

# GCMS法测定三氯氢硅中3种甲基氯硅烷含量

GCMS-570

**摘要：**本文参考相关行业标准，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了三氯氢硅中甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷和甲基三氯硅烷 3 种甲基氯硅烷含量的检测方法。在 0.5~100 mg/kg 范围内，3 种甲基氯硅烷化合物线性关系良好，相关系数均在 0.999 以上。取 1.0 mg/kg 的标准混合溶液，连续 5 针，进行重复性测试，各组分峰面积 RSD 均小于 5%。加标回收实验中，3 种化合物平均回收率均在 90% 以上。该方法操作简便，能够有效的测定三氯氢硅中甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷、甲基三氯硅烷的含量。

**关键词：**GCMS 三氯氢硅 甲基氯硅烷

## 技术特点：

- ❖ 样品经苯溶剂溶解混匀，直接测定，可操作性强。
- ❖ 通过优化分析条件，各项检测指标均达到标准要求。

电子级多晶硅是一种高纯度的热电转换材料，其主要用途为制造太阳能电池片、半导体器件、集成电路等电子元器件。电子级多晶硅其纯度要求很高，其中碳含量是重要的品质指标之一，对多晶硅的产品质量起着重大作用。碳含量过高，可能会导致多晶硅的导电性能下降，甚至形成导电路径，影响太阳能电池的光电转换效率和半导体器件的性能稳定性。因此，控制电子级多晶硅中碳含量是保证其品质和应用的必要条件之一。

三氯氢硅主要用于制造多晶硅的材料，三氯氢硅中的主要含碳杂质是甲基氯硅烷。常见的 4 种甲基氯硅烷的化学性质极其活泼、沸点接近，如一甲基二氯硅烷沸点 41.9℃，三甲基一氯硅烷沸点 57.7℃，

一甲基三氯硅烷沸点 66.4℃，二甲基二氯硅烷沸点 70.5℃，在精馏工序中较难分离去除的。因此，要控制多晶硅中碳含量，就必须严格控制三氯氢硅中甲基氯硅烷的浓度。

本文参考行业标准《YS/T1300-2019 氯硅烷中甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷、甲基三氯硅烷含量的测定 气相色谱 - 质谱法》，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了三氯氢硅中甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷、甲基三氯硅烷的检测方法。结果表明，该方法稳定可靠，能够有效地应对三氯氢硅中甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷、甲基三氯硅烷的测试。

## 实验部分

### 1.1 仪器

气质联用仪 GCMS-QP2020 NX

### 1.2 分析条件

色 谱 柱：DB-VRX, 60 m × 0.32 mm × 1.8 μm

柱 温 程 序：50℃ (18 min)\_40℃ /min\_180℃ (2 min)

进 样 方 式：分流进样

分 流：10:1

进 样 量：1 μL

进 样 口 温 度：180℃

载气控制方式：线速度 (30 cm/s)

离子化方式：EI

离子源温度：230℃

接 口 温 度：250℃

检测器电压：调谐电压 +0.1 kV

采 集 模 式：Scan, 各化合物信息见表 1

### 1.3 样品前处理

按标准要求，取 1.0 mL 色谱纯苯溶剂和 0.5 mL 试样溶液，置于 2 mL 样品瓶中混匀，上机测试。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准色谱图

