

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

金属锗化学分析方法

第3部分：痕量杂质元素含量的测定

辉光放电质谱法

Method for chemical analysis of metal germanium—

Determination of trace impurity elements content—

Glow discharge mass spectrometry

(送审稿)

GB/T 37211.3-20XX

中华人民共和国国家标准

ICS 77.040

CCS H 17

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：广东先导稀材股份有限公司 、国标（北京）检验认证有限公司、云南驰宏锗业有限公司、云南临沧鑫圆锗业股份有限公司、峨眉山市峨半高纯材料有限公司、安徽光智科技有限公司。

本文件主要起草人：

金属锗化学分析方法

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

本文件规定了辉光放电质谱法测定金属锗中痕量杂质元素含量的方法。

本文件适用于金属锗中痕量杂质元素含量的测定，测定范围为1 µg/kg～2000 µg/kg。

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/T 14264 半导体材料术语

1. 术语和定义

GB/T 14264界定的术语和定义适用于本文件。

1. 方法原理

样品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样品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。在各元素的同位素质量数处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。有标准样品时，首先在相同测定条件下对标准样品进行独立测定获得相对灵敏度因子，然后用该相对灵敏度因子计算出各元素的质量分数；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。

1. 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为电阻率不低于18.2 MΏ的纯水，实验所用的试剂均为UP级。

5.1 无水乙醇。

5.2 混合酸：硝酸、氢氟酸体积比为9：1。

5.3 仪器监控样品：被测元素质量分数符合测定范围。

5.4 氩气：体积分数≥99.999%。

5.5 氮气：体积分数≥99.99%。

1. 仪器设备

6.1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。

6.2各待测元素的测定同位素质量数及分辨率见表1。测定时Ge同位素的谱峰强度应不小于1×109cps，峰形符合分辨率要求。

表1 同位素质量数及分辨率

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |
| Li | 7 | 中分辨 | Rb | 85 | 中分辨 | Gd | 158 | 中分辨 |
| Be | 9 | 中分辨 | Sr | 88 | 中分辨 | Tb | 159 | 中分辨 |
| B | 11 | 中分辨 | Y | 89 | 中分辨 | Dy | 164 | 中分辨 |
| Na | 23 | 中分辨 | Zr | 90 | 中分辨 | Ho | 165 | 中分辨 |
| Mg | 24 | 中分辨 | Nb | 93 | 中分辨 | Er | 166 | 中分辨 |
| Al | 27 | 中分辨 | Mo | 94 | 中分辨 | Tm | 169 | 中分辨 |
| Si | 28 | 中分辨 | Ru | 102 | 中分辨 | Yb | 174 | 中分辨 |
| P | 31 | 中分辨 | Rh | 103 | 中分辨 | Lu | 175 | 中分辨 |
| Cl | 35 | 高分辨 | Pd | 105 | 中分辨 | Hf | 178 | 中分辨 |
| K | 39 | 高分辨 | Ag | 107 | 中分辨 | Ta | 181 | 中分辨 |
| Ca | 44 | 中分辨 | Cd | 111 | 中分辨 | W | 184 | 中分辨 |
| Ti | 49 | 中分辨 | In | 115 | 中分辨 | Re | 187 | 中分辨 |
| V | 51 | 中分辨 | Sn | 119 | 中分辨 | Os | 192 | 中分辨 |
| Cr | 52 | 中分辨 | Sb | 121 | 中分辨 | Ir | 193 | 中分辨 |
| Mn | 55 | 高分辨 | I | 127 | 中分辨 | Pt | 194 | 中分辨 |
| Fe | 54 | 高分辨 | Te | 130 | 中分辨 | Au | 197 | 高分辨 |
| Co | 59 | 中分辨 | Cs | 133 | 中分辨 | Hg | 202 | 中分辨 |
| Ni | 60 | 中分辨 | Ba | 138 | 中分辨 | Tl | 205 | 中分辨 |
| Cu | 63 | 中分辨 | La | 139 | 中分辨 | Pb | 208 | 中分辨 |
| Zn | 64 | 中分辨 | Ce | 140 | 中分辨 | Bi | 209 | 中分辨 |
| Ga | 69 | 中分辨 | Pr | 141 | 中分辨 | Th | 232 | 中分辨 |
| As | 75 | 高分辨 | Nd | 142 | 中分辨 | U | 238 | 中分辨 |
| Br | 79 | 中分辨 | Sm | 152 | 中分辨 |  |  |  |
| Se | 82 | 中分辨 | Eu | 153 | 中分辨 |  |  |  |

1. 样品

样品尺寸符合要求，能放入辉光放电离子源内并且能够稳定地进行辉光放电，样品待分析面应平整。

1. 试验步骤

8.1 样品预处理

将加工好的样品用混合酸（5.2）腐蚀3min～5min，然后依次用纯水和无水乙醇（5.1）清洗，取出后用氮气（5.7）吹干或在洁净台中晾干，装入辉光放电样品室中。

8.2 仪器背景监控试验

测定仪器背景监控样品（5.5），观察被测元素的仪器背景情况。

8.3 测定

8.3.1选择适当电流对样品预溅射10 min～20 min，以清除样品表面污染。

8.3.2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2中允许相对偏差的要求时，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。

1. 试验数据处理

锗中被测元素的含量按公式(1)计算：

………………………………………………(1)

式中:

*w*x ——待测元素的含量，单位为微克每千克（μg/kg）；

RSF（X/Ge）——在特定辉光放电条件下测定Ge中X杂质的校正系数，即“典型相对灵敏度因子”；

*Ix*——待测元素X的同位素谱峰强度，单位为 （cps）；

*IGe* ——Ge元素的同位素谱峰强度，单位为 （cps）；

*Ax*——待测元素X的同位素丰度；

*AGe*——Ge元素的同位素丰度；

*W*Ge——锗的质量分数，1.00×109μg/kg。

1. 允许差

10.1 实验室内分析结果的相对偏差应不大于表2所列的允许相对偏差。

表2 实验室内允许相对偏差

|  |  |
| --- | --- |
| 元素含量范围*w*  µg/kg | 允许相对偏差  % |
| 1～10 | 200 |
| ＞10～50 | 150 |
| ＞50～200 | 100 |
| ＞200～1000 | 50 |
| ＞1000～2000 | 20 |

10.2 实验室之间分析结果的相对偏差应不大于表3所列的允许相对偏差。

表3 实验室之间允许相对偏差

|  |  |
| --- | --- |
| 元素含量范围*w*  µg/kg | 允许相对偏差  % |
| 1～10 | 300 |
| ＞10～50 | 200 |
| ＞50～200 | 150 |
| ＞200～1000 | 50 |
| ＞1000～2000 | 25 |

1. 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

1. 试验对象；
2. 本文件编号；
3. 试验结果；
4. 观察的异常现象；
5. 试验日期；
6. 试验人员；
7. 其他。