ICS 31.030

CCS L 90 

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB/T 29056—XXXX 代替 GB/T 29056-2012

硅外延用三氯氢硅中杂质含量的测定

电感耦合等离子体质谱法

Determination of impurity content in Trichlorosilane for silicon epitaxy Inductively coupled plasma mass sepectrometry

（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）

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施



GB/T 29056—XXXX

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。

本文件代替GB/T 29056-2012《硅外延用三氯氢硅化学分析方法 硼、铝、磷、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、钼、砷和锑量的测定 电感耦合等离子体质谱法》，与GB/T 29056-2012相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a)更改了范围（见第1章，2012年版的第1章）；

b)增加了规范性引用文件（见第2章）；

c)增加了术语和定义（见第3章）；

d)更改了方法原理（见第4章，2012年版的第2章）；

e)增加了干扰因素（见第5章）；

f)更改了试剂和材料（见第6章，2012年版的第3章）；

g)更改了仪器设备（见第8章，2012年版的第4章）；

h)增加了样品采样的要求（见第9章）；

i)删除了分析步骤中的安全措施（见2012年版的第5章第1条款）；

j)更改了试验步骤中的试料、平行试验、仪器准备、工作曲线的绘制和测定步骤（见第10章，2012年版的第5章）；

k)更改了试验数据处理（见第11章，2012年版的第6章）；

l)更改了精密度要求（见第12章，2012年版的第7章）；

m)删除了质量保证与控制（见2012年版的第8章）；

n)更改了试验报告的部分内容（见第13章，2012年版的第9章）。.....

本文件不涉及专利。

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：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2012年首次发布；

——本次为第一次修订。

GB/T 29056—XXXX

硅外延用三氯氢硅中杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了硅外延用三氯氢硅中锂、硼、钠、镁、铝、钾、钙、磷、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、钼、砷、铅等元素的电感耦合等离子体质谱仪测定方法。

本文件适用于硅外延用三氯氢硅中杂质元素含量的测定。各元素测定范围见表1。

表1 各元素测定范围

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 测定范围（质量浓度ng/g） |
| 锂 | 0.01 ～20  |
| 硼 | 0.01 ～20  |
| 钠 | 0.01 ～20  |
| 镁 | 0.01 ～20  |
| 铝 | 0.01 ～20  |
| 钾 | 0.01 ～20  |
| 钙 | 0.01 ～20  |
| 磷 | 0.01 ～20  |
| 钛 | 0.01 ～20  |
| 钒 | 0.005 ～20  |
| 铬 | 0.01 ～20  |
| 锰 | 0.01 ～20  |
| 铁 | 0.01 ～20  |
| 钴 | 0.005 ～20  |
| 镍 | 0.01 ～20  |
| 铜 | 0.01 ～20  |
| 锌 | 0.01 ～20  |
| 镓 | 0.01 ～20  |
| 钼 | 0.01 ～20  |
| 砷 | 0.005 ～20  |
| 铅 | 0.01 ～20  |

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

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：按粒子浓度划分空气洁净度等级

GB/T 29056—XXXX

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

三氯氢硅与水反应生成二氧化硅，在加热条件下，用氮气载带挥发分离基体，残留的二氧化硅用氢氟酸溶解转化为四氟化硅挥发除去基体，再用1%硝酸溶解残渣，溶液于电感耦合等离子体质谱仪直接测定，按工作曲线法计算各元素质量浓度，以质量分数表示测定结果。

5 干扰因素

5.1 三氯氢硅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，采样时减少与空气接触，采样结束立即加盖密封，建议采用密闭取样。

5.2 样品取完要及时检测，不宜放置太久，以免影响检测结果。

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，可通过优化仪器参数、内标校正、干扰方程校正、碰撞反应池技术、标准加入法等进行消除和校正。

5.4 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，发现沾污应及时进行清洗更换，并严控操作步骤。

5.5 检测人员、环境、使用器皿及工具的沾污将直接影响测量结果的准确度，应避免操作过程的各种沾污。

5.6 化学试剂的纯度影响测量结果的准确度，测试前应确认超纯水、氢氟酸、硝酸的纯度符合要求。

5.7 氮气应满足洁净要求，可增加过滤器以避免颗粒物影响测试结果。

5.8 同位素质量数的选取对测试结果有影响，为消除同位素的干扰，可选取表2中推荐质量数，也可根据不同仪器选取其他质量数，但需确认不受同位素的干扰。

6 试验条件

6.1 环境温度：18℃～28℃。

6.2 相对湿度：不大于65%。

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

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

7 试剂和材料

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40%～50%，每种杂质含量均低于0.01ng/mL。

7.3 硝酸：质量分数65%～70%，每种杂质含量均低于0.01ng/mL。

GB/T 29056—XXXX

7.4 硝酸溶液(1+99)：每种杂质含量均低于0.01ng/mL。

7.5 甘露醇：纯度大于99.9999%。

7.6 甘露醇溶液（1+99）：称取1g甘露醇（7.5）用超纯水（7.1）定容至100g。

7.7 混合标准储备液：含锂、硼、钠、镁、铝、钾、钙、磷、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、钼、砷、铅元素，应使用有证标准物质或者按GB/T 602的规定制备，各元素质量浓度为10μg/mL。

