ICS 77.040

H17

|  |
| --- |
|  |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX-XXXX

|  |
| --- |
|  |

六氯乙硅烷组分含量的测定 气相色谱法

|  |
| --- |
| Determination of component content of hexachlorodisilane—Gas chromatography  |
| (送审稿) |

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 1.1-2009给出的规则起草。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）、全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分技术委员会（SAC/TC203/SC2）提出并归口。

本文件起草单位：洛阳中硅高科技有限公司、

本文件主要起草人：

六氯乙硅烷组分含量的测定 气相色谱法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本文件规定了六氯乙硅烷中三氯氢硅、四氯化硅、六氯乙硅烷及其他高沸组分含量的气相色谱测定方法。

本文件适用于六氯乙硅烷中三氯氢硅、四氯化硅、六氯乙硅烷及其他高沸组分含量的测定。各组分的测定范围（质量分数）为0.001 %～100 %。

1. 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 3723 工业用化学产品采样安全通则

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. 术语

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

在规定的条件下将适量的六氯乙硅烷样品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出各组分的含量。

1. 试验条件

5.1 环境温度：18 ℃~28 ℃。

5.2 环境湿度：<60 %RH。

1. 试剂或材料

6.1 载气：氢气或氦气，纯度（体积分数）不小于99.999 %，需用硅胶和分子筛干燥净化。

1. 仪器设备

7.1 气相色谱仪：配备热导检测器（TCD），整机的稳定性和灵敏度应符合GB/T 9722的规定。

7.2 色谱柱：固定相为100%二甲基聚硅氧烷的填充柱或能达到同等分离程度的毛细管柱。

7.3 微量进样器：10 μL。

1. 样品

8.1 采样中的安全事项应符合GB/T 3723的规定，采样原则及一般规定应符合GB/T 6678和GB/T 6680的规定。

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

1. 试验步骤

9.1 测定

9.1.1 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。推荐的气相色谱仪测定条件见表1。

表1 推荐的气相色谱仪测定条件（填充柱）

|  |  |
| --- | --- |
| 参数名称 | 参数值 |
| 载气和流速 | 载气为氢气或氦气，流速为30 mL/min-40 mL/min |
| 柱温程序 | 初始温度150 ℃（保持20 min），以20 ℃/min速率升到200 ℃，保持5 min |
| 进样口温度 | 200 ℃ |
| 检测器温度 | 250 ℃ |

9.1.2 气相色谱仪达到设定的操作条件并稳定后，用微量进样器取1 μL~3 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，采用面积归一化法定量计算样品中各组分的含量。

1. 试验数据处理

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*i*组分的含量，*i*为三氯氢硅、四氯化硅、六氯乙硅烷及其他高沸组分；

*Ai*——六氯乙硅烷中*i*组分的峰面积，单位为微伏·秒（µV·s）；

$\sum\_{}^{}A\_{i}$——六氯乙硅烷中各组分的峰面积之和，单位为微伏·秒（µV·s）。

取两次平行测定结果的算数平均值为测定结果，结果保留至小数点后三位。

1. 精密度

11.1 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2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2数据采用线性内插法求得。

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量/% | 20.00 | 40.00 | 60.00 | 80.00 | 99.61 |
| 重复性限（*r*）/% | 0.31 | 0.53 | 0.76 | 0.67 | 0.44 |

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. 试验报告

试验报告应包含以下内容：

1. 样品名称和编号；
2. 样品状态；
3. 测定结果及表示；
4. 分析操作人员；
5. 本标准编号；
6. 试验日期；
7. 其他。

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