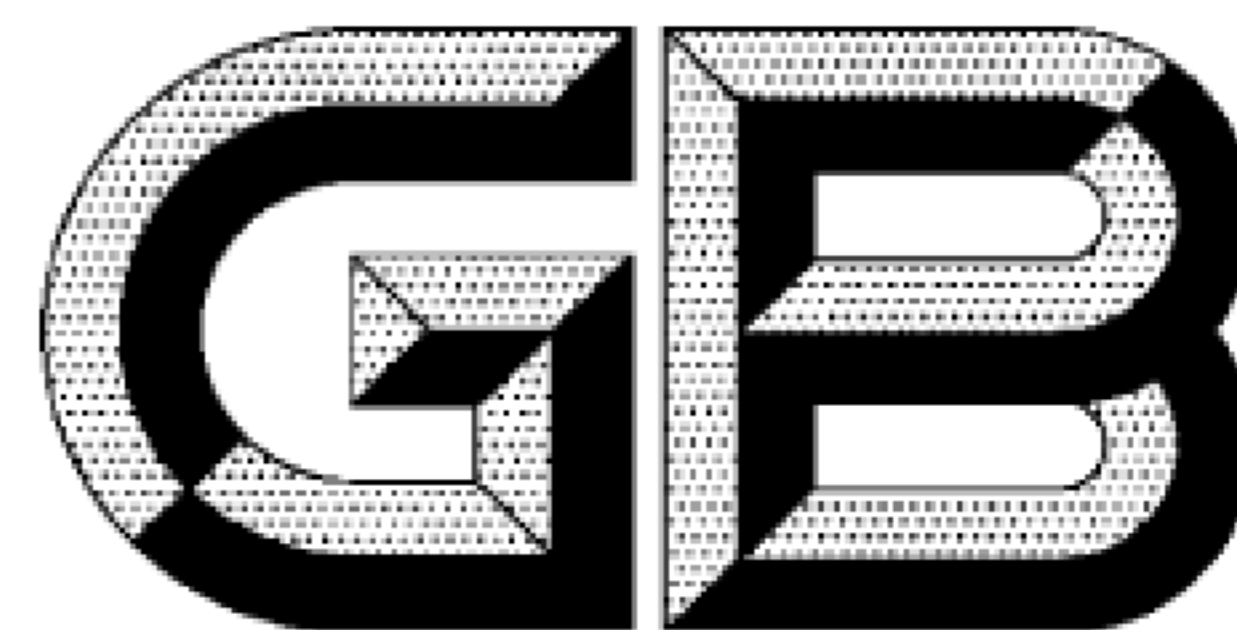


ICS 71.060.99
G 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 28654—2018
代替 GB/T 28654—2012

工业三氯氢硅

Trichlorosilane for industrial use

2018-06-07 发布

2019-01-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 28654—2012《工业三氯氢硅》，与 GB/T 28654—2012 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了规范性引用文件中所列的标准(见第 2 章,2012 年版的第 2 章)；
- 修改了三氯氢硅、二氯二氢硅、四氯化硅的部分指标要求,增加了铝、磷、(铁、铬、铜、锌)总量、(硼、镓、铟)总量、总碳的指标,删除了硼的指标(见 5.2,2012 年版的 5.2)；
- 删除了试验方法中的警告内容,与标准开始的警示内容合并(见 2012 年版的 6.1)；
- 删除了试验方法中的一般规定(见 2012 年版的 6.2)；
- 删除了电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定工业三氯氢硅中的硼含量(见 2012 年版的 6.4.2)；
- 增加了铝、磷、铁、铬、铜、锌、硼、镓、铟含量的测定方法(见 6.3)；
- 增加了总碳(以 C 计)的测定方法(见 6.4)；
- 增加了型式检验形式(见 7.1)；
- 删除了安全的描述(见 2012 年版的第 10 章)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:浙江新安化工集团股份有限公司、唐山三孚硅业股份有限公司、山东新龙科技股份有限公司、浙江开化合成材料有限公司、云南冶金云芯硅材股份有限公司、重庆新申世纪化工有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本标准主要起草人:叶世胜、王春英、苗乃芬、郑云峰、徐远志、申静、胡家啟、孙亮、李通、陈道伟、杨红燕、刘晓霞、杨裴、郭永欣。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 28654—2012。

工业三氯氢硅

警示——按 GB 12268—2012 第 6 章的规定,本产品属第 4 类 4.3 项遇水放出易燃气体的物质、第 3 类易燃液体和第 8 类腐蚀性物质,操作时应小心谨慎。在试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

1 范围

本标准规定了工业三氯氢硅的分类、要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。本标准适用于工业三氯氢硅,该产品主要作为多晶硅和硅烷偶联剂等的原料。

2 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 190 危险货物包装标志

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 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 25915.1—2010 洁净室及相关受控环境 第 1 部分:空气洁净度等级

