



团 体 标 准

T/CASAS 036—2025

碳化硅单晶生长用等静压石墨构件纯度测定方法 辉光放电质谱法

Test method for purity of iso-static graphite components used in the growth of silicon carbide single crystals—Glow discharge mass spectrometry

2025 - 04 - 23 发布

2025 - 04 - 23 实施

第三代半导体产业技术创新战略联盟 发布

目 次

前言.....	II
引言.....	III
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 试验原理.....	1
5 试验环境.....	2
6 仪器设备.....	2
6.1 辉光放电质谱仪.....	2
6.2 制样设备.....	2
7 试剂与材料.....	2
8 试样.....	2
8.1 取样.....	3
8.2 试样制备.....	3
9 试验步骤.....	3
9.1 仪器准备.....	3
9.1.1 质量校正.....	3
9.1.2 检测器交叉校正.....	3
9.2 试样测试.....	3
10 试验结果.....	3
11 试验报告.....	4
附录 A （资料性） 元素同位素及分辨率.....	5
参考文献.....	6

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由第三代半导体产业技术创新战略联盟（CASA）制定发布，版权归CASA所有，未经CASA许可不得随意复制；其他机构采用本文件的技术内容制定标准需经CASA允许；任何单位或个人引用本文件的内容需指明本文件的标准号。

本文件主要起草单位：赛迈科先进材料股份有限公司、北京北方华创微电子装备有限公司、湖南三安半导体有限责任公司、山东天岳先进科技股份有限公司、山西烁科晶体有限公司、山东大学、中国科学院半导体研究所、中电化合物半导体有限公司、杭州海乾半导体有限公司、北京第三代半导体产业技术创新战略联盟。

本文件主要起草人：屈睿航、周明、董博宇、吴厚政、杨牧龙、彭珍珍、徐建平、田涛、李殿浦、袁振洲、宁秀秀、侯晓蕊、杨弥珺、武雷、徐明升、张逊熙、张静、孔令沂、曾一平、李娟。

引 言

等静压石墨是由碳骨料、沥青等原材料通过磨粉、混捏、等静压成型、焙烧、浸渍、石墨化、纯化等工艺制造而成的石墨，也称为“各向同性”石墨。等静压石墨在碳化硅单晶生长过程中应用广泛，主要用于制造碳化硅单晶生长用的热场构件，如加热器、坩埚、籽晶托等。这些构件对于单晶生长过程的稳定性和晶体质量具有重要影响，质量良好的等静压石墨热场能够有效提升晶体生长良率。碳化硅单晶生长需要在高温、高度洁净的环境中进行，任何杂质都可能对晶体生长产生不利的影响，甚至直接导致晶体质量下降或生长失败，因此等静压石墨构件的纯度是非常关键的性能指标，严格控制碳化硅单晶生长用等静压石墨的纯度是质量控制的关键。

行业内通用的等静压石墨纯度测定方法有高温灼烧法和辉光放电质谱法。高温灼烧法通过测定石墨灼烧后的残余物与石墨原质量之比得到灰分含量，以此间接表征石墨材料的纯度。该方法具有测试方法简单、测试成本低等优点，但也存在精度低、结果重现性差等缺点，不适用于碳化硅单晶生长用等静压石墨高纯度（纯度大于5N5）和高精度的检测要求。相比灼烧法，辉光放电质谱法是高纯碳材料杂质分析的理想方法，可直接分析固体试样，分析速度快，操作简便。同时具有微量元素检测精度高、检出限低、基体效应小、可多元素同时测量等优点，而且对于某些难以检测的杂质元素也能进行有效分析。因此，辉光放电质谱法为碳化硅单晶生长用石墨构件的杂质元素含量及纯度分析，以及材料的质量控制和研究提供了一种高效、准确的手段，得到行业内的广泛认可。

目前，国内尚无辉光放电质谱法测试石墨构件纯度的标准，为了保证测试的规范性和有效性，以及同行间测试结果的可比性，有必要在试验环境、仪器设备、试剂与材料、试样制备、试验步骤和结果处理等方面进行规范性要求。本文件的制定填补了国内空白，满足了第三代半导体碳化硅产业对高纯度等静压石墨构件的检测需求，有效保障碳化硅单晶的生长质量，推动我国半导体产业的健康发展。

碳化硅单晶生长用等静压石墨构件纯度测定方法辉光放电质谱法

1 范围

本文件描述了采用辉光放电质谱法测定等静压石墨构件纯度的方法，包括术语和定义、试验原理、试验环境、仪器设备、试剂与材料、试样、试验步骤、试验结果及试验报告。

本文件适用于单个杂质元素含量范围为0.01 mg/kg~5 mg/kg的碳化硅单晶生长用等静压石墨构件纯度的测定，所述构件包括碳化硅单晶生长炉中的加热器、坩埚、籽晶托等内部构件。碳化硅粉体合成用加热器、坩埚等石墨热场部件，以及碳化硅外延生长用石墨基材的纯度测定可参考本文件。。

注：使用本文件时涉及强酸。在使用本文件前，使用者有责任建立安全环保意识并制定有效实用的规章制度。

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 1427 炭素材料取样方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值表示和判定

