ICS 77.150.99

H62



中华人民共和国国家标准

GB/T 10117—XXXX

|  |
| --- |
| 代替 GB/T 10117-2009 |

高 纯 锑

**High purity antimonium**

|  |
| --- |
| （送审稿） |
| （在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上） |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施



前  言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 10117-2009《高纯锑》，与GB/T 10117-2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

* 1. 范围中增加了“区熔熔炼（直拉提纯）”（见第1章）。
  2. 将规范性引用文件中“YS/T 35（所有部分） 高纯锑化学分析法”更改为“YS/T 35 高纯锑化学分析法镁、锌、镍、铜、银、镉、铁、硫、砷、金、锰、铅、铋、硅、硒含量的测定 高质量分辨率辉光放电质谱法”，并增加“GB/T8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定”（见第2章，2009年版的第2章）；
  3. 更改了化学成分中杂质元素As、Au、Pb的要求，增加了Al、B、Ca、Ga、Na、Sn杂质元素的要求（见5.3,2009年版的3.2）；
  4. 更改了“检查和验收”的内容（见7.1,2009版的5.1）；
  5. 增加了检验项目的内容（见7.3）；
  6. 更改了取样、制样的要求（见7.4,2009年版的5.3）
  7. 删除了具体包装规格的要求（见2009年版的6.1.1）；
  8. 更改了随行文件的内容（见8.5，2009年版的6.6）；
  9. 更改了“订货单内容”（见第9章，2009年版的第7章）；
  10. 增加了“附录A（资料性） 高纯锑化学分析方法 辉光放电质谱法 痕量元素含量的测定”。

本文件由全国半导体设备和材料标准化技术委员会（SAC/TC203）与全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分技术委员会（SAC/TC203/SC2）共同提出并归口。

本文件起草单位：峨眉山市峨半高纯材料有限公司、峨嵋半导体材料研究所、有色金属技术经济研究院有限责任公司、广东先导稀材股份有限公司、云南临沧鑫圆锗业股份有限公司。

本文件主要起草人：张程、朱君、黎亚文、雷聪、曾洪、李强、张胜、杨素心、朱赞芳

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1988年首次发布为GB/T 10117-1988,2009年第一次修订；

——本次为第二次修订。

高纯锑

1. 范围

本文件规定了高纯锑的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、随行文件及订货单内容。

本文件适用于以工业锑为原料，经氯化、精馏、氢气还原、真空蒸馏、区熔熔炼（直拉提纯）等生产工艺制备的高纯锑。

注：产品用于制备Ⅲ-Ⅴ族半导体材料、高纯合金、热电致冷元件以及用作硅、锗单晶的掺杂剂等。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

YS/T 35 高纯锑化学分析方法 镁、锌、镍、铜、银、镉、铁、硫、砷、金、锰、铅、铋、硅、硒含量的测定 高质量分辨率辉光放电质谱法

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 分类

高纯锑按照化学成分分为Sb-05、Sb-06两个牌号。

1. 技术要求
   1. 规格尺寸

高纯锑为不规则块状，具体规格尺寸要求由供需双方协商确定。

* 1. 外观质量

高纯锑外观呈银白色金属光泽，块状结晶致密，无氧化色斑。

* 1. 化学成分

高纯锑的化学成分应符合表1的规定。

1. 化学成分

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 牌号 | | | Sb-05 | Sb-06 |
| 化学成分  （质量分数） | Sb含量a，不小于  % | | 99.999 | 99.9999 |
| 杂质含量，不大于  10-4% | Ag | 0.05 | 0.01 |
| Al | 0.50 | 0.05 |
| As | 1.0 | 0.1 |
| Au | 0.05 | 0.01 |
| B | 0.1 | 0.01 |
| Bi | 0.2 | 0.02 |
| Ca | 0.5 | 0.1 |
| Cd | 0.5 | 0.01 |
| Cu | 0.05 | 0.01 |
| Fe | 0.5 | 0.05 |
| Ga | 0.1 | 0.01 |
| Mg | 0.2 | 0.05 |
| Mn | 0.05 | 0.01 |
| Na | 0.5 | 0.1 |
| Ni | 0.2 | 0.05 |
| Pb | 0.2 | 0.02 |
| S | 0.5 | 0.1 |
| Si | 1.0 | 0.1 |
| Sn | 0.5 | 0.05 |
| Zn | 0.5 | 0.05 |
| 杂质含量总和 b，不大于  10-4% | | 10 | 1 |
| a Sb含量为100%减去杂质含量总和的余量。  b 杂质含量总和为所测元素的实测值之和，包含但不仅限于表中所列杂质元素。 | | | | |
| 注：用户对上表以外的其他杂质元素要求提供检测数据时，可由双方协商解决。 | | | | |

