

## 直流辉光放电质谱法测定 多晶硅中关键杂质元素的相对灵敏度因子

刘洁<sup>1,2</sup> 钱荣\*<sup>2</sup> 斯琴毕力格<sup>3</sup> 卓尚军<sup>2</sup> 何品刚<sup>1</sup>

<sup>1</sup>(华东师范大学,上海 200062) <sup>2</sup>(中国科学院上海硅酸盐研究所,上海质谱中心,上海 200050)

<sup>3</sup>(中国科学院上海光学精密机械研究所,上海 201800)

**摘要** 采用直流辉光放电质谱(dc-GD-MS)测定多晶硅中关键杂质元素的相对灵敏度因子(RSF)。标样制作过程中主要是在连续通入氩气条件下将固定量的非标准多晶硅样品熔化,向硅熔体中均匀掺入浓度范围为1~30 μg/g的关键杂质元素(如B和P),采用快速固化法制成标样;再将制成的标准样品加工成一系列适合GD-MS扁平池(Flat Cell)的片状样品(20 mm×20 mm×2 mm)。采用二次离子质谱法(SI-MS)对标准样品中关键掺杂元素进行多次定量测定,取平均值作为关键杂质元素的精确含量。优化一系列质谱条件后,运用GD-MS对标样中关键掺杂元素的离子强度进行多次测定,计算平均结果,得到未校正的表现浓度,利用标准曲线法计算出关键杂质元素的相对灵敏度因子。

**关键词** 直流辉光放电质谱;多晶硅;杂质元素;相对灵敏度因子

### 1 引言

太阳能是一种清洁、廉价的重要能源。由于化石燃料的短缺,以及化石燃料的使用对环境的污染,太阳能资源的开发与利用越来越受到重视。多晶硅是太阳能光伏产业最主要、最基础的功能性材料<sup>[1]</sup>。随着绿色能源战略的实施,多晶硅市场需求保持持续增长的趋势<sup>[2]</sup>。多晶硅中的杂质含量及其种类是影响其性能的重要指标,使得定量分析多晶硅中痕量杂质成为重要的研究课题<sup>[3,4]</sup>。国内外对于多晶硅的杂质含量没有统一标准,因此,开展太阳能级多晶硅材料纯度和杂质含量的检测方法研究及相关标准物质的研制,符合国家战略发展需求,对我国太阳能的开发和应用具有重要意义<sup>[5]</sup>。

目前,分析多晶硅中的杂质的方法主要有原子发射光谱法(AES)<sup>[6]</sup>、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)<sup>[7]</sup>、X射线荧光光谱法(XRF)<sup>[7]</sup>、二次离子质谱法(SIMS)<sup>[8,9]</sup>及辉光放电质谱法(GD-MS)<sup>[10]</sup>等。辉光放电质谱法是目前被认为对金属和半导体固体材料进行痕量和超痕量分析的最有效手段之一<sup>[10,11]</sup>。与其它方法相比,GD-MS具有灵敏度高、检出限低、浓度响应范围宽(法拉第杯和戴利检测器两个检测系统可提供6个数量级的线性范围)、可一次分析从主量至ng/g级的元素、可进行深度剖析以及基体效应小等优势<sup>[12,13]</sup>,使得辉光放电质谱法在电子、冶金、航空航天、化学、材料及地质等领域得到广泛应用<sup>[14~16]</sup>。由于GD源中的样品原子化与离子化分别在靠近样品表面的阴极暗区和阳极负辉区两个不同的区域内进行,也使基体效应大为降低<sup>[16,17]</sup>。辉光放电质谱法中被测元素离子强度受基体的影响不大,能够克服质谱分析中大部分谱线干扰,使得其在缺乏标样的情况下,采用典型相对灵敏度因子(RSF)进行校正,即可得到多数元素的半定量分析结果,相对误差低于30%。但是,对于非金属样品的分析检测,由于基体对RSF的影响,使得误差要大于金属样品<sup>[17,18]</sup>。表1为低合金钢NBS461中不同元素的RSF值<sup>[19]</sup>。