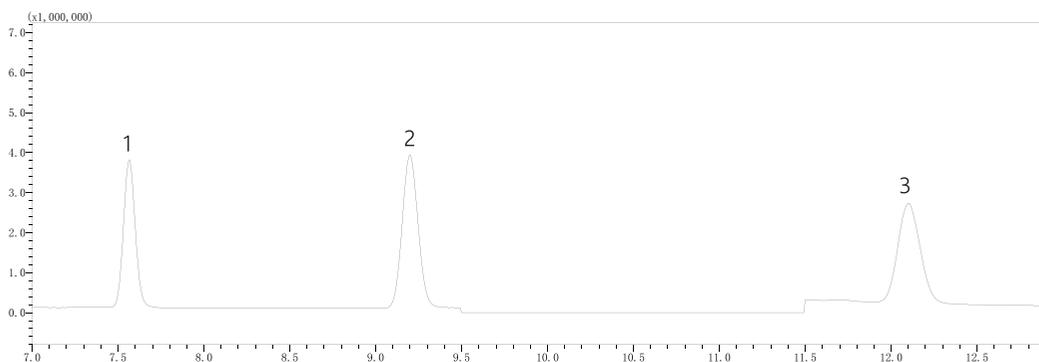


图 1 3 种甲基氯硅烷化合物标准溶液色谱图（浓度 50 mg/kg）

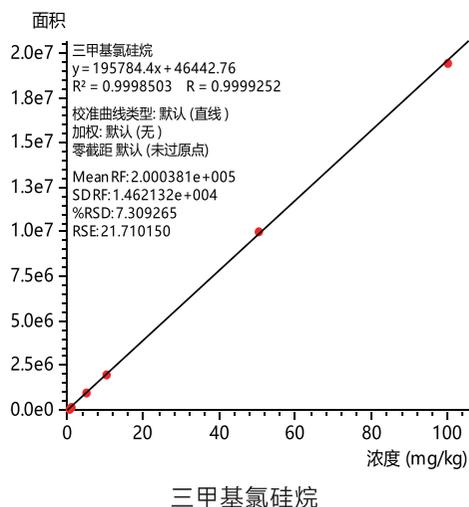
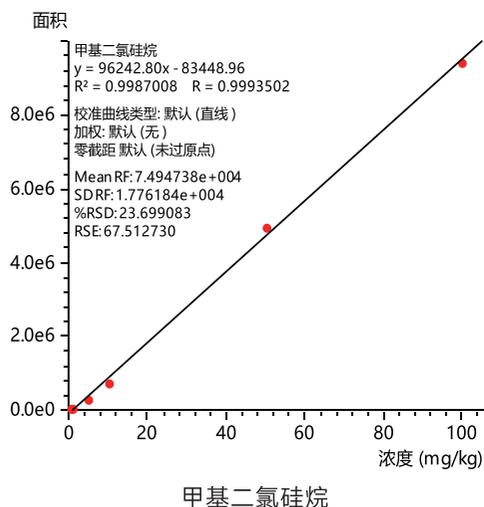
表 1 3 种甲基氯硅烷化合物信息

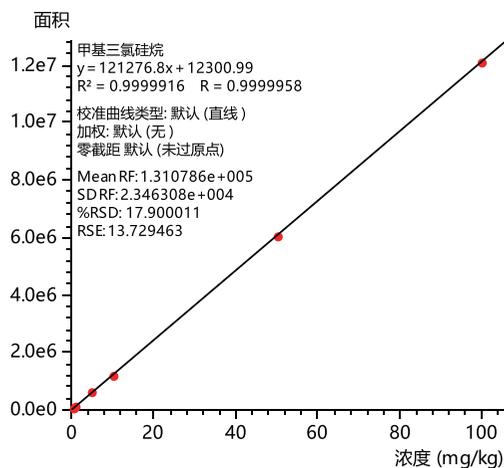
No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	密度 (g/mL)	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	甲基二氯硅烷	methy dichlorosilane	75-54-7	1.11	7.559	113	115
2	三甲氯硅烷	trimethylchlorosilane	75-77-4	0.86	9.197	93	95
3	甲基三氯硅烷	methyltrichlorosilane	75-79-6	1.27	12.101	133	135

### 2.2 标准曲线及检出限

用色谱纯四氯化硅（密度 1.48 g/mL）为溶剂，分别配制出 0.5、1.0、5.0、10、50 和 100 mg/kg 的 3 种甲基氯硅烷化合物混合标准溶液。

