

微波消解多晶硅

一、前言

多晶硅，是单质硅的一种形态，熔融的单质硅在过冷条件下凝固时，硅原子以金刚石晶格形态排列成许多晶核，如这些晶核长成晶面取向不同的晶粒，则这些晶粒结合起来，就结晶成多晶硅。多晶硅是生产单晶硅的直接原料，是当代人工智能、自动控制、信息处理、光电转换等半导体器件的电子信息基础材料。为检测多晶硅中的无机元素含量，选择微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，该方法还有回收率高、空白低等特点，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



2.2、试剂

硝酸(68%)，氢氟酸(40%)

三、实验方法

3.1、消解

称取粉碎后的多晶硅样品约 0.2g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 5mL 硝酸和 5mL 氢氟酸，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	30	400

3.2、赶酸稀释

实验结束后，待冷却至 60℃ 以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，放置在赶酸器上 160℃ 赶酸至 0.5mL 左右，转移至塑料杯中加水稀释，消解液澄清透明，样品可完全溶解。

四、结果与讨论

实验选择的多晶硅样品，取样量为 0.2g，采用硝酸+氢氟酸的混酸体系进行消解实验，最高实验温度 200℃，保温 30min 左右，即可完全溶解。

五、注意事项

实验中添加了大量氢氟酸，后续需要进行赶酸处理，将氢氟酸除尽后再上机进行检测，防止腐蚀玻璃器皿和对结果造成影响。