|  |
| --- |
| ICS 77.040  CCS H 17 |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX-XXXX

|  |
| --- |
|  |

多晶硅生产用石墨制品表面杂质含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

|  |
| --- |
| Graphite products for polysilicon production-Determination of impurity content on the surface-Inductively coupled plasma spectrometric method |
| （送审稿） |

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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：

本文件主要起草人：

多晶硅生产用石墨制品表面杂质含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

1. 范围

本文件规定了多晶硅生产用石墨制品表面杂质中钠、镁、铝、钾、钙、铬、铁、镍、铜、锌、砷、铅、锰、硼、磷等元素的电感耦合等离子体发射光谱测定方法。

本文件适用于多晶硅生产用石墨制品中表面杂质元素含量的测定，各元素测定下限为0.5ng/g。

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T11446.1 电子级水

GB/T 25915.1 洁净室及相关受控环境　第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度等级

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 方法原理

利用石墨表面杂质的可溶性，将样品浸泡于硝酸溶液中使其表面杂质溶于酸中，制备成待测溶液。待测溶液通过进样系统，进入电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES），测定待分析元素的含量。

1. 干扰因素

5.1 采样后，在洁净室打开包装内袋，使样品减少外界带来的污染。

5.2使用的器皿、工具和进样系统的洁净度及操作过程等因素直接影响测定结果的准确度，保证其洁净。

5.3 化学试剂的纯度影响测定结果的准确度，测定前应确认超纯水、硝酸的纯度符合7.1和7.3要求。

5.4 元素谱线的选取对测定结果有影响，为消除谱线的干扰，可选取表1中推荐谱线，也可根据不同仪器选取其他推荐谱线，但需确认不受邻近元素谱线的干扰。

1. 测试环境

6.1 环境温度：18 ℃～25 ℃。

6.2 相对湿度：不大于65%RH。

6.3 洁净室等级：满足GB/T 25915.1中定义的ISO 6级及以上的要求。

1. 试剂和材料

7.1 超纯水：所有的水应为GB/T 11446.1中描述的EW-I型或其他品质相当的超纯水。

7.2 硝酸：质量分数为65%～68%，每种金属杂质含量均低于10ng/L。

7.3 硝酸溶液：由硝酸（7.2）与超纯水（7.1）按照体积比1：99配置而成。

7.4 多元素标准溶液：Na、Mg、Al、K、Ca、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、As、Pb、B、P应使用有证标准物质制备，各元素浓度为1000mg/L。

7.5 多元素混合标准使用液：取1000mg/L的单标1mL用硝酸溶液（7.3）定容至100mL，配制浓度为10mg/L（Na、Mg、Al、K、Ca、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、As、Pb、B、P）的混合标准溶液。

7.6 夹子：材质为聚四氟乙烯（PTFE）或全氟烷氧基树脂（PFA）或聚丙烯（PP）。

7.7 器皿：材质为聚四氟乙烯（PTFE）或全氟烷氧基树脂（PFA）或聚丙烯（PP）。

1. 仪器设备

8.1 电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

8.2 电子天平：分度值为0.01g。

8.3 移液枪：10μL～100μL、100μL～1000μL、1000μL～5000μL。

1. 试验步骤

9.1 试料

称取样品为独立最小包装的石墨制品，精确至0.01g。

9.2 仪器准备

9.2.1 按照电感耦合等离子体光谱仪操作说明设定适当的工作条件，以达到最佳灵敏度的测试条件。

9.2.2 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。

9.2.3 各待测元素的推荐谱线见表1。

表1 各待测元素的推荐谱线

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 谱线（nm） | 元素 | 谱线（nm） | 元素 | 谱线（nm） |
| B | 249.677 | Na | 589.592 | Mg | 285.213 |
| Al | 396.153 | K | 766.490 | Ca | 396.847 |
| P | 177.434 | As | 188.979 | Cr | 267.716 |
| Mn | 257.610 | Fe | 238.204 | Pb | 220.353 |
| Ni | 231.604 | Cu | 327.393 | Zn | 213.857 |

注：不同仪器可根据仪器推荐谱线进行选取，并确认不受其他邻近谱线干扰。

9.3 空白试验

随同试料做空白试验。

9.4 工作曲线的绘制

9.4.1 用移液枪（8.3）分别移取不同量多元素混合标准使用溶液（7.5）于6个洁净的试剂瓶中，用硝酸（7.3）定量至100.0g，混匀，此系列标准溶液中含钠、镁、铝、钾、钙、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、铅、硼、磷浓度分别为0.0 ng/g、50.0 ng/g、100.0 ng/g、200.0 ng/g、500.0 ng/g、1000.0 ng/g。

9.4.2 在电感耦合等离子体光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不小于0.999，否则需重新配制系列标准溶液。

注：测试过程中，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。

9.5 测定

9.5.1 在洁净室中进行样品处理。

9.5.2 称石墨制品重量：将器皿（7.7）清洗、干燥，称重，记为m0，将石墨制品放入器皿内，称重，记为m1； 浸泡石墨制品：加入硝酸溶液（7.3）没过石墨制品，浸泡20分钟后，用夹子（7.6）取出石墨制品，并用硝酸溶液（7.3）对石墨制品表面进行淋洗，淋洗液与浸泡液混合后，称量溶液重量，记为m2。

9.5.3 在电感耦合等离子体光谱仪上，按表1各待测元素的推荐谱线，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。

1. 试验数据处理

各待测元素的含量以其质量分数*Wi*计，按公式（1）计算：

…………………（1）

式中：

*W*i——各待测元素的含量，单位为纳克每克（ng/g）；

*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）；

*m2*——溶液重量与器皿重量，单位为克（g）；

*m1*——器皿与石墨制品重量，单位为克（g）；

*m0*——器皿重量，单位为克（g）；

1. 精密度

实验室内相对标准偏差和实验室间相对标准偏差见表2：

**表2 实验室内和实验室间各元素相对标准偏差（%）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **元素** | **实验室内RSD** | **实验室间RSD** | **元素** | **实验室内RSD** | **实验室间RSD** |
| B | 10.0 | 17.8 | Ni | 12.0 | 22.9 |
| P | 7.9 | 20.4 | Cu | 6.0 | 19.3 |
| As | 1.9 | 12.6 | Zn | 8.4 | 20.3 |
| Al | 6.4 | 14.3 | Na | 13.2 | 20.9 |
| Ca | 7.4 | 15.2 | Pb | 9.7 | 25.4 |
| Mn | 7.2 | 19.9 | K | 8.5 | 19.7 |
| Cr | 11.3 | 21.9 | Mg | 4.9 | 8.5 |
| Fe | 7.7 | 12.4 |  |  |  |

1. 试验报告

试验报告应包含以下内容：

1. 样品名称和编号；
2. 样品状态；
3. 测定结果及表示；
4. 分析操作人员；
5. 本文件编号；
6. 试验日期；
7. 其他。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_