

ICS 77.040
H 17



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

硅的仪器中子活化分析测试方法

1 范围

- 1.1 本标准规定了硅材料的仪器中子活化分析测试方法。
- 1.2 本标准适用于化学气相沉积法或冶金提纯方法生产的硅材料的仪器中子活化分析。分析样品可以是单晶硅、多晶硅,而多晶硅的形态可以是粉末、颗粒、块状或硅片。
- 1.3 本标准适用于材料的宏观成分分析。如按本测试方法进行额外的样品制备,并在样品抽取、传送和制备过程中避免表面污染,也可实现样品的表面或近表面区域分析。
- 1.4 本测试方法仅适用于附录 A 中所列痕量元素的热中子或超热中子活化分析。
- 1.5 本测试方法不适用于非晶硅薄膜、多晶硅薄膜或微晶硅薄膜的分析。对于受到人为掺杂高浓度特殊元素的硅样品,也不属于本测试方法适用范围,但在检查过掺杂对安全、检测限和最小等待时间 t_{w0} 的影响之后,该测试方法还是可能适用。
- 1.6 本测试方法用于分析大范围的痕量元素(见附录 A)。通常,样品的辐照时间应比³¹Si 的衰变寿命长,而且应等辐照生成的³¹Si 充分地衰变之后才能实施分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 620—2011 化学试剂 氢氟酸(ISO 6353-3:1987,NEQ)

GB/T 626—2006 化学试剂 硝酸(ISO 6353-2:1983,NEQ)

GB/T 11446.1—2013 电子级水

GB/T 14264 半导体材料术语

GB 18871 电离辐射防护与辐射源安全基本标准

GJB 2253A—2008 氮气和液氮安全应用准则

《危险化学品强制性国家标准实施手册》

ISO 11929:2010 致电离辐射测量用特性限值(判断阈、探测限值和置信区间限值)的测定 基本原则和应用[Determination of the characteristic limits(decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation—Fundamentals and application]

3 术语、定义、缩略语

3.1 术语和定义

GB/T 14264 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1.1

环境本底 ambient background

探测器记录的除样品以外的辐射源产生的辐射。