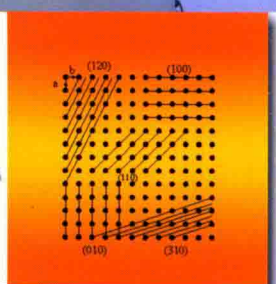
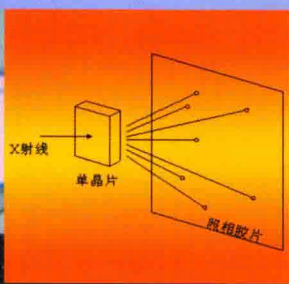


新能源类专业教学资源库建设配套教材

太阳能光伏产业——硅材料系列教材

# 光伏材料检测技术

张东 王晓忠 主编 胡小冬 梅艳 贾曦 副主编



新能源类专业教学资源库建设配套教材  
太阳能光伏产业——硅材料系列教材

# 光伏材料检测技术

张东 王晓忠 主编  
胡小冬 梅艳 贾曦 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书采用项目任务模式编写。主要内容包括多晶硅原辅料的检测、硅锭(棒)的检测、硅片的检测、晶体硅电池片的检测、光伏组件的检测、光伏系统的检测。本书可以作为高职高专太阳能光伏产业专业学生教材,同时可以作为企业对员工的岗位培训教材,也可以供相关专业的工程技术人员参考学习。

### 图书在版编目(CIP)数据

光伏材料检测技术/张东,王晓忠主编. —北京:化学工业出版社,2016.9

新能源类专业教学资源库建设配套教材 太阳能光伏产业——硅材料系列教材

ISBN 978-7-122-27879-1

I. ①光… II. ①张…②王… III. ①光电池-检测-高等学校-教材 IV. ①TM914

中国版本图书馆CIP数据核字(2016)第198113号

---

责任编辑:潘新文

装帧设计:韩飞

责任校对:边涛

---

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印刷:北京市振南印刷有限责任公司

装订:北京国马印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张10½ 字数256千字 2016年11月北京第1版第1次印刷

---

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

---

定 价:28.00元

版权所有 违者必究

# 前 言

目前我国大力发展太阳能光伏产业，需要大量的相关应用技术人员，尤其是光伏材料检测方面的技术人员，为此许多高职高专类院校开设了光伏检测专业，以培养这方面的应用型技术人员。鉴于目前光伏材料检测方面的高职高专教材比较缺乏，我们根据光伏材料产业链专业岗位群的需求，联合多家硅材料企业、光伏企业，邀请企业的工程技术专家参与，共同编写出这本光伏材料检测技术教材。

本书根据高等职业教育课程项目化教学改革理念，以职业能力培养为导向，以培养符合光伏材料检测领域应用型技术人员为目标，基于项目任务模式编写而成。本书内容突出高等职业教育技能培养的特色，在体系架构上体现工学结合的教学思路。在编写过程中，编者通过剖析光伏产业链检测岗位职业规范和国家相关光伏产品检测标准，进行了企业实地调研，了解企业对员工的知识、能力、素质结构的要求，结合这些标准和实际需求进行全书具体内容的组织编排，力求把理论与实训统一起来，实现技能训练与理论学习的有机结合。本书有效整合了多晶硅生产检测、晶体硅制备检测、硅片的检测、光伏组件检测等课程的内容，将光伏产业链的检测岗位考核内容融合于课程项目教学之中，在具有职业活动特色的项目情境中展开叙述，形成“能力为本，任务训练，学生为主，过程导向，项目搭载，课程一体化设计”的教学体系，实现工学结合的职业教育模式。

本书在各项目中设有任务目标和任务描述，并在后面附有习题，使学生能够明确学习内容、学习方式及应达到的课程实训要求，体现以学生自主学习为核心，达到提高教学效率的目的。

本书由张东、王晓忠主编，胡小冬、梅艳、贾曦为副主编，王丽、邓丰参加编写。诚恳感谢康伟超、尹建华、张和平、易正义等工程师的大力支持，感谢中山大学沈辉教授、刘勇、王学孟等老师的热情指导和帮助，他们提出了许多宝贵的意见和建议，在此表示衷心的感谢。