JT 618 汽车运输、装卸危险货物作业规程

3 分子式和相对分子质量

分子式:SiHCl₃

相对分子质量:135.44(按 2016 年国际相对原子质量)

4 分类

工业三氯氢硅分为 I、II 两类:

—— I 类:用于生产多晶硅;

—— II 类:用于生产硅烷偶联剂。

5 要求

5.1 外观:无色透明液体。

5.2 工业三氯氢硅按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项目	指标						
	I类			II类			
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	
三氯氢硅 $w/\%$	\geq	99.8	99.5	99.0	99.5	99.0	98.5
二氯二氢硅 $w/\%$	\leq	0.05	0.20	0.30	0.10	0.20	0.50
四氯化硅 $w/\%$	\leq	0.15	0.20	0.50	0.20	0.50	0.70
氯硅烷聚合物 $w/\%$	\leq	0.05	0.10	0.30	0.05	0.10	0.30
铝(Al)/(ng/g)	\leq	50	100	200	—	—	—
磷(P)/(ng/g)	\leq	20	30	50	—	—	—
铁(Fe)、铬(Cr)、铜(Cu)、锌(Zn)总量/(ng/g)	\leq	200	300	500	—	—	—
硼(B)、镓(Ga)、铟(In)总量/(ng/g)	\leq	50	100	200	—	—	—
总碳(以C计)/($\mu\text{g/g}$)	\leq	200			—	—	—

6 试验方法

6.1 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

6.2 三氯氢硅、二氯二氢硅、四氯化硅、氯硅烷聚合物含量的测定

6.2.1 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,二氯二氢硅、三氯氢硅、四氯化硅、氯硅烷聚合物被色谱柱有效地分离,通过面积归一化法计算二氯二氢硅、三氯氢硅、四氯化硅、氯硅烷聚合物各组分的含量。

6.2.2 试剂或材料

载气:氢气,纯度不小于99.999 5%,需用硅胶和分子筛干燥净化。

6.2.3 仪器设备

6.2.3.1 气相色谱仪:配有热导检测器,整机的灵敏度和稳定性应符合GB/T 9722的要求。

6.2.3.2 色谱工作站或数据处理机。

6.2.3.3 微量注射器:10 μL 。

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

6.2.4 试验步骤

6.2.4.1 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、冷藏保存。

6.2.4.2 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,用微量注射器进样,开始测定。用色谱数据处理机或色谱工作站记录各组分的峰面积,对其中的空气峰和氯化氢峰进行锁定处理,不参与结果的计算,推荐的气相色谱测定条件参见附录 A。

6.2.5 试验数据处理

三氯氢硅、二氯二氢硅、四氯化硅、氯硅烷聚合物的含量以质量分数以 w_i 计,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_i ——色谱图中三氯氢硅、二氯二氢硅、四氯化硅、氯硅烷聚合物组分的峰面积;

$\sum A_i$ ——色谱图中三氯氢硅、二氯二氢硅、四氯化硅、氯硅烷聚合物组分的峰面积之和。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值三氯氢硅不大于 0.20%,二氯二氢硅不大于 0.01%,四氯化硅不大于 0.02%,氯硅烷聚合物优等品、一等品不大于 0.02%,合格品不大于 0.05%。

6.3 铝、磷、铁、铬、铜、锌、硼、镓、铟含量的测定

6.3.1 原理

乙腈能与一些金属氯化物生成稳定的络合物,在三氯氢硅中加入乙腈,在常温下,用氮气载带挥发分离基体,残留的二氧化硅用氢氟酸溶解转化为 SiF_4 除去,再用硝酸溶液溶解残渣,溶液用电感耦合等离子体质谱仪测定。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 氢氟酸:MOS级, $\rho = 1.13 \text{ g/mL}$ 。

6.3.2.2 水:电阻率(25 °C)不小于 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

6.3.2.3 乙腈:分析纯,经石英蒸馏器于 81.0 °C 蒸馏两次提纯,每升乙腈弃去最初馏分 50 mL~60 mL 和末馏分的 60 mL~70 mL,取中间馏分保存于石英容器中。

6.3.2.4 氮气:纯度不小于 99.999%。

6.3.2.5 硝酸溶液:1+99,用 MOS 级硝酸($\rho = 1.40 \text{ g/mL}$)配制。

6.3.2.6 甘露醇溶液:1%,准确称取优级纯甘露醇 5 g 溶于 500 g 水中,保存在聚乙烯瓶内。

6.3.2.7 铝标准贮备液:铝标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含铝(Al)1 mg,其他杂质元素不大于 0.1 μg 。

6.3.2.8 磷标准贮备液:磷标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含磷(P)1 mg,其他杂质元素不大于 0.1 μg 。

6.3.2.9 铁标准贮备液:铁标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含铁(Fe)1 mg,其他杂质元素不大于 0.1 μg 。