7.8 混合标准使用溶液：移取1.00mL混合标准储备液（7.7）于100mLPFA容量瓶中，用硝酸溶液（7.4）稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含元素锂、硼、钠、镁、铝、钾、钙、磷、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、钼、砷、铅各0.1μg。

7.9 高纯氮：体积分数≥99.999%。

8 仪器设备

8.1 电感耦合等离子体质谱仪：质量分辨率优于0.8amu，带碰撞反应池。

8.2 分析天平：感度值为0.01g。

8.3 电加热板：表面为非金属材质且耐氢氟酸腐蚀，控温范围 20℃～260℃，控温精度±5℃。

8.4 器皿：所用器皿应由聚四氟乙烯（PTFE）或全氟烷氧基树脂（PFA）等耐氢氟酸腐蚀并可清洗且对分析结果无影响的材料制成。

8.5 试剂瓶：PFA材质，50mL。

8.6 容量瓶：PFA材质，100mL。

8.7 移液枪：吸头采用全氟烷氧基树脂（PFA）材质，量程10μL～100μL、100μL～1000μL。

9 样品

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。

10 试验步骤

10.1 试料

称取15g～30g样品，精确至0.01g。

10.2 平行试验

平行做两份试验。

10.3 仪器准备

10.3.1 按照电感耦合等离子体质谱仪操作说明设定适当的工作条件，并进行调谐，以达到最佳灵敏度的测试条件。

10.3.2 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。

10.3.3 各待测元素的推荐质量数见表2。

GB/T 29056—XXXX

表2 各元素测定同位素

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 同位素质量数 | 元素 | 同位素质量数 |
| 锂 | 7 | 锰 | 55 |
| 硼 | 11 | 铁 | 56 |
| 钠 | 23 | 钴 | 59 |
| 镁 | 24 | 镍 | 60 |
| 铝 | 27 | 铜 | 63 |
| 钾 | 39 | 锌 | 66 |
| 钙 | 40/44 | 镓 | 69 |
| 磷 | 47 | 钼 | 95 |
| 钛 | 48 | 砷 | 75 |
| 钒 | 51 | 铅 | 208 |
| 铬 | 52 | - | - |

10.3.4 不同仪器可根据仪器推荐质量数进行选取，并确认不受同位素干扰。

10.4 空白试验

随同试料做空白试验。

10.5 工作曲线的绘制

10.5.1 用移液枪（8.7）分别移取0.00mL、0.02mL、0.10mL、0.20mL、0.40mL、1.00mL混合标准溶液（7.8）于6个洁净的试剂瓶（8.5）中，用硝酸溶液（7.4）定量至20.0g，混匀，此标准系列中含锂、硼、钠、镁、铝、钾、钙、磷、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、钼、砷、铅浓度分别为0ng/g、0.1ng/g、0.5ng/g、1ng/g、2ng/g、5ng/g。

10.5.2 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优于0.999，否则需重新配制系列标准溶液。

**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。**

10.6测定

10.6.1 在超净工作台中进行样品处理。

10.6.2 用移液枪移取0.1mL甘露醇溶液（7.6），置于洁净的PTFE或PFA器皿（8.4）中。将试料（10.1）缓慢倒入器皿中，置于75℃的电加热板（8.3）上，在微正压氮气（7.9）保护下，将试料挥发至干。缓慢加入1.0mL～1.5mL氢氟酸（7.2），盖上器皿盖，温度设定为130℃～135℃加热回流60min，打开器皿盖，将器皿中酸全部蒸干后，趁热加入适量硝酸溶液（7.4），缓慢晃动浸润整个器皿壁，冷却后用硝酸溶液（7.4）定容至2g～10g（精确至0.01g），混匀。

10.6.3 在电感耦合等离子体质谱仪上，按表2推荐的质量数，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。

GB/T 29056—XXXX

11 试验数据处理

三氯氢硅中被测元素的含量按公式（1）计算：

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

式中：

Wi—各待测元素的含量，单位为纳克每克（ng/g）；

Ci—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）；

C0—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）；

m0—试样定容后质量，单位为克（g）；

m—三氯氢硅样品质量，单位为克（g）。

12 精密度

12.1 重复性

同一实验室在重复性条件下对3个样品分别独立测试6次，实验室内相对标准偏差见表3。

表3　实验室内相对标准偏差

|  |  |
| --- | --- |
| 测定范围ng/g | 实验室内相对标准偏差% |
| 0.01~0.10 | 20 |
| >0.10~1.00 | 11 |
| >1.00~10.00 | 5 |

12.2 再现性

5家实验室对3个样品分别独立测试6次，实验室间相对标准偏差见表4。

表4　实验室间相对标准偏差

|  |  |
| --- | --- |
| 测定范围ng/g | 实验室间相对标准偏差% |
| 0.01~0.10 |  |
| >0.10~1.00 |  |
| >1.00~10.00 |  |

13 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

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

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