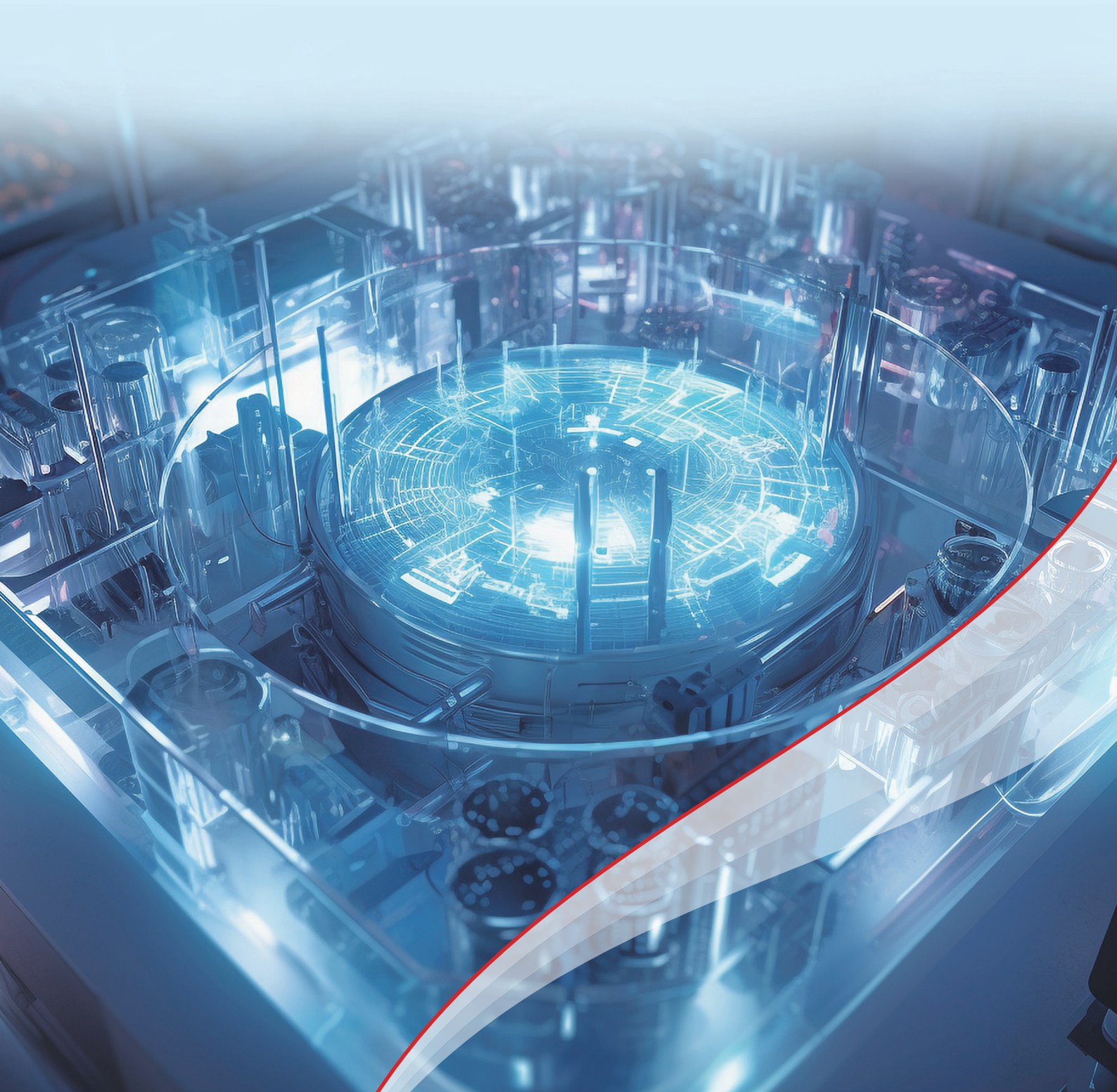


多晶硅气相色谱质谱分析方案



前言

近期，工业和信息化部等六部门联合印发《关于推动能源电子产业发展的指导意见》（工信部联电子〔2022〕181号），指出到2025年，能源电子产业将有效支撑新能源大规模应用，成为推动能源革命的重要力量，到2030年，能源电子产业将形成与国内外新能源需求相适应的产业规模，成为推动实现碳达峰碳中和的关键力量。把促进新能源发展放在更加突出的位置，积极有序发展光能源、硅能源、氢能源、可再生能源，推动能源电子产业链供应链上下游协同发展，形成动态平衡的良性产业生态，引导太阳能光伏、储能技术及产品各环节均衡发展，促进“光储端信”深度融合和创新应用。

多晶硅主要由工业硅、氯气和氢气进行制备，处于光伏及半导体产业链的上游。据不完全统计，目前全球主流的多晶硅生产方法是改良西门子法，国内外95%以上的多晶硅是采用改良西门子法生产的。制备过程中首先将氯气与氢气结合生成氯化氢，然后与工业硅破碎研磨后的硅粉反应生成三氯氢硅，进一步通入氢气将其还原生成多晶硅。多晶硅可融化冷却后制成多晶硅锭，也可通过直拉法或区熔法生成单晶硅。相比多晶硅，单晶硅由晶体取向相同的晶粒组成，因此具有更为优越的导电性与转换效率。多晶硅锭和单晶硅棒均可进一步切割加工为硅片、电池，进而成为光伏组件的关键部分，应用于光伏领域。除此之外，单晶硅片还可通过反复的打磨、抛光、外延、清洗等工艺形成硅晶圆片，作为半导体电子器件的衬底材料。

气相色谱仪在多晶硅生产过程中，主要用于过程气体质量控制和液态氯硅烷的纯度分析检测，常用的检测器为热导池检测器（TCD），它结构简单、性能稳定、线性范围宽，适合最低检测限大于100 ppm的气体；对于气体中微量杂质如CO、CO₂分析，通过镍触媒转化为CH₄，可通过氢火焰离子化检测器（FID）检测，灵敏度高、响应快、线性宽、操作简单；对于生产所需的高纯氮气、高纯氩气和高纯氢气分析，需要借助通用型的脉冲氦离子化检测器（PDHID），对其中的微量或痕量有机和无极气体杂质进行分析，除Ne和载气He外的全部化合物均可检测，满足多晶硅和单晶硅生产加工中的高纯气体需求。

岛津自进入中国以来，一直积极应对能源化工、新能源、新材料等行业的需要，通过技术积累和不断创新，不断丰富完善整体解决方案，满足不同行业用户应用需求。最新推出的《多晶硅气相色谱质谱分析方案》，供参考。

岛津企业管理（中国）有限公司
分析中心

目录

第 1 章 多晶硅行业解读	1
1.1 多晶硅行业概述	1
1.2 多晶硅行业主要使用的分析仪器.....	3
1.3 多晶硅行业检测参考标准.....	3
第 2 章 多晶硅行业气相色谱分析解决方案	5
2.1 气相色谱技术在多晶硅行业的应用.....	5
2.2 高纯气体分析	7
高纯氢气分析解决方案.....	8
高纯氩气分析解决方案.....	10
高纯氮气分析解决方案.....	12
高纯气多合一分析系统解决方案.....	14
2.3 过程气体分析	16
动火与受限空间分析解决方案.....	17
新鲜氢气分析解决方案.....	19
置换氮气和氢气分析解决方案.....	21
循环氢气（氢化尾气、还原尾气）分析解决方案.....	23
2.4 液体三氯氢硅产品分析.....	25
气态氯硅烷分析解决方案.....	26
液体氯硅烷分析解决方案.....	28
氯硅烷中甲基氯硅烷（碳含量）分析解决方案.....	30
多晶硅用氢气中磷化氢分析解决方案.....	32
2.5 气相色谱消耗品清单.....	34
附录 多晶硅气相检测项目与岛津仪器应对一览表	35

第 1 章 多晶硅行业解读

1.1 多晶硅行业概述

多晶硅，属于单质硅的一种形态，由晶面取向不同的晶粒组成，主要通过工业硅加工提纯而来。多晶硅外观呈灰色金属光泽，熔点约为 1410°C，常温下不活泼，熔融状态下较为活泼。多晶硅具有半导体性质，是极为重要的优良半导体材料，但微量的杂质即可大大影响其导电性，由于多晶硅纯度会严重影响到单晶硅拉制环节，因此，其纯度要求极为严格，多晶硅纯度最低为 99.9999%，最高则无限接近于 100%。

电子级多晶硅国家标准（GB/T 12963-2022）中对杂质含量提出了明确要求，并将多晶硅分为特级品和电子 1、2、3 级，其中硼、磷、氧、碳元素含量是重要参照指标。多晶硅的分类方式较多，除了按照国家标准划分等级，还三种较为重要的分类方式。

按纯度要求及用途不同，可以将多晶硅分为太阳能级多晶硅和电子级多晶硅。太阳能级多晶硅主要用于光伏电池的生产制造，而电子级多晶硅作为芯片等生产的原材料，广泛应用于集成电路产业。太阳能级多晶硅的纯度为 6~8N，即要求杂质总含量低于 1 ppmw，多晶硅的纯度需达到 99.9999%以上。而电子级多晶硅纯度要求更为严格，最低为 9N，目前最高可达 12N。电子级多晶硅生产难度较大，国内掌握电子级多晶硅生产技术的企业较少，仍较为依赖进口。目前太阳能级多晶硅产量远大于电子级多晶硅，前者大约为后者的 13.8 倍，预计随着光伏装机量的迅猛提升，太阳能级多晶硅的需求增速将高于电子级多晶硅。

表 1 电子级多晶硅技术指标

项目	技术指标要求			
	特级品	电子 1 级	电子 2 级	电子 3 级
施主杂质含量（P、As、Sb 总含量，以原子数计） cm^{-3}	$\leq 0.15 \times 10^{13}$	$\leq 0.25 \times 10^{13}$	$\leq 0.5 \times 10^{13}$	$\leq 1.5 \times 10^{13}$
受主杂质含量（B、Al 总含量，以原子数计） cm^{-3}	$\leq 0.5 \times 10^{12}$	$\leq 1.5 \times 10^{12}$	$\leq 2.5 \times 10^{12}$	$\leq 5.0 \times 10^{12}$
碳含量（以原子数计） cm^{-3}	$\leq 1.0 \times 10^{15}$	$\leq 2.5 \times 10^{15}$	$\leq 2.5 \times 10^{15}$	$\leq 5.0 \times 10^{15}$
基体金属杂质含量（Fe、Cr、Ni、Cu、Zn、Na 总含量） ng/g(ppbw)	≤ 0.1	≤ 0.3	≤ 0.5	≤ 2.0
表面金属杂质含量（Fe、Cr、Ni、Cu、Zn、Al、K、Na、Ti、Mo、W、Co 总含量） ng/g(ppbw)	≤ 0.1	≤ 0.5	≤ 1.0	≤ 5.0