6.3.2.10 铬标准贮备液:铬标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含铬(Cr)1 mg,其他杂质元素不大于 0.1 μg 。

- 6.3.2.11 铜标准贮备液:铜标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含铜(Cu)1 mg,其他杂质元素不大于 0.1 μg 。
- 6.3.2.12 锌标准贮备液:锌标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含锌(Zn)1 mg,其他杂质元素不大于 0.1 μg 。
- 6.3.2.13 硼标准贮备液:硼标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含硼(B)1 mg,其他杂质元素不大于 0.1 μg 。
- 6.3.2.14 镓标准贮备液:镓标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含镓(Ga)1 mg,其他杂质元素不大于 0.1 μg 。
- 6.3.2.15 铟标准贮备液:铟标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含铟(In)1 mg,其他杂质元素不大于 0.1 μg 。
- 6.3.2.16 钇标准贮备溶液:钇标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含钇(Y)1 mg,其他杂质元素不大于 0.1 μg 。
- 6.3.2.17 钴标准贮备溶液:钴标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含钴(Co)1 mg,其他杂质元素不大于 0.1 μg 。
- 6.3.2.18 混合标准溶液 I:1 mL 溶液含铝(Al)、磷(P)、铁(Fe)、铬(Cr)、铜(Cu)、锌(Zn)、硼(B)、镓(Ga)、铟(In)各 10 μg ,分别移取铝、磷、铁、铬、铜、锌、硼、镓、铟标准贮备溶液各 1 mL 至 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。
- 6.3.2.19 混合标准溶液 II:1 mL 溶液含铝(Al)、磷(P)、铁(Fe)、铬(Cr)、铜(Cu)、锌(Zn)、硼(B)、镓(Ga)、铟(In)各 0.10 μg ,移取 1 mL 混合标准溶液 I 至 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀,此溶液现用现配。
- 6.3.2.20 内标溶液 I:1 mL 溶液含钇(Y)、钴(Co)各 10 μg ,分别移取 1 mL 的钇标准贮备溶液和 1 mL 的钴标准贮备溶液至 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。
- 6.3.2.21 内标溶液 II:1 mL 溶液含钇(Y)、钴(Co)各 100 ng,移取 1 mL 的内标溶液 I 至 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。
- 6.3.2.22 内标溶液 III:1 mL 溶液含钇(Y)、钴(Co)各 10 ng,移取 10 mL 的内标溶液 II 至 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。

6.3.3 实验室要求

实验室的洁净度应符合 GB/T 25915.1—2010 的表 1 中 ISO 6 级的要求。

6.3.4 仪器设备

- 6.3.4.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。
- 6.3.4.2 石墨挥发器:示意图见图 1。
- 6.3.4.3 铂坩埚。
- 6.3.4.4 容量瓶:100 mL,聚全氟烷氧基酯塑料(PFA)材质。
- 6.3.4.5 微量移液器:0 μL ~100 μL 。
- 6.3.4.6 微量移液器:0 μL ~1 000 μL 。
- 6.3.4.7 微量移液器:0 μL ~5 000 μL 。