本书可作为高职高专太阳能光伏产业专业的教材，同时可以作为企业对员工的岗位培训教材，也可以供相关专业的工程技术人员参考。

由于时间仓促，书中可能会存在疏漏和不足之处，敬请广大读者和老师批评指正，以便我们将来不断修改完善。

编者

2016年5月

# 目 录

项目一 多晶硅原辅料的检测 .....	1
任务一 三氯氢硅中痕量杂质的化学光谱检测 .....	1
任务二 三氯氢硅（四氯化硅）中硼的分析检测 .....	3
任务三 三氯氢硅（四氯化硅）中痕量磷的气相色谱检测 .....	5
任务四 工业硅中铁、铝含量的检测 .....	7
任务五 露点法检测气体中的水分 .....	9
任务六 气相色谱法检测干法 H <sub>2</sub> 的组分 .....	11
任务七 氯化氢中水分的检测 .....	15
任务八 液氯中水分的检测 .....	16
项目二 硅锭（棒）的检测 .....	19
任务一 多晶硅中基硼、基磷含量的检测 .....	19
任务二 导电型号的检测 .....	21
任务三 电阻率的检测 .....	25
任务四 少子寿命的检测 .....	38
任务五 纯度的检测 .....	52
任务六 单晶硅定向的检测 .....	57
任务七 晶体硅中碳氧杂质含量的检测 .....	74
任务八 单晶硅中缺陷的检测 .....	78
项目三 硅片的检测 .....	92
任务一 太阳能电池用多晶硅片的检测 .....	92
任务二 硅片直径检测 .....	94
任务三 硅片厚度和总厚度的检测 .....	96
任务四 硅片弯曲度和翘曲度检测 .....	98
任务五 硅片参考面检测 .....	101
任务六 硅片平整度检测 .....	104
任务七 硅抛光片表面质量检验 .....	106
项目四 晶体硅电池片的检测 .....	108
任务一 晶体硅电池生产过程中光学性能的检测 .....	108
任务二 太阳电池片 I-V 特性测试 .....	110
任务三 电池漏电缺陷的红外检测技术 .....	116
项目五 光伏组件的检测 .....	121
任务一 光伏组件在生产过程中的检测 .....	121
任务二 光伏组件的电性能测试 .....	123

<b>拓展项目 光伏系统的检测</b> .....	128
任务一 系统外观结构的检测 .....	128
任务二 电能质量的检测 .....	130
任务三 太阳能电池阵列的检测 .....	138
任务四 逆变器的检测 .....	141
任务五 蓄电池与充放电控制检测 .....	146
任务六 防雷与接地的检测 .....	148
任务七 光伏系统自动检测 .....	154
<b>参考文献</b> .....	161

# 项目一 多晶硅原辅料的检测

工业硅、氯化氢、氢气、液氯、三氯氢硅都是制备高纯多晶硅料的原辅料，对原辅料加强成分检测分析，是保证高纯多晶硅材料合格的前提。根据高纯多晶硅料的生产要求，在投产前必须对多晶硅原辅料进行产前成分检测分析，本项目针对生产中常见的多晶硅原辅料的检测要求进行检测分析。

## 任务一 三氯氢硅中痕量杂质的化学光谱检测

### 【任务目标】

1. 掌握化学光谱检测基本原理及分析方法。
2. 能对检测结果做出正确的判断。

### 【任务描述】

本任务主要检测三氯氢硅中的金属杂质含量。金属杂质会在多晶硅产品中形成缺陷。只有通过对三氯氢硅的精馏提纯才能除去其中的金属杂质，提高多晶硅产品的纯度；本任务采用自然挥发法制备标准液，然后采用化学光谱法进行检测分析。

### 【任务实施】

#### 一、方法原理

$\text{SiHCl}_3$  中含 Mn、Fe、Ni、Ti、Mg、Al、Pb、Ca、Cr、Cu、Su、Zn 等痕量杂质元素。对这些杂质的分析采用蒸发法，即用微量的高纯水与  $\text{SiHCl}_3$  作用产生少量  $\text{SiO}_2$  水解物， $\text{SiO}_2$  对痕量杂质元素有吸附作用，基体在常温下用纯净氮气作载气进行慢挥发，残留的  $\text{SiO}_2$  用氢氟酸蒸气溶解除去，残渣用盐酸溶解，用溶液干渣法进行光谱测定。

#### 二、主要试剂和仪器

- (1) 氢氟酸 优级纯再经一次提纯（采用自制塑料蒸馏器，置于  $70^\circ\text{C}$  左右的水浴中提纯，弃去前后馏分各 10%）。
- (2) 盐酸 优级纯再经石英亚沸蒸馏器提纯 2 次。
- (3) 铍内标 KCl 载体混合溶液 每毫升含铍  $0.01\mu\text{g}$ （溶液保持 5% HCl 浓度），KCl 含量  $0.67\text{mg/ml}$ 。
- (4) 杂质标准溶液 用所测杂质元素的高纯金属或其氯化物、氧化物分别配制成  $1\text{mg/ml}$  杂质元素的标准溶液（保持 5%~10% HCl 浓度），取一定量各杂质标准液分别合并成  $10\mu\text{g/ml}$ 、 $3\mu\text{g/ml}$  两种标准液，其中 Mn、Cu 含量分别为  $3\mu\text{g/ml}$ 、 $1\mu\text{g/ml}$ 。然后再用此液分别依次逐级冲稀 10 倍，即得标准系列： $10\mu\text{g/ml}$ ， $3\mu\text{g/ml}$ ， $1\mu\text{g/ml}$ ， $0.3\mu\text{g/ml}$ ， $0.1\mu\text{g/ml}$ ， $0.03\mu\text{g/ml}$ （Mn、Cu 低一级，即为： $3\mu\text{g/ml}$ ， $1\mu\text{g/ml}$ ， $0.3\mu\text{g/ml}$ ， $0.1\mu\text{g/ml}$ ， $0.03\mu\text{g/ml}$ ， $0.01\mu\text{g/ml}$ ）。保存在聚乙烯瓶中，取少量置于 30ml 小塑料瓶中使用。