注:多晶硅的导电类型、电阻率、少数载流子寿命和氧含量由供需双方协商确定

根据硅料掺入杂质及导电类型的不同，可分为 P 型、N 型。当硅中掺杂以受主杂质元素，如硼、铝、镓等为主时，以空穴导电为主，为 P 型。当硅中掺杂以施主杂质元素，如磷、砷、锑等为主时，以电子导电为主，为 N 型。

根据表面质量的不同，可划分为致密料、菜花料和珊瑚料。致密料表面颗粒凹陷程度最低，小于 5 mm，外观无颜色异常、无氧化夹层，价格最高；菜花料表面颗粒凹陷程度适中，为 5-20 mm，断面适中，价格中档；而珊瑚料表面凹陷较为严重，深度大于 20 mm，断面疏松，价格最低。致密料主要用于拉制单晶硅，菜花料、珊瑚料则主要用于制作多晶硅片。

表 2 太阳能级多晶硅技术指标

项目	技术指标要求			
	特级品	1 级品	2 级品	3 级品
施主杂质含量/ 10^{-9} (ppba)	≤ 0.68	≤ 1.40	≤ 2.61	≤ 6.16
受主杂质含量/ 10^{-9} (ppba)	≤ 0.26	≤ 0.54	≤ 0.88	≤ 2.66
氧浓度/ (atoms/ cm^3)	$\leq 0.2 \times 10^{17}$	$\leq 0.5 \times 10^{17}$	$\leq 1.0 \times 10^{17}$	$\leq 1.0 \times 10^{17}$
碳浓度/ (atoms/ cm^3)	$\leq 2.0 \times 10^{16}$	$\leq 2.5 \times 10^{16}$	$\leq 3.0 \times 10^{16}$	$\leq 4.0 \times 10^{16}$
少数载流子寿命/ μs	≥ 300	≥ 200	≥ 100	≥ 50
基体金属杂质含量/ (ng/g) Fe、Cr、Ni、Cu、Zn	≤ 15	≤ 50	≤ 100	≤ 100
表面金属杂质含量/ (ng/g) Fe、Cr、Ni、Cu、Zn、Na	≤ 30	≤ 100	≤ 100	≤ 100

多晶硅的生产流程大体分为两步，第一步先将工业硅粉与无水氯化氢反应得到三氯氢硅和氢气，经反复蒸馏提纯后分别得到气态三氯氢硅、二氯二氢硅以及硅烷；第二步是将上述高纯气体还原成晶体硅，而还原步骤在改良西门子法和硅烷流化床法中有所不同。

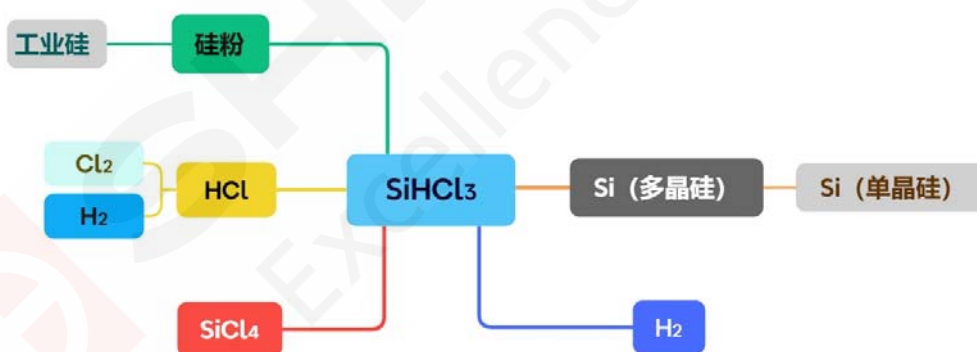


图 1 高纯晶硅生产流程图

改良西门子法生产技术成熟，产品质量高，是目前应用最为广泛的生产技术。传统的西门子生产法是用氯气和氢气合成无水氯化氢，氯化氢和粉状工业硅在一定的温度下合成三氯氢硅，然后对三氯氢硅进行分离精馏提纯，提纯后的三氯氢硅在氢还原炉内进行热还原反应，从而得到沉积在硅芯上的单质硅。改良西门子工艺则在此基础上，同时配备了回收利用生产过程中伴随产生的大量氢气、氯化氢、四氯化硅等副产物的配套工艺，主要包括还原尾气回收与四氯化硅再利用技术。尾气中的氢气、氯化氢、三氯氢硅、四氯化硅通过干法回收得以分离出来，氢气和氯化氢可再用于与三氯氢硅的合成与提纯，三氯氢硅直接回收进入热还原炉内进行提纯，四氯化硅经氢化后生成三氯氢硅可用于提纯，这一步骤

也被称为冷氢化处理。企业通过实现闭路生产，显著降低原材料及电力的消耗量，从而有效节约生产成本。相较于改良西门子法，硅烷流化床法的优势有三个，一是电耗低，二是拉晶产出高，三是更有利于与较为先进的连续直拉技术相结合。硅烷流化床工艺成熟于欧美国，我国企业引入后处于起步阶段。

近年来，全球多晶硅产量逐年增加，且逐渐向我国聚集。2022-2025 年我国多晶硅供给将迎来大规模增长，预计 2025 年国内多晶硅产量为 119.4 万吨，海外产量将达到 17.6 万吨，2025 年全球多晶硅产量约为 137 万吨。全球及我国多晶硅需求主要集中在光伏领域，和半导体领域的需求量不在一个数量级。多晶硅的需求受光伏装机驱动，经过光伏组件-电池片-硅片环节逐渐传导至多晶硅，对其产生需求。未来随着全球光伏装机的扩张，多晶硅需求总体看好。

1.2 多晶硅行业主要使用的分析仪器

近几年伴随新能源尤其是光伏产业的发展，多晶硅的产能和产品质量都迅速增长和提升。在三氯氢硅生产中，气相色谱主要用于原料气体、中间产物和三氯氢硅质量与控制，近些年气质联用仪用于三氯氢硅中含碳硅烷含量的分析越来越成熟。除气相色谱外，产品硅锭和硅片中的微量和痕量杂质元素分析之外，也是影响产品品质和最终光电转化效率关键，在这些元素分析中，低温红外光谱仪、波长色散 X 射线荧光光谱仪、ICPMS 都是最重要的分析仪器设备。

1.3 多晶硅行业检测参考标准

多晶硅行业分析检测的相关标准，如下表 3 所示。

表 3 多晶硅行业部分参考标准

参考标准
GB/T 3634.2 氢气 第 2 部分：纯氢、高纯氢和超纯氢
GB/T 3634.1 氢气 第 1 部分：工业氢
GB/T 8979-2008 纯氮、高纯氮和超纯氮
GB/T 28726-2012 气体分析 氦离子化气相色谱法
GB/T 28654-2018 工业三氯氢硅
YS/T 1392-2020 氯硅烷组分含量的测定 气相色谱法
YS/T 1059-2015 硅外延用三氯氢硅中总碳的测定 气相色谱法
YS/T 1060-2015 硅外延用三氯氢硅中其他氯硅烷含量的测定 气相色谱法
YS/T 1300-2019 氯硅烷中甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷、甲基三氯硅烷的测定 气相色谱质谱联用法
YS/T 987-2021 氯硅烷中碳含量的测定 气相色谱质谱联用法
YS/T 1301-2019 氯硅烷中三氯氧磷、三氯化磷的测定 气相色谱质谱联用法
YS/T 1290-2018 多晶硅生产尾气中硅烷含量的测定 气相色谱法
T/CNIA 0016-2019 多晶硅用回收氢气中氯化氢、氮气、氧气、总碳含量的测定 气相色谱法
DB53/T 618-2014 气相色谱法测定多晶硅生产中氯化尾气 组分含量

DB15/T 1241-2017 硅烷法生产多晶硅尾气中硅烷含量的测定 气相色谱法

T/CNIA 0060-2020 多晶硅用氢气中磷化氢含量的测定 气相色谱法

T/CNIA 0141-2022 多晶硅生产用氢气中金属杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

GB/T 29056-2012 硅外延用三氯氢硅化学分析方法 硼、铝、磷、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、钼、砷和锑量的测定 电感耦合等离子体质谱法

GB/T 1558-2009 硅中代位碳原子含量红外吸收测量方法

GB/T 1557-2018 硅晶体中间隙氧含量的红外吸收测量方法

GB/T 24581-2022 硅单晶中 III、V 族杂质含量的测定 低温傅立叶变换红外光谱法

GB/T 35306-2023 硅单晶中碳、氧含量的测定 低温傅立叶变换红外光谱法

GB/T 24579-2009 酸浸取 原子吸收光谱法测定多晶硅表面金属污染物

GB/T 33236-2016 多晶硅 痕量元素化学分析 辉光放电质谱法

GB/T 24582-2023 多晶硅表面金属杂质含量测定 酸浸取-电感耦合等离子体质谱法

GB/T 37049-2018 电子级多晶硅中基体金属杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

GB/T 29849-2013 光伏电池用硅材料表面金属杂质含量的电感耦合等离子体质谱测量方法

GB/T 31854-2015 光伏电池用硅材料中金属杂质含量的电感耦合等离子体质谱测量方法

第2章 多晶硅行业气相色谱分析解决方案

2.1 气相色谱技术在多晶硅行业的应用

近几年伴随新能源尤其是光伏产业的发展，多晶硅的产能和产品质量都迅速增长和提升。气相色谱技术在多晶硅生产，尤其是三氯氢硅的合成中发挥着重要且不可替代的作用，主要用于原料气、中间循环产物和过程气、精馏的三氯氢硅产品及回收尾气的质量控制和分析，近些年气质联用仪用于三氯氢硅中含碳硅烷的分析也越来越成熟。三氯氢硅是多晶硅和单晶硅制造的核心原料。