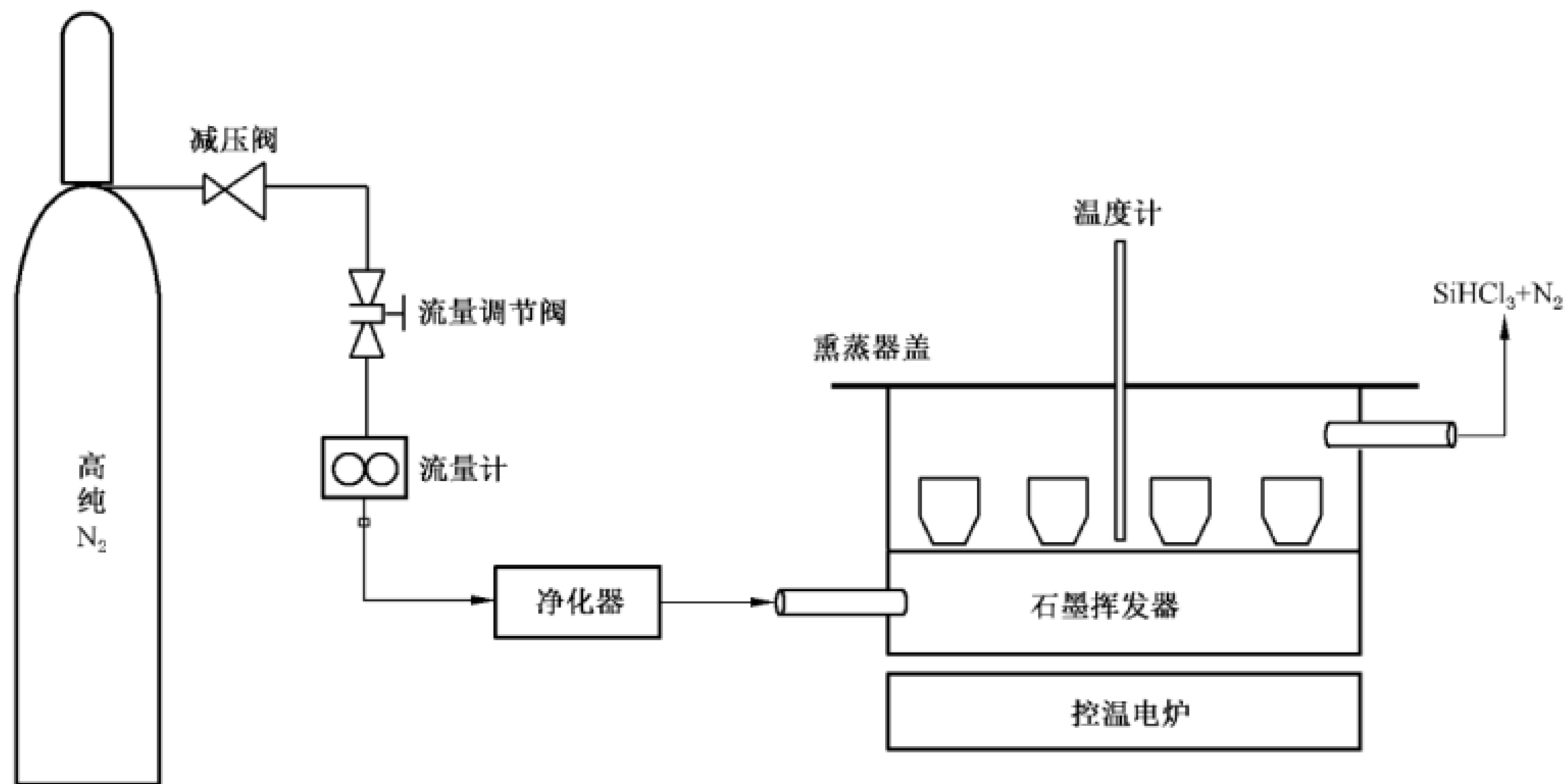


图1 石墨挥发器示意图

6.3.5 试验步骤

6.3.5.1 试验溶液的制备

于洁净干燥的铂坩埚中加入 1 mL 乙腈,准确量取 30 mL 试样注入铂坩埚中,将铂坩埚放入石墨挥发器中,以 0.8 L/min 的速度通入氮气,形成流动的氮气环境,使三氯氢硅常温下缓慢挥发至干,取下熏蒸器盖,在铂坩埚内加入 0.1 mL 的甘露醇溶液和 1 mL 氢氟酸,调温至 110 °C ~ 120 °C,直至二氧化硅完全溶解并蒸干,冷却取出铂坩埚,在铂坩埚内加入 1 mL 硝酸溶液,充分摇动使残渣完全溶解,溶液定容待测(定容体积可根据元素的含量确定)。

同时做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

6.3.5.2 工作曲线的绘制

用微量移液器分别移取混合标准溶液Ⅱ 0.00 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。开启电感耦合等离子体质谱仪,调谐仪器参数,使仪器的各项指标达到测定的要求,以内标溶液Ⅲ作为内标(可根据不同分析仪器的灵敏度对内标溶液的浓度进行适当调整),以元素响应值和内标元素响应值的比值为纵坐标,以待测元素的质量浓度为横坐标,分别绘制各待测元素的工作曲线。

6.3.5.3 试验

按仪器操作条件,以内标溶液Ⅲ作为内标(可根据不同分析仪器的灵敏度不同对内标溶液的浓度进行适当调整),并通过三通管在线加入,分别对空白试验溶液、试验溶液进行测定,根据元素响应值和内标元素响应值的比值从工作曲线上查得相应元素的浓度。各元素含量测定推荐的测定条件参见附录 B。

6.3.6 试验数据处理

铝、磷、铁、铬、铜、锌、硼、镓、铟的含量以质量分数 w_k 计,数值以纳克每克(ng/g)表示,按式(2)计算:

$$w_k = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1}{\rho V} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中各杂质元素的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中各杂质元素的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V_1 ——试验溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ ——三氯氢硅密度的数值,单位为克每毫升(g/mL) ($\rho=1.35$);

V ——量取试样体积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。

6.4 总碳(以 C 计)的测定

6.4.1 原理

采用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)检测,理化特征各不相同的物质通过毛细管色谱柱进行分离,色谱分离出来的化合物在流出色谱柱时用质谱仪进行记录。用化合物的保留时间和质谱碎片的丰度比定性,选用 1,2-二氯乙烷作内标,内标法定量。