为了对多晶硅中主要杂质含量进行准确全面的定量分析,首先需要制备标准的多晶硅样品;其次需要测定每种杂质元素的RSF。由于多晶硅是半导体,导电能力不及金属样品,采用片状样品可以增大其

2011-06-20 收稿; 2011-09-01 接受

本文系中国科学院“优秀博士学位论文、院长奖获得者科研启动专项资金”(No. 087YQ1110G)、国家自然科学基金(No. 21102157)、中国科学院上海硅酸盐研究所科技创新项目(No. 097ZC1110G)与科技部创新方法工作专项(No. 2009IM031100)资助

\* E-mail: qianrong@mail.sic.ac.cn

表 1 辉光放电质谱(GD-MS)测得低金合钢 NBS461 的 RSF 值

Table 1 Relative sensitivity factors (RSF) values of steel NBS461 detected by VG9000 glow discharge mass spectrometry (GD-MS)

元素 Elements	RSF	元素 Elements	RSF	元素 Elements	RSF	元素 Elements	RSF
B	0.77	Ti	0.24	Sn	1.43	Ag	0.94
P	1.32	V	0.43	Co	0.80	Ta	0.59
Al	0.45	Cr	1.25	Cu	2.9	Ge	2.14
Si	0.78	Mn	1.03	As	2.15		
S	1.38	Ni	1.23	Pb	1.15		

放电面积,增加溅射离子更有利于维持放电的稳定性;同时,GD-MS分析标准样品时,需要测试多个样品绘制工作曲线得到更准确的RSF值。文献[10-20]采用GD-MS研究实验室制备的太阳能级硅、铂粉和铜基标准样品中相关杂质的RSF值。

本研究采用GD-MS测定多晶硅中关键杂质元素的RSF值。用快速固化法制备关键杂质元素掺杂浓度为 $1 \sim 30 \mu\text{g/g}$ 的标准样品,运用二次离子质谱法(SIMS)对掺杂元素进行多次测定,确定其精确含量。在优化的条件下,运用GD-MS对标样中关键掺杂元素的离子强度进行多次测定,得到未校正的表观浓度,进而计算出关键杂质元素的RSF值。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器及工作条件

GD-MS分析由VG9000型辉光放电质谱仪(dc-GD-MS,英国Thermo Elemental公司)完成,软件版本为Software Issue 5.71;辉光放电质谱源利用液氮进行冷却( $-180^\circ\text{C}$ ),采用反向双聚焦磁质谱仪;放电在Flat Cell样品室进行,放电气体为高纯氦,放电电压 $1.5 \text{ kV}$ ,电流 $1.0 \text{ mA}$ ,离子加速电压为 $8 \text{ kV}$ ;离子束强度在电流较小( $10^{-19} \sim 10^{-13} \text{ A}$ )时由Daly检测器检测;电流较大( $10^{-13} \sim 10^{-9} \text{ A}$ )时由Faraday检测器检测,常规质量分辨率大于4000。二次离子质谱分析在4F型二次离子质谱仪(SIMS,法国CAMECA公司)上完成。

### 2.2 样品及试剂

通过向多晶硅中掺杂关键元素(B,P等),迅速固化制成标准样品; $\text{HNO}_3$ (分析纯,上海凌峰化学试剂有限公司); $\text{HF}$ (优级纯,上海凌峰化学试剂有限公司);乙醇(色谱纯,美国TEDIA公司);超纯水由Millipore超纯水机制备。