由于三氯氢硅沸点较低，遇空气和水汽容易分解产生易燃易爆 H_2 、腐蚀性 HCl 气体和 SiO_2 颗粒物的特性，给色谱分析进样带来了挑战，要求气相色谱能够有效的防止样品分解，避免进样时堵塞进样阀和微量注射器，同时减少产生腐蚀和危险性的气体。三氯氢硅及相关气体一般采用通用的 TCD 检测器进行分析，而对于高纯气体中的 ppb 到 ppm 级别的痕量物质分析采用 PDHID 的气相色谱分析；对于三氯氢硅中微量含碳有机硅和氢气中的痕量磷化物，一般采用 GCMS 进行分析。

目前岛津有 GC-2014C、GC-2014 和 GC-2030 三款气相色谱仪以及 GC 2030-QP 2020NX 气质联用仪，可以全面满足三氯氢硅生产中的混合物分离与各组分含量分析检测。

岛津多晶硅行业气相色谱详细分析解决方案如下列表 4。

表 4 岛津多晶硅行业气相色谱分析解决方案列表

序号	主成分	检测内容	检测下限	参考标准
1	H_2	$Ar/O_2, N_2, CH_4, CO, CO_2$	10 ppb	GB/T 3634.2-2011 氢气 第 2 部分：纯氢、高纯氢和超纯氢 GB/T 16942-2009 电子工业用气体 氢
2	Ar	H_2, N_2, CH_4, CO, CO_2	50 ppb	GB/T 28726-2012 气体分析 氦离子化气相色谱法
3	N_2	H_2, O_2, CH_4, CO, CO_2	50 ppb	GB/T 8979-2008 纯氮、高纯氮和超纯氮 GB/T 16944-2009 电子工业用气体 氮
4	H_2	O_2, N_2, CO, CO_2	100 ppm 0.1 ppm	GB/T 3634.1-2006 氢气 第 1 部分：工业氢 GB/T 8984-2008 气体中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物的测定 气相色谱法
5	N_2	H_2	100 ppm	DB53/T 618-2014 气相色谱法测定多晶硅生产中氯化尾气组分含量
6	H_2	$O_2, N_2, HCl, SiH_2Cl_2, SiHCl_3, SiCl_4$	100 ppm	T/CNIA 0016-2019 多晶硅用回收氢气中氯化氢、氮气、氧气、总碳含量的测定 气相色谱法 DB53/T 618-2014 气相色谱法测定多晶硅生产中氯化尾气组分含量

7	SiHCl ₃	Air, HCl, SiH ₂ Cl ₂ , SiCl ₄ , 氯硅烷聚合物	20 ppm	GB/T 28654-2018 工业三氯氢硅 YS/T 1392-2020 氯硅烷组分含量的测定 气相色谱法 YS/T 1060-2015 硅外延用三氯氢硅中其他氯硅烷含量的测定 气相色谱法
8	SiHCl ₃	甲基氯硅烷/碳含量	100 ppb	GB/T 28654-2018 工业三氯氢硅 YS/T 1300-2019 氯硅烷中甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷、甲基三氯硅烷的测定 气相色谱质谱联用法 YS/T 987-2021 氯硅烷中碳含量的测定 气相色谱质谱联用法
9	H ₂	PH ₃	0.02 ppb	T/CNIA 0060-2020 多晶硅用氢气中磷化氢含量的测定 气相色谱法
10	SiHCl ₃	POCl ₃ 、PCl ₃	0.3 ppb	YS/T 1301-2019 氯硅烷中三氯氧磷、三氯化磷的测定 气相色谱质谱联用法

2.2 高纯气体分析

高纯氢是合成三氯氢硅的原料，在其合成以及三氯氢硅还原过程中都需要置换和消耗，高纯氩和氮，是单晶硅和多晶硅制备过程中必不可少的净化和保护气，气体中的杂质会由此进入最终产品。因此，对上述三种高纯气体中的微量杂质控制要求很高。电子工业用气体国家标准中，对于氢、氩、氮的分析均采用了高灵敏度的 PDHID 检测器进行分析。



■高纯氢气分析解决方案

检测样品:

高纯氢中的 Ar/O₂, N₂, CH₄, CO, CO₂ 及轻烃杂质

对应的标准方法:

GB/T 3634.2-2011; GB/T 16942-2009

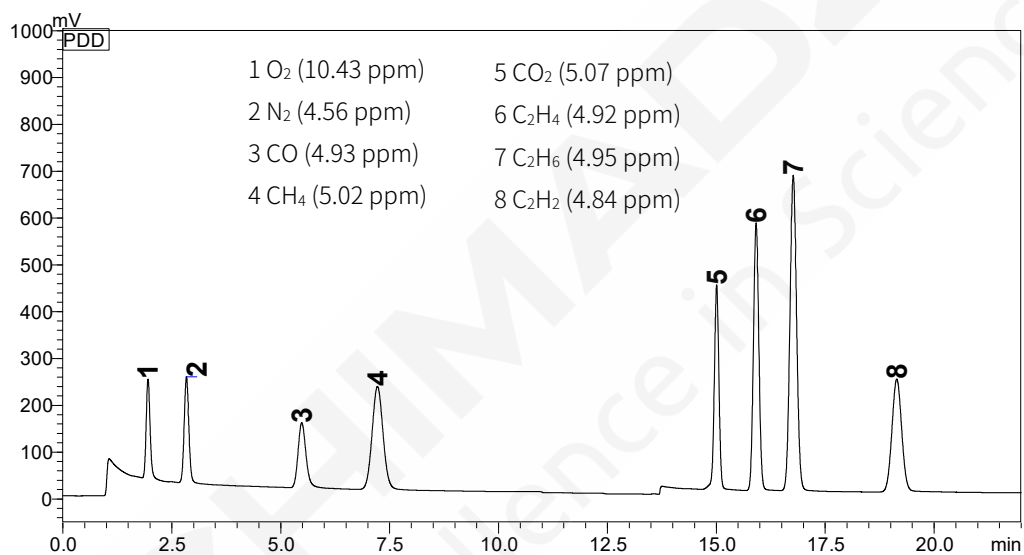
检出限:

N₂, CH₄, CO₂ 及轻烃 < 10 ppb; O₂ 和 CO < 15 ppb

仪器控制方式:

空气驱动阀&电动驱动阀

■典型谱图



■仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	PDHID 氦离子化检测器	1	套
3	HP2 氦气纯化器	1	套
4	AUX-APC 自动压力控制器	2	套
5	Option Box 独立阀箱	1	个
6	10-Port Valve 自动夹套吹扫十通阀	1	个
7	6-Port Valve 自动夹套吹扫六通阀	2	个
8	Piping Kit 管路套件	1	套
9	Sample Loop 定量环	2	个
10	气路管线	1	套

11	SC-ST 填充柱	1	根
12	Porapak 填充柱	2	根
13	Molecular Sieve 13X 填充柱	1	根
14	LabSolutions 中文版工作站	1	套
15	Standard Gas 标准气体	1	套

■特征和优势

- 分析速度快，20 min 内完成高纯氢气分析
- 阀切割技术可一次完全放空大量 H₂，检测微量气体杂质
- 双定量环一次完成 O₂, N₂, CH₄, CO, CO₂ 分析，可扩展分析乙炔和 N₂O
- 新一代先进压力控制器 APC 确保样品重现性良好

■高纯氦气分析解决方案

检测样品:

高纯氦中的 H₂, N₂, CH₄, CO, CO₂ 及轻烃杂质

对应的标准方法:

GB/T 28726-2012

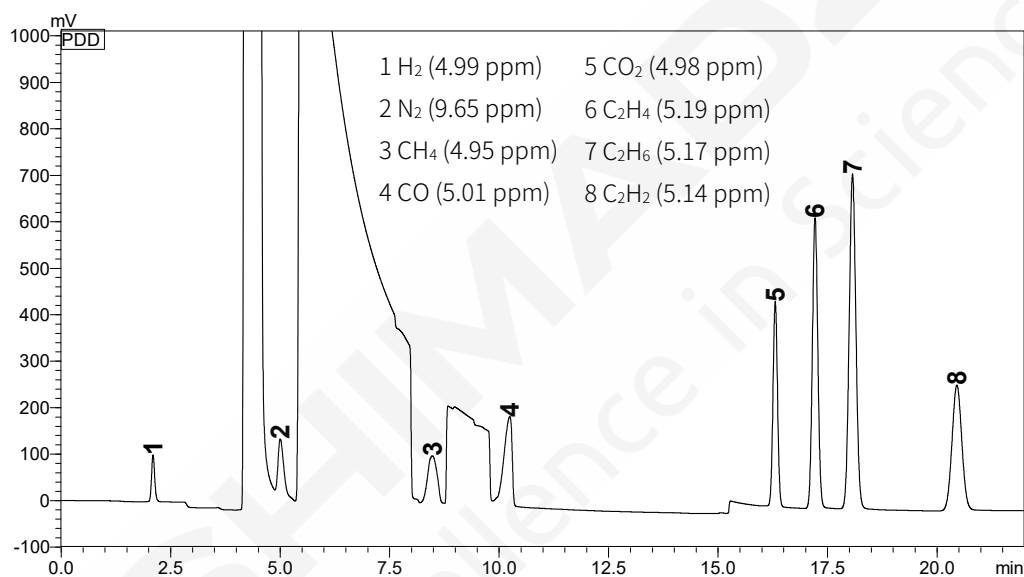
检出限:

H₂, CH₄, CO₂ 及轻烃 < 10 ppb; N₂ 和 CO < 20 ppb

仪器控制方式:

空气驱动阀&电动驱动阀

■典型谱图



■仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	PDHID 氦离子化检测器	1	套
3	HP2 氦气纯化器	1	套
4	AUX-APC 自动压力控制器	2	套
5	Option Box 独立阀箱	1	个
6	10-Port Valve 自动夹套吹扫十通阀	1	个
7	6-Port Valve 自动夹套吹扫六通阀	3	个
8	Piping Kit 管路套件	1	套
9	Sample Loop 定量环	2	个
10	气路管线	1	套

