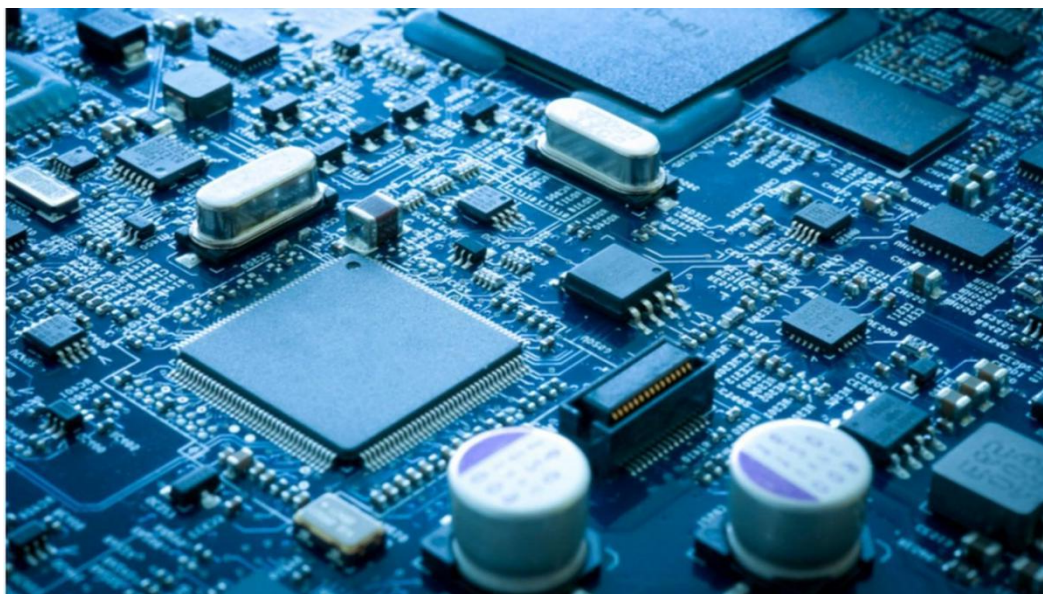


解决方案 | 气相色谱法测定四甲基二乙烯基二硅氮烷和六甲基二硅氮烷纯度

前言

硅氮烷是具有 Si-N 键的胺的硅类似物，是一种具有独特性能的有机化合物，在新材料领域有着广泛的应用，尤其是在半导体工业中的应用。但是，在硅氮烷类化合物合成过程中，反应条件往往十分苛刻，若生产过程中温度、压力控制不当，就可能导致产品中存在较高的杂质。因此，对硅氮烷类化合物纯度的准确分析，是对生产过程的有效控制，也是产品质量控制的重要内容之一。



精确确定材料中的杂质含量，测定硅氮烷类化合物的纯度是至关重要的，硅氮烷类纯度分析方法有多种，如色谱法、热分解法、热重分析法等，但色谱法应用较为广泛的一种方法。采用气相色谱法测定硅氮烷类纯度，分析过程简单，分析速度快。本文根据 T/FSI 012-2017 的方法，经过检测条件的优化，建立了 GC-4100 气相色谱仪分别检测四甲基二乙烯基二硅氮烷和六甲基二硅氮烷的纯度。该方法重复性好，准确度高，可供相关人员参考。



GC-4100 气相色谱仪

仪器与试剂

GC-4100 气相色谱仪（FID 检测器）；

四甲基二乙烯基二硅氮烷；

六甲基二硅氮烷。

实验条件

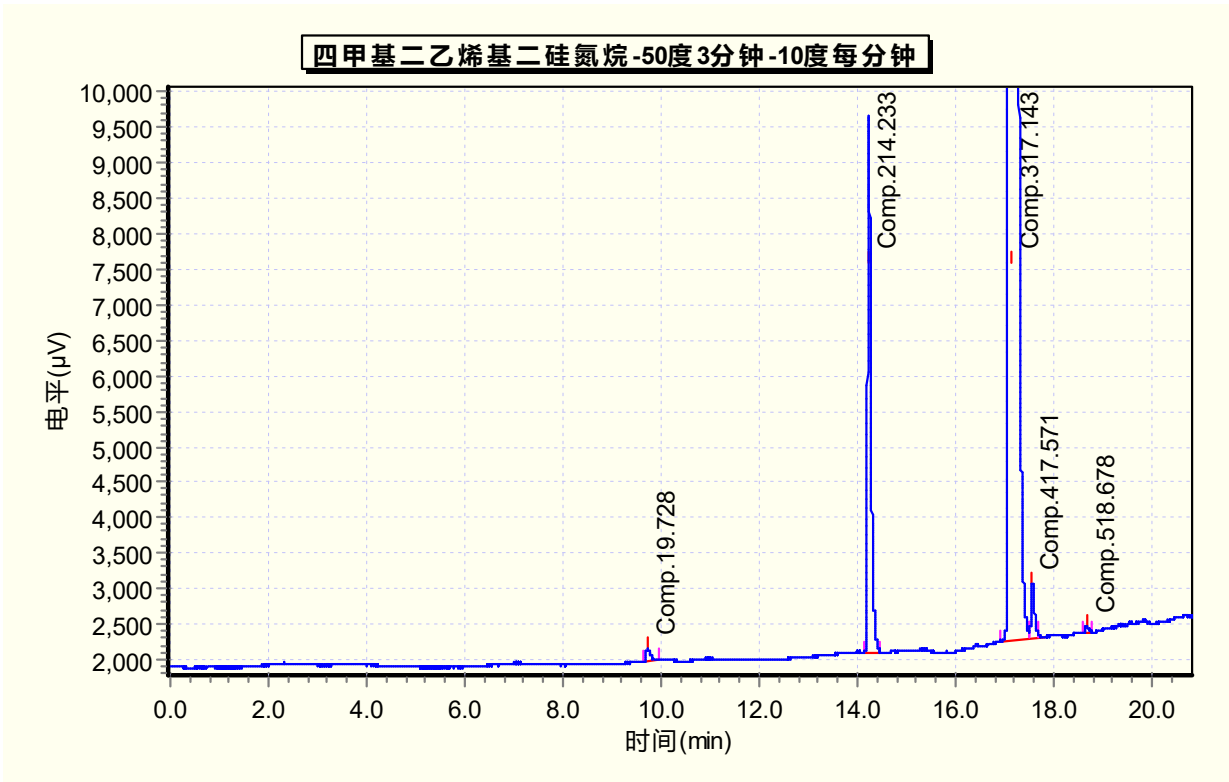
柱箱 温度	50°C (2min) 10°C/min to 220°C (5min)	检测器	氢焰(FID)
进样口 温度	220°C	检测器温度	250°C
柱流量 mL/min	1	尾吹类型	氮气
分流流量 mL/min	100.0	尾吹流量 mL/min	30.0
色谱柱	KB-5	衰减	1
色谱柱 规格	60.0m*0.32mm*0.25μm	进样量	0.3μL

