

## 解决方案|三甲基硼杂质气相色谱分析

三甲基硼 (TMB) 为无色气体, 它的熔点 $-161.5^{\circ}\text{C}$ , 沸点 $-20.2^{\circ}\text{C}$ , 在空气中能自燃, 发出蓝色火焰。其主要用于有机合成, 应用于太阳能、半导体等行业中。在太阳能及半导体工艺中高纯硼是重要的掺杂剂, 它的纯度很大程度上决定半导体器件及太阳能电池的质量。

三甲基硼烷气体分析一直是电子气的“老大难”。小编查阅相关文献, 一般高纯三甲基硼烷中杂质大概为氧气、氢气、氮气、甲烷、二氧化碳、二甲基乙基硼烷等。本文利用 GC-4000A 系列气相色谱, 对用户提供的甲基硼气样品中二氧化碳、一氧化碳、甲烷等进行了分析, 受到客户满意的评价。

## 实验部分

### 分析条件

#### 仪器条件:

---

仪器名称: GC-4000A 气相色谱仪

检测器: ①转化炉+FID

②TCD

柱子型号: ①转化炉+FID: TDX-01 ( $\Phi 4 \times 0.6\text{m}$ )

②TCD: GDX-501 ( $\Phi 4 \times 3.0\text{m}$ )

---

**色谱条件：**

---

柱箱温度：	60°C恒温	汽化室温度：	120°C
-------	--------	--------	-------

进样量：	1.0mL
------	-------

---

**FID 检测器条件：**

柱前压：	0.04MPa	转化炉温度：	360°C
------	---------	--------	-------

检测器温度：	150°C	转化氢气：	0.05 MPa
--------	-------	-------	----------

灵敏度：	中档	衰减：	1
------	----	-----	---

空气流量：	300mL/min	氢气流量：	30mL/min
-------	-----------	-------	----------

---

**TCD 检测器条件：**

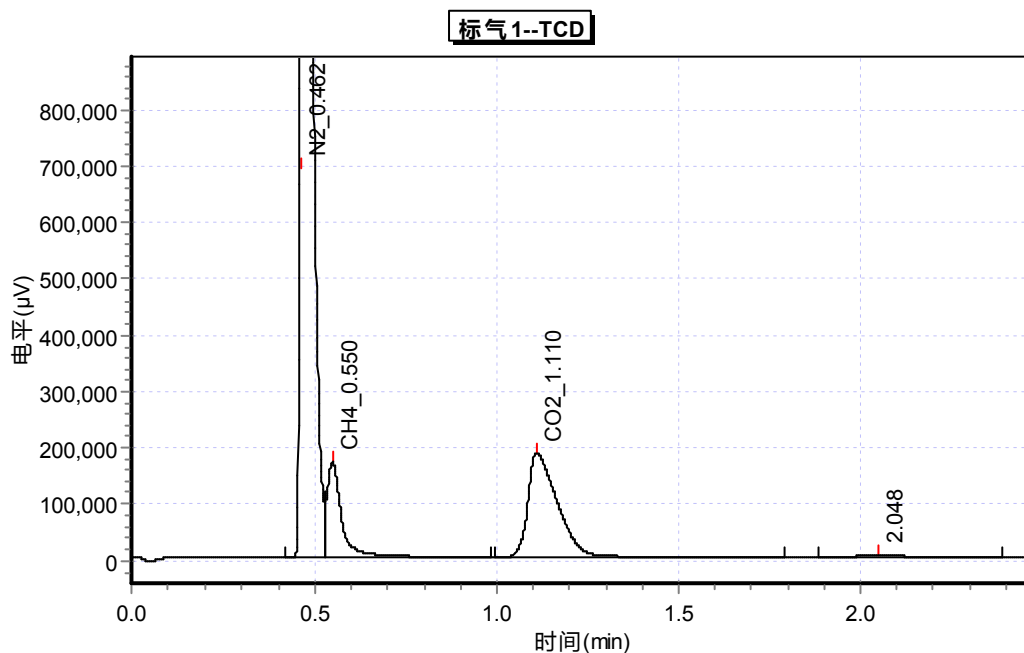
柱前压：	0.07MPa	检测器温度：	100°C
------	---------	--------	-------