- (5) 封闭剂 1%聚苯乙烯乙酸乙酯溶液。
- (6) 纯水 将二次离子交换纯水再用石英亚沸蒸馏器提纯一次。
- (7) 有机玻璃蒸发器 (自制)。
- (8) 铂金坩埚 50ml 若干个。
- (9) 石英取样瓶 (自制)。
- (10) 有机玻璃手套箱。
- (11) 涂有 30%聚四氟乙烯浓缩液的石墨熏蒸器 (自制)。
- (12) 石墨电炉、调压器等。
- (13) 石墨电极 光谱纯  $6 \times 30\text{mm}$ 。
- (14) 摄谱仪 PGS-2 平面光栅光谱仪。
- (15) 光源 UBI-1 交流电弧加火花, 32/64。
- (16) 测微光度计。

### 三、分析步骤

在洗净并烘干的铂金坩埚中加 3~5 滴纯水, 用塑料量筒取 30ml  $\text{SiHCl}_3$  倒入铂金坩埚中, 放入有机玻璃蒸发器, 以很小的高纯氮气流驱赶基体约 10~12h (过夜)。当  $\text{SiHCl}_3$  挥发尽时, 取出铂金坩埚, 置于石墨熏蒸器中, 同时放一个盛有约 30ml 氢氟酸的铂金皿, 盖严熏蒸器的口, 用低温电炉加热 (调压器控制在 130V) 约 2h, 待  $\text{SiO}_2$  溶解完毕, 取出坩埚, 加 2 滴 1:1 的盐酸, 溶解残渣, 再加几滴水, 用少量水洗涤坩埚底部, 洗液也滴在电极头上, 在红外灯下烘干、摄谱, 进行光谱测定。上述试样平行操作 3 份, 同时带空白 3 份。

### 四、电极处理及标准系列的配制

在手套箱里将石墨电极排好, 加一滴 1%聚苯乙烯乙酸乙酯封闭剂。干后, 开起红外灯, 在每根电极头上, 用经过严格校正过的塑料小滴管加浓度为  $0.67\text{mg/ml}$  的 KCl 及  $0.1\mu\text{g/ml}$  的铍内标混合溶液 0.15ml, 烤干后, 用同样方法将标准系列由低到高滴加在电极头上 (0.1ml)。每对电极头上绝对量为  $0.003\mu\text{g}$ ,  $0.01\mu\text{g}$ ,  $0.03\mu\text{g}$ ,  $0.1\mu\text{g}$ ,  $0.3\mu\text{g}$ ,  $1\mu\text{g}$ 。每个标准点平行两对电极。以下操作与试样相同, 并摄在同一感光板上。

### 五、光谱测定条件

摄谱仪 PGS-2 平面光栅光谱仪, 三透镜照明, 遮光板 5mm, 狭缝  $20\mu\text{m}$ 。

光源 UBI-1, 电压 310V, 电流 4~6A。

电极 上下电极均为  $\phi 6 \times 30\text{mm}$  光谱纯平头石墨电极, 分析间隙 2mm。

曝光时间 60s。

闪耀波长 300nm。

感光板 天津 II 型紫外板。

暗室处理 显影液 A+B (1:1), 显影温度  $20 \sim 25^\circ\text{C}$ , 显影时间 4~6min, 快速定影, 流水冲洗后晾干。

### 六、工作曲线的绘制及计算

将分析线的黑度值减去内标线的黑度值, 绘制工作曲线。在工作曲线上分别查出空白值与杂质的含量 ( $\mu\text{g}$ ) 按下式计算各元素的含量。



$$C_i \% = \frac{(M_i - M_0) \times 10^{-6}}{G} \times 10^2$$

式中  $M_i$ ——杂质元素测得值,  $\mu\text{g}$ ;

$M_0$ ——空白测得值,  $\mu\text{g}$ ;

$G$ ——取样量,  $\text{g}$ 。

注: 本方法也适用于四氯化硅样品的分析。

## 七、检测结果的要求 (见表 1.1)

表 1.1 检测结果要求

痕量杂质含量/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )												
杂质名称	P	Fe	B	Al	Cu	Cr	Ni	Co	Ca	Mg	Zn	Mn
含量	$\leq 10$	$\leq 100$	$\leq 600$	$\leq 30$	$\leq 20$	$\leq 20$	$\leq 10$	$\leq 10$	$\leq 20$	$\leq 20$	$\leq 10$	$\leq 20$

