.

Тара перед заполнением должна быть сухой и чистой.

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

I.2.2. Каждую поставляемую партию изопропилкарбоната сопровождается 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.3.1. К каждой бутылке прикрепляют ярлык или наносят с помощью трафарета несмыываемой 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.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Изопропилкарбон является веществом умеренно токсичным, взрыво-
вобезопасным, горючим.

Предельно-допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны
1 мг/м³, утвержденная Минздравом СССР 14.04.71 г. (письмом №67/3-71).

Предельно-допустимая концентрация определяется по методике
алкилкарбонов, утвержденной Минздравом СССР 31.03.76 г.

При попадании на кожу изопропилкарбон вызывает дерматиты.

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

Температурные пределы воспламенения нижний 105°C, верхний 175°C.

Температура самовоспламенения 315°C.

Температ. ра вспышки 110°C.

Для безопасного ведения технологического процесса получения
изопропилкарбона 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 предохраните-
тельными клапанами;

все рабочие помещения оборудованы приточно-вытяжной вентиляци-
ей;

предусмотрены местные локальные отсосы над аппаратами;
загрузка и выгрузка промежуточных продуктов осуществляется гер-
метично с помощью съемного устройства, путем передавливания взотом.

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

Средства пожаротушения:

песок, кошма, пенный огнетушитель.

№ подл. подл. и дата
Министерство здравоохранения СССР
Год

ТУ 6-02-1107-77

Л.с.
4

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Применку 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 отобранный 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

4.1. 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 15-20 мм.

4.3. Определение содержания изопропилкарборана и изопропенилкарборана.

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

Изм. фасм. № 00000000
Подп. и дата

ТУ 6-02-1107-77

Л.17
5

4.3.1. Приборы, посуда, реактивы

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

Измеритель расхода газа;

секундомер по ГОСТ 5072-72;

чашка фарфоровая по ГОСТ 9147-73;

стакан химический по ГОСТ 10394-72, вместимостью 100 мл;

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

микрошипц на 10 мкл;

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

фосфора пятиокись по ТУ 6-09-4173-76;

пемза зернистая 3-5 мм;

хлороформ хч или чда;

хромосорб Р 30/60 меш или хроматрон $\text{N}-\text{A W}$, 0,20-0,25 мм;

полиэтиленгликольадипинат по ТУ 6-09-06178-73;

гелий по ТУ 51-650-74.

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 1 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 $\text{N}-\text{A W}$, с погрешностью не более 0,01 г. В химическом стакане вместимостью 100 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

с носителем, ставят чашку из нагреватель с закрытой спиралью, нагретый до 60°C 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°C – 1 час, при 200°C – 2 часа, при 220°C – 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°C , температуру дозатора 300°C , ток детектора 120 мА.

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

Пик изопропенилкарборана записывают на шкале I.

По полученным хроматограммам рассчитывают площади пиков..

Примечание. Трубочки 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) Идентификация 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;

a - ширина пика, замеренная на середине его высоты, см.

в) Содержание изопропилкарборана (Х) 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_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{S_2 \cdot 100}{n S_1 + S_2}$$

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 диазосульфоникло-

Изм. №	Фаск №	Обозн.	Подп. Дата

той с образованием азокрасителя желто-красно-оранжевого цвета.

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

Интенсивность окраски раствора измеряют на фотоколориметре ФЭК-М.

4.4.1. Приборы, посуда, реактивы

фотоколориметр ФЭК-М, с набором ламп и светофильтров;

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

микробюrette по ГОСТ 20292-74, вместимостью 10 мл;

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

бюrette 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 рефтификированный по ГОСТ 5953-67;

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

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

4.4.2. Построение калибровочной кривой

Построение калибровочной кривой производят по стандартному раствору диметиламина.

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 и 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 пропиазотированной и помещают колбы в кристаллизатор с холодной водой на 10-15 минут. Затем в колбы вносят по 5 мл I и 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 соляной кислоты, предварительно продезодорированной и колбу с раствором ставят на 10-15 минут в холодную воду. Затем туда же приливают 5 мл 1 в спиртового раствора уксусно-кислого калия и 12 мл 0,012 в 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 ФК-М, пользуясь кюветами рабочей длины 1 см и светофильтрами.