6.4.2 试剂或材料

6.4.2.1 甲基氢二氯硅烷:色谱纯。

6.4.2.2 三甲基氯硅烷:色谱纯。

6.4.2.3 二甲基二氯硅烷:色谱纯。

6.4.2.4 甲基三氯硅烷:色谱纯。

6.4.2.5 高纯四氯化硅:含量不小于 99.99%,碳杂质含量小于 0.1 mg/L 。

6.4.2.6 氦气:纯度不小于 99.999 5%。

6.4.2.7 氮气:纯度不小于 99.999 5%。

6.4.2.8 内标贮备溶液:1 mL 溶液含 1,2-二氯乙烷 1 mg,取 0.25 g 的 1,2-二氯乙烷(色谱纯)置于 250 mL 的容量瓶中,用辛烷稀释至刻度,摇匀。

6.4.2.9 内标溶液:1 mL 溶液含 1,2-二氯乙烷 2 μg ,移取 1 mL 内标贮备溶液,置于 500 mL 容量瓶中,用辛烷稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.4.3 仪器设备

6.4.3.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS),推荐的仪器操作参数参见附录 C。

6.4.3.2 氮气操作箱。

6.4.3.3 石英毛细管柱:DB-1701 型 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm 毛细管柱或能达到同等分离程度的毛细管柱。

6.4.3.4 色谱进样瓶:2 mL。

6.4.3.5 注射器:1 mL,石英玻璃材质。

6.4.3.6 微量注射器:1 μL ,石英玻璃材质。

6.4.3.7 容量瓶:100 mL,聚全氟烷氧基酯塑料(PFA)材质。

6.4.4 试验步骤

6.4.4.1 试验溶液的制备

用注射器准确移取 0.5 mL 内标溶液至色谱进样瓶内,称量,记录质量为 m_0 。将三氯氢硅试样放入

氮气操作箱,吹干燥氮气。准确移取 0.5 mL 试样至该色谱进样瓶,总体积至 1 mL,混匀,得到试验溶液,称量,记录质量为 m_1 ,色谱进样瓶中试样的质量 $m = m_1 - m_0$ 。

6.4.4.2 工作曲线的绘制

准确称取甲基氢二氯硅烷、三甲基氯硅烷、二甲基二氯硅烷、甲基三氯硅烷各 $0.100\ 0\ \text{g} \pm 0.000\ 2\ \text{g}$ 至 100 mL 容量瓶中,以高纯四氯化硅稀释至刻度,得到 $1\ 000\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 标准母液。分别移取 10 μL 、0.1 mL、1 mL、5 mL、10 mL、20 mL 的标准母液至 100 mL 容量瓶中,再分别加入 50 mL 的内标溶液,以高纯四氯化硅稀释至刻度,分别得到 $0.1\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $1\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $10\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $50\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $100\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $200\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液,混匀。用微量注射器将系列标准溶液注入气相色谱-质谱联用仪(进样量为 1 μL),采集数据,以被测物质和内标物的质量浓度比为横坐标,被测物质和内标物的响应面积比为纵坐标,绘制甲基氢二氯硅烷、三甲基氯硅烷、二甲基二氯硅烷、甲基三氯硅烷工作曲线。

6.4.4.3 试验

用微量注射器准确吸取 1 μL 试验溶液注入气相色谱-质谱联用仪,记录选择离子色谱图。在工作曲线上查得相应的甲基氢二氯硅烷、三甲基氯硅烷、二甲基二氯硅烷、甲基三氯硅烷的质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。总碳含量测定推荐的仪器操作参数及典型毛细管柱的选择离子色谱图参见附录 C。

6.4.5 试验数据处理

总碳(以 C 计)的含量以质量分数 w_c 计,数值以微克每克($\mu\text{g}/\text{g}$)表示,按式(3)计算:

$$w_c = \frac{(a \times \rho_1 + b \times \rho_2 + c \times \rho_3 + d \times \rho_4) \times V}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- a ——甲基氢二氯硅烷中碳的量与甲基氢二氯硅烷的量的比值($a = 0.104\ 4$);
- ρ_1 ——从工作曲线上查得的甲基氢二氯硅烷的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- b ——三甲基氯硅烷中碳的量与三甲基氯硅烷的量的比值($b = 0.331\ 8$);
- ρ_2 ——从工作曲线上查得的三甲基氯硅烷的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- c ——二甲基二氯硅烷中碳的量与二甲基二氯硅烷的量的比值($c = 0.186\ 1$);
- ρ_3 ——从工作曲线上查得的二甲基二氯硅烷的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- d ——甲基三氯硅烷中碳的量与甲基三氯硅烷的量的比值($d = 0.080\ 3$);
- ρ_4 ——从工作曲线上查得的甲基三氯硅烷的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V ——试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列要求:

- a) 本标准要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每六个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,应进行型式检验:
 - 更新关键生产工艺;
 - 主要原料有变化;
 - 停产又恢复生产;

- 与上次型式检验有较大差异；
- 合同规定。

b) 本标准要求中规定的工业三氯氢硅的三氯氢硅、二氯二氢硅、四氯化硅、氯硅烷聚合物四项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产同等质量的产品为一批,也可按产品贮罐组批。

