

ICS 77.040
H 17



中华人民共和国国家标准

GB/T 32277—2015

GB/T 32277—2015

硅的仪器中子活化分析测试方法

Test method for instrumental neutron activation analysis (INAA) of silicon

中华人民共和国
国家标准
硅的仪器中子活化分析测试方法
GB/T 32277—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

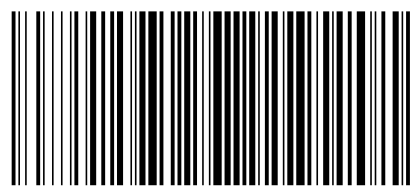
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 32 千字
2016年3月第一版 2016年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-53130 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 32277—2015

2015-12-10 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

- $Q_{0,m}(\alpha)$ —— 表征中子注量率的因子;
- $Q_{0,x}(\alpha)$ —— 表征反应率的因子;
- α —— 中子注量率按 $E^{-(1+\alpha)}$ 近似分布的修正因子;
- $\epsilon_{p,m}$ —— 中子注量率监督片全能峰探测效率;
- $\epsilon_{p,x}$ —— 痕量元素 x 的全能峰探测效率。

B.2.2 特征活度 A_x 和 A_m 分别按式(B.6)和式(B.7)计算得出:

$$A_x = \frac{N_{p,x}}{t_c SDCW} \dots\dots\dots (B.6)$$

$$A_m = \frac{N_{p,m}}{t_c SDCW} \dots\dots\dots (B.7)$$

式中:

- $N_{p,x}$ —— 痕量元素经死时间修正的净峰面积;
- $N_{p,m}$ —— 中子注量率监督片经死时间修正的净峰面积;
- t_c —— 测量时间;
- S —— 饱和因子;
- D —— 衰变因子;
- C —— 计数因子;
- W —— 样品的质量,单位为克(g);
- w —— 中子注量率监督片的质量,单位为克(g)。

B.2.3 B.2.2 中的因子 S 、 D 、 C 分别由式(B.8)、式(B.9)、式(B.10)计算:

$$S = 1 - e^{-\lambda t_{ir}} \dots\dots\dots (B.8)$$

$$D = e^{-\lambda t_w} \dots\dots\dots (B.9)$$

$$C = (1 - e^{-\lambda t_c}) / \lambda t_c \dots\dots\dots (B.10)$$

B.2.4 相对于中子注量率监督片 m , 实验测定的分析元素 x 的 k_0 因子按式(B.11)计算:

$$k_{0,m}(x) = \frac{M_m a_x \sigma_{0,x} y_x}{M_x a_m \sigma_{0,m} y_m} \dots\dots\dots (B.11)$$

式中:

- M —— 原子量;
 - a —— 同位素丰度;
 - σ_0 —— 能量 2 200 m/s 中子的俘获截面;
 - y —— γ 射线强度。
- $k_{0,m}(x)$ 也可以借助参考文献[4]中的表值^[4], 通过式(B.12)计算:

$$k_{0,m}(x) = \frac{k_{0,Au}(x)}{k_{0,Au}(m)} \dots\dots\dots (B.12)$$

B.2.5 分析元素 x 和中子注量率监督片 m 的 Q 因子被定义为:

$$Q_0(\alpha) = \left\{ (Q_0 - 0.429) \bar{E}_r^{-\alpha} + \frac{0.429}{0.55^\alpha (2\alpha + 1)} \right\} (1eV)^\alpha \dots\dots\dots (B.13)$$

式中:

- Q_0 —— 共振积分 I_0 和截面 σ_0 的比值, 其中 I_0 按式(B.14)计算;
- \bar{E}_r —— 有效共振能量, 单位为电子伏(eV);
- α —— 中子注量率按 $1/E^{1+\alpha}$ 近似分布的修正因子。

$$I_0 = \int_{0.55eV}^{\infty} \frac{\sigma(E)}{E} dE \dots\dots\dots (B.14)$$

B.2.6 与能量相关的全能峰探测效率 $\epsilon_{p,x}$ 和 $\epsilon_{p,m}$ 在进行仪器校准的过程中确定。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 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/SC 2)共同提出并归口。

