ICS 77.040

H17

|  |
| --- |
|  |

T/CNIA

团体标准

T/CNIA XXXX-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  |
| (送审稿) |

XXXX- XX-XX发布

XXXX- XX-XX实施

中国有色金属工业协会

中国有色金属学会

发布

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、铅元素含量的分析方法。

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、铅元素含量的测定。各元素测定范围0.01ng/g~20ng/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 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 干扰因素

4.1 容器和进样系统的洁净度及操作过程等因素直接影响测量结果的准确度，应严格控制。

4.2 取样的洁净度直接影响检测结果的准确度，取样过程要求洁净、无污染。

4.3  双原子离子、多原子离子、基体效应、背景噪声、元素间的干扰、交叉污染和仪器信号漂移等因素会影响测量结果。

4.4 检测人员、环境、使用器皿及工具的污染：直接影响测量结果应严格控制。

4.5 化学试剂的纯度：测试前应确认超纯水、氢氟酸、硝酸的洁净程度是否符合要求。

5 试剂和材料

5.1 超纯水：符合GB /T 11446.1中EW-Ⅰ级技术指标。

5.2 氢氟酸：质量分数40 %-50 %，单个杂质元素含量低于0.01 μg/L。

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

5.4 硝酸溶液：质量分数2 %，单个杂质元素含量低于0.01 μg/L。

5.5 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。

5.6 混合标准贮存溶液：含硼、钠、镁、铝、钾、钙、磷、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、铅元素，浓度值为10 μg/mL。

5.7 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）。

5.8 高纯氮：纯度不低于GB/T 8979中高纯氮技术指标。

6 试验设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪。

6.2 坩埚：聚四氟乙烯或PFA材质，100 mL。

6.3 移液枪：量程0 μL-1000 μL。

6.4 分析天平：感量为0.01 g。

6.5 控温电热板：控温范围0 ℃-260 ℃。

7 分析步骤

7.1 试验条件

7.1.1 环境温度：23 ℃±2 ℃。

7.1.2 相对湿度：不大于65 %。

7.1.3 实验室：洁净等级满足标准GB/T 25915.1 ISO 6级。

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

7.2 样品制备

7.2.1 样品处理过程在洁净工作台进行操作。

7.2.2 用移液枪（6.3）移取0.1 mL甘露醇溶液（5.5）于洁净的聚四氟乙烯或PFA坩埚（6.2）中。

7.2.3 称取8 g-10 g（精确至0.01 g）样品缓慢倒入上述7.2.2坩埚中。

7.2.4 将坩埚置于60 ℃的电热板上，在微正压高纯氮气（5.8）保护下，将四氯化硅样品挥发至干。

7.2.5 向坩埚中缓慢加入1.0 mL-1.5 mL氢氟酸（5.2），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。

7.2.6 趁热向坩埚中加入适量硝酸溶液（5.4），缓慢晃动浸润整个坩埚壁，冷却后用硝酸溶液（5.4）定容至2 g（精确至0.01 g），待测。

7.2.7 平行做三份试样，随同试样做空白试验。空白试验使用硝酸溶液（5.4）进行测试。

7.3 工作曲线的绘制

使用洁净的PFA瓶和分析天平，配置不同浓度系列标准溶液。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。

例如，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（5.7）于6个洁净的PFA瓶中，用2 %硝酸溶液（5.4）定容至20.0 g，此标准系列中含硼、钠、镁、铝、钾、钙、磷、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、铅浓度各为0 ng/g、0.5 ng/g、1 ng/g、2 ng/g、5 ng/g、10 ng/g。

7.4 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。待测元素质量数的选择参考，见表2。

表1待测元素质量数的选择参考

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 质量数 |
| 硼 | 11 |
| 钠 | 23 |
| 镁 | 24 |
| 铝 | 27 |
| 钾 | 39 |
| 钙 | 44 |
| 磷 | 47 |
| 钛 | 48 |
| 钒 | 51 |
| 铬 | 52 |
| 锰 | 55 |
| 铁 | 56 |
| 钴 | 59 |
| 镍 | 60 |
| 铜 | 63 |
| 锌 | 66 |
| 镓 | 69 |
| 砷 | 75 |
| 铅 | 208 |

8 试验数据处理

8.1 按公式（1）计算待测元素的含量，数值以ng/g表示：

$W\_{i}=\frac{(C\_{i}-C\_{0})×m\_{0}}{m}$………………..……………………………（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。

8.2允许差：取平行样品测量结果的算术平均值，两次平行测定结果的相对偏差应不大于表2列出的不同浓度平行样品分析结果的相对偏差最大允许参考数值。

表2平行样的相对偏差的允许值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 分析结果的质量浓度水平/(ng/g) | 10 | 1 | 0.1 | 0.01 |
| 相对偏差最大允许值/% | 2.5 | 5 | 10 | 20 |

9 精密度

9.1 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2数据采用线性内插法求得。

表4 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 杂质含量/ ng/g | 0.01 | 0.10 | 0.20 | 1.00 | 11.40 |
| r/10-9 | 0.01 | 0.03 | 0.06 | 0.16 | 1.07 |

10 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；
6. 检验标准。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_