GB/T 8718 碳素材料术语

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

3 术语和定义

GB/T 8718界定的术语和定义适用于本文件。

3.1

石墨 graphite

碳的同素异形体中的一大类。石墨具有完整的六角环形片状体叠合而成的层状晶体结构。分为天然石墨和人造石墨两大类。

[来源：GB/T 8718—2008, 3.2.4]

3.2

等静压石墨 isostatic pressed graphite

由碳骨料、沥青等原材料通过磨粉、混捏、等静压成型、焙烧、浸渍、石墨化、纯化等工艺制造而成的石墨，也称为“各向同性”石墨。

3.3

石墨构件 graphite components

石墨经过加工而制成的具有一定形状和使用功能的部件。

注：本文件中的石墨构件专指在碳化硅单晶生长过程中用到的各种形状的等静压石墨材质的部件。

4 试验原理

辉光放电质谱仪中，将惰性气体（如氩气）通入放电腔室内，并在两个电极之间施加高压电场。当达到足够的电压时，惰性气体被击穿电离，产生大量电子和正离子，这些电子和正离子在电场的作用下分别向相反方向加速，电子与气体原子碰撞产生辉光，正离子则撞击样品（样品作为阴极）表面，通过

动能传递使样品表面发生溅射。溅射所产生的原子、原子团及二次电子在等离子体中进一步发生碰撞电离，形成正离子，这些正离子通过离子源出口进入光学系统，聚焦后再进入质量分析器，根据其质量和电荷比进行分离和检测。仪器单元如图1所示。

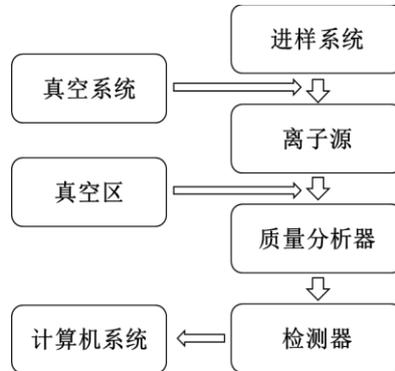


图1 仪器单元示意图

5 试验环境

应满足以下要求：

- a) 试验温度：18℃～24℃；
- b) 相对湿度：25%～70%；
- c) 检测区域洁净度等级应符合 GB/T 25915.1 规定的 ISO 7 级或更高级别要求。

6 仪器设备

6.1 辉光放电质谱仪

应符合 ISO/TS 15338 中第 5 章（设备）和第 7 章（校准）的要求。

6.2 制样设备

机械加工设备，推荐使用小型车床、压片机、磨抛机和锯子等。

7 试剂与材料

试剂与材料要求如下，其中化学试剂均要求电子级，纯度至少为 UP 级：

- a) 硝酸：浓度 68%～70%；
- b) 氢氟酸：浓度 48.89%～49.2%；
- c) 无水乙醇；
- d) 超纯水：电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ (25℃)；
- e) 氩气：动力用气纯度（体积分数） $\geq 99.999\%$ ，反应用气纯度（体积分数） $\geq 99.999\%$ ；
- f) 质量校正参比试样：推荐已知化学成分的黄铜合金材料；
- g) 钨刀：纯度（质量分数） $\geq 99.999\%$ ；
- h) 石墨标准物质：用于获得待测元素相对灵敏度因子。

8 试样

8.1 取样

按GB/T 1427规定或通过随炉试样方式取样，试样应均匀且具有代表性。

8.2 试样制备

试样制备成满足仪器要求的几何形状和大小，试样待测表面应平整清洁，测试前使用钽刀刮除试样表层，并使用吹尘枪吹去表面残留粉末。

注：使用后的钽刀需及时清洗，推荐使用混合酸（V硝酸：V氢氟酸=3：1）浸泡，再使用超纯水清洗，最后使用乙醇浸泡。

9 试验步骤

9.1 仪器准备

9.1.1 质量校正

使用质量校正参比试样对辉光放电质谱仪进行精确质量校正，确定质量峰峰位置。

9.1.2 检测器交叉校正

如果需要在相同分析中使用到不同的检测器，则需要通过测试合适的材料对检测器进行交叉校正，以确保检测结果的准确性。

9.2 试样测试

按照以下要求进行测试：

- a) 试样制备完成后，应迅速装载到辉光放电离子源中。
- b) 设置预溅射条件并开启辉光放电，预溅射至少 5 min，以便清除试样表面残存的污染。
- c) 预溅射完成后，将辉光放电溅射条件调整至分析所需条件。通过调节透镜电压等参数使谱峰具有合适的信号强度、质量分辨率（参考附录 A）及峰形，试样基体的信号强度应不低于 3×10^8 cps。
- d) 进行试样测试，包括但不限于附录 A 中所列元素同位素的测量，选择所列的同位素可以有效降低干扰。
- e) 试样中杂质元素的测定应不少于 3 次，取 3 次测试数据的平均值。

