

TB

中华人民共和国氟硅协会团体标准

T/FSI 003-2016

气相二氧化硅生产用四氯化硅

Silicon tetrachloride for production of fumed silica

2017-04-10 发布

2017-06-01 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1给出的规则起草。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本标准参加起草单位：宜昌汇富硅材料有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、广州吉必盛科技实业有限公司、浙江富士特硅材料有限公司、新亚强硅化学股份有限公司

本标准主要起草人：王成刚、陈敏剑、吴春雷、方卫民、初亚军、黄潇、罗晓霞、申士和、赵艳艳、刘春山

本标准为首次制定

气相二氧化硅生产用四氯化硅

注意：使用本标准的人员应熟悉常规实验室操作，本标准未涉及任何使用中的安全问题，使用者有责任建立恰当的安全和健康措施，并保证符合国家规定。

1 范围

气相二氧化硅生产用四氯化硅的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于多晶硅副产四氯化硅、三氯氢硅副产四氯化硅以及其它方法制得的四氯化硅，该四氯化硅满足气相二氧化硅生产原料的质量要求。

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 190 危险货物包装标志

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 12463 危险货物的运输包装通用技术条件

3 技术要求

3.1 外观与性状

无色透明液体，无明显可见杂质。

3.2 技术要求

四氯化硅应符合表 1 中所示的技术要求。

表 1 气相二氧化硅生产用四氯化硅技术要求

项目	优级	合格
四氯化硅质量分数/%	≥ 98.0	≥ 95.0
三氯氢硅烷质量分数/%	≤ 1.7	≤ 4.5
高沸物质量分数/%	≤ 0.1	≤ 0.2
低沸物质量分数/%	≤ 0.2	≤ 0.3

注：高沸物为沸点高于四氯化硅的其他杂质。低沸物为沸点低于三氯氢硅烷的其它杂质。

4 试验方法

除非另有说明，仅使用分析纯试剂。

4.1 外观测定

目测法。

无色透明液体，无明显可见杂质。

4.2 四氯化硅中各组分含量的测定

4.2.1 方法概述

采用气相色谱法，在规定的条件下采样和进样，使试样汽化后经色谱柱分离，通过热导检测器，采用面积归一法定量。

4.2.2 试剂和材料

载气：氢气，纯度99.99%(体积分数)，需用硅胶和分子筛干燥净化。

4.2.3 仪器

4.2.3.1 气相色谱仪：配有热导检测器（TCD），整机稳定性和灵敏度符合 GB/T 9722 的要求。

4.2.3.2 色谱工作站或数据处理机。

4.2.3.3 微量注射器：0.001 mL（1 μL）。

4.2.3.4 分流比：根据仪器操作说明及产品特性，协商确定分流比。

4.2.3.5 色谱柱：100%二甲基聚硅氧烷或达到同等分离程度的毛细管柱。

4.2.4 采样

采样按GB/T 6680《液体化工产品采样通则》采样规定进行，采样用的取样瓶应清洁干燥，取样时应尽量避免和空气接触，密封冷藏。采样量为10 mL。

4.2.5 测定

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。当色谱仪达到设定的色谱条件并稳定后，进行样品的测定。用色谱数据处理机或色谱工作站记录各组分的峰面积。空气峰和氯化氢峰进行锁定处理，不参与结果计算，推荐的色谱操作条件参见附录A。

4.2.6 结果计算

四氯化硅中各组分含量以质量分数 ω_i 数值以%计，按式（1）计算：

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

式中：

f_i ——组分i的相对质量校正因子，暂定为1.0；

A_i ——组分i的色谱峰面积；

$\sum A_i f_i$ ——各组分校正峰面积的总和。

取两次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：对于四氯化硅，不大于0.20%；对于三氯氢硅烷，不大于0.05%。

检验结果的判定按 GB/T 8170 《数值修约规则与极限数值的表示和判定》中规定的修约值比较法进行。

5 检验规则

5.1 检验分类

检验分出厂检验和型式检验。

5.2 出厂检验

产品需经公司质检部门按本标准检验合格并出具合格证后方可出厂。

出厂检验项目为：

- a) 外观；
- b) 四氯化硅中各组分含量测定。

5.3 型式检验

型式检验为本标准第3章要求的所有项目。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 首次生产时；
- b) 主要原材料或工艺方法有较大改变时；
- c) 正常生产满一年时；
- d) 停产半年以上，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f) 质量监督机构提出要求或供需双方发生争议时。

5.4 组批与抽样规则

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的产品为一检验组批，其不超过30吨，每批随机抽产品1kg作出厂检验样品。从出厂检验合格的产品中随机抽取产品2kg，作为型式检验样品。

5.5 判定规则

所有检验项目合格，则产品合格；若出现不合格项，允许加倍抽样对不合格项进行复检。若复检合格，则判该批产品合格；若复检仍不合格，则判该批产品为不合格。

6 标识、包装、运输和贮存

6.1 标识

四氯化硅包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志，其内容包括：四氯化硅包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志，其内容包括：产品名称、净容量施救方法、种类及 GB 190 《危险货物包装标志》中规定的“腐蚀性”标志。

6.2 包装

四氯化硅产品采用干燥清洁的专用槽车灌装或根据用户要用量需要按照 GB 12463 要求包装。

6.3 运输

运输应遵守 GB 12463 的要求，运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与强碱、强氧化剂、醇类、水、食用化工物品等混装混运。运输途中应防晒晒、雨淋。搬运时要轻装轻卸，防止包装及容器损坏。