* 1. 其他

需方如对高纯锑产品有特殊要求时，可由供需双方协商确定并在订货单中注明。

1. 试验方法

6.1 高纯锑的规格尺寸采用分样筛检查。

6.2 高纯锑的外观质量用目视法检查。

6.3 高纯锑的化学成分中镁、锌、镍、铜、银、镉、铁、硫、砷、金、锰、铅、铋、硅、硒的分析按照YS/T 35的规定进行，硼、钠、铝、钙、镓、锡元素的分析按照附录A的方法进行。

1. 检验规则
   1. 检查和验收

产品应由供方或第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验，如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，应以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。属于规格尺寸或外观质量的异议，应在收到产品之日起一个月内提出；属于化学成分的异议，应在收到产品之日起两个月内提出。如需仲裁，应由供需双方协商确定。

* 1. 组批

高纯锑应成批提交验收。每批应由同一工艺、同一生产周期生产的同一牌号的产品组成。每批产品的重量不超过100 kg。

* 1. 检验项目

每批高纯锑应对规格尺寸、外观质量、化学成分进行检验。

* 1. 取样及制样
     1. 取样
        1. 每批次随机抽取不少于总量的2%作为样品，进行规程尺寸和外观质量检查。
        2. 高纯锑化学成分检验，每批次随机抽取不少于总量的1%作为样品（批次产品低于50kg时，抽取0.5kg），研磨成直径小于5mm的颗粒，将其混合均匀，平均分成4份，随机选取1份进行制样。
        3. 仲裁取样由供需双方协商决定。
     2. 制样

化学成分的分析，需将样品制备成以下规格之一：

a）直径为25mm~35mm、厚度为3mm~5mm，表面平整、无缩孔的饼状样品；

b）截面积为2mm2～9mm2，长度为20mm的棒状样品；

C）其他符合辉光放电质谱法检测设备进样的规格。

7.5 检验结果的判定

7.5.1 检验结果的数值修约规则和判定方法按GB/T8170的规定进行，修约数位应与表1规定或供需双方商定的极限数位一致，判定方法采用修约值比较法进行判定。

7.5.2 高纯锑的规格尺寸检验结果不合格时，判该批产品不合格。

7.5.3 高纯锑的外观质量检验结果不合格时，判该批产品不合格。

7.5.4 高纯锑的化学成分检验结果不合格时，判该批产品不合格。

1. 标志、包装、运输、贮存和随行文件
   1. 标志

每瓶高纯锑产品应张贴标签，并注明：

1. 产品名称；
2. 牌号；
3. 批号；
4. 产品重量；
5. 出厂日期；
   * 1. 包装箱上应注明：
6. 供方名称；
7. 需方名称；
8. 产品名称；
9. 批号；
10. 件数；
11. 出厂日期；
12. 其他。
    1. 包装

高纯锑采用洁净聚乙烯塑料瓶包装，外用塑料薄膜真空封装。也可由供需双方协商确定。

高纯锑封装后装入木箱，箱内用泡沫塑料等软物塞紧，防止窜动。

* 1. 运输

高纯锑在运输过程中应轻拿轻放，不得剧烈碰撞，注意防潮。

* 1. 贮存

高纯锑应贮存在清洁、干燥、无酸碱性气氛的环境中，产品有效期为2年。

* 1. 随行文件

每批高纯锑应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期外，还宜包括：

1. 产品质量证明书，内容如下：

* 合同号；
* 产品名称和牌号；
* 批号；
* 净量；
* 生产日期；
* 检验项目及其结果；
* 本文件编号；
* 出厂日期；
* 检验员印章；
* 产品合格印章。

1. 高纯锑化学技术说明书和化学安全标签；
2. 产品交付表；
3. 其他。
4. 订货单内容

需方可根据自身的需要，在订购本文件所列产品的订货单内，列出如下内容：

1. 产品名称；
2. 牌号；
3. 规格尺寸；
4. 化学成分及试验方法的特殊要求；
5. 净重和数量；
6. 本文件编号；
7. 其他。

附录A

（资料性）

高纯锑化学分析方法 辉光放电质谱法

硼、钠、铝、钙、镓、锡元素痕量元素含量的测定

A.1方法原理

试料作为阴极进行辉光放电，在氩气气氛下，其表面原子被溅射而脱离试样进入辉光放电等离子体中，在等离子体中离子化后被导入质谱仪。在每一元素同位素质量数除以预设的扫描点数和积分时间对相应谱峰积分，所得面积即为谱峰强度，元素含量用公式（1）求出。无标准样品时，计算机根据仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”自动计算出各元素的质量分数；有标准样品时，需通过在与被测样品相同的分析条件、离子源结构以及测试条件下对标准样品进行独立测定获得相对灵敏度因子，应用该相对灵敏度因子计算出各元素的质量分数。