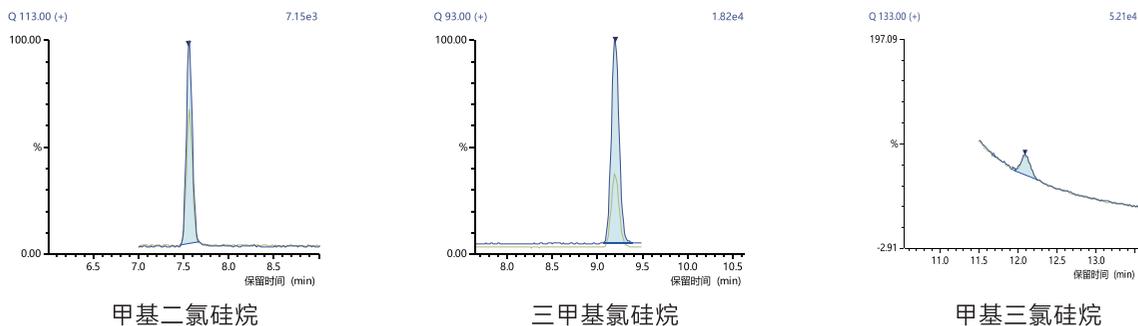
分别取 1.0 mL 色谱纯苯溶剂和 0.5 mL 系列标准溶液，置于 2 mL 样品瓶中混匀，上机测试。以测定组分含量为横坐标，峰面积为纵坐标建立标准曲线，3 种化合物标准曲线和质量色谱图见图 2、图 3。





甲基三氯硅烷

图2 3种化合物标准曲线



甲基二氯硅烷

三甲基氯硅烷

甲基三氯硅烷

图3 3种化合物质量色谱图 (浓度 0.5 mg/kg)

表2 3种化合物标准曲线相关系数及检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	检出限 (mg/kg)
1	甲基二氯硅烷	0.9993	0.009
2	三甲基氯硅烷	0.9999	0.007
3	甲基三氯硅烷	0.9999	0.06

### 2.3 重复性

取 1.0 mg/kg 的混合标准溶液，连续进样 5 针，考察重复性。具体结果见表 3。

表3 重复性结果 (n=5)

No.	化合物名称	峰面积					RSD (%)
		1	2	3	4	5	
1	甲基二氯硅烷	73157	75272	79987	77544	79136	3.65
2	三甲基氯硅烷	193416	194819	200815	199150	200241	1.70
3	甲基三氯硅烷	120850	116975	119136	115686	120408	1.87

## 2.4 样品测试及回收率实验

取生产线三氯氢硅样品溶液，按照 1.3 所示处理，经 GCMS 测定，该样品检测出甲基二氯硅烷含量为 0.33 mg/kg，三甲基氯硅烷含量为 0.021 mg/kg，甲基三氯硅烷未检出。该样品色谱图如下图所示。

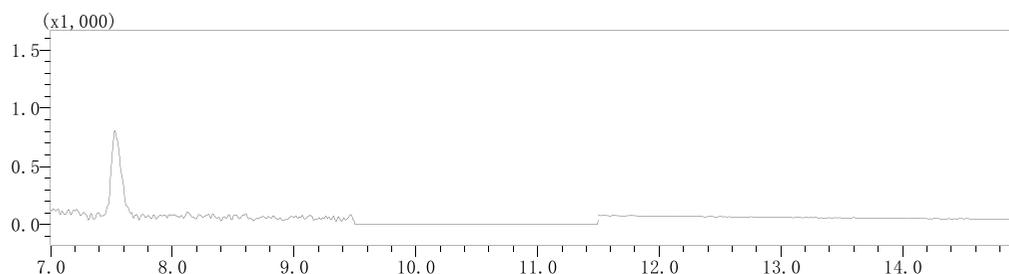


图 4 三氯氢硅样品色谱图

利用该样品进行加标回收实验。添加甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷、甲基三氯硅烷的浓度为 1.0 mg/kg，平行 3 份，回收率测试结果见表 4。

表 4 回收率结果

No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	甲基二氯硅烷	92.1	3.6
2	三甲基氯硅烷	94.1	2.7
3	甲基三氯硅烷	96.3	2.3

## ■ 结论

本文参考行业标准《YS/T1300-2019 氯硅烷中甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷、甲基三氯硅烷含量的测定 气相色谱-质谱法》，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了三氯氢硅中甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷、甲基三氯硅烷的检测方法。在 0.5~100 mg/kg 范围内，3 种化合物线性关系良好，相关系数均在 0.999 以上。取 1.0 mg/kg 的标准混合溶液，连续 5 针进样分析，各组分峰面积 RSD 均小于 5%。加标回收实验中，3 种化合物平均回收率均在 90% 以上。该方法操作简便，能够有效的测定三氯氢硅中甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷、甲基三氯硅烷的含量。

岛津应用云