11	Molecular Sieve 13X 填充柱	3	根
12	Porapak 填充柱	2	根
13	LabSolutions 中文版工作站	1	套
14	Standard Gas 标准气体	1	套

■特征和优势

- 分析速度快，25 min 内完成高纯氩气分析
- 采用阀中心切割技术，可多次灵活放空大量 Ar，检测微量气体杂质
- 双定量环进样一次完成 H₂, N₂, CH₄, CO, CO₂ 分析，可扩展分析乙炔和 N₂O
- 新一代先进压力控制器 APC 确保样品重现性良好



■高纯氮气分析解决方案

检测样品:

高纯氮中的 H₂, O₂, CH₄, CO 及轻烃杂质

检测限:

H₂, CH₄, CO₂ 及轻烃 < 10 ppb; CO < 20 ppb

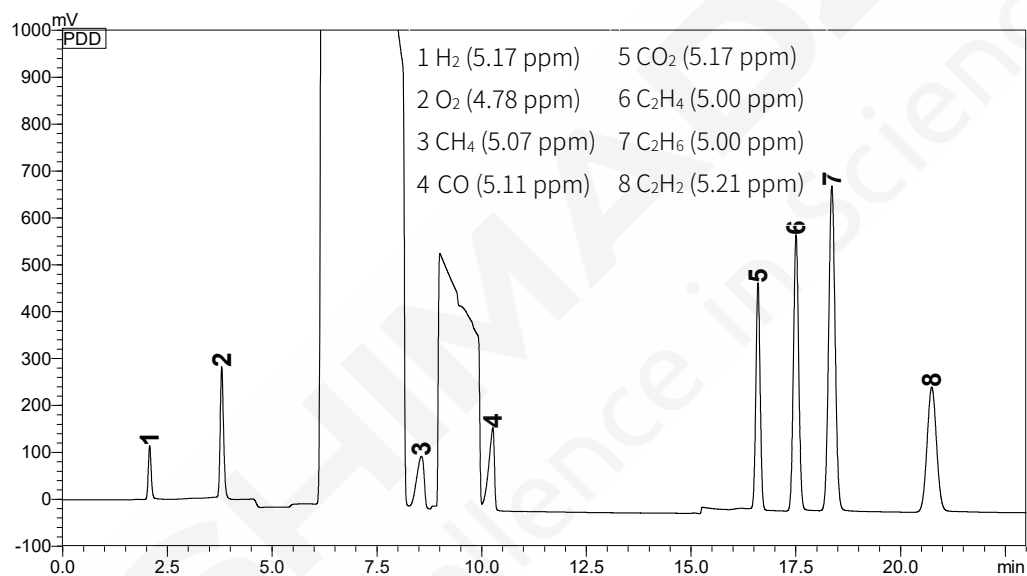
对应的标准方法:

GB/T 8979-2008; GB/T 16944-2009

控制方式:

空气驱动阀&电动驱动阀

■典型谱图



■仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	PDHID 氮离子化检测器	1	套
3	HP2 氮气纯化器	1	套
4	AUX-APC 自动压力控制器	2	套
5	Option Box 独立阀箱	1	个
6	10-Port Valve 自动夹套吹扫十通阀	1	个
7	6-Port Valve 自动夹套吹扫六通阀	3	个
8	Piping Kit 管路套件	1	套
9	Sample Loop 定量环	2	个

10	气路管线	1	套
11	Molecular Sieve 13X 填充柱	3	根
12	Porapak 填充柱	2	根
13	LabSolutions 中文版工作站	1	套
14	Standard Gas 标准气体	1	套

■特征和优势

- 分析速度快，25 min 内完成高纯氦气分析
- 采用阀中心切割技术，可多次灵活放空大量 N₂，检测微量气体杂质
- 双定量环进样一次完成 H₂, O₂, CH₄, CO, CO₂ 分析，可扩展分析乙炔和 N₂O
- 新一代先进压力控制器 APC 确保样品重现性良好



■高纯气多合一分析系统解决方案

检测样品:

高纯氢、高纯氮、高纯氧中的 H₂, N₂, CH₄, CO, CO₂ 及轻烃杂质

检测下限:

H₂, O₂, N₂, CH₄, CO₂ 及轻烃 < 10ppb; CO < 20 ppb

对应的标准方法:

GB/T 4842-2017; GB/T 4844-2011; GB/T 8979-2008; GB/T 14599-2008;

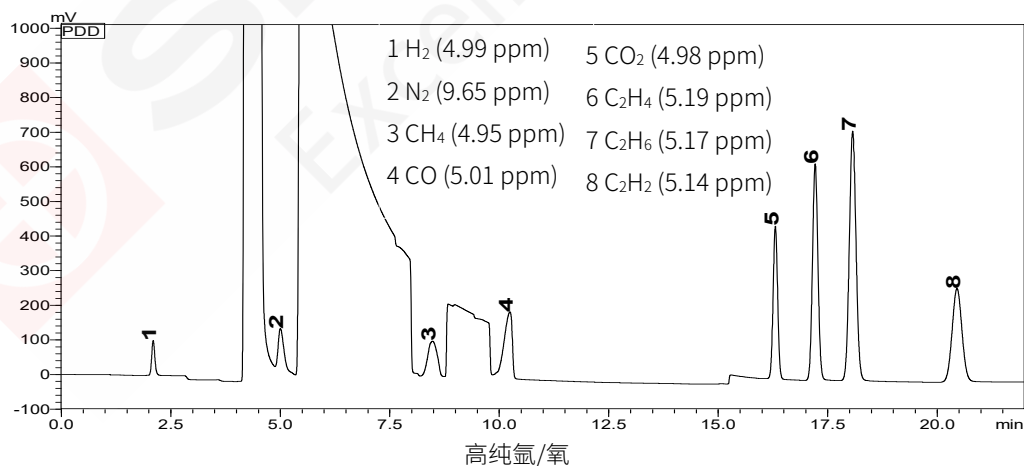
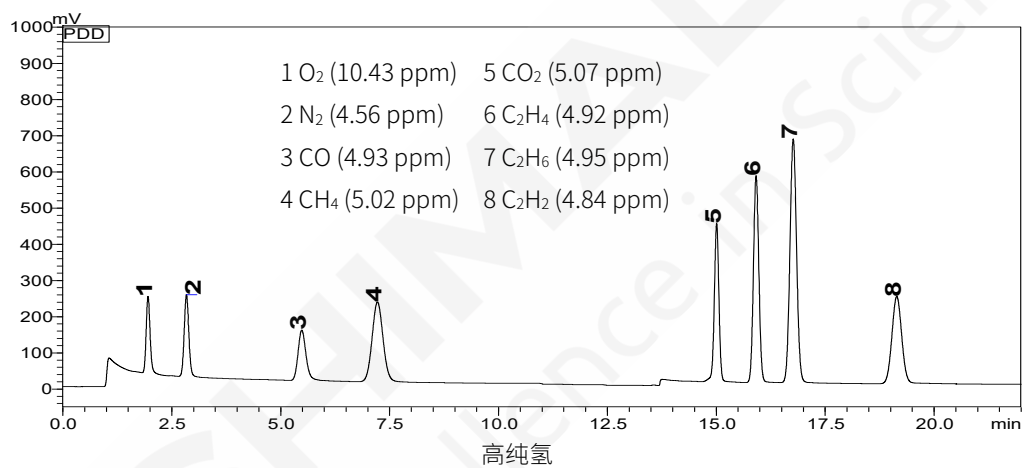
GB/T 16945-2009; GB/T 3634.2-2011; GB/T 33102-2016; GB/T 14604-2009;

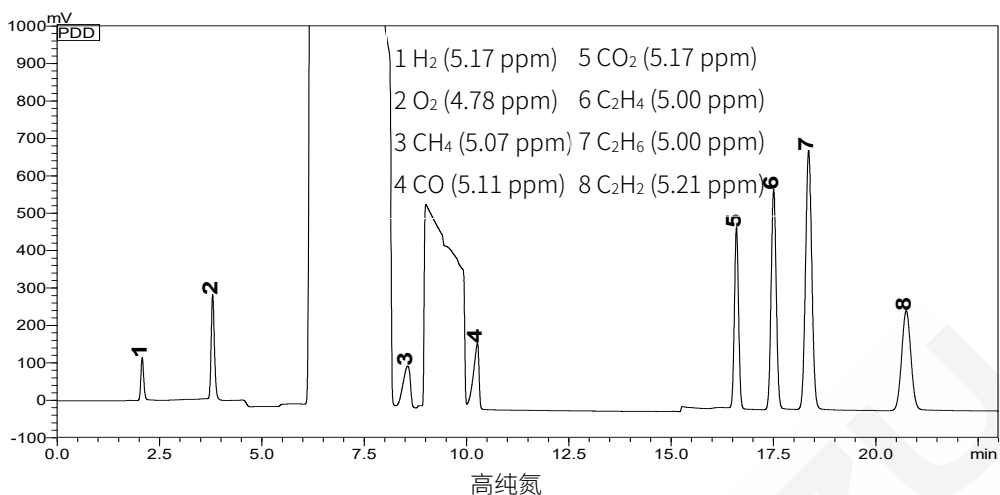
GB/T 16942-2009; GB/T 16943-2009; GB/T 16944-2009

控制方式:

空气驱动阀&电动驱动阀

■典型谱图





■ 仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	PDHID 氦离子化检测器	1	套
3	HP2 氦气纯化器	1	套
4	AUX-APC 自动压力控制器	2	套
5	Option Box 独立阀箱	1	个
6	10-Port Valve 自动夹套吹扫十通阀	2	个
7	6-Port Valve 自动夹套吹扫六通阀	3	个
8	Piping Kit 管路套件	1	套
9	Sample Loop 定量环	2	个
10	气路管线	1	套
11	SC-ST 填充柱	1	根
12	Molecular Sieve 13X 填充柱	3	根
13	Porapak 填充柱	2	根
14	LabSolutions 中文版工作站	1	套
15	Standard Gas 标准气体	1	套

■ 特征和优势

- 一套系统硬件配置，可满足至少包括氦、氢、氧、氩、氮、甲烷等多种不同高纯气体中微量杂质的检测需求，真正实现一机多用，兼容性强且节省成本
- 分析速度快，多种高纯气均可在 25 min 内完成分析
- 采用阀中心切割技术，可多次灵活放空大量主组分，检测微量气体杂质
- 新一代先进压力控制器 APC 确保样品重现性良好

