ICS 77.040

H17

|  |
| --- |
|  |

T/CNIA

团体标准

T/CNIA XXXX-XXXX

|  |
| --- |
|  |

六氯乙硅烷中组分含量的测定 气相色谱法

|  |
| --- |
| Determination of component content of Hexachlorodisilane by Gas Chromatography  |
| (征求意见稿) |

XXXX- XX-XX发布

XXXX- XX-XX实施

中国有色金属工业协会

中国有色金属学会

发布

前  言

本标准按GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分会（SAC/TC203/SC2）提出并归口。

本标准起草单位：洛阳中硅高科技有限公司

本标准主要起草人：

六氯乙硅烷中组分含量的测定 气相色谱法

1. 范围

本标准规定了六氯乙硅烷中组分含量的测定方法。

本标准适用于六氯乙硅烷中组分含量的测定。测定范围为：0.001%-100%。

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 3634.2 纯氢、高纯氢和超纯氢

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 9722 化学试剂 气相色谱法通则

1. 方法原理

采用气相色谱仪，在规定的条件下将适量的试样注入配有热导检测器（TCD）的气相色谱仪中，六氯乙硅烷中各组分被色谱柱有效地分离，通过面积归一化法计算各组分的含量。

1. 试剂和材料

4.1 载气：氢气，纯度不小于99.999 %，需用硅胶和分子筛干燥净化；

4.2 驱动气：氮气或空气；

4.3 尾气吸收溶液：20 g/L的氢氧化钠溶液或其他等效材料。

1. 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：配备热导池检测器（TCD），整机的稳定性和灵敏度应符合GB/T 9722的要求；

5.2 氢气发生器；

5.3 色谱工作站或数据处理机；

5.4 色谱柱：100 %二甲基聚硅氧烷或能达到同等分离程度的填充柱、毛细管柱；

5.5 微量注射器：10 μL

1. 分析步骤

6.1 取样

采样用取样瓶应清洁干燥，取样时应尽量避免与空气接触，取样结束后应立即加盖密封。

6.2 试验

气相色谱仪启动后进行必要的调节，以达到适宜的色谱操作条件和其他适宜的条件。当色谱仪达到设定的操作条件并稳定后，用微量注射器取1 μL 六氯乙硅烷样品，快速注入气相色谱仪进样口，开始测定，用色谱工作站记录各组分的峰面积，采用面积归一化法进行定量计算样品中各组分含量。推荐的气相色谱测定条件参见附录A.

取平行测定结果的算数平均值为测定结果。

1. 结果计算与表述

六氯乙硅烷中各组分的含量按式（1）计算，结果以质量分数表示：

$W\_{i}=\frac{A\_{i}}{\sum\_{}^{}A\_{i}}×100\%$ .... ............................................（1）

式中：

Wi—六氯乙硅烷中各组分的质量分数（%）；

Ai—六氯乙硅烷中各组分的峰面积（ µV·s）；

$\sum\_{}^{}A\_{i}$—六氯乙硅烷中各组分的峰面积之和；

1. 精密度

8.1重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表1给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限(*r*)的情况不超过5％，重复性限（*r*）按表1数据采用线性内插法求得。

重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |

8.2再现性限

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限(*R*)的情况不超过5％，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法求得。

再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. 质量保证与控制

根据日常样品检测工作量定期校核本分析方法的有效性(例如每天、每周或每月一次)。当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。

1. 检测报告

报告应包含以下内容：

a)试样名称；

b)样品状态

c)测定结果及表示；

c)分析操作人员；

d)使用的分析方法

e)试验日期；

f)其他；

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1. （资料性附录）
推荐分析色谱操作条件

A.1离线分析色谱操作条件

表A.1 离线分析色谱操作条件

|  |  |
| --- | --- |
| 参数名称 | 参数值 |
| 气化器温度 | 200 ℃ |
| 柱箱温度 | 初始150 ℃，保持20 min，升温速率20 ℃/min，升至200 ℃，保持5 min |
| 热导池温度 | 250 ℃ |