

行业标准《高纯铟化学分析方法 第1部分：痕量杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法》编制说明（征求意见稿）

一、工作简况

1、立项目的和意义

铟是一种稀有金属,由于具有优良的物理化学性能和机械性能,被广泛应用于制造ITO靶材和电子行业。铟中的杂质元素的含量影响其纯度,进而影响纯铟的应用。随着半导体行业的快速发展,对高纯金属铟的要求也越来越高。因此对铟材料中杂质元素含量快速、准确测定是高纯铟质量控制的重要环节。

现行高纯铟标准分析方法是2014版的YS/T 981-2014《高纯铟化学分析方法》,随着科技的发展,产品生产工艺水平和检测能力都有了大幅进步,产品纯度可到达7N水平;检测方法灵敏度提高将近一个数量级,可同时检测元素种类达到几十种。GB/T 1.1《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》已修订为2020版,其中编制规则、术语表达等都有了调整,因此,为适应技术发展和新版标准化工作导则的要求,需要对2014版《高纯铟化学分析方法 镁、铝、硅、硫、铁、镍、铜、锌、砷、银、镉、锡、铊、铅的测定 高质量分辨率辉光放电质谱法》进行修订。

2、任务来源

2.1 计划来源及需求

根据《工业和信息化部办公厅关于印发2022年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》(工信厅科函【2021】234号)的要求,由国标(北京)检验认证有限公司负责行业标准《高纯铟化学分析方法 镁、铝、硅、硫、铁、镍、铜、锌、砷、银、镉、锡、铊、铅的测定 高质量分辨率辉光放电质谱法》的修订工作,计划编号为2022-0083T-YS。项目起止时间为2022年09月~2023年11月,由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)、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/TC 203/SC2)共同提出并归口。

2.2 项目编制组单位情况

牵头单位国标(北京)检验认证有限公司隶属于有研科技集团有限公司,是国家新材料测试评价平台-主中心承建单位,为中国新材料测试评价联盟秘书处挂靠单位。公司自成立以来,积极整合完善现有测试评价、设计应用、大数据等平台资源,逐步形成立足北京、布点全国、服务全行业的国家新材料测试评价平台。国标(北京)检验认证有限公司作为国合通用测试评价认证股份公司的全资子公司,前身是北京有色金属研究

总院分析测试技术研究所，是国家有色金属行业最知名的第三方检验机构。国标（北京）检验认证有限公司运营管理着国家有色金属及电子材料分析测试中心和有色金属质量监督检验中心，拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍，自 2004 年至今共承担了国家科技支撑计划、国家 863 计划、国家自然科学基金、军工配套等省部级科技项目 40 余项；曾获国家科技进步奖 6 项，国家发明奖 3 项，省部级科技进步一等奖 10 项，二、三等奖 107 项；近 5 年获得国家发明专利 20 余项；负责和参加起草制订分析方法国家标准、行业标准 300 余项；国家标准物质/标准样品 120 个，在国内外科技期刊上发表论文 800 余篇，撰写论著 22 部。

3、主要工作过程

3.1 起草阶段

本项目在下达计划后，于 2023 年 4 月在江苏省扬州市由半导体设备及材料标准化技术委员会材料分会组织进行了任务落实会和讨论会。会上决定由国标（北京）检验认证有限公司为标准起草牵头单位，由云南锡业集团（控股）有限责任公司负责样品制备，由株洲科能新材料股份有限公司、广东先导稀材股份有限公司、东方电气（乐山）峨山高纯材料有限公司负责复验工作。

根据任务要求，我公司组建了《高纯铟化学分析方法 第 1 部分：痕量杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法》编制小组。编著编制小组技术人员查阅相关产品和分析方法的资料，拟定了试验方案，同时与国内生产厂家进行充分沟通，了解产品实际纯度水平以及对测试方法下限的要求，经过积累大量试验数据，论证方法的可行性。并采用云南锡业集团（控股）有限责任公司研发中心生产的高纯铟产品对方法进行开发和验证。按照行业标准的格式要求起草了本标准，形成了标准讨论稿。

3.2 征求意见阶段

2023 年 5 月，经编制组讨论，拟定行业内 10 个意见征求单位，包括：株洲科能新材料股份有限公司、广东先导稀材股份有限公司、东方电气（乐山）峨山高纯材料有限公司、云南锡业集团（控股）有限责任公司、朝阳金美镓业有限公司、武汉拓材科技有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、云南临沧鑫圆锗业股份有限公司、江苏宁达环保股份有限公司、云南驰宏国际锗业有限公司。回函单位数 xx 个，回函并有建议或意见的单位数 xx 个。编制组根据各单位的回函意见对标准进行修改完善，2023 年 7 月 19 日前修改完善并形成了标准预审稿。

