

9.3.2 在与样品溶液测定相同的条件下,测量标准溶液系列的离子计数值 cps,以待测元素浓度为横坐标,离子计数值 cps 为纵坐标,绘制工作曲线。

10 分析结果计算

按式(1)计算结果:

$$M = (I - B) \cdot DF \dots\dots\dots(1)$$

式中:

M——待测分析元素质量浓度,单位为纳克每克(ng/g);

I——待测分析元素质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

B——两个空白平均值的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

DF——稀释因子,酸浸取最后体积除以多晶硅样品重量乘以 10,单位为毫升每克(mL/g)。

11 精密度

实验室内的 RSD 精密度值不大于表 1。

表 1 %

元素	K	Na	Ca	Ni	Cu	Zn	Al	Fe	Cr
RSD	11	14	13	48	13	9.6	11	4.7	15

12 报告

报告应包括以下内容:

- a) 多晶硅批样标识;
- b) 日期;
- c) 仪器生产商、仪器型号;
- d) 实验室名称和分析者;
- e) 分析元素数值,ng/g;
- f) 空白值,ng/mL;
- g) 多晶硅样品重量,g;
- h) 确认校准标准可控。

GB/T 24582—2009



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 24582—2009

## 酸浸取-电感耦合等离子质谱仪测定 多晶硅表面金属杂质

Test method for measuring surface metal contamination of polycrystalline silicon  
by acid extraction-inductively coupled plasma mass spectrometry



GB/T 24582—2009

版权专有 侵权必究  
\*  
书号:155066·1-39583  
定价: 14.00 元

2009-10-30 发布

2010-06-01 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

腐蚀并能清洗的聚合物材料制成。

7.6 分析天平:天平能称重 300 g,感量为 0.01 g。

7.7 耐酸腐蚀的电热板:表面有聚四氟乙烯涂层。

## 8 试样制备

8.1 从一批样品中选出一袋不少于 5 kg 产品用于取样,将其放在洁净室内以备取样,并且假设分析出的表面金属含量代表该批样品。如果必须在异地取样,而不是在分析实验室,则必须将样品封在双层袋中并送到实验室。取样过程中的沾污必须严格考虑并且必须避免。

8.2 为保证分析一致性及实验室间分析数值对比,对于块状样品选择一个标准重量和体积,为达到仲裁的目的,要求取六块样品,每块尺寸约为 3 cm×3 cm×3 cm,重量为约 50 g,样品总重量约为 300 g,六块样品中至少三块应该有生长外表面,生长外表面即多晶硅棒的表皮。

8.3 控制标准样品:在清洁的多晶硅样品中加入 1.0 mL 10 μg/L 校准标准制备两个 1.0 μg/L 控制标准样品,随同待测样品浸取这些标准样品。

## 9 操作步骤

### 9.1 实验用器皿清洗

分析时要清洗瓶子和夹子。在使用新瓶子、空白值表明受到污染以及做标准分析时,都应该清洗并做空白分析。清洗瓶子、盖子和夹子可以按以下步骤操作:

9.1.1 用去离子水淋洗三次。

9.1.2 将 500 mL 酸清洗混合物装入瓶子(盖上盖子,不要拧紧),在 100 °C 电热板上加热 6 h;将酸清洗混合物弃去;再用酸清洗混合物重新装满瓶子,不盖盖子,在 100 °C 电热板上加热 6 h。

9.1.3 用去离子水淋洗瓶子和盖子 3 次。

9.1.4 将 250 mL 酸浸取混合物装入瓶子,不盖盖子,在 130 °C~150 °C 的电热板上加热至干,约需 10 h。

9.1.5 加入 2 mL HNO<sub>3</sub>(1+19)和 8 mL 去离子水,用 ICP/MS 分析。

9.1.6 如果用 ICP/MS 分析表明样品瓶中存在沾污,重复 9.1.1~9.1.5 步骤。

9.1.7 将瓶子和盖子用去离子水淋洗 3 次。备用。

### 9.2 多晶硅块表面金属杂质浸取

9.2.1 在实验室中按照标准洁净室操作规程打开双层袋,将样品块转到 PTFE 瓶中并称重,重量精确到小数点后第二位,向每个瓶中加入 250 mL 浸取酸混合物没过样品块,并用 PTFE 盖子密封。

9.2.2 将密封瓶放在通风橱中的电热板上并在 70 °C 左右加热 60 min,取下瓶子并冷却,然后用 PTFE 夹子取出每块样品,用去离子水淋洗表面,淋洗液收集至瓶中。将浸取液倒入一个敞口瓶中,并在 110 °C~150 °C 的电热板上加热至干。