样品处理

取 1 μL 直接进样分析。

实验结果

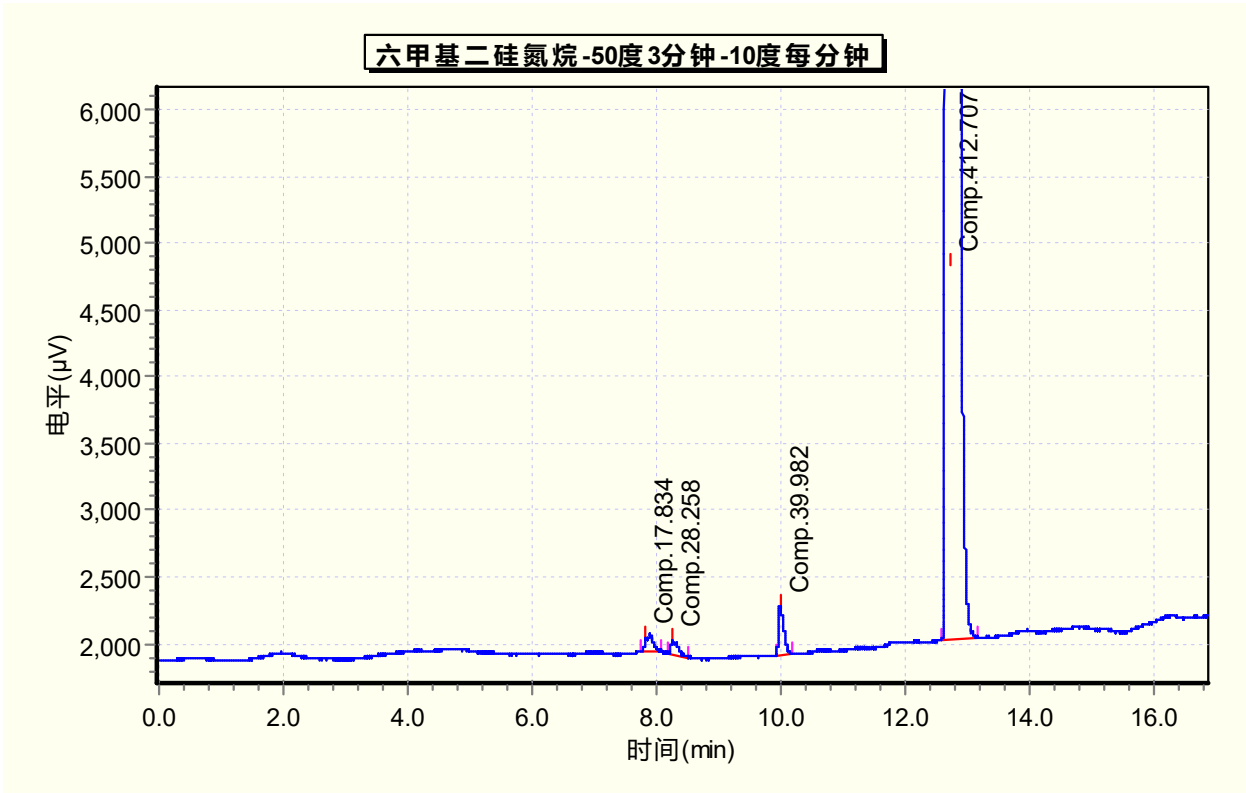
四甲基二乙烯基二硅氮烷谱图



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	峰型
1	Comp.1	9.728	1228	190	0.08%	BB
2	Comp.2	14.233	35149	7552	2.16%	BB
3	四甲基二乙烯基 二硅氮烷	17.143	1583643	307594	97.51%	BV
4	Comp.4	17.571	3670	767	0.23%	VV
5	Comp.5	18.678	423	101	0.03%	BB

六甲基二硅氮烷谱图



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	峰型
1	Comp.1	7.834	1115	101	0.07%	BB
2	Comp.2	8.258	781	98	0.05%	BB
3	Comp.3	9.982	2172	361	0.14%	BB
4	六甲基二硅氮烷	12.707	1570377	320022	99.74%	BB

结 论

本文根据 T/FSI 012-2017 的方法，经过检测条件的优化，建立了 GC-4100 气相色谱仪分别检测四甲基二乙烯基二硅氮烷和六甲基二硅氮烷的纯度。实验过程中，使用了面积归一法定量。本文实验表明，该方法操作简

单、线性及重复性良好，测试结果准确，可以满足硅氮烷类化合物的纯度测定需求，供相关人员参考。