2.3 过程气体分析

高纯晶硅生产过程中，主要分析项目有动火、置换气体、新鲜氢气、循环氢、气体氯硅烷等，这些过程气体在生产质量控制监测中发挥了重要作用，尤其是循环氢气的分析，对于实现过程氢气资源的循环和高效利用，控制产品多晶硅的生产成本和能耗效果显著。



■ 动火与受限空间分析解决方案

检测样品:

空气中常量 H₂, O₂, N₂, CH₄, CO

检测限:

TCD1: O₂, N₂, CH₄, CO < 50 ppm; TCD2: H₂ < 10 ppm

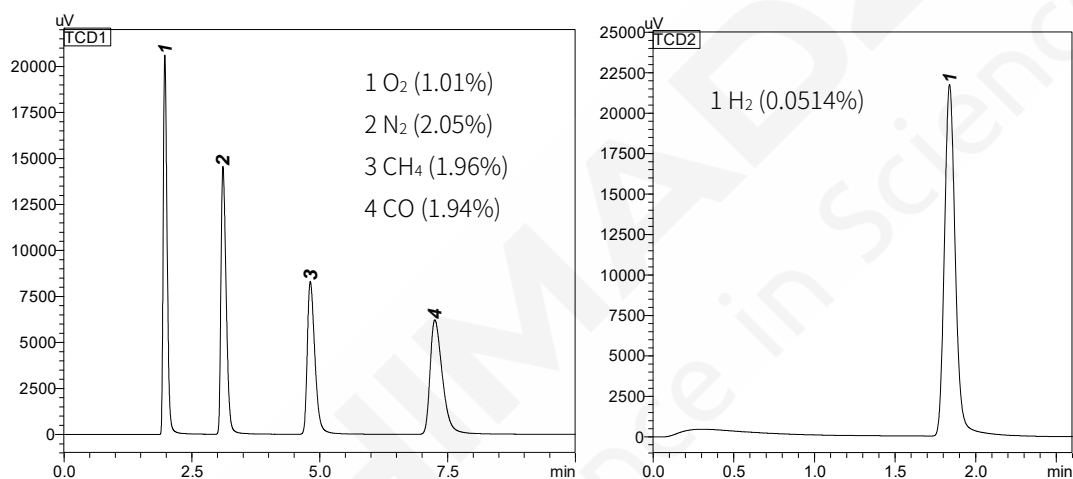
对应的标准方法:

GB/T 3634.1-2006

控制方式:

空气驱动阀&电动驱动阀

■ 典型谱图



■ 仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	TCD 热导检测器	2	套
3	AUX-APC 自动压力控制器	2	套
4	Option Box 独立控温阀箱	1	个
5	10-Port Valve 自动十通阀	2	个
6	Piping Kit 管路套件	1	套
7	Sample Loop 定量环	2	个
8	防堵塞保护组件	1	套
9	Porapak Q 填充柱	2	根
10	Molecular Sieve-13X 填充柱	2	根
11	LabSolutions 中文版工作站	1	套

12	Standard Gas 标准气体	1	套
----	-------------------	---	---

■特征和优势

- 样品分离良好，10 min 内完成分析
- 采用阀进样反吹，可放空 CO₂、氯硅烷等重组分和 H₂O，避免色谱柱被破坏
- 双 TCD 检测器，使用不同载气，确保所有组分都处于最佳灵敏度且不受样品基体影响
- 新一代先进压力控制器 APC 确保样品重现性良好



新鲜氢气分析解决方案

检测样品:

氢气中的常量 O₂, N₂, CH₄, CO, CO₂; 微量 CH₄, CO, CO₂

检测下限:

TCD < 100 ppm; FID < 0.2 ppm

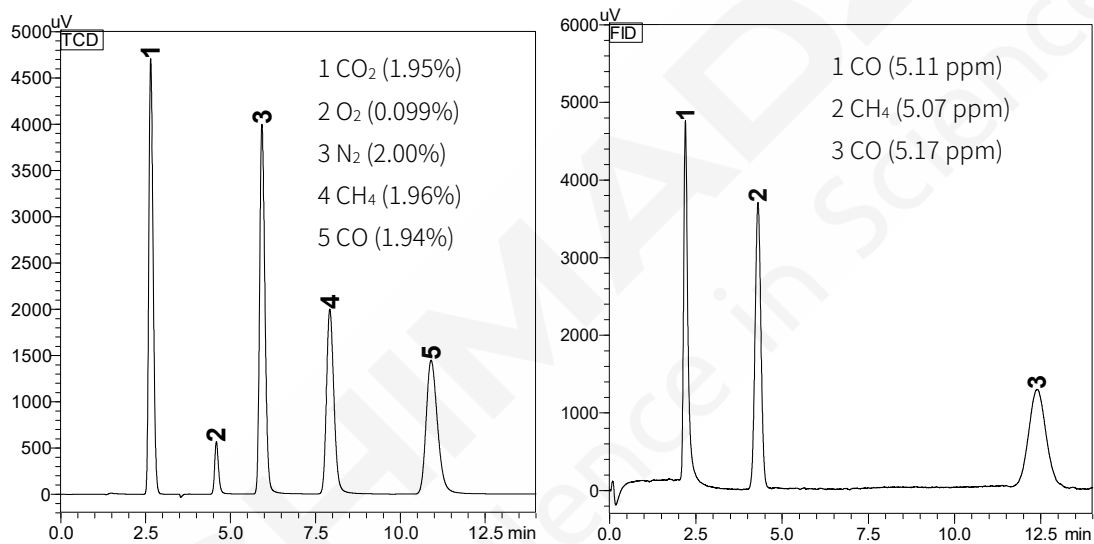
对应的标准方法:

GB/T 3634.1-2006; GB/T 8984-2008

控制方式:

空气驱动阀&电动驱动阀

典型谱图



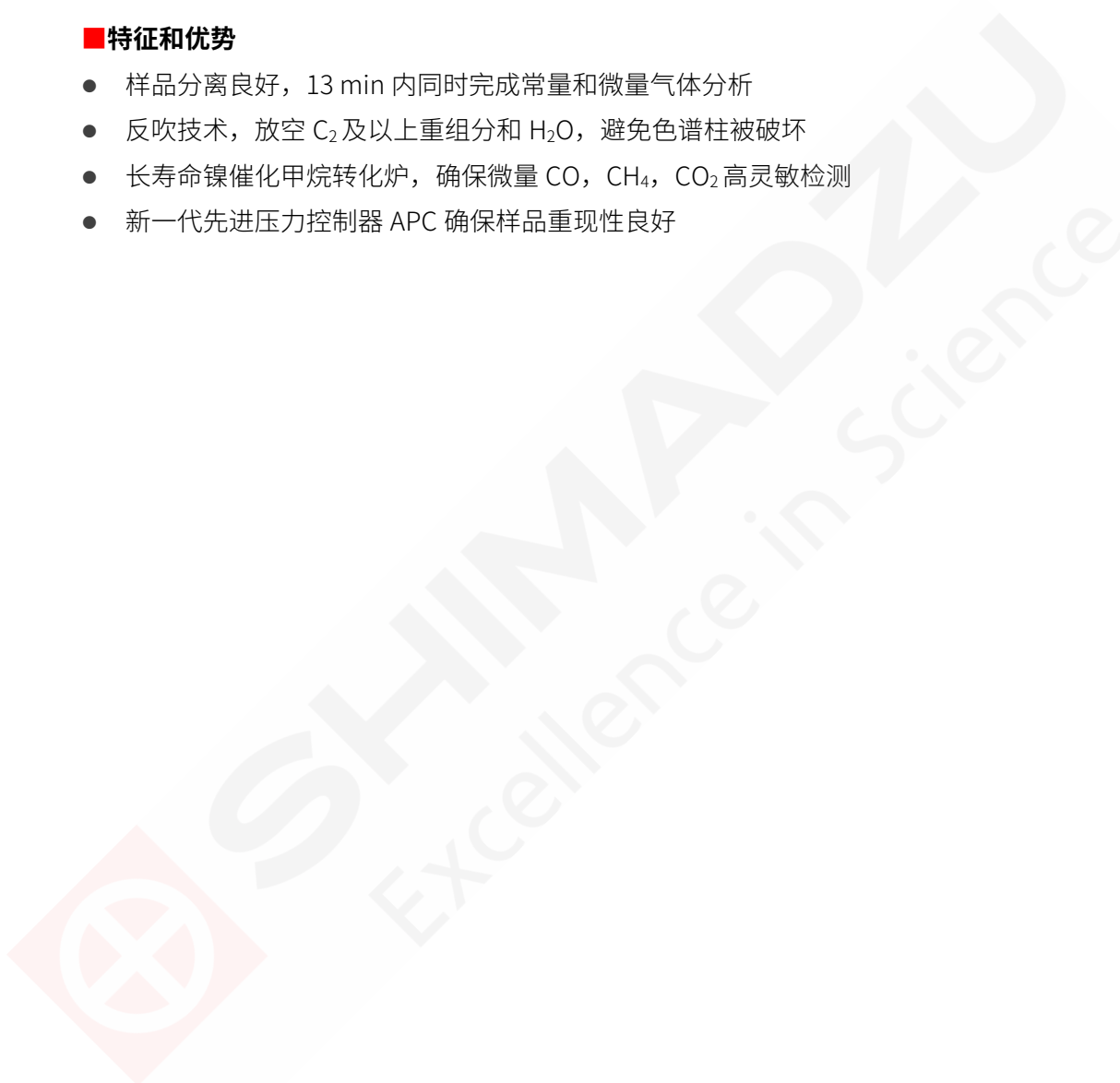
仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	TCD 热导检测器	1	套
3	FID 氢火焰离子化检测器	1	套
4	MTN 甲烷转化炉	1	套
5	AUX-APC 自动压力控制器	2	套
6	Option Box 独立控温阀箱	1	个
7	10-Port Valve 自动十通阀	2	个
8	6-Port Valve 自动六通阀	1	个
9	Piping Kit 管路套件	1	套
10	Sample Loop 定量环	2	个