### 2.3 样品制备及实验条件优化

将 $100 \text{ g}$ 非标准多晶硅样品在炉中熔化,并不断通入氦气,向硅熔体中掺杂浓度范围为 $1 \sim 30 \mu\text{g/g}$ 的主要杂质元素(如B和P),采用快速固化法制成标样。在熔融硅固化过程中,杂质在固液相界面两边可能出现重新分布的现象,容易引起杂质分布不均匀的现象,采用快速固化法可以减少杂质分布的不均匀性。将制成的标准样品加工切割成一系列适合辉光放电样品池的片状样品( $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ )。选取多晶硅标准样品,编号为 $1^\# \sim 5^\#$ ,共5个样品,于 $\text{HNO}_3\text{-HF}$ (6:1,V/V)混合酸中清洗至表面呈现金属光泽,取出,立即放入无水乙醇中清洗,再于超纯水中超声清洗3次,最后用无水乙醇清洗,并烘干待用。

dc-GD-MS实验:将干净片状样品放入辉光放电质谱的分析池中,进行放电和溅射条件的优化。优化条件如下:稳定放电条件下预溅射 $60 \text{ min}$ 再进行分析,以清除加工过程中可能产生的表面污染;每个样品重复检测5次;放电气体 $^{40}\text{Ar}^+$ 的离子电流强度大于 $10^{-9} \text{ A}$ ,基体元素Si的离子电流强度大于 $10^{-11} \text{ A}$ ;放电电压为 $1.5 \text{ kV}$ ,放电电流为 $1.0 \text{ mA}$ ;加速电压为 $8 \text{ kV}$ ;检测器高真空为 $2.0 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ ,氦气的压力为 $0.02 \text{ Pa}$ ;Faraday检测器的积分时间为(Integration time) $20 \text{ ms}$ ;Daly检测器的积分时间(Integration time)为 $100 \text{ ms}$ 。

## 2.4 测定方法

在优化的质谱条件下进行辉光放电实验,设定待分析元素,在每个元素质量数处,以预设的扫描点数和积分时间对谱峰进行积分,得到谱峰强度。通过谱峰强度计算元素的未经过校正的表现浓度  $K_X$ 。通常将相对灵敏度 RSF 定义为元素表现浓度 ( $K_X$ ) 和标样中真实浓度 ( $C_X$ ) 比值相一致的一个乘积因子:

$$C_X = \text{RSF}_X \times K_X \quad (1)$$

原则上,一个浓度水平上的单点校准是可以的。但是覆盖较多浓度范围的多点校准结果更可靠,而且可以提供可能存在的检测系统的非线性,或者其它的谱线干扰信息。因此,假定未经过校正的元素的表观浓度和真实浓度之间有线性关系:

$$K_X = aC_X + b \quad (2)$$

从式(1)和(2)可以推导出 RSF 值为线性回归系数  $a$  的倒数<sup>[10, 20]</sup>。

## 3 结果与讨论

### 3.1 质谱干扰

在 VG9000 GD-MS 法测定中,使用高纯氩气作为放电气体,Ar 气中的 C, H, O, N 及基体元素由于多

次放电或聚合,形成多价离子或分子离子,可能干扰被测元素<sup>[21]</sup>。表2中列出了 GD-MS 测量多晶硅过程中可能存在的元素干扰。VG9000 型 GD-MS 在离子化过程中采用液氮预冷却至  $-180\text{ }^\circ\text{C}$ , 显著降低了背景气体离子的干扰,如  $^{38}\text{Ar}^{2+}$  对  $^{19}\text{F}^+$ ,  $^{16}\text{O}_2^+$  对  $^{32}\text{S}^+$ ,  $^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}^+$  对  $^{52}\text{Cr}^+$  产生的干扰等。为了较好排除干扰,在分析检测过程中需要对具有多个同位素的元素进行同位素选择,如  $^{40}\text{Ar}^{4+}$  (丰度 99.6%,下同) 对  $^{10}\text{B}^+$  (19.9%),  $^{36}\text{Ar}$  (0.34%)  $^1\text{H}^+$  (99.9%) 对  $^{37}\text{Cl}^+$  (24.2%) 的干扰,选择  $^{11}\text{B}$  (80.1%) 和  $^{35}\text{Cl}$  (75.8%) 可以避免此类干扰。