桥温：	130	衰减：	2
-----	-----	-----	---

---

**检测结果**

TCD 路，标气测定结果：确定甲烷及二氧化碳保留时间

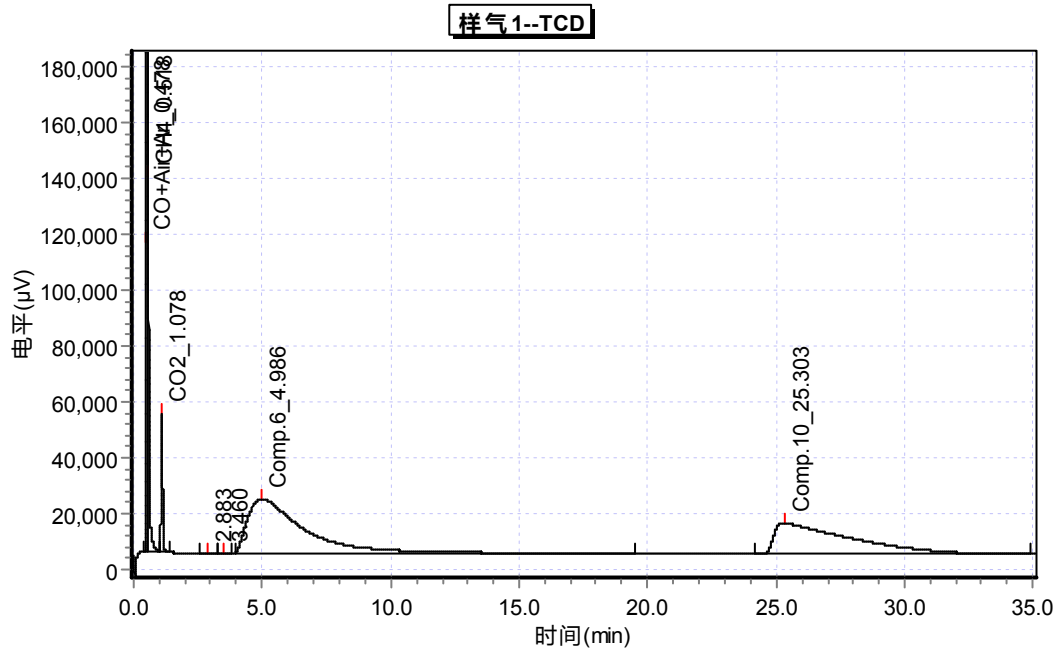


## 分析结果

定量方法：归一法

序号	组分名	保留时间	峰高	峰面积	
1	N <sub>2</sub>	0.46	1273485	3569653	70.16%
2	CH <sub>4</sub>	0.55	168560	472438	9.29%
3	CO <sub>2</sub>	1.11	185668	1045501	20.55%