11	Porapak Q 填充柱	2	根
12	SC-ST 填充柱	1	根
13	Molecular Sieve-13X 填充柱	1	根
14	LabSolutions 中文版工作站	1	套
15	Standard Gas 标准气体	1	套

■特征和优势

- 样品分离良好，13 min 内同时完成常量和微量气体分析
- 反吹技术，放空 C₂ 及以上重组分和 H₂O，避免色谱柱被破坏
- 长寿命镍催化甲烷转化炉，确保微量 CO，CH₄，CO₂ 高灵敏检测
- 新一代先进压力控制器 APC 确保样品重现性良好



■ 置换氮气和氢气分析解决方案

检测样品:

氮气中的 H₂ 和氢气中 O₂, N₂ (含有 HCl, SiH₂Cl₂, SiHCl₃, SiCl₄)

检测下限:

H₂ < 10 ppm; N₂ < 100 ppm

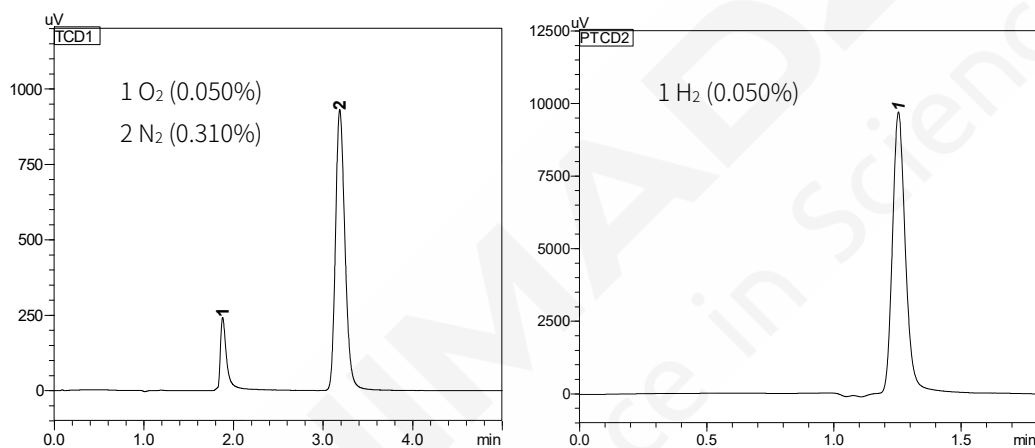
对应的标准方法:

GB/T 3634.1-2006

控制方式:

空气驱动阀&电动驱动阀

■ 典型谱图



■ 仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	TCD 热导检测器	2	套
3	AUX-APC 自动压力控制器	2	套
4	Option Box 独立控温阀箱	1	个
5	10-Port Valve 自动十通阀	2	个
6	Piping Kit 管路套件	1	套
7	Sample Loop 定量环	2	个
8	Porapak Q 填充柱	2	根
9	Molecular Sieve-13X 填充柱	2	根
10	防堵塞自动吹扫保护组件	2	套
11	LabSolutions 中文版工作站	1	套
12	Standard Gas 标准气体	1	套

■特征和优势

- 样品分离良好，5 min 内完成分析
- 阀反吹技术，放空氯化氢和重组分，避免色谱柱被破坏
- 全系统钝化处理抗腐蚀性强，自动管路吹扫防堵塞，确保仪器长期稳定运行
- 新一代先进压力控制器 APC 确保样品重现性良好



■ 循环氢气（氢化尾气、还原尾气）分析解决方案

检测样品:

氢气中的 O₂, N₂, HCl, SiH₂Cl₂, SiHCl₃, SiCl₄

检测下限:

<50 ppm

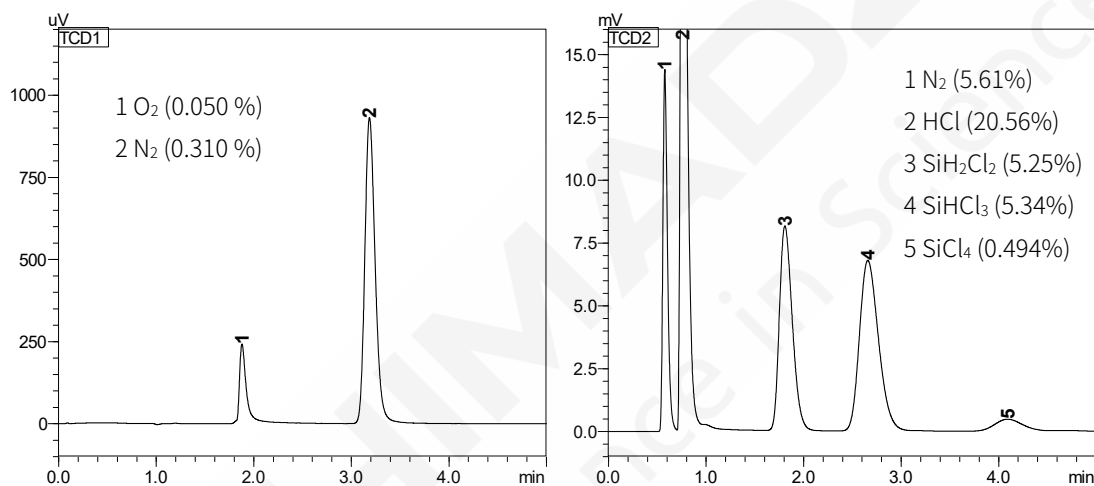
对应的标准方法:

T/CNIA 0016-2019; DB53/T 618-2014

控制方式:

空气驱动阀&电动驱动阀

■ 典型谱图



■ 仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	TCD 热导检测器	2	套
3	AUX-APC 自动压力控制器	2	套
4	Option Box 独立控温阀箱	1	个
5	10-Port Valve HC 自动十通阀	1	个
6	6-Port Valve HC 自动六通阀	1	个
7	Piping Kit 管路套件	1	套
8	Sample Loop HC 定量环	2	个
9	Porapak Q 填充柱	1	根
10	Molecular Sieve-13X 填充柱	1	根
11	25% DC-550 填充柱或 SH-1 大口径毛细管柱	1	根

12	防堵塞自动吹扫保护组件	2	套
13	LabSolutions 中文版工作站	1	套
14	Standard Gas 标准气体	1	套

■特征和优势

- 双通道配置同时检测，一次进样在 5 min 内完成快速分析
- 阀进样预柱反吹技术，确保氯化氢和重组分不影响分子筛色谱柱
- 全系统钝化处理抗腐蚀性强，自动管路吹扫功能，确保仪器长期稳定运行
- 新一代先进压力控制器 APC 确保样品重现性良好



2.4 液体三氯氢硅产品分析

三氯氢硅，化学式为 SiHCl_3 ，它是一种具有挥发性的液体，常温下为无色透明状，具有强烈的刺激性气味，在空气中易燃，易溶于苯、醚、氯仿和二硫化碳等有机溶剂。三氯氢硅主要用于制造多晶硅、硅烷偶联剂。三氯氢硅中的主要杂质为低沸物，如空气、氯化氢、二氯二氢硅，高沸物四氯化硅等，这些杂质主要使用 TCD 进行检测，微量和痕量的甲基硅烷等含碳物质可用 GCMS 进行检测。



■ 气态氯硅烷分析解决方案

检测样品:

氢气中的氯硅烷及其他组分, 包括 Air, HCl, SiH₂Cl₂, SiHCl₃, SiCl₄

检测下限:

<50 ppm

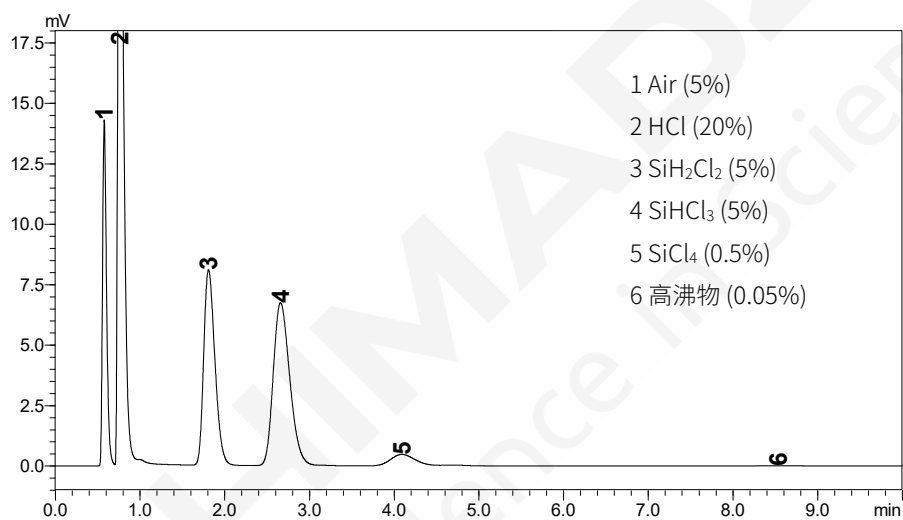
对应的标准方法:

T/CNIA 0016-2019; DB53/T 618-2014

控制方式:

空气驱动阀&电动驱动阀

■ 典型谱图



■ 仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	TCD 热导检测器	1	套
3	AUX-APC 自动压力控制器	1	套
4	Option Box 独立控温阀箱	1	个
5	6-Port Valve HC 自动六通阀	1	个
6	Piping Kit 管路套件	1	套
7	Sample Loop HC 定量环	1	个
8	25% DC-550 填充柱或 SH-1 大口径毛细管柱	1	根
9	防堵塞自动吹扫保护组件	1	套
10	LabSolutions 中文版工作站	1	套

11	Standard Gas 标准气体	1	套
----	-------------------	---	---

■特征和优势

- 一次进样实现样品中全部组分的分离，10 min 内完成分析
- 全系统钝化处理抗腐蚀性强，自动管路吹扫功能，确保仪器长期稳定运行
- 填充柱和毛细柱分离系统灵活配置
- 新一代先进压力控制器 APC 确保样品重现性良好



■ 液体氯硅烷分析解决方案

检测样品:

液体氯硅烷的组成, 包括 Air, HCl, SiH₂Cl₂, SiHCl₃, SiCl₄

检测下限:

<50 ppm

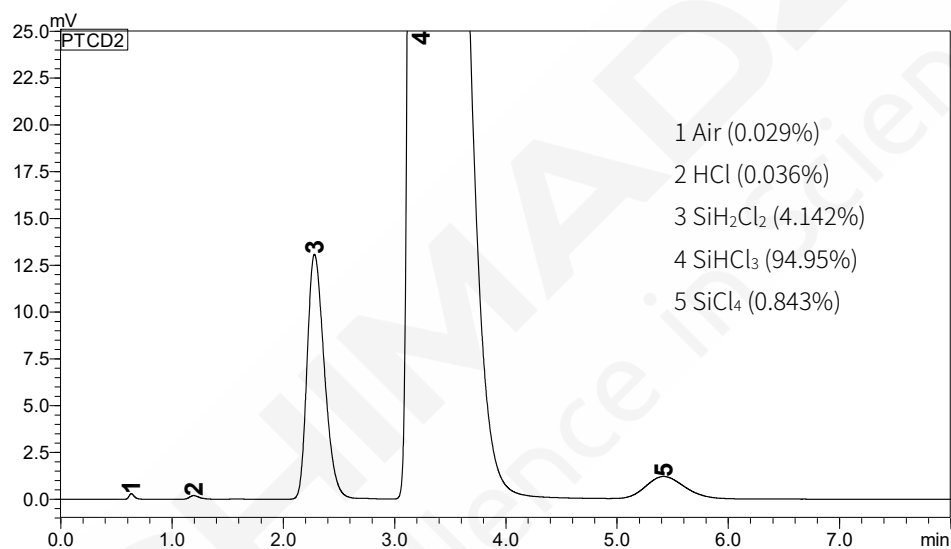
对应的标准方法:

GB/T 28654-2018; YS/T 1392-2020; YS/T 1060-2015

控制方式:

空气驱动阀&电动驱动阀

■ 典型谱图



■ 仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	SINJ 填充柱进样口	1	套
3	TCD 热导检测器	1	套
4	Piping Kit 管路套件	1	套
5	25% DC-550 填充柱	1	根
6	防堵塞自动保护组件	1	套
7	LabSolutions 中文版工作站	1	套

■特征和优势

- 手工扎针进样，填充柱分离柱容量大，硬件配置成本低
- 一次进样实现样品中常见组分的分离，10 min 内完成分析
- 新一代先进流量控制器 AFC 确保样品重现性良好



■ 氯硅烷中甲基氯硅烷（碳含量）分析解决方案

仪器配置:

液体自动进样器, 毛细管色谱柱, GCMS

检测样品:

SiHCl₃, 甲基二氯硅烷, 甲基三氯硅烷, 三甲基氯硅烷, 二甲基一氯硅烷, 二甲基二氯硅烷

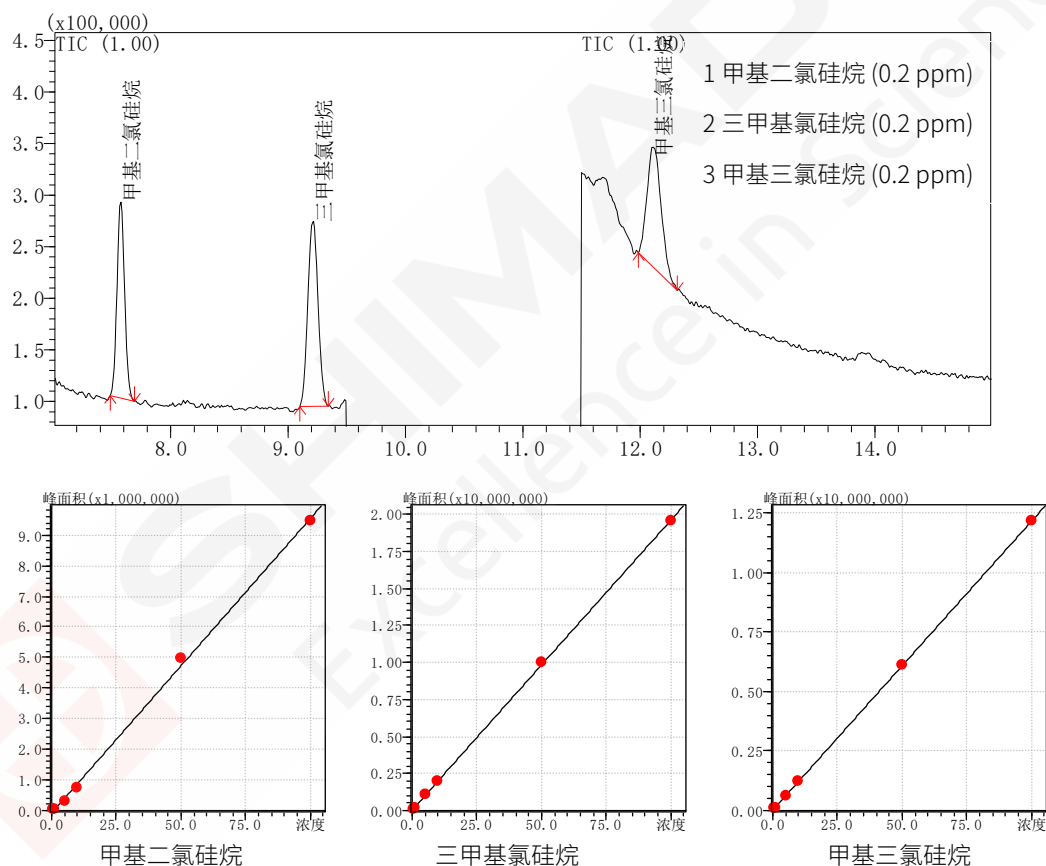
检测限:

<0.1 ppm

对应的标准方法:

GB/T 28654-2018; YS/T 1300-2019; YS/T 987-2021

■ 典型谱图



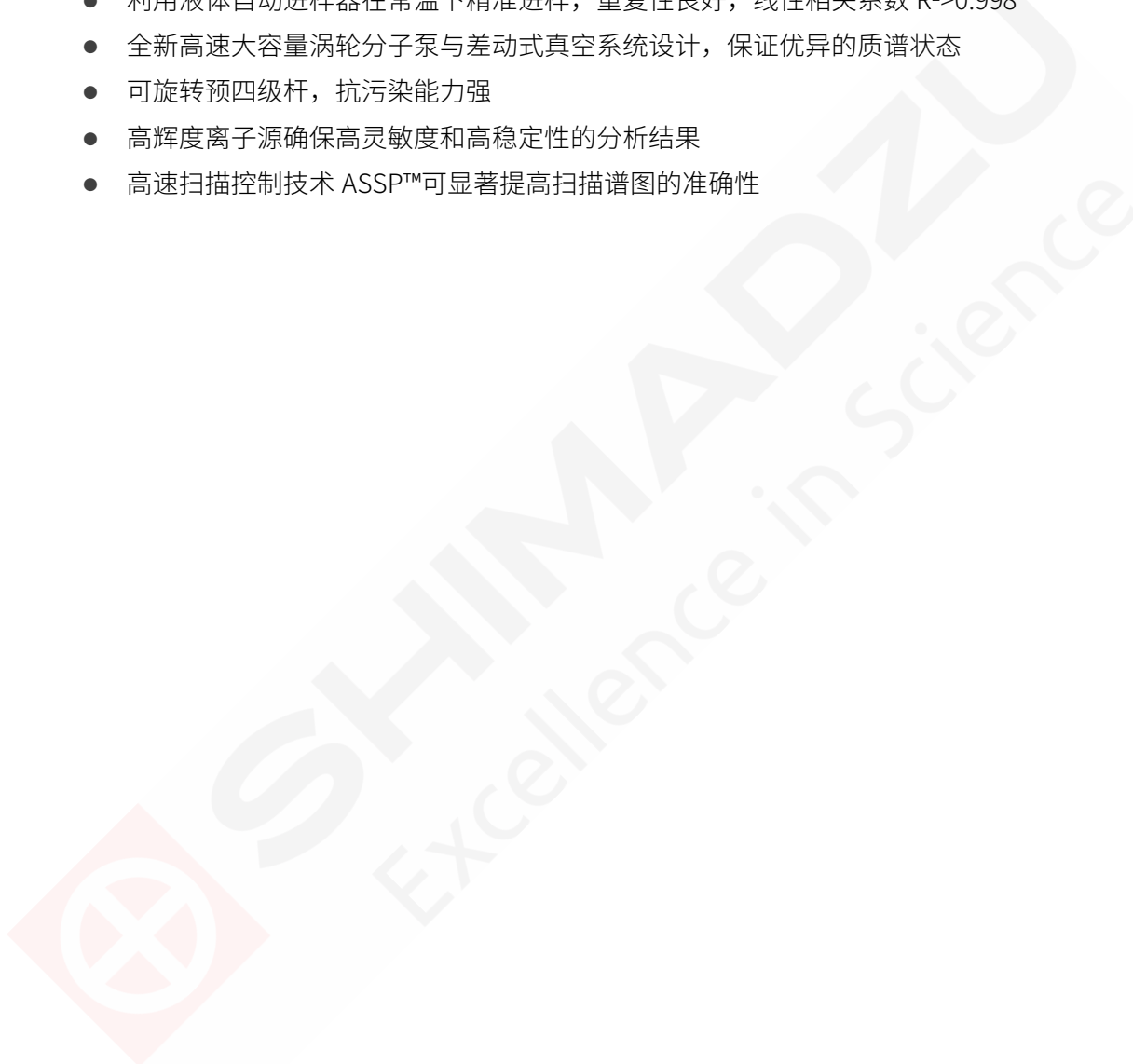
■ 仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	SPL 分流不分流进样口	1	套
3	AOC-20i plus 液体自动进样器	1	套

4	MS 质谱检测器	1	套
5	VRX 毛细管柱 60m×0.25mm×1.4μm	1	根
6	GCMS Solution 中文版工作站	1	套

■特征和优势

- 毛细柱分离系统实现样品良好分离，15 min 内完成分析
- 利用液体自动进样器在常温下精准进样，重复性良好，线性相关系数 $R^2 > 0.998$
- 全新高速大容量涡轮分子泵与差动式真空系统设计，保证优异的质谱状态
- 可旋转预四级杆，抗污染能力强
- 高辉度离子源确保高灵敏度和高稳定性的分析结果
- 高速扫描控制技术 ASSP™可显著提高扫描谱图的准确性