7.3 按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 中规定的采样技术确定采样单元数和采样方法。生产厂可从贮罐或生产线上采取有代表性的样品,用户可从贮运槽车中采样。采样时应严格避免因管件腐蚀引入的污染,并应排净管线死角残留物料,确保能取到具有代表性的样品(宜安装耐腐蚀的树脂材料的密闭循环采样器)。采样时间要短,采样结束后样品应立即加盖密封,冷藏保存。

7.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

7.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

8 标志、标签

8.1 工业三氯氢硅包装槽罐车上应有牢固清晰的标志,内容包括:产品名称、施救措施、罐体体积、核载重量、应急救援电话和 GB 190 中规定的“遇水放出易燃气体的物质”“易燃液体”和“腐蚀性物质”标签。

8.2 每批出厂的工业三氯氢硅都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、类别、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业三氯氢硅采用清洁干燥的专用槽车灌装,罐装容器应符合适用的压力容器要求,产品不可与空气接触。为防止静电聚积,灌装前,容器及充装管道应做好防静电接地。罐装质量不得超过槽车要求的充装质量,充装压力不得超过容器的使用压力。槽罐车及罐体应按照检验周期定期进行检验。

9.2 工业三氯氢硅主要采用公路运输形式,公路运输应执行交通部颁发的 JT 618 的相关规定。槽车上应采用防爆式电气装置。运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与氧化剂、酸类、碱类、水、食用化学品等混装混运。运输途中应防暴晒、防高温。中途停留时应远离火种、热源、高温区。公路运输时要按照规定路线行驶,勿在居民区和人口稠密区停留。

9.3 工业三氯氢硅应贮存于储罐内,储罐贮存于阴凉、干燥、通风良好的区域,三氯氢硅储罐应设防静电接地装置和避雷装置,并远离火种、热源。储罐不应完全装满,并应保证安全贮存运输,包装应密封,以防泄漏。应与氧化剂、酸类、碱类等分开存放,不得混储。贮存区应采用防爆型照明设备和满足防爆要求的电气设备。禁止使用易产生火花的机械设备和工具。贮存区应备有相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备和合适的收容设备。

附 录 A
(资料性附录)
推荐的气相色谱测定条件

A.1 毛细管色谱柱的色谱操作条件

表 A.1 给出了毛细管色谱柱测定工业三氯氢硅的气相色谱操作条件。

表 A.1 毛细管色谱柱的色谱操作条件

项目	操作条件
色谱柱	100%二甲基聚硅氧烷, 60 m×0.32 mm×1.0 μm
载气	氢气
分流比	50 : 1
毛细管柱出口流量	1.5 mL/min
柱温	初始温度 50 °C, 保持 3 min, 升温速率 20 °C/min, 终温 160 °C, 保持 5 min
汽化温度	180 °C
检测温度	220 °C
进样量	1 μL