## 任务二 三氯氢硅(四氯化硅) 中硼的分析检测

### 【任务目标】

1. 掌握自然挥发法的基本原理。
2. 掌握光谱测试分析步骤。
3. 能对检测的结果做出判断。

### 【任务描述】

本任务主要检测三氯氢硅中硼杂质含量, 硼在多晶硅中易形成受主掺杂, 会改变晶体硅的电阻率, 根据改良西门子法工艺生产实践, 只有在三氯氢硅的精馏提纯中, 合理控制各塔的排高排低才能除去硼杂质; 本任务通过自然挥发法制备硼标准液, 然后进行化学光谱检测及分析。

### 【任务实施】

#### 一、方法原理

三氯氢硅中的硼的分析采用自然挥发法, 是根据三氯氢硅部分水解物能吸附杂质的实践, 使三氯氢硅中杂质硼被部分水解物吸附, 而让基体三氯氢硅自然挥发, 用氢氟酸除去二氧化硅。残渣进行光谱测定。

#### 二、试剂及设备

- (1) 纯水  $10\text{M}\Omega$  以上的离子交换水。
- (2) 氢氟酸 优级纯氢氟酸, 再用自制的聚乙烯蒸馏器蒸馏一次, 经分析合格后备用 (分析方法: 取  $10\text{ml}$  蒸馏过的氢氟酸加 3 滴甘露醇溶液, 在水浴上蒸干, 测定其硼含量, 如在  $0.003\mu\text{g}$  以下方为合格, 否则不能使用)。
- (3) 1% 甘露醇溶液, 存入聚乙烯瓶中。
- (4) B 标准液 硼酸水溶液, 浓度分别为  $0.01\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $0.03\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $0.1\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $0.3\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $1\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $3\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $10\mu\text{g}/\text{ml}$ , 存入聚乙烯瓶中。
- (5) Be 标准液  $2.5\mu\text{gBe}/\text{ml}$ 。

(6) 封闭剂 1%的聚苯乙烯乙酸乙酯溶液。

(7) 直径 6mm 的光谱纯 (无 B) 石墨电极。

### 三、分析步骤

在洗净的外壁、干燥、带盖子的铂金坩锅中,加入数滴纯水 (0.3ml 左右) 和 3 滴 1%甘露醇溶液 (空白、试料各 3 份),用干燥的聚乙烯管取试料 (粗馏产品取 1~2ml,氯化合成液取 0.3~0.5ml) 迅速滴入坩锅内,盖上盖子。轻轻摇动片刻,静置 5min 左右,打开盖子让试料自然挥发。挥发毕,加几滴纯水洗坩锅内壁水解物 (先洗涤坩锅盖内壁水解物,洗液流入坩锅内),然后沿坩锅内壁滴加 1ml 氢氟酸,完毕,盖好盖子将坩锅移到水浴上 (水浴中加有少量甘露醇固体),加热数分钟后,打开盖子用少量纯水吹洗盖子及坩锅内壁。继续加热蒸发至干后,沿壁吹纯水,再蒸干。再吹洗一次待蒸干后,取下坩锅滴加 3~4 滴纯水,用聚乙烯小滴管 (每个坩锅一个滴管) 充分洗涤坩锅底部,洗液依次转移到一对预先处理好的平头石墨电极头上,再用 3~4 滴纯水洗坩锅一次,移入同一对电极头上,在红外灯下烤干,待摄谱。

### 四、石墨电极的处理

① 石墨电极的处理,在手套箱中进行,在预先车好的平头石墨电极上,加一滴封闭剂,然后再滴 0.1ml 的 KCl 溶液作载体,0.1ml Be (内标),烤干后备用。

② 在一部分已处理好的石墨电极上,依次滴加上硼标准液 (其中含有适量甘露醇) 0.001 $\mu\text{g}$ , 0.003 $\mu\text{g}$ , 0.01 $\mu\text{g}$ , 0.03 $\mu\text{g}$ , 0.1 $\mu\text{g}$ , 0.3 $\mu\text{g}$ , 1.0 $\mu\text{g}$ 。在红外灯下烤干,与试样摄于同一感光板上。

### 五、光谱条件

摄谱仪 GE-340 大型平面光栅光谱仪。

光源 国产 WPF-2 交流电弧发生器。

测微光度计 MD-100。

狭缝 15~20 $\mu\text{m}$ 。

中心波长 2500 $\text{\AA}$ 。

曝光时间 40s。

极距 2mm。

感光板 天津紫外 II 型。

显影液 A+B, 显影时间 5~6min, 显影温度 20~25 $^{\circ}\text{C}$ 。

定影 快速定影,流水冲洗,晾干。

### 六、计算

计算公式:

$$B\% = \frac{(W - W_0) \times 10^{-6}}{Vd} \times 10^2$$

式中  $d$ ——三氯氢硅的密度,为 1.34g/ml;

$W_0$ ——空白值,  $\mu\text{g}$ ;

$V$ ——取样毫升数;