■多晶硅用氢气中磷化氢分析解决方案

样品信息:

氢气中的 PH_3

检测限:

<0.02 ppb

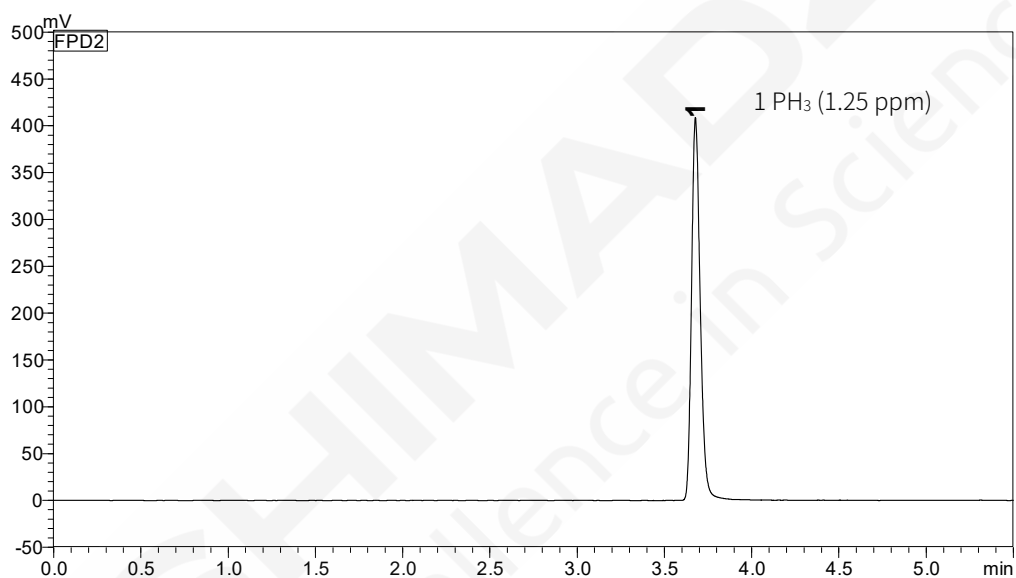
对应的标准方法:

T/CNIA 0060-2020

控制方式:

空气驱动阀&电动驱动阀

■典型谱图



■仪器配置方案

序号	名称	数量	单位
1	气相色谱主机	1	套
2	SPL 惰化分流不分流进样口	1	套
3	6-Port Valve 惰化自动六通阀	1	个
4	FPD 火焰光度检测器	1	套
5	液氮低温浓缩装置	1	套
6	100%二甲基聚硅氧烷浓缩填充柱	1	根
7	SH-Q-BOND 毛细管柱 30m×0.32mm×10 μm	1	根
8	GCMS Solution 中文版工作站	1	套

■特征和优势

- 自动气体阀进样，样品分离良好，5 min 内完成分析
- 新一代先进流量控制器 AFC 确保样品重现性良好
- 外置低温浓缩装置操作简便，节省成本
- 新型火焰光度检测器 FPD 确保样品高灵敏度检测无干扰



2.5 气相色谱消耗品清单

在多晶硅相关气相色谱分析主要使用的岛津消耗品列于表 5 中。

表 5 多晶硅行业气相色谱分析岛津消耗品列表

序号	消耗品名称
1	INSERT SINJ-2030, 5PC 填充柱进样口用衬管 (5 个/包)
2	SUS column adapter for INJ, 不锈钢填充柱用进样口端适配器
3	SUS column adaptor for APT, 不锈钢填充柱用检测器端适配器
4	Gasket (Aluminum 100 pcs *5 PCT), 铝垫片(500 个)
5	PREMIUM GREEN SEPTA (50pc) 绿色隔垫 (50 个包装)
6	DEACTIVATED QUARTZ WOOL 3GM, 惰性化处理石英棉 3gm
7	O-RING FOR INSERT (10pc) O 型圈 (10 个包装)
8	WOOL INSERTION / REMOVAL TOOL 石英棉填充工具
9	DEACTIVATED INSERT WITH WOOL FOR SPLIT 惰性化带石英棉分流衬管 (5 个包装)
10	CAPILLARY CERAMIC TUBE CUTTER 毛细管柱切割器
11	Graphite Ferrule 0.5 10pc, GFS005 压环 (10 个包装)
12	Graphite Ferrule 0.8 10pc, GFS008 压环 (10 个包装)
13	Micro Syringe 微量注射器
14	10F-S-0.63 10uL SYRINGE AOC-20i 用 10μL 进样针
15	Complete Filter Bundle Kit 1/8" SS Triple Filter 气路净化装置
16	1.5mL Sample Vial Set with Cap and Septum 1.5mL 样品瓶套装,带盖和隔垫 (100 个/包)
17	4mL Solvent/Waste Liquid Vial Set with Cap & Septum 4mL 溶剂/废液瓶套装,带盖和隔垫 (50 个/包)
18	SH-1 60m×0.53mm×7μm
19	SH-1 60m×0.32mm×5μm
20	SH-Q-BOND 30m×0.32mm×10μm
21	SC-ST 填充柱
22	MS-13X 填充柱 3m
23	Porapak-Q 填充柱 2m



附录 多晶硅气相检测项目与岛津仪器应对一览表

序号	检测项目	岛津应对仪器	参考标准	页码
1	高纯氢中杂质	Nexis GC-2030 GC-2014/2014C	GB/T 3634.2-2011 GB/T 16942-2009	8
2	高纯氩中杂质	Nexis GC-2030 GC-2014/2014C	GB/T 28726-2012	10
3	高纯氮中杂质	Nexis GC-2030 GC-2014/2014C	GB/T 8979-2008 GB/T 16944-2009	12
4	高纯氢、高纯氩、高纯氮中的杂质	Nexis GC-2030 GC-2014/2014C	GB/T 3634.2-2011 GB/T 16942-2009 GB/T 28726-2012 GB/T 8979-2008 GB/T 16944-2009	14
5	动火与受限空间分析	Nexis GC-2030 GC-2014/2014C	GB/T 3634.1-2006	17
6	新鲜氢气中微量 CO, CO ₂	Nexis GC-2030 GC-2014/2014C	GB/T 3634.1-2006 GB/T 8984-2008	19
7	置换氮气中氢和氢中氮气分析	Nexis GC-2030 GC-2014/2014C	GB/T 3634.1-2006	21
8	循环氢组成分析	Nexis GC-2030 GC-2014/2014C	GB/T 3864-2008 DB53/T 618-2014	23
9	气态氯硅烷组成	Nexis GC-2030 GC-2014/2014C	T/CNIA 0016-2019 DB53/T 618-2014	26
10	液态氯硅烷组成	Nexis GC-2030 GC-2014/2014C	GB/T 28654-2018 YS/T 1392-2020 YS/T 1060-2015	28
11	氯硅烷中碳含量	GCMS QP-2020 NX	GB/T 28654-2018 YS/T 1300-2019 YS/T 987-2021	30
12	氢气中的 PH ₃	Nexis GC-2030 GC-2010 Pro	T/CNIA 0060-2020	32

分析测试仪器客服热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

本公司在此对中国地图标注信息的行为仅限于表明本公司在中国各地分支机构的区域分布状况, 不作为任何测绘、绘制或其他用途。

本产品资料所宣传的内容, 以本版本为准, 资料中的试验数据除注明外均为本公司的试验数据。本资料所有信息仅供参考, 如有变动恕不另行通知。

印刷日期: 2024

岛津企业管理(中国)有限公司 / 岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

北京

北京市朝阳区朝外大街16号中国人寿大厦14层
邮政编码: 100020
电话: (010)8525-2310/2312 传真: (010)8525-2531

沈阳

沈阳市青年大街167号北方国际传媒中心11层
邮政编码: 110016
电话: 024-23255577 传真: (024)2325-5577

西安

西安市锦业一路56号研祥城市广场A座501
邮政编码: 710065
电话: 029-62737878 传真: (029) 6273-7879

乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14H座
邮政编码: 830002
电话: (0991)230-6271/6272 传真: (0991)230-6273

郑州

郑州市中原路220号裕达国际贸易中心A座20层2011室
邮政编码: 450007
电话: (0371)8663-2981/2983 传真: (0371)8663-2982

上海

上海市徐汇区宜州路180号华鑫慧享城B2栋
邮政编码: 200233
电话: (021)3419-3888 传真: (021)3419-3666

成都

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞·创意成都写字楼
邮政编码: 610063 B座12层
电话: (028)8619-8421/8422 传真: (028)8619-8420

南京

南京市鼓楼区汉中路2号亚太商务楼27层B座
邮政编码: 210005
电话: (025)8689-0258 传真: (025)8689-0237

重庆

重庆市渝中区长滨路2号来福士A座601
邮政编码: 400011
电话: (023)6380-6057 传真: (023)6380-6551

武汉

武汉市武昌区临江大道96号武汉万达中心31层3112室
邮政编码: 430060
电话: (027) 5908-0488 传真: (027) 5908-0470

广州

广州市天河区高唐路230号广电智慧大厦
邮政编码: 510656
电话: (020) 3718-3888 传真: (020) 3718-3804

昆明

昆明市青年路432号天恒大酒店 908室
邮政编码: 650021
电话: (0871)6315-2986/2987 传真: (0871)6315-2991

深圳

深圳市南山区粤海街道高新南七道18号高新技术产业园区R3-B座一楼
邮政编码: 518057
电话: (0755)8340-2852 传真: (0755)8389-3100

长沙

湖南省长沙市芙蓉区解放西路188号国金中心T1大楼3115室
邮政编码: 410005

香港

香港九龙尖沙咀海洋中心1028室
SUITE 1028,OCEAN CENTRE,HARBOUR CITY,
TSIM SHA TSUI,KOWLOON,HONG KONG
电话: (00852)2375-4979 传真: (00852)2199-7438

株式会社 岛津制作所

604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1
电话: 81(75)823-1111 传真: 81(75)811-3188
URL: <http://www.shimadzu.com>

本书中所记载的公司名称、产品服务名称及商标均为株式会社岛津制作所
的注册商标或商标。本书中有未标明 TM 标志和 © 标志之处。
本书中所使用的其他公司的商号、商标的所有权非株式会社岛津制作所所有。