

团 体 标 准

T/CNIA XXXX—XXXX

半导体洁净室 空气分子污染物（AMC）掺杂 剂 B 和 P 测定 电感耦合等离子体质谱法

Semiconductor cleanrooms - Air molecular contaminant (AMC) dopant B and P
determination - Inductively coupled plasma mass spectrometry

（预审稿）

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国有色金属工业协会
中国有色金属学会

发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2020给出的规则起草。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)与全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分会(SAC/TC 203/SC2)共同提出并归口。

本标准起草单位：中环领先半导体科技股份有限公司，天津中环半导体股份有限公司、山东有研半导体材料有限公司、洛阳中硅高科技有限公司、江苏鑫华半导体科技股份有限公司、新疆协鑫新能源材料科技有限公司、江苏中能硅业科技发展有限公司、上海新昇半导体科技有限公司、青海芯测科技有限公司、新特能源股份有限公司、青岛盛瀚色谱技术有限公司、杭州中欣晶圆半导体股份有限公司、上海晶盟硅材料有限公司、江苏环鑫半导体有限公司、四川永祥新能源有限公司...

本标准主要起草人：李春阳、吴倩、由佰玲、孙燕、张园园、孔令群、赵娟龙、张锦梅、王春明、冯天、薛心禄、邱艳梅、刘国霞、张锦梅、徐新华、顾广安、杨玉聪、徐顺波...

半导体洁净室 空气分子污染物（AMC）掺杂剂 B 和 P 测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件描述了测定半导体洁净室空气分子污染物（AMC）中掺杂剂B和P的电感耦合等离子体质谱仪测定方法。

本标准适用于半导体洁净室空气分子污染物（AMC）中掺杂剂 B 和 P 的测定。

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 14264 半导体材料术语

GB/T 25915.1-2021 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

GB/T 25915.6-2010 洁净室及相关受控环境 第6部分：词汇

GB/T 25915.8-2021 洁净室及相关受控环境 第8部分：按化学物浓度划分空气洁净度（ACC）等级

3 术语和定义

GB/T 14264、GB/T 25915.1、GB/T 25915.6、GB/T 25915.8界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

使用空气采样泵用纯水作吸收液吸收洁净室空气中的B和P元素，将含有待测元素的吸收液通过电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）进样系统由载气带入高频等离子体源中，并在高温和惰性气氛中蒸发、解离、原子化和电离。这些离子高速通过双锥接口进入离子透镜后，在电场作用下聚焦成离子束并进入四极杆离子分离系统。离子被提取出并按照其质荷比分离后经离子检测器进行检测。按照质荷比进行定性分析、特定质荷比的检测信号进行定量分析，得出扫描溶液中待测元素的质量浓度。

5 干扰因素

5.1 检测人员的洁净检测能力会影响样品的测试结果，检测人员应经过严格的痕量分析培训并具备一定洁净室工作经验，对于测试过程中各环节可能存在的沾污具有控制技术和能力。

5.2 采样过程中应尽可能避免触碰器皿接口边缘，以防止带入外部沾污。

- 5.3 电感耦合等离子体质谱仪的调谐，如气压设定、稳定性、零点漂移、灵敏度等均会影响测试结果，为确保设备的可靠性实验室应定期对设备进行核查。
- 5.4 所用到的器皿和管路、工具和防护用具的洁净度会影响测试结果，为减少其对实验结果的影响实验室应具备清洗流程和验收程序以保证器皿和管路、工具和防护用具的洁净度。
- 5.5 吸收液对测试结果存在影响，本方法使用的吸收液为超纯水。
- 5.6 器皿的元素析出会对结果造成影响，实验室可根据分析元素选择合适的采样容器。
- 5.7 采样区域的环境会影响测试结果，应在 GB/T 25915.1-2021 6 级及以上区域采样，防止环境颗粒溶解吸收液中堵塞仪器进样管。

6 试剂和材料

- 6.1 超纯水：电阻率大于 $18.0\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ (25°C)，各待测元素含量均小于 1ng/L ，其他应符合 GB/T 11446.1 规定。
- 6.2 单标或者混合元素标准溶液：采用可以量值溯源的有证标准物质，元素质量浓度为 $10\text{mg/L}\sim 1000\text{mg/L}$ 。
- 6.3 氦气、氧气：纯度（体积分数）应不小于 99.999%。
- 6.4 防护用具符合相应洁净间要求的防酸衣、防酸手套、护目镜等。

7 仪器和设备

- 7.1 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)。
- 7.2 空气采样泵：流量 $0.050\text{L/min}\sim 5.00\text{L/min}$ 。
- 7.3 移液器： $10\mu\text{L}\sim 100\mu\text{L}$ 、 $100\mu\text{L}\sim 1000\mu\text{L}$ 。
- 7.4 由聚丙烯 (PP) 或聚四氟乙烯 (PTFE) 或全氟烷氧基树脂 (PFA) 等可清洗且对测试结果无影响的材料制成的用于储存、收集溶液的器皿。
 - 7.4.1 冲击式吸收瓶： $30\text{mL}\sim 100\text{mL}$ 。
 - 7.4.2 储液瓶：容量 100mL 。

8 测试环境

- 8.1 洁净度：符合 GB/T 25915.1-2021 5 级以上洁净室并加装 B、P 过滤网；
- 8.2 温度： $23^\circ\text{C}\pm 2^\circ\text{C}$ ；
- 8.3 湿度： $45\%\pm 5\%$ 。