A.2 典型的毛细管色谱柱气相色谱图

工业三氯氢硅在 100%二甲基聚硅氧烷毛细管上典型的色谱图见图 A.1。

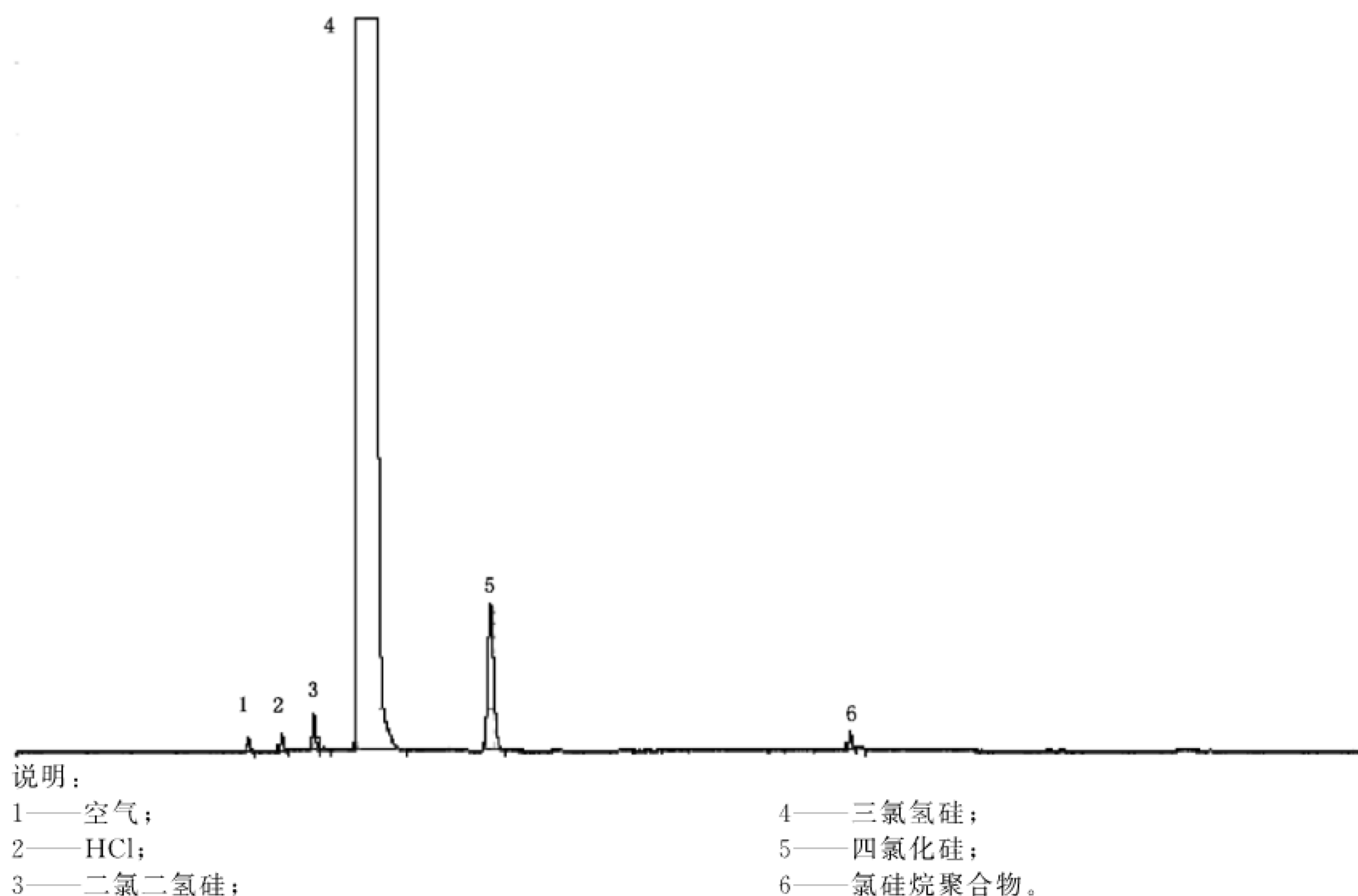


图 A.1 工业三氯氢硅在毛细管色谱柱上典型的色谱图

A.3 各组分的相对保留值

表 A.2 给出了工业三氯氢硅各组分在 100% 二甲基聚硅氧烷毛细管柱上的相对保留值。

表 A.2 各组分的相对保留值

组分名称	相对保留值
空气	0.42
氯化氢	0.49
二氯二氢硅	0.58
三氯氢硅	1.00
四氯化硅	2.25
氯硅烷聚合物	5.57

附录 B

(资料性附录)

铝、磷、铁、铬、铜、锌、硼、镓、铟含量测定推荐的测定条件

B.1 推荐的同位素质量数、测定模式及内标元素的选择

表 B.1 给出了电感耦合等离子体质谱仪测定工业三氯氢硅中的铝、磷、铁、铬、铜、锌、硼、镓、铟含量推荐的同位素质量数、测定模式及内标元素的选择。

表 B.1 推荐同位素质量数、测定模式及内标元素的选择

元素	质量数	测定模式	内标元素
Al	27	Cool	钴
P	31	Normal	钪
Fe	56	Cool	钴
Cr	52	Cool	钴
Cu	64	Cool	钴
Zn	65/66	He	钪
B	11	Normal	钪
Ga	70	Normal	钪
In	115	Normal	钪

B.2 推荐的电感耦合等离子体质谱仪仪器操作参数

表 B.2 给出了电感耦合等离子体质谱仪测定工业三氯氢硅中的铝、磷、铁、铬、铜、锌、硼、镓、铟含量推荐的仪器操作参数。

表 B.2 推荐的仪器操作参数

参数	常规模式(B)
循环水温度/℃	18~22
RF 功率/W	1 500
循环水压力/kPa	230~400
氩气压力/kPa	700±24.5
氦气压力/kPa	40±20
泵速/(r/s)	0.1
采样深度/mm	8
载气流速/(L/min)	0.8

表 B.2 (续)

参数	常规模式(B)
补充气流速/(L/min)	0.6
等离子气流速/(L/min)	15
辅助气流速/(L/min)	1
雾化室温度/°C	2
样品提升时间/s	45
元素的积分时间	0.1 s×3 pints
雾化器类型	微量雾化器
功率(Normal 模式)/W	1 500
功率(Cool 模式)/W	600
功率(He 模式)/W	1 500
注：载气、补充气、冷却气、辅助气均采用氦气。	

附录 C

(资料性附录)

