

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX-XXXX

六氯乙硅烷中杂质含量的测定 电感耦合等
离子体质谱法

Determination of impurity content in hexachlorodisilane—Inductively
coupled plasma mass sepectrometry

(征求意见稿)

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：洛阳中硅高科技有限公司

本文件主要起草人：

六氯乙硅烷中杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

警示——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

本文件规定了六氯乙硅烷中钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、铅、钡、锂、锶、铋、钼等元素的电感耦合等离子体质谱仪测定方法。

本文件适用于六氯乙硅烷中杂质元素含量的测定，各元素测定范围为 0.01 ng/g~50 ng/g。

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 3723 工业用化工产品采样安全通则

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

六氯乙硅烷在加热条件下，去除大量基体，金属杂质残留于坩埚中，用硝酸溶液溶解，制备成待测样品。样品在载气的作用下进入高频等离子体炬焰中，在高温下被充分电离，产生的离子经过离子采集装置后进入质量分离器，质量分离器根据离子的质荷比进行分离，根据待测元素信号响应值测定含量。

5 干扰因素

5.1 六氯乙硅烷易与水分发生反应影响测试结果，因此采样用取样瓶应清洁干燥，采样时减少与空气接触，采样结束立即加盖密封。

5.2 样品取完要及时检测，不宜放置太久，否则挥发物附着在取样瓶口经摩擦产生静电容易着火。

5.3 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，应通过优化仪器参数、内标校正、干扰方程校正、碰撞反应池技术、标准加入法等进行消除和校正。

5.4 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，发现沾污应及时进行清

洗更换，并严控操作步骤。

5.5 检测人员、环境、使用器皿及工具的沾污将直接影响测量结果的准确度，应避免操作过程的各种沾污。

5.6 化学试剂的纯度影响测量结果的准确度，测试前应确认超纯水、氢氟酸、硝酸的纯度符合 7.1 要求。

5.7 样品在挥干过程中温度不宜过高，待样品完全挥干后再升高温度进一步消解，否则容易着火。

6 试验条件

6.1 环境温度：18 °C~28 °C。

6.2 相对湿度：不大于 65 %。

6.4 洁净室等级：满足 GB/T 25915.1-2010 中定义的 ISO 6 级的要求。

6.5 超净工作台：满足 GB/T 25915.1-2010 中定义的 ISO 5 级的要求。

7 试剂或材料

7.1 超纯水：符合 GB/T 11446.1 中 EW- I 级技术指标。

7.2 氢氟酸：质量分数 48%，每种金属杂质含量均低于 0.01 μg/L。

7.3 硝酸：质量分数 65 %-70 %，每种金属杂质含量均低于 0.01 μg/L。

7.4 硝酸溶液(2+98)：每种金属杂质含量均低于 0.01 μg/L。

7.5 多元素混合标准溶液：包含待测元素，采用国内外可以量值溯源的有证标准样品，其质量浓度为 10 μg/mL。

7.6 混合标准溶液：0.1 μg/mL，将多元素混合标准溶液（7.5）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）。

7.7 氮气：体积分数≥99.999%。

8 仪器设备

8.1 坩埚：聚四氟乙烯或 PFA 材质，100 mL。

8.2 移液枪：量程 0 μ~1000 μL。

8.3 标液瓶：PFA 材质，50mL。

8.4 分析天平：分度值为 0.01 g。

8.5 电加热板：控温范围 0 °C~260 °C，控温精度±5 °C。

8.6 电感耦合等离子体质谱仪。

9 样品

采样中的安全事项应符合 GB/T 3723 的规定，采样原则及一般规定应符合 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定。

10 试验步骤

10.1 试料

称取 1 g~5 g 样品，精确至 0.01 g。

10.2 平行试验

平行做两份试验。

10.3 仪器准备

10.3.1 按照电感耦合等离子体质谱仪操作说明设定适当的工作条件，并进行调谐，以达到最佳灵敏度的测试条件。

10.3.2 测试超纯水中各待测元素的含量，确认设备的可靠性与稳定性。

10.3.3 各元素测定同位素见表 2。

表 2 各元素测定同位素

元素	同位素质量数	元素	同位素质量数	元素	同位素质量数
Li	7	Na	23	Mg	24
Al	27	K	39	Ca	44
Ti	49	V	51	Cr	52
Mn	55	Fe	56	Co	59
Ni	60	Cu	63	Zn	66
Ga	69	As	75	Sr	88
Mo	95	Ba	137	Pb	208
Bi	209	-	-	-	-

10.4 空白试验

随同试料做空白试验。

10.5 工作曲线的绘制

10.5.1 用移液枪（8.2）分别移取 0.00 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、1.00 mL、2.00 mL 混合标准溶液 A（7.6）于 6 个洁净的标液瓶（8.3）中，用硝酸溶液（7.4）定量至 20.0 g，混匀，此标准系列中含钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、铅、钡、锂、铯、铷、钼浓度分别为 0 ng/g、0.5 ng/g、1 ng/g、2 ng/g、5 ng/g、10 ng/g。

10.5.2 在电感耦合等离子体质谱仪上对系列标准溶液中各待测元素质量浓度进行测试，以系列标准溶液中各元素信号值为纵坐标，各元素质量浓度为横坐标绘制工作曲线。各元素工作曲线相关系数应优于 0.999，否则需重新配制系列标准溶液。

注：测定过程中，工作曲线浓度范围可根据各仪器的状况及所测样品的等级不同酌情改变。

10.6 测定

10.6.1 样品处理在超净工作台中进行操作。

10.6.2 预先在洁净的聚四氟乙烯或 PFA 坩埚（8.1）中加入 0.1 mL 超纯水（7.1），将试料（10.1）缓慢倒入坩埚中，置于 75 °C 的电加热板（8.5）上，在微正压氮气（7.7）保护下，将试料挥发至干。缓慢加入 1.0 mL~1.5 mL 氢氟酸（7.2），盖上坩埚盖，温度设定为 130 °C~135 °C 加热回流 60 min，打开坩埚盖，将坩埚中酸全部蒸干后，趁热加入适量硝酸溶液（7.4），缓慢晃动浸润整个坩埚壁，冷却后用硝酸溶液（7.4）定容至 2 g~10g（精确至 0.01 g），混匀。

10.6.3 在电感耦合等离子体质谱仪上，按表 2 推荐的质量数，分别对空白试验和样品溶液进行测试。仪器根据标准曲线，自动计算出空白试验和样品溶液中各待测元素的质量浓度。

11 试验数据处理

各待测元素的含量以其质量分数 W_i 计，以 ng/g 表示，按公式（1）计算：

$$W_i = \frac{(C_i - C_0) \times m_0}{m} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

C_i —从工作曲线查得的样品溶液中各杂质元素质量浓度，单位为纳克每克（ng/g）；

C_0 —从工作曲线查得的空白试验溶液中各杂质元素质量浓度，单位为纳克每克（ng/g）；

m_0 —试样定容后质量，单位为克（g）；

m —一六氯乙硅烷样品质量，单位为克（g）。

12 精密度

本方法的精密度见表3

表3 精密度

被测组分含量 ng/g	0.1	1	10	>10
相对标准偏差 %	41	35	26	18

13 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- a) 样品名称和编号；
 - b) 样品状态；
 - c) 测定结果及表示；
 - d) 分析操作人员；
 - e) 本文件编号；
 - f) 试验日期；
 - g) 其他。
-