6.4 贮存

四氯化硅产品贮存地点应阴凉、干燥、良好通风。在符合本标准包装、运输和贮存条件下，自生产之日起，本产品保质期为 6 个月，逾期可按本标准重新检验，检验结果符合本标准要求时，仍可继续使用。

7 安全（下述安全内容为提示性内容但不仅限于下述内容）

警告——使用本标准的人员应熟悉实验室的常规操作。本标准未涉及所有与使用有关的安全问题。使用者有责任建立适宜的安全和健康措施并确保首先符合国家的相关规定。

7.1 四氯化硅别名氯化硅，四氯化矽，CAS 号 10026-04-7、分子式 SiCl_4 、分子量 169.90、熔点 -70°C 、沸点 57.6°C 、相对密度(水=1)1.48；可混溶于苯、氯仿、石油醚等大多数有机溶剂，为无色或淡黄色发烟液体，有刺激性气味，易潮解，危险标记 20（酸性腐蚀品）。

7.2 四氯化硅遇水强烈水解成硅酸和有毒的氯化氢酸雾。接触其蒸气可引起接触性皮炎,接触液体可致皮肤和粘膜灼伤。四氯化硅对眼、上呼吸道粘膜有强烈的刺激作用,轻者局部充血、支气管炎，高浓度时重者可发生肺充血、肺炎及肺水肿。

7.3 在进行四氯化硅装卸或取样时应尽量避免空气接触，局部排风，使用防爆型的通风系统和设备。操作人员须经过专门培训，严格遵守操作规程。防止蒸气泄漏到工作场所空气中，可能接触其蒸气时，建议操作人员佩戴防毒面具、防护眼镜和橡胶手套。工作场所应配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。



附录 A
(资料性附录)
推荐的气相色谱测试条件

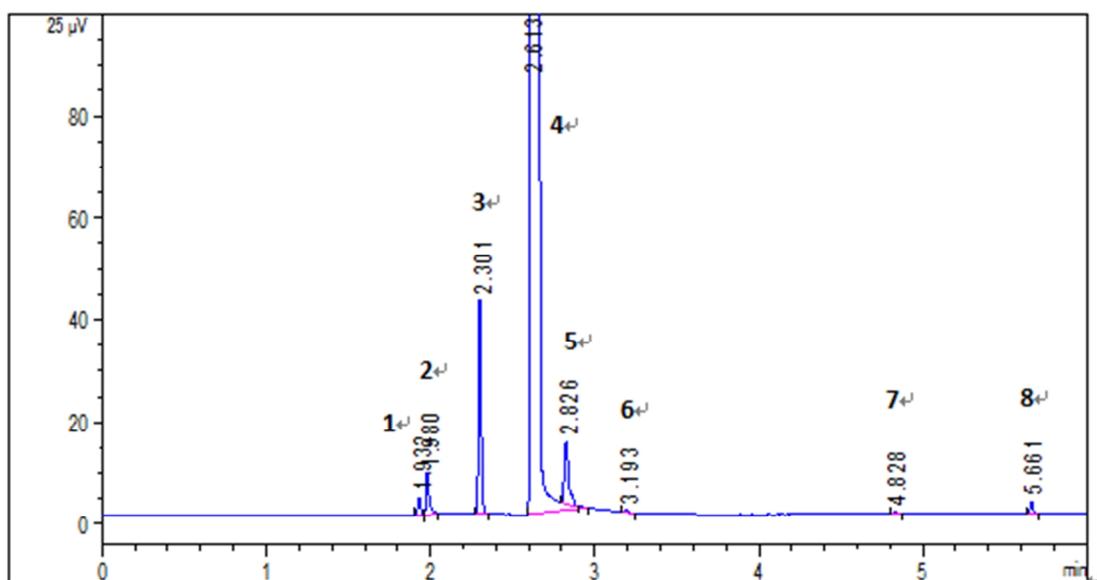
A.1 毛细管色谱柱的色谱操作条件

毛细管色谱柱的色谱操作条件如下:

- 色谱柱: 100%二甲基聚硅氧烷, 30m×0.32mm×0.5μm 或达到同等分离程度的毛细管柱;
- 载气: 氢气;
- 分流比: 40: 1;
- 毛细管柱出口流量: 1.5 mL/ min;
- 柱温: 初始温度 50 °C,保持 5 min , 升温速率 20 °C/min , 终温 160 °C, 保持 2 min;
- 汽化温度: 180 °C;
- 检测温度:200 °C ;
- 进样量: 0.001 mL。

A.2 典型的毛细管色谱柱气相色谱图 (谱图仅为测试条件完全一致时的参考值, 不作为判定依据)

四氯化硅在 100 %二甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱上典型的色谱图见图 A.1。



1, 2-低沸物; 3-三氯氢硅; 4-四氯化硅; 5, 6, 7, 8-高沸物

图 A.1 四氯化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.1 给出了四氯化硅各组分在 100%二甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱上的相对保留值。

表 A.1——各组分的相对保留值

组分名称	相对保留值 (min)
低沸物	< 2.3
三氯氢硅	2.3
四氯化硅	2.6
高沸物	> 2.6



中国氟硅有机材料工业协会
团 体 标 准
气相二氧化硅生产用四氯化硅
T/ FSI 003-2016

中国氟硅有机材料工业协会
北京朝阳区北三环东路 19 号蓝星大厦 6 层 (100029)

网址: <http://www.sif.org.cn/>

联系电话: (010) 64443598

邮箱: cafsi@sif.org.cn

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 3.112 千字

2016 年 7 月第一版 2017 年 4 月第一次印刷

氟硅协会内部发行, 供会员使用

如有印装差错 由氟硅协会调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 64443598