### 3.2 GD-MS 分析关键掺杂元素

选取待测定的 B, P, Mg, Al 等 20 种元素,对 5 个标准样品进行分析检测。每个样品在稳定放电条件下预溅射 60 min,以消除表面污染;对每个样品重复检测 5 次,检测面积约为  $8\text{ mm} \times 8\text{ mm}$ ,得到较好的重复性,取其平均值作为其表现浓度(即未经过校正的浓度)。GD-MS 检测区域如图 1a 所示。

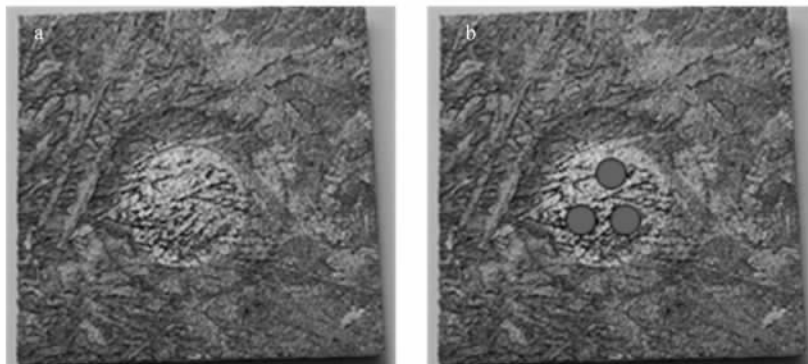


图1 辉光放电质谱(a)和二次离子质谱(b)测试区域

Fig. 1 Area detected by GD-MS (a) and secondary ion mass spectrometry (SI-MS) (b)

### 3.3 SI-MS 定量分析关键掺杂元素

表2 GD-MS 法分析多晶硅可能存在的元素干扰  
Table 2 Interference of different elements in polysilicon detected by GD-MS

待测元素 Elements to be analyzed	可能产生干扰的离子 Ions of interference
$^{19}\text{F}^+$	$^{38}\text{Ar}^{2+}$
$^{31}\text{P}^+$	$^{30}\text{Si}^1\text{H}^+$
$^{32}\text{S}^+$	$^{16}\text{O}_2^+$
$^{37}\text{Cl}^+$	$^{36}\text{Ar}^1\text{H}^+$
$^{48}\text{Ti}^+$	$^{28}\text{Si}^{16}\text{O}^1\text{H}_2^+$
$^{52}\text{Cr}^+$	$^{36}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ 和 $^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}^+$
$^{56}\text{Fe}^+$	$^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ 和 $^{28}\text{Si}_2^+$
$^{57}\text{Fe}^+$	$^{28}\text{Si}^{29}\text{Si}^+$
$^{59}\text{Co}^+$	$^{30}\text{Si}^{29}\text{Si}^+$

将经过 GD-MS 检测的 5 个多晶硅标准样品进行 SI-MS 分析,在经过 GD-MS 检测的区域内选取 3 个点(300  $\mu\text{m}$   $\times$  300  $\mu\text{m}$ ) 进行分析,具体位置选择如图 1b 所示。GD-MS 与 SIMS 两种检测方法对每个样品选取相同的区域进行检测。SIMS 检测时采用标准样品进行定量校正,对每个样品选取 3 个点,每个点重复检测 5 次,取其平均值作为其标准浓度。SIMS 对 B 和 P 两个典型的掺杂元素有较好的准确性和精密度,检出限分别可达到 0.001 和 0.002  $\mu\text{g/g}$ 。但对 Fe、Co、Ni 等杂质元素的响应度低,难以给出其准确含量。表 3 列出了样品中掺杂 B 和 P 含量的理论值以及 GD-MS 和 SIMS 的检测值。

表 3 GD-MS 和 SIMS 检测多晶硅标准样品中关键掺杂元素 B 和 P 的含量  
Table 3 Concentration of B and P in standard poly-silicon detected by GD-MS and SI-MS

