中国有色金属工业协会

中国有色金属协会 发布

 中国有色金属学会 发布

202X-XX-XX 实施

2025-XX-XX 发布

硅多晶用包装袋内表面杂质含量的测定

电感耦合等离子体质谱法

Determination of surface impurity content in packaging bags for silicon polycrystalline materials Inductively coupled plasma 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)

T/CNIA XXXX—XXXX

团体标准

ICS 77.040

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。

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：亚洲硅业（青海）股份有限公司、新特能源股份有限公司、四川永祥股份有限公司、洛阳中硅高科技有限公司、江苏中能硅业科技发展有限公司、乐山协鑫新能源科技有限公司。

本文件主要起草人：

硅多晶用包装袋内表面杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件规定了硅多晶用包装袋内表面杂质含量的分析方法。

本文件适用于硅多晶用包装袋内表面杂质含量的测定，各元素（硼、钠、铝、钾、钙、磷、铬、铁、镍、铜、锌、钛、钼、钨、钴等）检出限10 ng/m2。

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 11446.1 电子级水

GB/T 12963 电子级多晶硅

GB/T 25074 太阳能级多晶硅

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 方法原理

将包装袋制成一定体积的试样袋后，装入一定体积5%的硝酸溶液，溶解其内表面杂质，用电感耦合等离子体质谱仪测定浸泡后溶液中各杂质的含量。

5 干扰因素

5.1实验室的洁净度应满足ISO 6级，容器和进样系统的洁净度、试剂及操作过程等因素直接影响测量结果的准确度，应严格控制。

5.2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，应将质谱仪调节至最佳状态后测试。

5.3取样过程沾污会直接影响检测结果的准确度，应确保取样过程洁净、无污染。

5.4密封样品时，封口机封条位置应控制在所画样品刻线外侧，应确保样品有效尺寸满足20 cm\*20 cm。

6 试剂和材料

6.1 超纯水：实验用水应满足GB/T 11446.1中描述的EW-I型或其他品质相当的去离子水。

6.2 有证混合标准溶液10 µg/mL：包含元素硼、钠、铝、钾、钙、磷、铬、铁、镍、铜、锌、钛、钼、钨、钴 。

6.3 混合元素标准溶液：准备50 ml洁净的PFA容量瓶（6.6），准确移取10 µg/mL 的标准贮存溶液（6.2）0.5mL，用5%硝酸溶液（6.4）定容至刻度，此混合元素标准溶液中各元素浓度为100 ng/mL。

6.4硝酸：质量分数65.0 %～68.0 %，各杂质元素含量不大于10 ng/L。

6.5 5%硝酸溶液（体积分数）：硝酸:超纯水=5:95。

6.6 样品瓶：全氟烷氧基乙烯基醚共聚物（PFA），100 mL。

6.7 容量瓶：全氟烷氧基乙烯基醚共聚物（PFA），50 ml。

7 仪器设备

7.1电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）；

7.2陶瓷剪刀；

7.3直尺，量程0cm~20cm；

7.4封口机；

7.5分析天平:感量为0.1mg；

7.6移液枪：10 uL-100 uL,100 uL-1000 uL。
8环境要求

8.1 温度：18℃～25℃；

8.2 相对湿度：不大于65%RH。

9 样品

9.1选择一包完整的包装袋作为代表性的样品。

9.2样品应密封在双层包装袋内，为了减少环境和人员带来的影响，所有样品的采集和分析的步骤应在洁净室内或层流罩下进行，分析人员必须穿戴全套洁净服。

10 试验步骤

10.1设备准备工作

打开通风系统，调节检测所需气体流量以及冷却水循环系统压力，进行仪器开机预热准备，使其满足仪器正常工作的要求。在测试前电感耦合等离子质谱仪需要选择相应的检测模式，并进行调谐，以达到最佳测试条件。

10.2.工作曲线的配制

根据样品被测定元素的浓度范围，用5%硝酸溶液（6.5）将混合标准溶液（6.3）配制成0 ng/mL、0.2 ng/mL、0.5 ng/mL 、1.0ng/mL 、2.0ng/mL的标准溶液。依次进样绘制工作曲线。

10.3 样品测定

10.3.1 随机抽取一个包装袋，用直尺在包装袋上量取20 cm\*20 cm的尺寸，用陶瓷剪刀剪下大于20 cm\*20 cm尺寸的样品，后用封口机密封规格要求的三条边。

10.3.2从未密封的一边向内倒入5%的硝酸溶液（6.5）50 ml，将袋内空气赶净，封口机密封，振摇30-60次。

10.3.3用陶瓷剪刀剪开一个小口，将里面的溶液全部倒入PFA样品瓶中，待测。

10.3.4随同试样做空白试验。

10.3.5至少做两份平行试验。取测量值的平均值，测试结果应符合12的要求。

11 试验数据处理

硅多晶用包装袋内表金属按公式（1）计算:

 ………………………………………………(1)

式中：

*W*x ——样品中杂质元素的质量分数，单位为纳克每平方米（ng/m2）；

*c*1 ——空白溶液中待测元素的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

*c*2 ——样品溶液中待测元素的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

*V* ——样品溶液的体积，单位为毫升（mL）。

12 精密度

 5家实验室分别对硅多晶用包装袋进行了测定，实验室内相对标准偏差和实验室间相对标准偏差见表1。

 表1

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#样品** | **Fe** | **Cr** | **Ni** | **Cu** | **Zn** | **Na** | **Al** | **K** | **Ca** | **Ti** | **Mo** | **W** | **Co** | **B** | **P** |
| 实验室内RSD | 4.0 | 4.0  | 5.0 | 4.0 | 11.0 | 14.0 | 9.0  | 14.0 | 7.0  | 9.0 | 9.0 | 2.0 | 6.0  | 9.0 | 16.0  |
| 实验室间RSD | 12.0  | 12.0 | 14.0 | 17.0 | 21.0 | 20.0 | 17.0 | 17.0 | 16.0  | 28.0 | 20.0 | 10.0 | 25.0  | 27.0  | 17.0 |

13 试验报告

试验报告应包括如下内容：

a) 使用设备、操作者、测试日期；

b) 测试样品编号；

c) 环境温度和环境湿度；

d) 测试结果；

e) 本文件编号；

f) 其他。