$W$ ——硼值,  $\mu\text{g}$ 。

## 七、检测结果的要求

检测的结果要求见表 1-1。

# 任务三 三氯氢硅(四氯化硅) 中痕量磷的气相色谱检测

### 【任务目标】

1. 掌握气相色谱法检测的基本原理。
2. 掌握光谱测试分析步骤。
3. 能对检测的结果做出判断。

### 【任务描述】

本任务主要检测三氯氢硅中痕量磷杂质,磷杂质会在多晶硅产品中形成施主掺杂,改变晶体硅的电阻率,根据改良西门子工艺可知,只有对三氯氢硅进行精馏提纯才能除去磷杂质;本任务采用气相色谱法进行检测及分析。

### 【任务实施】

#### 一、气相色谱法原理

##### 1. 色谱法基本原理

和物理分离技术不同,气相色谱(GC)是基于时间差别的分离技术。将气化的混合物或气体通过含有某种物质的管,基于管中物质对不同化合物的保留性能不同而得到分离。样品经过检测器以后,被记录的就是色谱图(图 1.1),每一个峰代表最初混合样品中不同的组分。峰出现的时间称为保留时间,可以用来对每个组分进行定性,而峰的大小(峰高或峰面积)则是组分含量大小的度量。

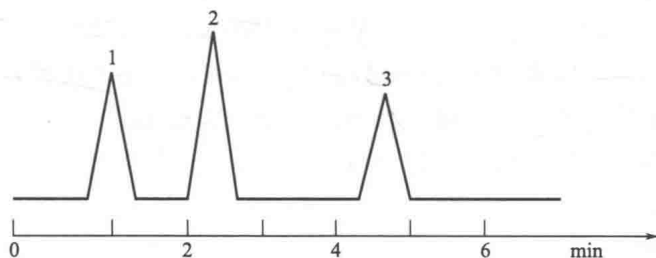


图 1.1 典型气相色谱图

##### 2. 系统

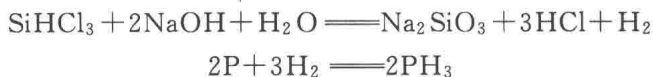
一个气相色谱系统,包括可控而纯净的载气源(它能将样品带入 GC 系统)、进样口(它同时还作为液体样品的气化室)、色谱柱(实现随时间的分离)、检测器(当组分通过时检测器电信号的输出值改变,从而对组分做出响应)、数据处理装置。

##### 3. 三氯氢硅中痕量磷的分析采用气相色谱法测定

在高温富氢条件下,三氯氢硅被氢还原生成硅、氯化氢和各种氯代硅烷;SiHCl<sub>3</sub> 中杂质磷在石英砂催化下被还原为磷化氢。

用氢氧化钠溶液分离磷化氢,混合氯代硅烷被水解生成硅酸钠,氯化氢被氢氧化钠中

和。反应式如下：



当反应达到动态平衡后，磷化氢可定量从氢氧化钠溶液中逸出。经富集及色谱分离后，磷化氢进入双火焰光度检测器（DFPD）进行 HPO 光发射，中心波长为 526nm。根据其光发射强度与磷的浓度成正比的关系计算磷的含量。

## 二、仪器与试剂

(1) RC-01 型高温氢还原-硫磷气相色谱仪

(2) 氢氧化钠 化学纯

(3) 三氯化磷 优级纯

(4) 三氯氧磷 分析纯

(5) 磷酸三乙酯 分析纯

(6) 高纯三氯氢硅

(7) 钢瓶装空气 氧气 (21%)；氩气 (99.99%)；氢气 (99.63%) [氢气的净化：钢瓶装氢气经硅胶、5A 分子筛、脱水、脱磷化氢后，再经液氮温度下的 5A 分子筛进一步脱水、脱磷化氢。经测定，净化过的氢气中磷化氢含量小于 0.002ppb (按体积计)]。

## 三、分析方法

用注射器从进样孔向系统注入已知量的三氯氢硅样品 (通常 0.2~0.8ml)，在四级逆式配气室中经氢气充分稀释后被载入还原炉管。在 680℃ 下，石英砂的催化作用使样品及其中含磷杂质分别被氢还原为混合氯代硅烷、氯化氢和磷化氢。经氢氧化钠溶液脱除还原产物中的混合氯代硅烷和氯化氢后，尾气中除氢气、磷化氢外还含有一定量的水分。由于磷化氢液化温度为 -88℃，干冰-丙酮冷阱的温度为 -78℃，故用干冰-丙酮冷阱脱除该尾气中的水分。只含有氢气和磷化氢的炉气进入浸在液氮内的捕集柱中。在捕集柱内磷化氢被固化 (固化温度 -134℃)，而氢气由于液化温度极低 (-253℃)，则通过捕集柱排空。待还原及富集完全后 (一般为 20min)，经玻璃六通活塞将捕集柱接至气相色谱分离柱的前方。然后，将捕集柱迅速移至室温冷水中进行解吸。经 GDX-101 柱把磷化氢与其他可能存在的氢化物分离。用双火焰光度检测器 (DFPD) 检测磷化氢的信号，再用标准比较法计算出样品中的磷含量。

