ICS 77.040

H17

|  |
| --- |
|  |

CNIA

中华人民共和国有色金属协会标准

CNIA/T XXX—XXXX

|  |
| --- |
|  |

硅外延用四氯化硅中金属杂质含量的测定

电感耦合等离子体质谱法

Test method for measuring contamination of Tetrachlorosilane for silicon epitaxy Inductively coupled plasma mass sepectrometry

|  |
| --- |
| （征求意见稿） |
| 本稿完成日期：2018年08月 |

XXXX - XX - XX发布 XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部   发布

1. 前 言

本标准按GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本标准起草单位：洛阳中硅高科技有限公司

本标准主要起草人：

硅外延用四氯化硅中金属杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

**警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。**

1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）测定硅外延用四氯化硅（SiCl4）中硼、钠、镁、铝、钾、钙、磷、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、铅等杂质含量的分析方法。

本标准适用于硅外延用四氯化硅（SiCl4）中硼、钠、镁、铝、钾、钙、磷、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、铅等含量的测定。各元素测定范围为：0.01 ng/g～20 ng/g。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8979 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB /T 11446.1 电子级水

GB /T 25915.1 洁净室及相关受控环境　第1部分：空气洁净度等级

3 原理

取少量甘露醇溶液于干净的聚四氟或PFA坩埚中，然后取一定量四氯化硅样品倒入坩埚内，放在高纯洁净台内在高纯氮气保护下样品挥发干净，残留的SiO2用氢氟酸溶解转化为SiF4挥发除去。用硝酸溶液定容，溶液用电感耦合等离子体质谱仪测定溶液中待分析元素的含量。

4 试剂和材料

4.1 超纯水：符合GB /T 11446.1中EW-Ⅰ级技术指标。

4.2 氢氟酸：质量分数48 %，单个杂质元素含量低于0.01 μg/L。

4.3 硝酸：质量分数65 %-70 %，单个杂质元素含量低于0.01 μg/L。

4.4 硝酸：质量分数2 %，称取2 g硝酸（4.3）用超纯水（4.1）稀释至100 g。

4.5 甘露醇：质量分数2 %，称取1 g优级纯甘露醇用超纯水（4.1）稀释至50 g。

4.6 混合标准贮存溶液：含B、Na、Mg、Al、K、Ca、P、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Ga、As、Pb等元素，浓度值为10 μg/mL。

4.7 混合标准溶液A：0.1 μg/mL，将混合标准贮存溶液（4.6）按逐级稀释方法制备，与标准贮存溶液保持一致的酸度（用时稀释）。

4.8 高纯氮：纯度不低于GB/T 8979中高纯氮技术指标。

5 试验设备

5.1 电感耦合等离子体质谱仪。

5.2 坩埚：聚四氟乙烯或PFA材质，100 mL。

5.3 移液枪：量程0 μL-1000 μL。

5.4 分析天平：感量为0.01 g。

5.5 控温电热板：控温范围0 ℃-260 ℃。

5.6 洁净工作台：洁净等级满足标准GB/T 25915.1 ISO 5级。

6 分析步骤

6.1 试验条件

6.1.1 环境温度：23 ℃±2 ℃。

6.1.2 相对湿度：45 %-65 %。

6.1.3 仪器室、样品处理室：洁净等级满足标准GB/T 25915.1 ISO 6级。

6.2 样品制备

6.2.1 样品处理过程在洁净工作台进行操作。

6.2.2 用移液枪（5.3）移取0.1 mL甘露醇溶液（4.5）于洁净的聚四氟乙烯或PFA坩埚（5.2）中。

6.2.3 称取8 g-10 g（精确至0.01 g）样品缓慢倒入上述6.2.2坩埚中。

6.2.4 将坩埚置于60 ℃的电热板上，在微正压高纯氮气（4.8）保护下，将四氯化硅样品挥发至干。

6.2.5 向坩埚中缓慢加入1.0 mL-1.5 mL氢氟酸（4.2），并盖上坩埚盖。在130-135℃加热回流60 min，打开坩埚盖，将坩埚中酸全部蒸干。

6.2.6 趁热向坩埚中加入适量硝酸（4.4），缓慢晃动浸润整个坩埚壁，冷却后用硝酸（4.4）定容至2 g（精确至0.01 g），待测。

6.2.7 平行做三份试样，随同试样做空白试验。

6.3 工作曲线的绘制

用移液枪分别移取0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、1 mL、2 mL混合标准溶液A（4.7）于6个洁净的PFA瓶中，用2%硝酸溶液（4.4）定容至20.0 g，此标准系列中含B、Na、Mg、Al、K、Ca、P、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Ga、As、Pb浓度各为0 ng/g、0.5 ng/g、1 ng/g、2 ng/g、5 ng/g、10 ng/g，将所配的标液摇匀，待测元素的含量应在所做工作曲线范围之内。按要求设置仪器条件，待仪器稳定后测定工作曲线。

6.4 分析测定

将系列标准溶液、空白试样和样品溶液分别在电感耦合等离子体质谱仪上进行检测。以系列标准溶液中各元素信号值为纵坐标，以系列标准溶液中各元素的浓度为横坐标做工作曲线，仪器自动计算出空白试样和样品溶液中各待测元素的含量。

7 试验数据处理

7.1 按公式（1）计算待测元素的含量，数值以ng/g表示，数值按GB/T8170数值修约规则与极限数值来表示：

………………..……………………………（1）

式中：

Wi —— 氯硅烷样品中各元素含量，单位ng/g ；

Ci —— 样品溶样中各元素仪器检测值，单位 ng/g ；

C0 —— 空白试样中各元素仪器检测值，单位 ng/g ；

m0 —— 定容质量，单位 g；

m —— 氯硅烷样品重量，单位 g。

最终结果取平行样品测量结果的算术平均值。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对值差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按以下表1数据采用线性内插法求得。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 杂质含量/10-9 |  |  |  |  |  |  |
| r/10-9 |  |  |  |  |  |  |

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对值差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表2数据采用线性内插法求得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 杂质含量/% |  |  |  |  |  |
| 允许差/% |  |  |  |  |  |

9 试验报告

报告应至少包括以下内容：

1. 样品名称、送样单位、样品编号；
2. 检测日期和报告日期；
3. 检测单位和检测人员、审核人员名称；
4. 检测结果及其表示；
5. 仪器品牌和型号；