9.2.3 从电热板上取下瓶子,并冷却。加入 2 mL 5% HNO<sub>3</sub> 溶解浸取残渣,放置 20 min 溶解所有的盐类,加入 8 mL 去离子水,盖上盖子,摇匀。该溶液用于金属污染物的检测。随同试样做两个浸取空白。

9.2.4 使用 ICP/MS 依次检测浸取空白、样品的离子计数值 cps,从工作曲线上查出相应的待测元素的浓度。

### 9.3 工作曲线的绘制

9.3.1 用 1 000 μg/mL 元素的标准溶液稀释至 1 μg/mL 标准(取 0.1 mL 置于 100 mL 浸取酸混合物中),移取 0 mL、0.05 mL、0.1 mL 和 0.2 mL 1 μg/mL 标准溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 1+19 的 HNO<sub>3</sub>,用去离子水稀释至刻度,混匀,配制成 0 ng/mL、0.5 ng/mL、1.0 ng/mL 和 2.0 ng/mL 标准溶液。制备的标准的范围应接近于估计的待分析元素的浓度。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
酸浸取-电感耦合等离子质谱仪测定  
多晶硅表面金属杂质  
GB/T 24582—2009

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 0.5 字数 9 千字

2009 年 12 月第一版 2009 年 12 月第一次印刷

\*

书号:155066·1-39583 定价 14.00 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)68533533

## 3.1.4

**浸取 digestion**

在一定温度下将多晶硅块浸入酸混合物中,直到表面金属污染物溶解在溶液中。

## 3.1.5

**标准样品 standard samples**

制备的已知浓度的被分析物样品,其浓度分别为 0.5 ng/g、1.0 ng/g 和 2.0 ng/g,为 ICP/MS 提供校准标准和离子计数。

## 3.2 缩略语

下列缩略语适用于本标准。

## 3.2.1

**ICP/MS (inductively coupled plasma mass spectrometry)**

电感耦合等离子质谱仪。

## 3.2.2

**PTFE (polytetrafluoroethylene)**

聚四氟乙烯,一种耐氢氟酸材料,用于制作样品瓶、盖和夹子。

## 4 方法原理

试样用硝酸、氢氟酸、过氧化氢和水的混合物(1:1:1:50)浸取,在硝酸介质中,使用 ICP/MS 不同的分析模式测定各个金属杂质的离子计数 cps,从而检测其含量。

## 5 干扰因素

5.1 在该试验方法中通常存在双原子离子、多原子离子、基体效应、背景噪声、元素间的干扰、交叉沾污和仪器漂移。

5.2 来自取样及操作过程中试剂纯度、设备的洁净度、室内的洁净度和操作技术造成的沾污的影响应严格考虑。该标准描述了一系列空白和控制标准,以监控和量化这些干扰。

5.3 本试验方法要求样品应具有代表性,由于表面污染物不能均匀分布在表面,因此选择的样品尺寸和量必须能代表一批样品,如果样品尺寸太小,样品可能不能代表该批样品,导致平行样品偏差过大。

## 6 试剂

6.1 去离子水:所有的水应为 ASTM D5127 中描述的 E-1 型或其他品质相当的去离子水。

6.2 硝酸(HNO<sub>3</sub>):65%,相当于 SEMI C35 中的 2 级。

6.3 氢氟酸(HF):48%,相当于 SEMI C28 中的 2 级。

6.4 过氧化氢(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>):30%,相当于 SEMI C30 中的 2 级。

6.5 酸清洗混合物:(1:1:1:25)HNO<sub>3</sub>:HF:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>O。

6.6 浸取酸混合物:(1:1:1:50)HNO<sub>3</sub>:HF:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>O。

## 7 仪器和设备

7.1 ICP/MS:带动态反应池的电感耦合等离子质谱仪。

7.2 空气环境:用于样品采集、酸浸提和 ICP/MS 分析的区域必须封闭在洁净室内,洁净室最低标准为 ISO 14644-1 中定义的 6 级。

7.3 洁净室服装:分析者应穿着洁净室服装包括帽子、口罩、靴子和手套。

7.4 排酸通风橱:装备排酸通风橱以提供清洁空气环境。

7.5 样品瓶和夹子:样品瓶(体积为 500 mL)、盖和夹子为聚四氟乙烯(PTFE)材料或类似不被氢氟酸

## 前 言

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)提出并归口。

本标准负责起草单位:新光硅业科技有限责任公司。

本标准主要起草人:王波、过惠芬、吴道荣、梁洪、敖细平。