Если растворы мутные, их отфильтровывают отбросив первые порции.

Измерение оптической плотности полученного раствора проводят по отношению к контрольной пробе со всеми реагентами 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:

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

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

m - масса изопропилкарбоната, взятая на испытание, мг.

За результат испытания принимают среднее арифметическое из двух параллельных определений.

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

Инв. №	Номер бланка	Печать
ИЗЛ	Бланк №	документа

ИЗЛ	Бланк №	документа	Подп.	Лист
ИЗЛ	Бланк №	документа	Подп.	Лист

5. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

- 5.1. Изопропилкерборан транспортируют в крытых автомашинах.
- 5.2. Изопропилкерборан 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 изопропилкерборана в таре изготовителя, в условиях указанных в п.5.2. с момента изготовления – 2 года.

Изм. фасм № юдкм подп. и дата

Изм. фасм № юдкм подп. дата

ТУ 6-02-1107-77

107
12

ОРГАНИЗАЦИЯ П/Я А-1488

УДК

Группа Л-94

Зарегистрировано в ВИДС

" " 1980г.

За № _____

УТВЕРЖДАЮ

Зам. руководителя

организации п/я А-1488

Т.Г.Лагонный

" 25 " 1980г.

ИЗВЕЩЕНИЕ № 1

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. ВИО "Союзпластпереработка"
 письмом
 № 13-9/2468 Ю.А.Поливанов

" 17 " октября 1979г.

РАЗРАБОТАНО

Предприятие п/я Г-4236

Зам. руководителя
 п/я Г-4236
 О.В. Кузьмин
 Е.И.Лебедев

" 01 " 1980г.

Нач. лаборатории

В.Т.Лаптев
 " 13 " 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 СССР ПО ОБРАЗОВАНИЮ
 Совета Министров СССР

Регистрировано в ведомстве
 80.02.02.1980г.
 за № 1980г.

Литера : Номер раздела, : Новая редакция
изменения пункта

I Титульный лист Срок действия до 01.01.85.

Раздел I
п. I.2, пп I.2.1
"Упаковка"
дополнить:

Допускается заливать изопропилкарборо-
ран в герметично закрывающиеся
банки из белой жести по ГОСТ 20882-75
вместимостью до 20 литров или в
герметично закрывающиеся бочки
вместимостью 100 - 200 литров из
алюминия по ГОСТ 21029-75 или из
стали по ГОСТ 13950 - 76.

Банки упаковывают в деревянные ящики
по ГОСТ 18573 - 73.

Подпись и дата	Взамен с. 8, № 1000000000000000 подп. и даты

Изм. № подп.	Изм. № подп.	Изм. № подп.
Изм. № подп.	Изм. № подп.	Изм. № подп.
Изм. № подп.	Изм. № подп.	Изм. № подп.
Изм. № подп.	Изм. № подп.	Изм. № подп.

ТУ 6-02-II07-77

Изопропилкарборан
Извещение № I об
изменении

Лист	Лист	Лист
1	2	2

ОКП 24 3912 0100

УТВЕРЖДЕНО

УДК _____

организацией

Группа Д-94

"ОИ" 08 1984г.

СОГЛАСОВАНО

с заказчиком

"ИИ" 04 1984г.

с базовой организацией

по стандартизации

"ИИ" 06

1
2

ИЗОПРОПИЛКАРБОРАН

Извещение № 2

об изменении ТУ 6-02-1107-77

Срок введения с 01.01.86

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
СССР ПО СТАНДАРТАМ
(Госстандарт)

Зарегистрировано в Управлении по регистрации
и государственной инспекции

84.09.12 № 14 172563/22

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

Изменение №2 к ТУ 6-02-1107-77		
Изм. Литер.	№ Осн.нр.	Подл. Дата
Разработчик	Исполнитель	
Проб		
Изм. подпись		
Чтоб		

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

Изопропилкарборан
Извещение № 2

Литера	Номер	Срок действия
А1	2	2