## 四、工作曲线的测绘

在三氯氢硅中配入  $\text{PCl}_3$  或  $\text{POCl}_3$ ，或在水中配入磷酸三乙酯作为标准溶液，按上述分析步骤操作，算出各浓度对应的峰高 (或响应积分值)。以浓度为横坐标 (单位 ng)，峰高 (单位 mm 或脉冲数) 为纵坐标绘制工作曲线。

## 五、气相色谱检测

### 1. 仪器的操作要点

(1) 色谱柱 带字端为样品入口，另一头接汽化室。

(2) 进样方式 柱头注射进样。

(3) 样品配置标准 不同样品，不同浓度，根据图线进行定性、定量分析；先定性，根据出峰时间确定物质成分，再定量。

(4) TCD 热导检测器 主要检测有机物，准确性低，一般测百分含量。

(5) 先开氢气发生器(压力达到 0.4MPa 后稳定), 再开主机电源及电脑; 设定检验温度(样品沸点最高值)。

## 2. 注意事项

- (1) 注射样品时, 要迅速准确, 以免空气进入影响数据的可靠性。
- (2) 桥流只是决定检测精度, 因此桥流不宜开的太大, 调的太大容易损坏仪器。
- (3) 用进样器采集样品时, 应先清洗进样器 3~5 次, 才开始采集样品。
- (4) 进样后, 切勿改变设定温度值和桥流大小, 以免测试结果不准确。
- (5) 测试后, 应用乙醚清洗进样器, 以备下次使用。
- (6) 做此实验时, 必须打开通风设备和窗户, 防止实验室内的氢气浓度过高, 造成安全事故。

## 任务四 工业硅中铁、铝含量的检测

### 【任务目标】

1. 掌握滴定与返滴定的操作方法。
2. 能准确地进行滴定分析。
3. 能对检测的结果做出判断。

### 【任务描述】

工业硅中的杂质是影响三氯氢硅纯度的重要因素, 从而影响多晶硅产品的纯度。本任务采用化学滴定与返滴定方法进行检测及分析。

### 【任务实施】

#### 一、原理

试样以氢氟酸、硝酸溶液、冒烟硫酸除氟后, 在  $\text{pH}=1.2$  左右, 用乙二胺四乙酸二钠标准溶液进行铁的络合滴定。在滴定后的溶液中, 以苦杏仁酸掩蔽钛, 加过量的乙二胺四乙酸二钠与铝络合完全, 用硫酸铜滴定过量的乙二胺四乙酸二钠, 然后以氟化钠析出法进行铝的测定。

#### 二、原辅材料

##### 1. 试剂

- (1) 氢氟酸 40%。
- (2) 硫酸 1:1 溶液。
- (3) 硝酸 1:1 溶液。
- (4) 盐酸 1:1 溶液。
- (5) 磺基水杨酸 10% 溶液。
- (6) 六次甲基四胺 固体。
- (7) 氟化钠 固体。
- (8) 氢氧化钠 20% 溶液 (储于塑料瓶中)。
- (9) 苦杏仁酸 10% 溶液, 用热水溶解, 1:1 氨水调节  $\text{pH}\approx 4.5$ , 以精密 pH 试纸试验。

- (10) 对硝基酚 饱和溶液。
- (11) 醋酸钠 1mol/L 溶液。
- (12) 二甲酚橙 0.2% 溶液。
- (13) 1-(2-吡啶偶氮)-2 萘酚: 0.3% 的乙醇溶液。

2. 精密 pH 试纸: pH≈1~14。

3. 酸式滴定管: 2 支。

### 三、设备

- (1) 分析天平 1 台, 精确度为万分之一。
- (2) 有一定排风能力的风橱。

### 四、安全要求

- (1) 进工作室必须按规定穿戴好劳保用品。
- (2) 工作间要有良好的通风排气设备, 以免挥发性气体对人体造成伤害。
- (3) 操作时, 所用酸碱反应或配用要在通风橱内进行。
- (4) 夏天开盐酸、氢氧化氨(氨水)时, 应将瓶放置在冷水中, 冷却后在瓶口盖上手净抹布, 轻轻打开。
- (5) 实验室地面不能积水, 以免摔伤。
- (6) 应注意电气设备的安全, 设备的插头, 线路要固定好。设备外壳要接上地线。

### 五、过程控制

(1) 称取乙二胺四乙酸二钠 18.7g, 加水约 400ml, 以 pH 试纸检验, 用 20% 氢氧化钾调至 pH=4.5~5.0, 移入 1L 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

(2) 配制锌标准溶液 (0.05mol), 准确称取新钴的 (99.99%) 锌屑 3.2685g 于 400ml 锥形烧杯中, 加 1:1 盐酸 50ml, 在低温加热溶解后, 冷却至室温, 倒入 1L 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