被测元素含量以该元素的质量分数*w*x计，以µg/kg表示，按公式（A.1）计算：

*w*x=*RSF*(x/Sb).(*I*x.*A*Sb) /(*I*Sb.*A*x) .*w*Sb ………………………………………(A.1)

式中：

*w*x ——待测杂质元素质量分数，单位为微克每千克（µg/kg）；

*RSF*(x/Sb)——为在特定辉光放电条件下测定Sb中X元素的校正系数；

*I*x和*I*Sb——分别为待测元素X和Sb元素的同位素谱峰强度，单位为个每秒（cps）；

*A*x和*A*Sb——分别为待测元素X和Sb元素的同位素丰度；

*w*Sb——Sb的质量分数，数值为1.00×109µg/kg。

A.2试剂或材料

除非另有说明，分析中所用的试剂均为优级纯，所用的水为一级水。

A.2.1硝酸(*ρ=* 1.42g/mL)。

A.2.2硝酸（1+5)。

A.2.3锑标准样品，被测元素质量含量在1µg/kg～500µg/kg之间。

A.2.4仪器背景监控样品，被测元素质量分数低于被测试样的10倍以上。

A.2.5氩气(*w* Ar≥99.999%)。

A.2.6氮气(*w* N2≥99.999%)。

A.3仪器设备

A.3.1高质量分辨率辉光放电质谱仪，中分辨率模式下分辨率可达3000～4000，高分辨率模式下分辨率可达9000～10000。

A.3.2 测定同位素及分辨率见表A.1。测定时要求同位素115Sb的谱峰强度不小于1×109cps，峰形符合分辨率要求。

表A.1 测定同位素及分辨率

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元 素 | 同位素质量数 | 分辨率 | 元 素 | 同位素质量数 | 分辨率 | 元 素 | 同位素质量数 | 分辨率 |
| B | 11 | 中分辨 | Cr | 52 | 中分辨 | Cd | 111 | 中分辨 |
| Na | 23 | 中分辨 | Mn | 55 | 中分辨 | In | 115 | 中分辨 |
| Mg | 24 | 中分辨 | Fe | 56 | 中分辨 | Sn | 118 | 中分辨 |
| Al | 27 | 中分辨 | Co | 59 | 中分辨 | Te | 130 | 中分辨 |
| Si | 28 | 中分辨 | Ni | 60 | 中分辨 | Ta | 181 | 中分辨 |
| P | 31 | 中分辨 | Cu | 63 | 中分辨 | Au | 197 | 中分辨 |
| S | 32 | 中分辨 | Zn | 64 | 中分辨 | Tl | 205 | 中分辨 |
| K | 39 | 高分辨 | Ga | 69 | 中分辨 | Pb | 208 | 中分辨 |
| Ca | 44 | 中分辨 | As | 75 | 中分辨 | Bi | 209 | 中分辨 |
| Ti | 48 | 中分辨 | Ag | 107 | 中分辨 | Sb | 123 | 中分辨 |

A.4样品

将样品制备成所需要的几何形状（块状或棒状），待分析面应平坦光滑。尺寸要求能放入辉光放电离子源内并且能够稳定地进行辉光放电。

A.5分析步骤

A.5.1 将加工好的样品以硝酸（A.2.2）和水依次清洗，用氮气（A.2.6）吹干，装入辉光放电离子源中。

A.5.2仪器背景监控试验

测定仪器背景监控样品（A.2.4），观察被测元素的仪器背景情况。

A.5.3 相对灵敏度因子的测定

使用锑标准样品（A.2.3）得出各被测元素的相对灵敏度因子。

A.5.4测定

A.5.4.1选择适当电流进行10min～20min电流预溅射，以清除样品表面污染。

A.5.4.2将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需要的条件，进行测量。同一溅射点连续采集的三个测量数据的精密度满足表A.2所允许的相对偏差的要求时，取其平均值作为测量结果。被测元素的含量以质量分数计，计算机直接给出计算结果。

A.6允许差

实验室之间分析结果的相对偏差应不大于表A.2所列允许相对偏差。

表A.2 相对允许偏差

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 分析含量范围*w*  µg/kg | 重复性条件下的允许相对偏差RSD  ％ | 再现性条件下的允许相对偏差RSD  ％ |
| ＞20~60 | 50 | 100 |
| ＞5~20 | 100 | 150 |
| ＞1~5 | 150 | 200 |