总碳(以 C 计)含量测定推荐的仪器操作参数及选择离子色谱图

C.1 推荐的仪器操作参数

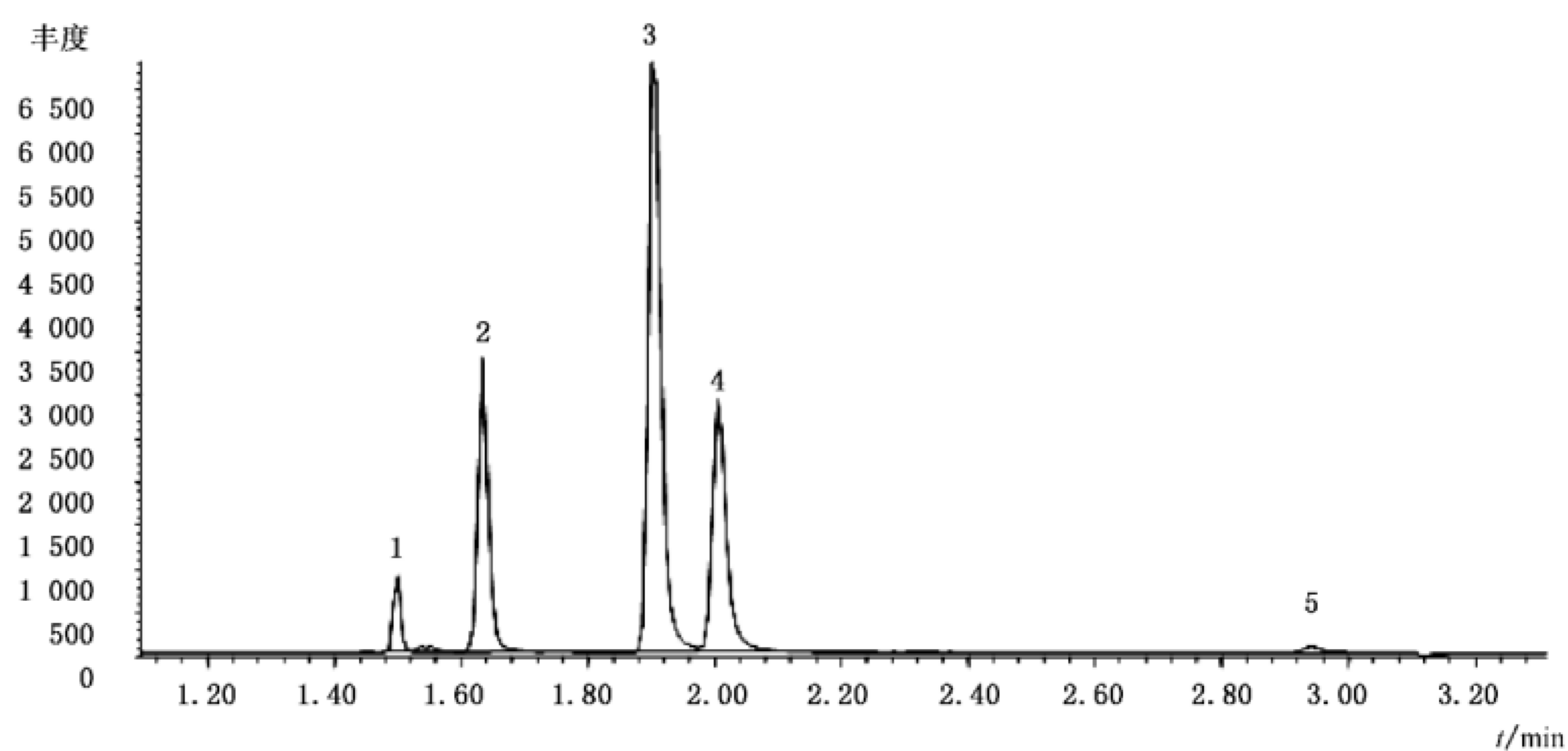
表 C.1 给出了气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)测定工业三氯氢硅中总碳的推荐的仪器操作参数。

表 C.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)推荐的仪器操作参数

项目	操作参数
色谱柱	30 m×0.25 mm×0.25 μm 的中极性毛细柱或等效柱
载气	氮气
载气流速/(mL/min)	1.5
进样口温度/℃	150
柱箱温度	初始温度 35 ℃,保持 3 min,以 10 ℃/min 的速度,程序升温至 200 ℃
接口温度/℃	280
质谱仪温度/℃	180
分流比	10 : 1
进样量/μL	1
采集模式	选择离子检测(SIM)
监测质量(MASS)	62、79、93、99、113
停留时间/ms	50
溶剂延迟/min	1.3

C.2 典型毛细管柱的选择离子色谱图

工业三氯氢硅中含碳物质通过气相色谱-质谱联用仪典型毛细管柱的选择离子色谱图见图 C.1。



说明：

- 1——甲基氢二氯硅烷；
- 2——三甲基氯硅烷；
- 3——甲基三氯硅烷；
- 4——二甲基二氯硅烷；
- 5——1,2-二氯乙烷。

图 C.1 典型毛细管柱的选择离子色谱图