(3) 用滴定管准确放取 0.05mol 锌标准溶液 40~45ml, 加水 50ml, 六次甲基四胺 3g, 摇动后滴入 0.2% 二甲酚橙 3~4 滴, 用乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至由红色刚变亮黄色为终点, 记下消耗乙二胺四乙酸二钠溶液的毫升数。

按下式计算乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度:

$$M_1 = \frac{M \times V}{V_1}$$

式中  $M_1$ ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的摩尔浓度, mol;

$V_1$ ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, ml;

$M$ ——锌标准溶液的摩尔浓度, mol;

$V$ ——所取锌标准溶液毫升数, ml。

铝的百分含量  $x$  按下式计算:

$$x = \frac{T_{Al} \times V}{G} \times 100\%$$

式中  $T_{Al}$ ——硫酸铜标准溶液对铝的滴定度, g/ml;

$V$ ——滴定消耗硫酸铜标准溶液的体积, ml。

$G$ ——试样重量, g。

## 六、检测结果的要求

铁、铝量测定的允许差按表 1.2 规定。

表 1.2 铁、铝量测量允许范围表

元素	含量/%	允许差/%
铁	<0.70	0.04
	0.70~1.00	0.06
	1.00~1.50	0.08
铝	<0.70	0.04
	0.70~1.00	0.05
	1.00~1.50	0.06

## 任务五 露点法检测气体中的水分

### 【任务目标】

1. 掌握露点法检测操作方法；
2. 了解气体的性质及安全防护；
3. 能对检测结果做出判断。

### 【任务描述】

对气体中的水蒸气含量检测时，根据改良西门子法生产工艺，涉及的气体要求无水分，氢气的纯度不纯会引起爆炸，HCl 气体不纯会腐蚀生产设备；本任务采用露点法进行检测与分析。

### 【任务实施】

#### 一、原理

本方法可用于高纯 Ar、H<sub>2</sub>、N<sub>2</sub> 等气体中水分的测定。当一定体积的气体在恒定的压力下均匀降温时，气体和气体中水分的分压保持不变，直至气体中的水分达到饱和状态，该状态下的温度就是气体的露点，一定的气体水分含量对应一个露点温度，即测定的“露点温度”是被测气体中水蒸气，随着温度的降低（人工致冷）而凝结为露的温度，“凝结温度”是以水蒸气含量为依据的，所以测定的露点值表示着气体中一定的水分含量。

#### 二、原辅材料

1. -80℃低温温度计；
2. 500ml 烧杯；
3. 50ml 玻璃注射器；
4. 液氮；
5. 手电筒；
6. 无水乙醇：分析纯或优级纯。

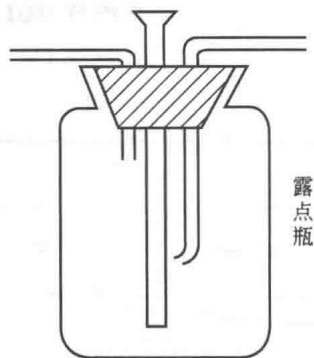


图 1.2 测试仪器图

### 三、设备和仪器

如图 1.2 所示的露点瓶，容积 1000ml，上部封口，中间插入一封底镀铬铜管，样气由喷口管引入，另一导管为出气口。

环境要求：保持工作环境高纯卫生，温度 4~40℃，相对湿度小于 85%，现场整洁，无腐蚀性气体，不得有电炉和火种。

### 四、产品形成过程控制

#### 1. 工艺流程图



#### 2. 过程控制

(1) 用金属导管将被测气体导入露点瓶，出口气体经石蜡液封瓶放空（液封高度 2mm）测定前要赶气 1h。

(2) 测定时，在封底铜管内加入制冷剂（干冰或液氮加酒精或液氮加丙酮），用插入的一支 -80℃ 低温温度计小心搅拌，使温度下降，注意观察，当喷口所对的铜管表面出现露斑，即读出温度值，这就是测得的露点温度。

(3) 测定流速控制在 150~200ml/min。

(4) 通常测 -34℃ 以下气体观察到的是“霜点”，而同一温度下的霜点具有较低的水蒸气分压。根据实验测得霜点和露点相应温度差约为 4℃，称为 K 值，因此对目前测得的露点温度需要校正，需扣除 K 值，如测定值为 -40℃ 实际露点应为 -36℃（此项在与电量法对照时须考虑）。

