ICS 77.040

H17

|  |
| --- |
|  |

T/CNIA

团体标准

T/CNIA XXXX-XXXX

|  |
| --- |
|  |

多晶硅生产用氢气金属杂质的测定

|  |
| --- |
| 电感耦合等离子体质谱法 |
| （讨论稿） |

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：内蒙古通威高纯晶硅有限公司

本标准主要起草人：

多晶硅生产用氢气金属杂质的测定 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）测定多晶硅生产用氢气中钠、镁、铝、钙、铬、锰、铁、镍、铜、锌元素含量的分析方法。

本标准适用于氢气中钠、镁、铝、钙、铬、锰、铁、镍、铜、锌元素含量的测定。各元素测定范围0.01ng/g~100ng/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 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 4842 氩

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

气体中金属元素通过洗气瓶中的吸收液进行吸收和富集，吸收液由载气（高纯氩）引入雾化系统进行雾化，以气溶胶形式进入等离子体，在高温和惰性气体中被去溶剂化、汽化解离和电离，转化成带正电的正离子，经离子采集系统进入质谱仪，质谱仪根据质荷比进行分离，根据元素质谱峰强度测定样品中相应元素的含量。

4 试剂和材料

4.1 试验用水：符合GB /T 11446.1中EW-Ⅰ级的要求。

4.2 盐酸，金属杂质含量低于0.01 μg/L。

4.3 盐酸溶液（5+95）。

4.4 盐酸溶液（1+9）。

4.5 混合标准溶液：各金属元素浓度1ug/g。

4.6 高纯氩：符合GB/T4842的要求 。

4.7 吸收瓶：500mL,PFA材质（可熔性聚四氟乙烯或全氟烷氧基共聚物）。

5 试验设备

5.1 电感耦合等离子体质谱仪。

 质量分辨率（0.5-1.2）amu，可调。

5.2 气体流量计

 用流量计测量不溶于水的气体样品的吸收量。流量测定范围：1L/h-10L/h

6 实验条件

6.1 环境

 溶液的配制、稀释均应在洁净度为千级的洁净室或者洁净台内进行。

6.2 器皿

 全部器皿在使用前均应在盐酸（4.4）溶液中浸泡24h以上，并经检测金属杂质含量低于0.1 μg/L。

7 样品制备

7.1 采样

 采样口应长时间吹扫置换，保证无其他灰尘等颗粒物，采样管线应使用PFA材质，采样管线尽可能短，管径应尽可能小。采样管路连接完成后应确保采样系统无泄漏。

7.2 安全要求

 采样中的安全要求应符合GB/T 3723中的规定。

7.3 样品的吸收

7.3.1 吸收系统

 采样系统流程图如图1所示，在采样管线上连接500mL吸收瓶及气体流量计。在采样管线与吸收瓶连接前，先用高纯氩气对采样管线进行吹扫，确保采样管线对检测结果影响降到最小。

 

图1

7.3.2 样品的吸收

用盐酸溶液（4.3）作为吸收液，调节样品气流量为0.5L/min，通气量应不低于60L，由气体流量计计量。若样品中金属杂质含量较低，则应适当增加通气量。

7.3.3 吸收液的保存

采样完毕的吸收液应当在PFA瓶中密封保存，带回实验室尽快分析测定。

7.4 测定

7.4.1 工作曲线的绘制

用移液枪分别移取0mL、0.10mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL多元素混合标准溶液（4.5）置于5个洁净的100mL的PFA容量瓶中，用5%的盐酸溶液（4.3）定容至刻度，混匀。此系列标准溶液1mL含各金属元素分别为0ng、1.0ng、2.0ng、5.0ng和10.0ng，待仪器稳定后绘制工作曲线，线性方程的相关系数应不小于0.999。

7.4.2 测定

将空白溶液（4.3）、吸收液按顺序进行测定，采用工作曲线对各金属元素进行定量。重复测量精密度应不小于10%，各金属元素回收率应满足80%-120%。

8 结果计算

8.1 试样体积计算

试样体积按（1）式计算：

………………………………………………………………………………（1）

式中：

V---采样体积，单位为L；

P1—吸收气体时的大气压力的数值，单位为KPa；

t---吸收气体时的环境温度，单位为℃；

V1—吸收的气体样品量，单位为L。

8.2结果计算

按式（2）计算气体中各金属元素的含量S：

…………………………………………………………………………………………（2）

式中：

1. -气体中个金属元素含量，单位为微克每升（ug/L）;

S1--吸收液中各金属元素的浓度，单位为微克每升（ug/L）;

S0--空白溶液中各金属元素的浓度，单位为微克每升（ug/L）;

1. -吸收液的质量，单位为克（g）；

V--气体采样量，单位为升（L）。

9 试验报告

 报告应至少包括以下内容：

1. 测定日期、环境温度、大气压力；
2. 采样地点、样品位号；
3. 样品名称；
4. 检验依据；
5. 测定结果；
6. 检测员和审核人员姓名。

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