团体标准

T/IAWBS XXX—XXXX

|  |
| --- |
|  |

**碳化硅粉体表金属测定 电感耦合等离子体质谱法**

Determination of the surface metal of silicon carbide powder by inductance coupled plasma mass spectrometry

|  |
| --- |
| （草案） |
|  |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施



前  言

本标准按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规则起草。

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/TC 203）、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。

本标准起草单位：山西烁科晶体有限公司等。

本标准起草人：殷祥凯等

碳化硅粉体表金属测定 电感耦合等离子体质谱法

1. 范围

本文件描述了用酸从碳化硅粉体表面浸取金属杂质,并用电感耦合等离子质谱仪定量检测碳化硅粉体表面金属杂质含量的方法。

本文件适用于制作碳化硅单晶衬底级的粉体表面碱金属、碱土金属和第一系列过渡元素如钠、钾、钙、铁、镍、铜、锌、铝等杂质元素含量的测定,测定范围为0.01ng/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 14264 半导体材料术语

GB/T 15481-2000检测与校准实验室能力的通用要求

GB/T 6041-2002质谱分析方法通则

GB/T 24582-2003多晶硅表面金属杂质含量测定 酸浸取-电感耦合等离子体质谱法

1. 术语和定义

GB/T 14264、GB/T 5329-2003界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

1. 分类

碳化硅粉体是进行碳化硅衬底生长的主要原料。目前行业内主要采用物理气相传输（PVT）法将碳化硅粉体合成为碳化硅单晶晶锭。碳化硅粉体按用途分为高纯碳化硅粉体和掺氮碳化硅粉体。高纯碳化硅粉体主要用于生产半绝缘型碳化硅衬底，掺氮碳化硅粉体主要用于生产导电型碳化硅衬底。

1. 方法原理

本方法通过采用硝酸（8%）+氢氟酸（8%）+超纯水（84%）体系浸泡碳化硅粉体的方法采集碳化硅粉体表面金属，通过进样系统将浸取液送进高温等离子体源中,并在高温矩管中蒸发、离解、原子化和电离,绝大多数金属离子电离成单价离子,这些离子通过锥接口进入质量分析器后,根据质荷比的不同依次分开。在电感耦合等离子质谱仪(ICP-MS)上测定待分析金属元素的含量。

1. 干扰因素

6.1 在制样和测试期间，需要在无尘百级环境中进行，防止环境中微尘对测试产生影响，并确认取样夹子以及样品收纳袋等无污染, 如需异地取样, 应将样品密封在双层袋中, 并保证传递过程中无破损。取样过程中避免样品沾污。

6.2 在制样和测试期间，需要穿戴无尘服并佩戴洁净手套，洁净手套需要经过UPW冲洗并烘干。

6.3 测试前ICP-MS需要校准，UPW中杂质含量＜1ppt，防止测试引起误差。双原子离子、多原子离子、基体效应、背景噪声、元素间的干扰、交叉污染和仪器漂移等因素会引起误差。

6.4 测试所用器皿避免沾污,使用前用电感耦合等离子质谱仪(ICP-MS)进行检测,确定器皿洁净后方可使用。

6.5 样品应具有代表性,由于表面污染物不能均匀分布在表面,选择的样品尺寸和数量应能代表一批样品,如果样品尺寸太小或数量不够,则无法代表该批样品,导致平行样品偏差过大。

6.6 对于杂质含量相差较大的样品，需要分别建立检测曲线，杂质含量较高样品需要稀释后进行测试，避免仪器污染引起误差。

1. 仪器设备及试剂和材料

7.1 移液枪：用于吸取硝酸（8%）+氢氟酸（8%）+超纯水（84%）体系的喷淋液，偏差可控制在±0.5%以内。

7.2 高精度天平：用于称量碳化硅粉体和配置喷淋液，分度值为0.001g。

7.3 超声机：用于超声置于PFA瓶中的碳化硅粉体和喷淋液。

7.4 ICP-MS：用于测定喷淋液中金属杂质浓度。

7.5 去离子水:GB/T11446.1中描述的EW-I型或其他品质相当的去离子水。

7.6 硝酸(ρ=1.42g/mL):待测金属杂质含量均低于10 ppt。

7.7 氢氟酸(ρ=1.19g/mL):待测金属杂质含量均低于10 ppt。

7.8 喷淋液:硝酸、氢氟酸、水的体积比为1∶1∶10。

7.9 样品瓶和夹子:样品瓶带盖,夹子为聚四氟乙烯(PTFE)材料或全氟烷氧基树脂(PFA)等不被氢氟

酸腐蚀并能清洗的聚合物材料制成。

1. 试验方法

8.1 配置浓度为硝酸（8%）+氢氟酸（8%）+超纯水（84%）体系的喷淋液；

8.2 按照ICP-MS的标准对已经配置好的喷淋液做出标准曲线，曲线取点范围需要至少包含0点、250ppt点、500ppt点、1000ppt点、5000ppt点、10000ppt点、100000ppt点中的四点，标准曲线线性R2≥0.9995。

8.3 用高精度天平称取空的且为洁净的PFA瓶A，重量为M1克，在洁净的PFA瓶中称取一定质量的碳化硅粉体，记录重量为M2克，将喷淋液加入装有称量好粉体的PFA瓶中，喷淋液需要至少淹没PFA瓶中的碳化硅粉体，并称取装有碳化硅粉体和喷淋液的PFA瓶，重量为M3克。将装有碳化硅粉体和喷淋液的PFA瓶放在具有加热和超声功能的超声机中超声20~30分钟，其中加热温度为80±5℃，静置2分钟待碳化硅粉体全部沉在PFA瓶底后将喷淋液转移至另一只洁净PFA瓶B中（注意避免碳化硅粉体也一同转移至新洁净PFA瓶B中）；

8.4 将B瓶中的喷淋液用ICP-MS测试，测试时至少要包含以下15种金属Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Na, Ni, Pb, Sn, Ti, Al, K, Mn, Co ,Zn等。测试结果为C1i ppt(i=Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Na, Ni, Pb, Sn, Ti, Al, K, Mn, Co ,Zn等)

注意：喷淋液的金属背景浓度也要测试，测试结果为C2i ppt(i=Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Na, Ni, Pb, Sn, Ti, Al, K, Mn, Co ,Zn等)

测试结果需扣除背景。

1. 测量结果计算

按照元素种类分别计算每一种杂质金属的含量，某一种金属杂质元素计算公式$=\frac{(C1i−C2i)×(M3−M2)}{(M2−M1)}$，对于某一种表面金属含量，单位为ng/Kg；

1. 精密度

在同一实验室，按照本标准，对同一批次碳化硅粉体表面金属进行5次重复测量，测量相对标准偏差（RSD）＜5%，对于同一次淋洗液进行5次重复测量，测量相对标准偏差（RSD）＜5%。

不同实验室之间的误差

1. 报告

报告应包括以下内容：

1. 样品来源。
2. 样品编号、名称、规格。
3. 测量环境。
4. 测量仪器型号。
5. 测量结果。
6. 测试者姓名、测试单位、测试日期。
7. 其他