### 五、注意安全事项

(1) 从事气体分析的人员，必须熟悉各类气体的性质，做好防护，并严格遵守实验室安全守则。

(2) 进入实验室，必须按规定穿戴好劳保用品，并开启通风系统。

(3) 对于实验室的气瓶或管道，必须保证不泄漏并经常检查，严防阀门漏气。

(4) 配合分析时所携带的取样球及露点瓶要小心谨慎。

(5) 在分析氢气露点时要注意把氢气引到室外或排风橱内。

(6) 测定露点时，在加入液氮和酒精时要注意小心，在倒液氮时要注意安全，以免低温冻伤。

(7) 操作过程中所使用的酒精要放在阴凉的地方。

(8) 工作完毕，离开实验室前，需仔细检查门、窗、水、电、气、阀。

### 六、检测的结果要求

参阅表 1.3。

表 1.3 露点法检测气体中水分测量表

露点/℃	蒸汽压/mmHg <sup>D</sup>	水汽量/(g/m <sup>3</sup> )	容积含量/(×10 <sup>-6</sup> )
-110	1.0×10 <sup>-6</sup>	9.85×10 <sup>-7</sup>	1.32×10 <sup>-3</sup>
-108	1.8×10 <sup>-6</sup>	1.77×10 <sup>-6</sup>	2.36×10 <sup>-3</sup>
-106	2.8×10 <sup>-6</sup>	2.75×10 <sup>-6</sup>	3.7×10 <sup>-3</sup>
-104	4.3×10 <sup>-6</sup>	4.23×10 <sup>-6</sup>	5.7×10 <sup>-3</sup>



续表

露点/°C	蒸汽压/mmHg <sup>①</sup>	水汽量/(g/m <sup>3</sup> )	容积含量/(×10 <sup>-6</sup> )
-102	$6.5 \times 10^{-6}$	$6.4 \times 10^{-6}$	$8.55 \times 10^{-3}$
-100	$9.9 \times 10^{-6}$	$9.75 \times 10^{-6}$	$1.3 \times 10^{-2}$
-98	$1.5 \times 10^{-5}$	$1.48 \times 10^{-5}$	$1.97 \times 10^{-2}$
-96	$2.2 \times 10^{-5}$	$2.16 \times 10^{-5}$	$2.9 \times 10^{-2}$
-94	$3.3 \times 10^{-5}$	$3.25 \times 10^{-5}$	$4.34 \times 10^{-2}$
-92	$4.8 \times 10^{-5}$	$4.73 \times 10^{-5}$	$6.31 \times 10^{-2}$
-90	$7.0 \times 10^{-5}$	$6.89 \times 10^{-5}$	$9.23 \times 10^{-2}$
-88	$1.0 \times 10^{-4}$	$9.85 \times 10^{-5}$	$1.34 \times 10^{-1}$
-86	$1.4 \times 10^{-4}$	$1.38 \times 10^{-4}$	$1.84 \times 10^{-1}$
-84	$2.0 \times 10^{-4}$	$1.97 \times 10^{-4}$	$2.63 \times 10^{-1}$
-82	$2.9 \times 10^{-4}$	$2.86 \times 10^{-4}$	$3.82 \times 10^{-1}$
-80	$4.0 \times 10^{-4}$	$3.94 \times 10^{-4}$	$5.26 \times 10^{-1}$
-78	$5.6 \times 10^{-4}$	$5.52 \times 10^{-4}$	$7.36 \times 10^{-1}$
-76	$7.7 \times 10^{-4}$	$7.58 \times 10^{-4}$	1.01
-74	$1.05 \times 10^{-3}$	$1.03 \times 10^{-3}$	1.38
-72	$1.5 \times 10^{-3}$	$1.48 \times 10^{-3}$	1.8
-70	$1.94 \times 10^{-3}$	$1.91 \times 10^{-3}$	2.55
-68	$2.6 \times 10^{-3}$	$2.56 \times 10^{-3}$	3.44
-66	$3.49 \times 10^{-3}$	$3.43 \times 10^{-3}$	4.60
-64	$4.64 \times 10^{-3}$	$4.57 \times 10^{-3}$	6.10
-62	$6.14 \times 10^{-3}$	$6.04 \times 10^{-3}$	8.07

① 1mmHg=133.32Pa。

## 任务六 气相色谱法检测干法 H<sub>2</sub> 的组分

### 【任务目标】

1. 掌握气相色谱法进行检测的基本原理；
2. 能正确地进行气相色谱操作检测；
3. 能对检测结果做出判断。

### 【任务描述】

本任务检测氢气中的氯化氢气体组分配比分析，根据改良西门子工艺，经过分离精馏提纯后 SiHCl<sub>3</sub> 进入化学气相沉积（CVD）还原炉，在高温下被氢气还原，原料氢气组分的配比会影响硅的沉积速度，造成硅棒的畸形生长；本任务采用气相色谱法对 H<sub>2</sub> 中 HCl 气体组分配比进行检测与分析。

### 【任务实施】

#### 一、原理

本方法可用于干法 H<sub>2</sub> 中 HCl 组分分析。待测组分在载气推动下经过色谱分离柱，由于不同化合物性质的差异，它们在固定相的分配系数不一样，流出速度有快有慢，因而被测的混合物组分通过色谱分离柱后须分离单一组分，并顺序地被载气送入检定器（TCD）进行检定，由记录仪记录出色谱图，再进行测量计算，达到测定目的。

图 1.3 所示为气相色谱流程示意图。