10 试验结果

10.1 石墨中被测元素 X 的含量（质量分数）按下式（1）计算。进行半定量分析时，可使用仪器软件中自带的相对灵敏度因子；进行定量分析时，在与被测试样相同的测试条件下对标准物质进行测定，获得修正的相对灵敏度因子。

$$W(X) = (RSF(X/C) \times A(C_i) \times I(X_j) \times W(C)) / (A(X_j) \times I(C_i)) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w(X)——试样中被测元素 X 的质量分数，单位为毫克每千克（mg/kg）；
w(C)——基体元素 C 的质量分数，定为 1.0×10^6 ，单位为毫克每千克（mg/kg）；
A(X_j)——被测元素 X 的 j 同位素丰度；
A(C_i)——基体元素 C 的 i 同位素丰度；
I(X_j)——被测元素 X 的 j 同位素谱峰强度，单位为每秒计数（cps）；
I(C_i)——基体元素 C 的 i 同位素谱峰强度，单位为每秒计数（cps）；
RSF(X/C)——在特定辉光放电条件下测定的 C 基体中元素 X 的相对灵敏度因子。

试样纯度表示石墨构件中碳元素的含量，用质量分数表示。试样纯度及试样中杂质元素总含量按式（2）、式（3）计算：

$$W_{\text{纯度}}=100\%-W_{\text{总}}\times 10^{-6}\times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$W_{\text{纯度}}$ ——试样中被测元素质量分数之和，单位为毫克每千克（mg/kg）。

$$W_{\text{总}}=\sum[W(X)] \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$W_{\text{总}}$ ——试样纯度，单位为百分数（%）。

注：当被测元素质量分数低于方法检出限时，通常不纳入公式（3）中计算。

10.2 当被测元素质量分数小于 1mg/kg，数值保留小数点后 2 位；当被测元素质量分数大于 1mg/kg，数值保留 2 位有效数值；试样纯度结果保留小数点后 6 位。数值修约按 GB/T 8170 规定进行。

11 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

- a) 委托单位；
- b) 试样编号、名称及规格；
- c) 试验条件；
- d) 试验结果；
- e) 试验单位；
- f) 审核人员；
- g) 试验日期；
- h) 试验方法。

附 录 A
(资料性)
元素同位素及分辨率

元素同位素及分辨率参考表A.1。

表A.1 元素同位素及分辨率表

元素	同位素质量数	分辨率	元素	同位素质量数	分辨率	元素	同位素质量数	分辨率
Li	7	中分辨率	Ge	70, 73	中分辨率	Nd	143, 144	中分辨率
Be	9	中分辨率	As	75	中分辨率	Sm	152	中分辨率
B	11	中分辨率	Se	77, 82	中分辨率	Eu	151, 153	中分辨率
C	12	中分辨率	Br	79	中分辨率	Gd	157, 158	中分辨率
F	19	中分辨率	Rb	85	中分辨率	Tb	159	中分辨率
Na	23	中分辨率	Sr	88	中分辨率	Dy	161, 163	中分辨率
Mg	24	中分辨率	Y	89	中分辨率	Ho	165	中分辨率
Al	27	中分辨率	Zr	90	中分辨率	Er	166, 167	中分辨率
Si	28	中分辨率	Nb	93	中分辨率	Tm	169	中分辨率
P	31	中分辨率	Mo	95, 98	中分辨率	Yb	172, 174	中分辨率
S	32	中分辨率	Ru	102	中分辨率	Lu	175	中分辨率
Cl	35	中分辨率	Rh	103	中分辨率	Hf	178	中分辨率
K	39	高分辨率	Pd	106, 108	中分辨率	Ta	181	中分辨率
Ca	44	中分辨率	Ag	107, 109	中分辨率	W	184	中分辨率
Sc	45	中分辨率	Cd	110, 111, 114	中分辨率	Re	185	中分辨率
Ti	48	中分辨率	In	115	中分辨率	Os	189	中分辨率
V	51	中分辨率	Sn	119, 124	中分辨率	Ir	191, 193	中分辨率
Cr	52	中分辨率	Sb	121, 123	中分辨率	Pt	194, 195	中分辨率
Mn	55	中分辨率	Te	125, 128, 130	中分辨率	Au	197	中分辨率
Fe	56	中分辨率	I	127	中分辨率	Hg	200, 202	中分辨率
Co	59	中分辨率	Cs	133	中分辨率	Tl	203, 205	中分辨率
Ni	60	中分辨率	Ba	137, 138	中分辨率	Pb	208	中分辨率
Cu	63	中分辨率	La	139	中分辨率	Bi	209	中分辨率
Zn	64, 66, 68	中分辨率	Ce	140	中分辨率	Th	232	中分辨率
Ga	69	中分辨率	Pr	141	中分辨率	U	238	中分辨率
注1：中分辨率可达3000~4000，高分辨率可达9000~10000。								
注2：K元素因受到气体杂质中ArH ⁺ 的干扰，应采用高分辨率。								

参 考 文 献

- [1] GB/T 32651 采用高质量分辨率辉光放电质谱法测量太阳能级硅中痕量元素的测定方法
- [2] ISO/TS 15338-2020 Surface chemical analysis — Glow discharge mass spectrometry - Operating procedures
-