二、标准编制原则

1、标准编制原则

本标准起草单位自接受起草任务后，成立了标准编制组负责收集生产统计、检验数据、市场需求及客户要求等信息，初步确定了《高纯钢化学分析方法 第1部分：痕量杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法》标准起草所遵循的基本原则和编制依据：

- (1) 查阅相关标准和客户的相关技术要求；
- (2) 根据国内生产企业的具体情况，力求做到标准的合理性和实用性；
- (3) 根据技术发展水平及测试数据确定技术指标取值范围；

(4) 本文按照 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的原则进行起草。

2、标准主要内容

本标准为了能够真实反映当前国内高纯钢中杂质的含量水平，结合我国高纯钢的实际生产和使用情况而制定。

标准主要内容：前言、1.范围、2.规范性引用文件、3.方法提要、4.干扰因素、5.试剂和材料、6.仪器设备、7.试样准备、8.试验步骤、9.试验数据处理、10.精密度、11.试验报告。

2.1 方法原理的确定

高纯钢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。

2.2 测试范围的确定

高纯钢属于导电性良好的金属，辉光放电灵敏度较高，因此多数元素检测下限可以达到 0.001ug/g，F、S、Cl、K、Br、Se、Cs、Ta 等 8 种元素由于灵敏度稍差，因此检

测下限设定为 0.05ug/g，Na、Mg、Al、Si、P、Ca、Ga、Ge、As 等 9 种元素属于易沾污以及质谱干扰严重的情况，因此下限设定为 0.005ug/g。

元素	测定范围 / $\mu\text{g/g}$	元素	测定范围 / $\mu\text{g/g}$	元素	测定范围 / $\mu\text{g/g}$	元素	测定范围 / $\mu\text{g/g}$	元素	测定范围 / $\mu\text{g/g}$
Li	0.001~10	V	0.001~10	Y	0.001~10	Ba	0.001~10	Hf	0.001~10
Be	0.001~10	Cr	0.001~10	Zr	0.001~10	La	0.001~10	Ta	0.05~10
B	0.001~10	Mn	0.001~10	Nb	0.001~10	Ce	0.001~10	W	0.001~10
F	0.05~10	Fe	0.001~10	Mo	0.001~10	Pr	0.001~10	Re	0.001~10
Na	0.005~10	Ni	0.001~10	Ru	0.001~10	Nd	0.001~10	Os	0.001~10
Mg	0.005~10	Co	0.001~10	Rh	0.001~10	Sm	0.001~10	Ir	0.001~10
Al	0.005~10	Cu	0.001~10	Pd	0.001~10	Eu	0.005~10	Pt	0.001~10
Si	0.005~10	Zn	0.001~10	Ag	0.001~10	Gd	0.001~10	Au	0.005~10
P	0.005~10	Ga	0.005~10	Cd	0.001~10	Tb	0.001~10	Hg	0.001~10
S	0.05~10	Ge	0.005~10	In	基体	Dy	0.001~10	Tl	0.001~10
Cl	0.05~10	As	0.005~10	Sn	0.001~10	Ho	0.001~10	Pb	0.001~10
K	0.05~10	Br	0.05~10	Sb	0.001~10	Er	0.001~10	Bi	0.001~10
Ca	0.005~10	Se	0.05~10	I	0.05~10	Tm	0.001~10	Th	0.001~10
Sc	0.001~10	Rb	0.001~10	Te	0.001~10	Yb	0.001~10	U	0.001~10
Ti	0.001~10	Sr	0.001~10	Cs	0.05~10	Lu	0.001~10	-	-

2.3 试验条件

试验在 18°C~24°C 室温下进行，相对湿度：不大于 65%。

2.4 试验数据

三、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

四、标准水平分析

本次标准起草为新制定的推荐性行业标准，主要目的是规范和统一硅材料中氢含量测定分析的相关技术要求。本标准达到了国内先进水平。

五、与我国有关的现行法律、法规和相关强制性标准的关系。

本标准完全满足现行法律、法规等的要求，标准格式规范。

六、重大分歧意见的处理经过和依据。

无。

七、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议本标准作为推荐性行业标准发布实施。

八、 代替或废止现行有关标准的建议

无。

标准编制组

2023 年 04