ICS 77.040

H17

|  |
| --- |
|  |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX-XXXX

|  |
| --- |
|  |

六氯乙硅烷中杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

|  |
| --- |
| Test method for the content of impurity in hexachlorodisilane —Inductively coupled plasma mass sepectrometry  |
| (讨论稿) |

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。

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：洛阳中硅高科技有限公司

本文件主要起草人：

六氯乙硅烷中杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1. 范围

本文件规定了六氯乙硅烷中钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、铅、钡、锂、锶、铋、钼等元素的电感耦合等离子体质谱仪测定方法。

本文件适用于六氯乙硅烷中杂质元素含量的测定，各元素测定范围为0.01 ng/g～50 ng/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 11446.1 电子级水

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

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

取少量高纯水于干净的聚四氟乙烯或PFA坩埚中，取一定量六氯乙硅烷样品倒入坩埚内，在高纯氮气保护下六氯乙硅烷挥发至干，加入氢氟酸进行消解，蒸干后用硝酸溶液定容，引入电感耦合等离子体质谱仪测定溶液中待分析元素的含量。

1. 干扰因素

5.1 六氯乙硅烷易与水分发生反应影响测试结果，因此采样用取样瓶应清洁干燥，采样时尽量避免与空气接触，采样结束立即加盖密封。

5.2 容器和进样系统的洁净度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。

5.3 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。

5.4 检测人员、环境、使用器皿及工具的污染：直接影响测量结果应严格控制。

5.5 化学试剂的纯度：测试前应确认超纯水、氢氟酸、硝酸的洁净程度是否符合要求。

1. 试验条件

6.1 环境温度：23 ℃±2 ℃。

6.2 相对湿度：不大于65 %。

6.4 洁净室等级：满足GB/T 25915.1 中定义的ISO 6级的要求。

6.5 超净工作台：满足GB/T 25915.1中定义的 ISO 5级的要求。

1. 试剂或材料

7.1 超纯水：符合GB/T 11446.1中EW-Ⅰ级技术指标。

7.2 氢氟酸：质量分数48 %，单个杂质元素含量低于0.01 μg/L。

7.3 硝酸：质量分数65 %-70 %，单个杂质元素含量低于0.01 μg/L。

7.4 硝酸溶液：质量分数2 %，单个杂质元素含量低于0.01 μg/L。

7.5 多元素混合标准溶液：采用国内外可以量值溯源的有证标准样品，其质量浓度为10 μg/mL。

7.6 混合标准溶液A：0.1 μg/mL，将多元素混合标准溶液（6.6）按逐级稀释方法制备，与标准贮存溶液保持一致的酸度（用时稀释）。

7.7 氮气：体积分数≥99.999%。

1. 仪器设备

8.1 坩埚：聚四氟乙烯或PFA材质，100 mL。

8.2 移液枪：量程0 μL-1000 μL。

8.3 分析天平：感量为0.01 g。

8.4 电加热板：控温范围0 ℃-260 ℃，控温精度±5 ℃。

8.5 电感耦合等离子体质谱仪。

1. 样品

9.1 采样中的安全事项应符合GB/T 3723的规定，采样原则及一般规定应符合GB/T 6678和GB/T 6680的规定。

9.2 样品取完要及时检测，不宜放置太久，否则挥发物附着在取样瓶口经摩擦产生静电容易着火。

9.3 样品在挥干过程中温度不宜过高，待样品完全挥干后再升高温度进一步消解，否则容易着火。

1. 试验步骤

10.1 试料

称取1 g～5 g样品，精确至0.01 g。

10.2 空白试验

随同试料做空白试验。

10.3 测定

10.3.1 样品处理在超净工作台中进行操作。

10.3.2 预先在洁净的聚四氟乙烯或PFA坩埚（8.1）中加入0.1 mL超纯水（7.1），将试料（10.1）缓慢倒入坩埚中，置于75 ℃的电加热板（8.4）上，在微正压氮气（7.7）保护下，将试料挥发至干。缓慢加入1.0 mL～1.5 mL氢氟酸（7.2），盖上坩埚盖，温度设定为130 ℃～135 ℃加热回流60 min，打开坩埚盖，将坩埚中酸全部蒸干后，趁热加入适量硝酸溶液（7.4），缓慢晃动浸润整个坩埚壁，冷却后用硝酸溶液（7.4）定容至2 g（精确至0.01 g），混匀。

10.3.3 平行做两份试样。

两次平行测定结果的相对偏差应不大于表1列出的不同浓度平行样品分析结果的相对偏差最大允许参考数值。

**表1平行样的相对偏差的允许值**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 分析结果的质量浓度水平/(ng/g) | 10 | 1 | 0.1 | 0.01 |
| 相对偏差最大允许值/% |  |  |  |  |

10.3.4 于电感耦合等离子体质谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，用配制好的系列标准溶液绘制工作曲线，各元素工作曲线相关系数应在0.999以上，否则需重新配制系列标准溶液。

10.3.5 测试分析试液（10.3.2）及空白试液（10.2）。

10.4 工作曲线的绘制

10.4.1 用移液枪（8.2）分别移取0.00 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40mL、1.00 mL、2.00 mL混合标准溶液A（7.6）于6个洁净的PFA瓶中，用2%硝酸溶液（7.4）定容至20.0 g，混匀，此标准系列中含钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、铅、钡、锂、锶、铋、钼浓度分别为0 ng/g、0.5 ng/g、1 ng/g、2 ng/g、5 ng/g、10 ng/g。按照10.3.4条进行。

10.4.2 以系列标准溶液中各元素信号值为纵坐标，浓度为横坐标绘制工作曲线。仪器自动计算出空白试液和分析试液中各待测元素的含量。

**注：测定过程中，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。**

1. 试验数据处理

根据所测试液溶液杂质元素强度，根据工作曲线得出各杂质元素的浓度Ci。

11.1 各杂质元素含量的质量分数以Wi计，数值以ng/g表示，按公式（1）计算：

$W\_{i}=\frac{(C\_{i}-C\_{0})×m\_{0}}{m}$……………………………（1）

式中：

Ci—从工作曲线查得的样品溶液中各杂质元素浓度，单位为纳克每克（ng/g）；

C0 —从工作曲线查得的空白试样溶液中各杂质元素浓度，单位为纳克每克（ng/g）；

m0—试样定容后质量，单位为克（g）；

m —六氯乙硅烷样品质量，单位为克（g）。

1. 精密度

12.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表2给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对值差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按以下表2数据采用线性内插法求得。

**表2 重复性限**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| w/% |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

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. 本标准编号；
6. 试验日期；
7. 其他。

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