

## 电子级多晶硅中基体金属杂质含量的测定

### 摘要

电子级多晶硅金属杂质含量是评价其产品质量的重要指标之一，其杂质含量的高低直接影响下游晶圆制造产品质量，所以对其金属杂质含量的控制至关重要。

本方案参考《GB / T 37049-2018 电子级多晶硅中基体金属杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》，建立 EG20B 微控数显电热板前处理、电感耦合等离子体质谱仪 LabMS 3000s ICP-MS 测定电子级多晶硅中基体金属杂质含量的方法。

### 关键词：

电子级多晶硅、金属杂质、微控数显电热板、电感耦合等离子体质谱仪

### 1. 仪器设备

TraceCLEAN 酸逆流清洗系统，Milestone；

subCLEAN 高纯酸制备系统，Milestone；

EG20B 微控数显电热板，莱伯泰科；

LabMS 3000s ICP-MS，莱伯泰科。



### 2. 实验环境

本实验在千级洁净室进行，避免样品处理和检测过程中测试环境的洁净度对检出限和测试结果的影响。

实验所用的硝酸、氢氟酸等化学试剂均使用 subCLEAN 高纯酸制备系统制备，降低试剂空白；所有器皿均使用 TraceCLEAN 酸逆流清洗系统进行清洗，避免器皿引入污染。

### 3. 样品前处理

#### 3.1 样品预处理

使用钨合金锤将多晶硅样品破碎成小块，破碎过程中严格避免金属沾污。

将破碎后样品置于用氢氟酸和硝酸混合溶液中 (HF/HNO<sub>3</sub>: 1/5) 消解清洗，剥离全部表面层后用超纯水洗净。

将清洗后的样品置于洁净聚四氟烧杯中，于 EG20B 微控数显电热板上烘干至恒重。

#### 3.2 样品制备

称取 0.5g (0.0001g) 清洗后的样品于洁净聚四氟烧杯中，加入一定量的氢氟酸和硝酸混合溶液中 (HF/HNO<sub>3</sub>: 2/1)，在 EG20B 微控数显电热板上加热使样品完全溶解，继续加热将溶液蒸发近干。室温冷却后加 3% 硝酸溶解并加入 Co 内标后定容至 5ml，转移至 PFA 样品瓶待测。

### 4. ICP-MS 干扰校正

Cr、Ni、Cu、Zn 易受到 (ArN<sup>+</sup>)、(ArC<sup>+</sup>)、(ArOH<sup>+</sup>) 等分子的干扰，采用氦气碰撞模式消除干扰。

Na 元素在正常热等离子体中受干扰较多，背景较高，采用等离子体模式测试可有效降低背景，提升检出限。

Fe 元素在正常热等离子体中受到 (ArO<sup>+</sup>) 分子的干扰，采用冷等离子体模式测试。

### 5. 标准曲线

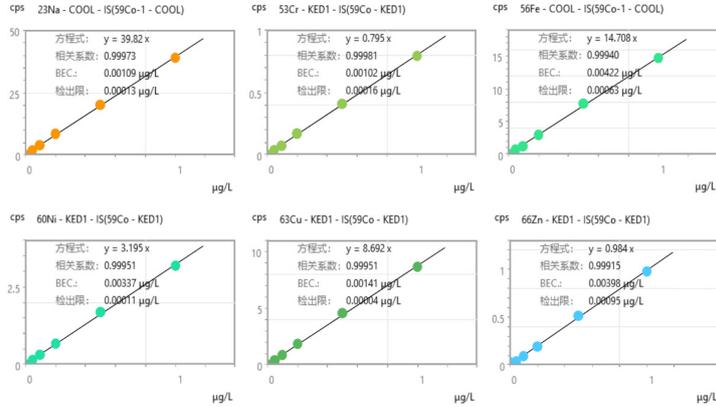
测试模式	元素 / 标曲浓度 (μg/L)	系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
He	53Cr、60Ni、63Cu、66Zn	0.0	0.05	0.1	0.2	0.5	1
COOL	23Na、56Fe	0.0	0.05	0.1	0.2	0.5	1
内标: 59Co, 2 μg/L							

### 6. ICP-MS 仪器条件

参数	设置	参数	设置
RF 功率	1350W/600W	采样水平位置	6.3mm
等离子体气流量	13.5L/min	采样垂直位置	5.8mm
辅助气流量	0.8L/min	采样深度	5.2mm/13.2mm
雾化气流速	1.0L/min	雾化器	PFA 微流雾化器
补充气流速	0.15ml/min		
0.375ml/min	雾化室	PFA Scott 雾化室	
氦气流量	3.5mL/min	采样 / 截取锥材质	铂
雾化室温度	2°C		

## 7. 测试结果

### 7.1 标准曲线



### 7.2 背景等效浓度 (BEC) 及检出限 (DL)

元素	模式	BEC (µg/L)	DL (µg/L)
23Na	冷等离子体	0.00109	0.00013
53Cr	He	0.00102	0.00016
56Fe	冷等离子体	0.00422	0.00063
60Ni	He	0.00337	0.00011
63Cu	He	0.00141	0.00004
66Zn	He	0.00398	0.00095

注：各元素的等效浓度 (BEC) 及检出限 (DL) 直接使用标准曲线上给出的数值。

### 7.3 样品测试结果

元素	测试结果 (ng/g)
23Na	< DL
53Cr	0.097
56Fe	0.537
60Ni	0.059
63Cu	0.093
66Zn	0.056

## 8. 方案特点

本方案采用酸纯化仪和酸清洗仪处理相关试剂容器，可显著降低试剂空白和器皿引入污染；EG20B 微控数显电热板专利的加热结构设计带来卓越的板面温度均匀性，特氟龙防腐加热平台经久耐用；LabMS 3000s ICP-MS 的第四代碰撞池技术及冷等离子技术能够有效去除质谱干扰，获得良好的背景等效浓度 (BEC) 及检出限 (DL)，可有效检测电子级多晶硅中基体金属杂质含量。

售后服务热线

**400-070-8778**

北京莱伯泰科仪器股份有限公司

地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号

邮编: 101312

电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4

传真: 010-80486354

[www.labtechgroup.com](http://www.labtechgroup.com)



莱伯泰科公众号