样品 Sample	含量 Content ( $\mu\text{g/g}$ )					
	B <sub>nominal</sub>	B <sub>GD-MS</sub>	B <sub>SIMS</sub>	P <sub>nominal</sub>	P <sub>GD-MS</sub>	P <sub>SIMS</sub>
1 <sup>#</sup>	3.10	3.46 $\pm$ 8%	2.42 $\pm$ 0.2%	4.50	2.77 $\pm$ 5%	3.98 $\pm$ 3%
2 <sup>#</sup>	25.0	26.0 $\pm$ 4%	19.8 $\pm$ 1%	5.0	2.94 $\pm$ 7%	4.35 $\pm$ 3%
3 <sup>#</sup>	10.0	10.6 $\pm$ 7%	8.49 $\pm$ 3%	30.0	29.9 $\pm$ 7%	31.6 $\pm$ 0.5%
4 <sup>#</sup>	3.0	3.42 $\pm$ 5%	1.33 $\pm$ 1%	6.10	3.34 $\pm$ 8%	5.25 $\pm$ 1%
5 <sup>#</sup>	5.50	6.60 $\pm$ 8%	4.09 $\pm$ 1%	20.0	14.6 $\pm$ 9%	19.5 $\pm$ 3%

### 3.4 RSF 值计算

根据公式(2)进行回归分析,B 和 P 两种元素能够得到很好的线性关系(图 2),回归方程分别为  $y_B = 0.799x - 0.776$ ,  $y_P = 1.030x + 1.900$ ,回归系数的倒数即为相对灵敏度因子 RSF 值,分别为 1.20 和 0.97。而 B 和 P 在低合金钢 NBS461 基体中的 RSF 值(换算成以  $\text{RSF}_{\text{Si}} = 1$  为基准)分别为 1.0 和 1.7。由此可见,如果用此 RSF 值对多晶硅中的 B 和 P 的浓度进行校正,所得定量分析结果有偏差;采用 GD-MS 测定的 RSF 值进行校正,更有利于得到多晶硅中 B 和 P 的准确含量。

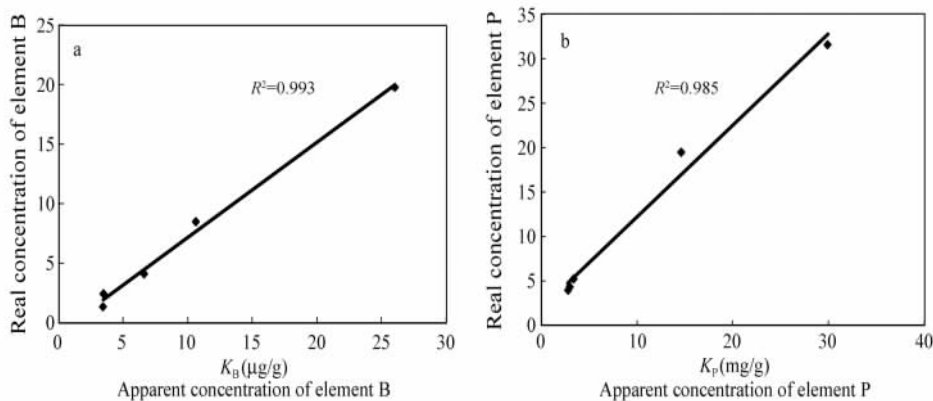


图 2 多点法测定 B (a) 和 P (b) 相对灵敏度因子(元素的校准曲线)

Fig. 2 Calibration curve for detecting RSF values of elements B (a) and P (b) by multipoint-method