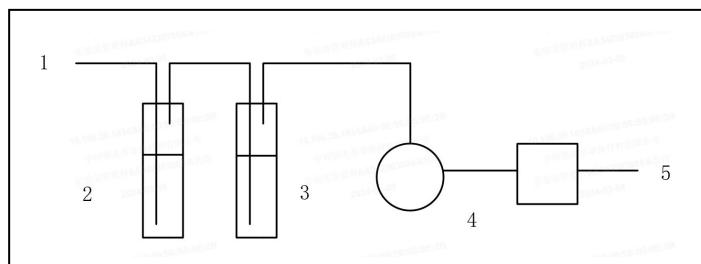
9 样品

9.1 样品制备

9.1.1 AMC吸收溶液制备

如图1所示：在大气采样系统（空气采样泵）前串联两支内装50mL吸收液（纯水）的冲击式吸收瓶，连接管应尽可能短并检查系统的气密性和可靠性；将采样系统放在规定采样点等速采样，采样点设置可根据测量目的设置，也可参考洁净室颗粒采样规则设定；选择采样流速（ $0.2\sim 3.0$ ）L/min，采集时间（ $0.5\sim 24$ ）h，控制空气采样体积在 $100\text{L}\sim 500\text{L}$ 之间；记录采样点温度、湿度、采样时间、采样流速等。

采样完毕，将两支冲击式吸收瓶内溶液倒入 100mL 储液瓶混合后密封待测。



注：1——空气采集口；2、3——吸收液；4——大气采集系统；5——废气。

图 1 采样装置示意图

9.1.2 空白溶液制备

每次采集样品应至少带一套全程序空白样品。制作方法为：将装好吸收液的吸收瓶带至采样现场，不进行空气采集，和采集样同步静置，静置过程中需保证样品瓶处于密闭状态。结束后将两份溶液混合后密封，带回实验室待测。

9.2 样品运输和保存

采集的吸收溶液及空白溶液应做密封处理，避免倾倒和剧烈摇晃，必要时冷藏（6℃-12℃）运输保存，并于7天内完成测试。

10 分析步骤

10.1 仪器准备

10.1.1 按仪器操作说明初步设定仪器工作条件，用调谐液调整仪器，在测试元素的离子计数的同时，对仪器工作条件进行优化、调谐，以达到最佳灵敏度的测试条件。

10.1.2 实验室应对实验过程中所用到的超纯水进行监控，确保其不对实验结果造成影响。

10.2 校准曲线的绘制

10.2.1 用洁净的容量瓶与分析天平，配制不同质量浓度的系列标准溶液。所配制的系列标准溶液质量浓度值应尽量接近扫描溶液中待测元素的质量浓度值。例如，扫描溶液中待测元素质量浓度预计在 0.50μg/L，可分别取0μL、0.05μL、0.10μL、0.20μL、0.50μL、1.00μL的混合元素标准溶液（各待测元素质量浓度为10mg/L），用超纯水定容至100ml，此系列标准溶液中各元素的质量浓度分别为0μg/L、0.05μg/L、0.10μg/L、0.20μg/L、0.50μg/L、1.00μg/L。

10.2.2 在电感耦合等离子体质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，各元素的质量浓度为横坐标做校准曲线。校准曲线的线性相关系数应优于 0.999。

10.3 样品测定

在电感耦合等离子体质谱仪上，按表1中推荐的质量数（磷建议使用氧模式），分别对空白溶液和（AMC）吸收溶液进行测试，如果样品浓度高于标准曲线最高点浓度，可将样品稀释后测定，同时记录稀释倍数。仪器根据校准曲线，自动进行数据处理，计算并输出空白试液浓度和AMC吸收溶液中各待测元素的质量浓度。

表 1 推荐的质量数及模式

元素名称	质量数
------	-----

硼	¹¹ B
磷	³¹ P

10.4 测定次数

至少独立地测定2次，取2次测试结果的算术平均值。

11 结果计算与表示

11.1 按照公式计算环境空气（AMC）中掺杂剂B和P的浓度（ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ）：

$$C = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times D}{v \times 60 \times h}$$

式中：

C—空气分子污染物（AMC）掺杂剂B和P的浓度，单位为微克每立方米（ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ）；

c_1 —由标准曲线测试AMC吸收溶液的离子浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g}/\text{L}$ ）；

c_0 —实验室空白试样中离子质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g}/\text{L}$ ）；

V—吸收液体积，单位为毫升（ml）；

D—试样稀释倍数；

v—采样流速，单位为升每分钟（L/min）；

h—采样时间，单位为小时（h）。

11.2 当样品含量小于 $1\mu\text{g}/\text{m}^3$ 时，结果保留至小数点后三位；当样品含量大于或等于 $1\mu\text{g}/\text{m}^3$ 时，结果保留三位有效数字。

12 精密度

10家实验室，分别在同一个采样点位平行采样3次，计算3个样的相对标准偏差RSD，B和P测试值在 $0\sim 0.332\mu\text{g}/\text{m}^3$ 之间，RSD范围：6.3%-33.8%。

13 试验报告

试验报告一般包括以下内容：

- a) 试验样品：采样点位和名称；
- b) 试验环境：温度、湿度等；
- c) 试验设备：仪器名称；
- d) 试样信息：采样体积、采样时间、采样流速；
- e) 试验结果：标准曲线、样品浓度、稀释倍数等；
- g) 试验人员及日期；
- h) 本文件编号；
- i) 其他。