

HG

中华人民共和国化工行业标准

XX/T XXXX—XXXX

高纯工业品四氯化钛

High purity titanium tetrachloride for industrial use

(征求意见稿)

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—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：贵阳精一科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：弓创周。

高纯工业品四氯化钛

警告：根据 GB 12268—2012 第 6 章的规定，高纯工业品四氯化钛属 6.1 项毒性物质，受热或遇水分解放热，放出有毒的腐蚀性烟气，有较强的腐蚀性。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了高纯工业品四氯化钛的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签及随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于半导体集成储存器的生产与制造过程中作为氮化钛、二氧化钛和钛金属化学气相薄膜沉积 (CVD) 的液相钛源材料的高纯工业品四氯化钛。

注：用作光伏、半导体材料的制备。

2 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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 13690 化学品分类和危险性公示 通则

GB/T 30903—2014 无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES)

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 1 部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 2 部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 3 部分：试剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式：TiCl₄

相对分子质量：189.67（按2022年国际相对原子质量）

5 分类

高纯工业品四氯化钛分为两钟类别， I 类：半导体材料用； II 类：光伏材料用。

6 要求

6.1 外观：无色液体或微黄色液体。

6.2 高纯工业品四氯化钛按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目		指标	
		I类	II类
四氯化钛 w/%	≥	99.99999	99.9999
锂 (Li) w/ (μg/kg)	≤	2	10
钠 (Na) w/ (μg/kg)	≤	5	30
钾 (K) w/ (μg/kg)	≤	5	30
镁 (Mg) w/ (μg/kg)	≤	2	10
钙 (Ca) w/ (μg/kg)	≤	5	30
铝 (Al) w/ (μg/kg)	≤	2	10
钒 (V) w/ (μg/kg)	≤	5	30
铬 (Cr) w/ (μg/kg)	≤	2	10
锰 (Mn) w/ (μg/kg)	≤	2	10
铁 (Fe) w/ (μg/kg)	≤	2	20
钴 (Co) w/ (μg/kg)	≤	2	10
镍 (Ni) w/ (μg/kg)	≤	2	10
铜 (Cu) w/ (μg/kg)	≤	5	30
锌 (Zn) w/ (μg/kg)	≤	5	30
锆 (Zr) w/ (μg/kg)	≤	2	10
钼 (Mo) w/ (μg/kg)	≤	2	10
铅 (Pb) w/ (μg/kg)	≤	2	10
银 (Ag) w/ (μg/kg)	≤	2	10
锡 (Sn) w/ (μg/kg)	≤	2	10
钨 (W) w/ (μg/kg)	≤	2	10

钍 (Th) w/ (μg/kg)	≤	2	10
铀 (U) w/ (μg/kg)	≤	2	10
硅 (Si) w/ (μg/kg)	≤	5	30
硼 (B) w/ (μg/kg)	≤	2	10
尘埃粒子数 (≥0.3μm) / (个/mL)	≤	30	50

7 试验方法

7.1 一般规定

本文件所用的试剂和水,在没有注明其它要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的一级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其它规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下,高纯工业品四氯化钛置于比色管中,于黑色衬底下垂直观察检验外观。

7.3 四氯化钛含量的测定

四氯化钛含量以四氯化钛 (TiCl₄) 的质量分数 w_1 计,按公式 (1) 计算:

$$w_1 = 100\% - \sum w_i \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_i ——由 7.4 测得待测杂质元素含量。

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 0.3 %。

7.4 锂、钠、钾、镁、钙、铝、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、锆、钼、铅、银、锡、钨、钽、铀、硅、硼含量的测定

称取适量试样,精确至 0.000 2 g,全部转移至 50 mL 容量瓶中,加 10 mL 硝酸溶液 (1+1),用水稀释至刻度,摇匀。按照 GB/T 30903—2014 中“7.4.3.1”规定的方法测定。

待测杂质元素含量以待测杂质元素的质量分数 w_i 计,数值以微克每千克 (μg/kg) 按公式 (2) 计算:

$$w_i = \frac{m_i}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_i ——从标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量的数值,单位为微克 (μg);

m ——试料质量的数值,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算术平均值的 10 %。

7.5 尘埃粒子数的测定

7.5.1 原理

试样中的尘埃粒子（又称悬浮微粒），通过液体粒子计数仪的光敏感区时，会产生光的散射现象，其散射光的强度与微粒粒径成一定比例关系，经分析、计算、比较后显示不同粒径和粒子的数量。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 超纯水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 ms/m。

7.5.3 仪器设备

7.5.3.1 液体粒子计数仪：精度 0.2 μm，带除气泡装置。

7.5.3.2 广口瓶：容积为 100 mL，材质为四氟乙烯—全氟烷氧基乙烯基醚共聚物（PFA）。

7.5.3.3 超纯净水净化器：带 0.2 μm 终端过滤器，在线制备电导率（25℃）不大于 0.005 5 ms/m 的超纯水。

7.5.4 试验步骤

准确量取一定量试样，静置30 min以上，按照液体粒子计数仪的操作手册进行操作。测试时先用色谱级丙酮清洗管路，再用试样清洗，然后抽取一定量的试样进入仪器，测出尘埃粒子粒径不小于0.3 μm 相对对应的粒子数。检测样品时，通常将仪器测量次数设置为3次，取三次算术平均值为测定结果。

8 检验规则

8.1 本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一类别的高纯工业品四氯化钛为一批。每批产品不超过 500 kg。

8.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器插入至容器深度的 2/3 处采样，将采得的样品混匀，总量不少于 100 mL，分装于两个清洁干燥的塑料瓶中，密封。并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间由生产企业根据需要确定。

8.4 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

8.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

9 标志、标签和随行文件

9.1 高纯工业品四氯化钛包装容器上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、本文件编号及 GB 190 规定的“毒性物质”标签和 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的高纯工业品四氯化钛产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 高纯工业品四氯化钛采用高纯石英瓶包装，每瓶净含量为 1 L、5 L，也可根据用户要求的规格进行包装。

10.2 高纯工业品四氯化钛在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受热，防高温。

10.3 高纯工业品四氯化钛应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受热、撞击。
