



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—XXXX

高纯镓化学分析方法 第3部分：痕量杂质 元素含量的测定 辉光放电质谱法

Methods for chemical analysis of high purity gallium—Part 3:
Determination of trace impurity elements contents—Glow discharge mass
spectrometry

(预审稿)

(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

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）、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）提出并归口。

本文件起草单位：国标（北京）检验认证有限公司

本文件主要起草人：

高纯镓化学分析方法 第 3 部分：痕量杂质元素含量的测定

辉光放电质谱法

1 范围

本文件规定了高纯镓中杂质元素含量的测定方法，测定元素见表 1。
本文件适用于高纯镓中杂质元素含量的测定。各元素测定范围： 0.001μg/g~50μg/g。

表 1 同位素

元素	同位素	元素	同位素	元素	同位素	元素	同位素	元素	同位素
Li	7	Mn	55	Nb	93	Ce	140	W	184
Be	9	Fe	56	Mo	98	Pr	141	Re	187
B	11	Co	59	Ru	101	Nd	142	Os	192
F	19	Ni	60	Rh	103	Sm	152	Ir	193
Na	23	Cu	63	Pd	106	Eu	153	Pt	195
Mg	24	Zn	64	Ag	107	Gd	158	Au	197
Al	27	Ga	69	Cd	114	Tb	159	Hg	202
P	31	Ge	73	In	115	Dy	164	Tl	205
S	32	As	75	Sn	119	Ho	165	Pb	208
K	39	Br	79	Sb	121	Er	166	Bi	209
Ca	44	Se	82	I	127	Tm	169	Th	232
Sc	45	Rb	85	Te	130	Yb	174	U	238
Ti	48	Sr	88	Cs	133	Lu	175		
V	51	Y	89	Ba	136	Hf	177, 178		
Cr	52	Zr	90	La	139	Ta	181		

2 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/T 14264 半导体材料术语

3 术语和定义

GB/T 14264界定的术语和定义适用于本文件。
ICE：检测器工作效率

4 方法原理

高纯镓样品作为放电阴极进行辉光放电，其表面原子被等离子体中带电粒子轰击发生溅射，溅射产生的原子被离子化后，离子束通过电场加速进入质谱仪进行测定。在每一待测元素选择的同位素质量处以预设的扫描点数和积分时间对应谱峰积分，所得面积为谱峰强度。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，需通过与被测试样相同的分析条件、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。

5 试验条件

5.1 试验在 20℃~25℃室温下进行；

5.2 相对湿度：不大于 65%。

6 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用的确认为 MOS 的试剂，去离子水电阻率 $\geq 18\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。

6.1 硝酸($\rho=1.42\text{g/mL}$)。

6.2 无水乙醇($\rho=0.789\text{g/mL}$)。

6.3 高纯氮气（体积分数 $\geq 99.99\%$ ）。

6.4 高纯氩气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）。

6.5 高纯镓标准样品：利用有证或具有溯源性的高纯镓标准样品生成待测元素的相对灵敏度因子 RSF_x 。

6.6 背景空白样品：高纯镓样品（比被测杂质元素含量更低）作为背景空白样品，检测仪器的背景空白。

6.7 仪器检测器校正样品：高纯钽（ $w_{\text{Ta}}\geq 99.99\%$ ）。

6.8 仪器质量数校正样品：高纯钽（ $w_{\text{Ta}}\geq 99.99\%$ ）。

7 仪器设备

7.1 辉光放电质谱仪：质量分辨率大于 3000，测定元素及同位素见表 1。测定时要求基体同位素 ^{69}Ga 信号强度不小于 $1.6\times 10^{-10}\text{A}$ ，峰形符合分辨率要求。

7.2 制样加工设备：pp 材质模具

8 样品

8.1 样品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。常规样品指片状的金属样品，直径为 12~30 mm、厚度为 5~20 mm、的片状，保持样品表面光洁和平整。

8.2 控制实验温度低于 25℃，先用乙醇清洗样品表面上的油污，再用超纯水清洗；用 20%硝酸超声清洗 5min 后，用去离子水超声清洗 5min，置于底部垫滤纸的试剂盒内，转移至高纯氮气处吹干，待用。

9 试验步骤

9.1 检测器校正：每次换放电池后，用仪器检测器校正样品（6.7）校正仪器检测器工作效率，使 ICE 处于 0.7~0.9 之间。

9.2 质量数校正：测试过程中如有质量峰漂移，需用仪器质量数校正样品（6.8）对仪器进行质量数校正。

9.3 空白试验：当具备空白样品时，应在与试样相同的条件下测量背景空白样品（6.6）。

9.4 测定:

9.4.1 试样装入: 将8.2中处理好的样品迅速装载到辉光放电离子源中, 开启辉光放电。

9.4.2 试样预溅射: 在正式采集数据前进行5min~20min的预溅射, 去除样品表面污染; 然后将辉光放电离子源溅射条件调节到7.1中分析条件。

9.5 相对灵敏度因子的测定

9.5.1 半定量分析

半定量分析时, 根据仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”可用作被测元素的相对灵敏度因子。

9.5.2 定量分析

使用高纯镓标准样品(待测元素的含量比检出限大100倍且小于100 μg/g)进行实验, 连续3次的测定数据满足表2要求时, 取3次测定数据的平均值, 按式(1)得出被测元素相对灵敏度因子(RSF)。

$$RSF_{(X/Ga)} = \frac{w_{(X)} \times A_{(X_i)} \times I_{(Ga_j)}}{w_{(Ga)} \times A_{(Ga)} \times I_{(X_i)}} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

$RSF_{(X/Ga)}$ —— 在特定辉光放电条件下测定 Ga 中元素 X 的相对灵敏度因子;

$w_{(X)}$ —— 元素 X 的质量分数, 单位为微克每克 (μg/g);

$A_{(X_i)}$ —— 元素 X 的 i 同位素丰度;

$I_{(Ga_j)}$ —— 元素 Ga 的 j 同位素谱峰强度, 以每秒计数 (cps);

$w_{(Ga)}$ —— 基体元素 Ga 的质量分数定义为 1.00×10^6 , 单位为微克每克 (μg/g);

$A_{(Ga_j)}$ —— 基体元素 Ga 的 j 同位素丰度;

$I_{(X_i)}$ —— 元素 X 的 i 同位素谱峰强度, 以每秒计数 (cps);

表2 相对灵敏度因子测定、预溅射、等离子体稳定性试验所需的相对标准偏差

分析含量范围 μg/g	相对标准偏差 %
0.001~0.01	100
0.01~0.05	50
0.05~0.5	30
0.5~5	20
5~50	10

9.6 样品测量

9.6.1 将仪器调节处在最佳状态, 在预分析溅射条件下开始辉光放电。

9.6.2 在确定相对灵敏度因子相同的分析条件下, 测定样品中痕量元素的含量。连续三次测量数据的相对标准偏差应满足表2, 则应对测量数据进行确认, 并计算最后3个测量数据的平均值。

10 试验数据处理

被测元素的含量以质量分数 $w_{(X/Ga)}$ 计, 按式(2)计算:

$$w_{(X/Ga)} = RSF_{(X/Ga)} \times \frac{I_X \times A_{Ga}}{A_X \times I_{Ga}} \times w_{Ga} \dots \dots \dots (2)$$

式中:

$w_{(X/Ga)}$ —— 待测元素的质量分数, 单位为微克每克 (μg/g);

$RSF_{(X/Ga)}$ —— 待测元素的相对灵敏度因子;

I_X ——待测元素的同位素谱峰强度，以每秒计数（cps）表示；
 I_{Ga} ——Ga 元素的同位素谱峰强度，以每秒计数（cps）表示；
 A_X ——待测元素的同位素丰度；
 A_{Ga} ——Ga 元素的同位素丰度；
 w_{Ga} ——Ga 元素的质量分数定义为 1.00×10^6 ，单位为微克每克（ $\mu\text{g/g}$ ）；

分析结果由计算机直接给出。元素含量一般以 $\mu\text{g/g}$ 表示，结果如小于 $0.01\mu\text{g/g}$ ，取小数点后一位有效数字；如大于 $0.01\mu\text{g/g}$ 并小于 $10\mu\text{g/g}$ ，取两位有效数字，大于等于 $10\mu\text{g/g}$ 取整数部分有效位数。

11 精密度

实验室内与实验室间在重复性条件和再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，其相对标准偏差应不大于表3所列允许相对标准偏差。

表 3 允许相对偏差

元素含量范围 $\mu\text{g/g}$	实验室内允许相对偏差 %	实验室间允许相对偏差 %
$\geq 0.001\sim 0.01$		
$\geq 0.01\sim 0.1$		
$\geq 0.1\sim 1$		
$\geq 1\sim 10$		
$\geq 10\sim 50$		

12 试验报告

- 试验报告至少应给出以下几个方面的内容：
- a)试样名称及编号；
 - b)使用的标准（包括发布或出版年号）；
 - c)分析结果及其表示；
 - d)与基本分析步骤的差异（若有）；
 - e)测定中观察到的异常现象（若有）；
 - f)试验日期。