本标准起草单位: 乐山乐电天威硅业科技有限责任公司、中国原子能科学研究院、新特能源股份有限公司。

本标准主要起草人: 李智伟、张亚东、张新、姚淑、银波、邱艳梅。

引 言

中子活化分析(NAA)是一种能够对多种材料进行多种元素的高灵敏度定量、定性分析的方法。特别是在半导体工业中,它被指定用于分析和评价高纯多晶硅(用以生长半导体级硅单晶及硅片的原材料)中的痕量元素污染。光伏产业中,硅原料需求的增长引发了更大规模的多晶硅生产和各种提纯硅原料替代方法的研发。用这些方法生产的硅材料在目前的文献资料中一般被称为太阳能级硅,并具有多种形状,如块状、粉末状和颗粒状。

随着多晶硅和太阳能级硅生产规模的扩大,其质量控制也应加强,而仪器中子活化分析(INAA)是可选方法之一。仪器中子活化分析是一种直接对辐照样品的实施分析的方法,与之相比,传统的放射化学中子活化分析方法(RNAA)要将辐照后的样品进行化学分离,除去干扰物质或者浓缩待检放射性同位素。当前,一些实验室通过使用不同的中子源、辐照条件、电子设备和制样方法,实现了仪器中子活化分析,并将其应用于各种形态、种类的硅样品。硅的仪器中子活化分析方法的标准化将消除分析方法间的差异,从而建立一个通用的参考分析方法。

附 录 B (规范性附录) 元素浓度的计算

B.1 活化方程

原子量为 M_x 的痕量元素 x 在硅中的质量 m_x 可以由活化方程式(B.1)计算:

$$A_0 = m_x \frac{N_A a_x}{M_x} (\phi_{th} \sigma_{th} + \phi_{epi} \sigma_{epi}) (1 - e^{-\lambda t_{irr}}) \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- A_0 ——停止辐照时刻生成的同位素的活度;
- N_A ——阿伏伽德罗常数;
- a_x ——所测元素的同位素丰度;
- ϕ_{th} ——热中子注量率;
- ϕ_{epi} ——超热中子注量率;
- $\sigma_{th}, \sigma_{epi}$ ——相应能量中子的有效核反应截面(也称为共振积分截面);
- λ ——生成同位素的衰变常数;
- t_{irr} ——辐照时间。

停止辐照后 t 时刻的活度 $A(t)$ 按式(B.2)计算:

$$A(t) = A_0 e^{-\lambda t} \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

而经等待时间 t_w 后所测得的活度 $A(t_w)$ 按式(B.3)计算:

$$A(t_w) = A_0 e^{-\lambda t_w} \quad \dots\dots\dots (B.3)$$

通过方程式(B.1),以及 $\sigma^{[3]}$ 和中子注量率监督片测得的 ϕ 来计算所检测痕量元素的浓度。痕量元素 x 的浓度 ρ_x 可以通过式(B.4)得到:

$$\rho_x = \frac{m_x}{m_s} = \frac{N_{p,x} e^{\lambda t_w} M_x}{m_s \epsilon_{p,x} C t_c N_A a_x (\phi_{th} \sigma_{th} + \phi_{epi} \sigma_{epi}) (1 - e^{-\lambda t_{irr}})} \quad \dots\dots\dots (B.4)$$

式中:

- m_s ——样品质量;
- $N_{p,x}$ ——同位素 x 的峰面积;
- $\epsilon_{p,x}$ ——全能峰探测效率;
- C ——计数因子[见式(B.10)];
- t_c ——测量时间。

B.2 k_0 法

B.2.1 痕量元素 x 的浓度 ρ_x 也可通过式(B.5)用标准 k_0 法计算:

$$\rho_x \left(\frac{ug}{g} \right) = \frac{A_x}{A_m} \frac{1}{k_{0,m}(x)} \frac{f + Q_{0,m}(\alpha)}{f + Q_{0,x}(\alpha)} \frac{\epsilon_{p,m}}{\epsilon_{p,x}} 10^6 \quad \dots\dots\dots (B.5)$$

式中:

- A_x ——样品的特征活度;
- A_m ——中子注量率监督片的特征活度;
- $k_{0,m}(x)$ ——实验测定的修正因子;
- f —— ϕ_{th} / ϕ_{epi} , 即热中子和超热中子注量率的比值;