样品测定结果

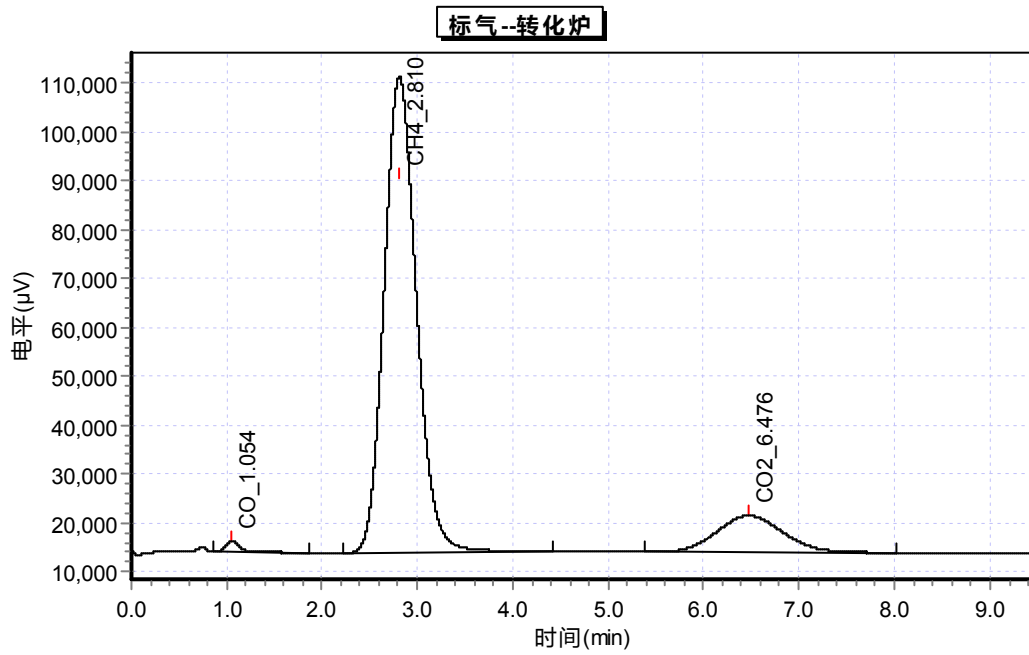


分析结果：

定量方法：归一法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量
1	CO+Air+Ar	0.478	899580	623639	10.83%
2	CH <sub>4</sub>	0.518	1947117	727887	23.43%
3	CO <sub>2</sub>	1.078	203376	49519	2.45%
4	Comp.6	4.986	3066755	19428	36.90%
5	Comp.10	25.303	2188723	10870	26.34%

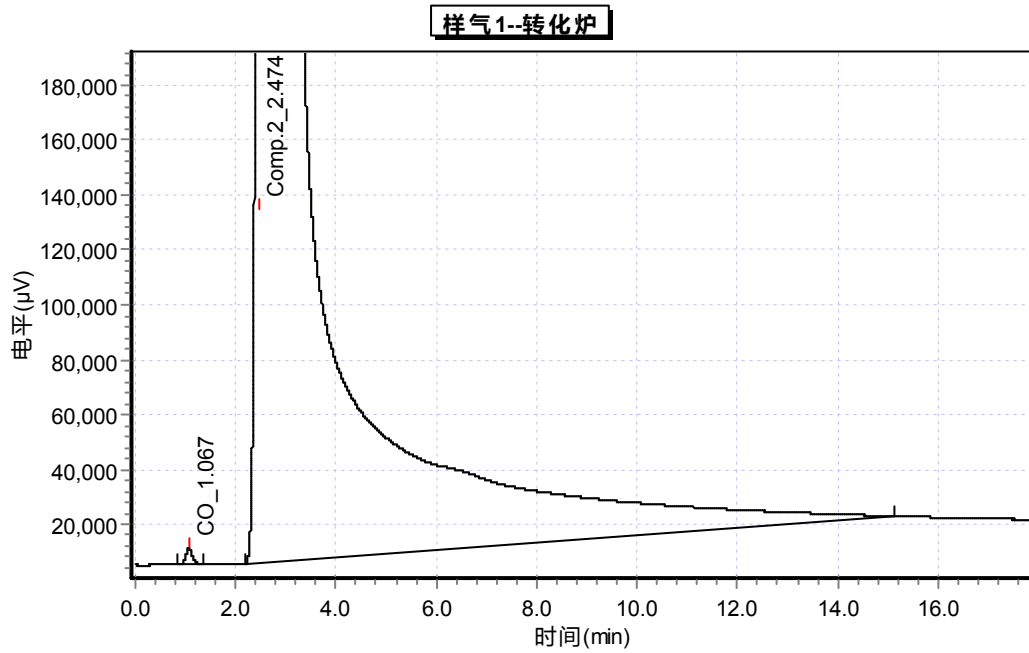
转化炉+FID 路，标气：确定一氧化碳、二氧化碳保留时间



分析结果

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量
1	CO	1.054	25430	2307	50ppm
2	CH <sub>4</sub>	2.810	2294261	97334	0.5%
3	CO <sub>2</sub>	6.476	364914	7488	800ppm

**转化炉+FID 路，样气 1 测定结果：**



分析结果：

定量方法：外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量 ppm
1	CO	1.067	57714	5968	113.48ppm

二氧化碳峰被前一色谱峰的拖尾覆盖，未能检测。

## 样品总分析结果

	TCD						FID
样品	CO+Air+Ar	CH <sub>4</sub>	CO <sub>2</sub>	Comp.6	Comp.10	H <sub>2</sub> O	CO
	10.83%	23.43%	2.45%	36.90%	26.34%	ND	113.48ppm

注：ND 表示未检出

## 实验总结

在国内，关于三甲基硼烷的高纯气体及杂质分析文献和标准较少，随着非硅晶太阳能电池的广泛应用，三甲基硼烷受到越来越多的关注。东西分析 GC-4000A 气相色谱早在十几年前应用到乙硼烷的杂质低温气相色谱分析研究中。本文建立了气相色谱分析三甲基硼烷样品分析，得到客户的认可。实验中需要注意：三甲基硼可自燃，进样时需将六通阀出气口联通抽滤瓶进行水封，通过抽滤瓶观察进样状态。抽滤瓶的废气需用管道引至窗外，再进行水封，使废气缓慢排出水面之上进行自燃。