### 3.5 影响 RSF 值的因素

影响被测元素 RSF 值的因素很多,诸如基体效应、仪器本身的设计特性、离子源几何参数(包括阴极尺寸、形状、样品与阳极的距离等)、放电参数(放电电压、放电电流)及元素的浓度范围等。其中,最重要的是样品的基体组成对 RSF 值的影响。在不同基体中,由于被测原子所处的化学键环境不同,在原子化和离子化过程中周围环境也会发生变化,对 RSF 值产生的影响程度不同。如以  $\text{RSF}_{\text{Si}} = 1$  计算,得 P 元素在 Al、Fe、Zr、Cu 等基体中的 RSF 值分别为 1.6、1.1、1.3 和 2.0<sup>[12]</sup>。所以用 GD-MS 进行定量分析时,采用标准样品校正方法,以获得元素在不同基体中准确的 RSF 值,并用以进行定量分析是很有必要的。

### 3.6 多晶硅中其它杂质元素的测定

采用 GD-MS 对 3<sup>#</sup> 多晶硅标准样品中其它 18 种元素进行分析,测到其表观含量(表 4)。表 4 中的元素都能够排除干扰元素,并能够得到半定量值,一般足以作为多晶硅分析中杂质含量的判定。但由于 SIMS 对这些元素的响应度低或重现性差,无法给出其准确浓度值,无法对其 RSF 值进行计算,需要寻

找其它的检测方法,如 ICP-MS, XRF, 对标准多晶硅样品中的杂质元素含量进行定值, 测量出更多元素的 RSF 值。可以预见, 一旦通过多种方法确定这些杂质元素的准确 RSF 值, 就可通过辉光放电质谱一次性定量分析多种元素, 测试方便, 结果准确, 并且定量分析的浓度下限可以达到  $10^{-6}$  级, 甚至更低, 这对多晶硅的定量检测分析具有重要意义。

表4 dc-GD-MS 测定 3# 多晶硅样品中杂质元素的表现浓度

Table 4 Apparent concentrations of 18 elements in the third poly-silicon detected by GD-MS

元素 Elements	同位素 Isotopes	含量 Content ( $\mu\text{g/g}$ )	元素 Elements	同位素 Isotopes	含量 Content ( $\mu\text{g/g}$ )	元素 Elements	同位素 Isotopes	含量 Content ( $\mu\text{g/g}$ )
F	19	175	Ti	48	314	Cu	63	1.59
Na	23	3.21	V	51	15.0	Ga	69, 71	0.32
Mg	24	0.45	Cr	52	6.65	As	75	0.27
Al	27	129	Mn	55	2.49	Rb	85	3.30
S	32	0.74	Fe	54, 56	144	Sr	88	0.60
Cl	35	8.02	Co	59	0.41	Zr	90	6.32

## References

- LIANG Wen-Jun. *Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory*, **2002**, 19(2): 241 ~ 243  
梁文君. 光谱实验室, **2002**, 19(2): 241 ~ 243
- BU Xin-Ping. *Chemical Industry*, **2008**, 26(7): 32 ~ 41  
卜新平. 化学工业, **2008**, 26(7): 32 ~ 41
- Geerligs L J, Manshanden P, Wyers G P, Øvrelied E J, Raanes O S, Waernes A N, Wiersma B. *Proceedings of 20th EU-PVSEC*, **2005**: 619 ~ 622
- Istratov A A, Buonassisi T, Pickett M D, Heuer M, Weber E R. *Materials Science and Engineering B*, **2006**, 134(2-3): 282 ~ 286
- CHEN Chao. *Advanced Material Industry*, **2008**, 6: 16 ~ 17  
陈朝. 新材料产业, **2008**, 6: 16 ~ 17
- Taddia M. *Anal. Chim. Acta*, **1982**, 142(10): 333 ~ 338
- Rostam-Khani P, Hopstaken M J P, Vullings P, Noij G, O'Halloran O, Claassen W. *Applied Surface Science*, **2004**, 231-232: 720 ~ 724
- Rostam-Khani P, Philipsen J, Jansen E, Eberhard H, Vullings P. *Applied Surface Science*, **2006**, 252(19): 7255 ~ 7257
- HANG Wei, YANG Cheng-Long, SU Yong-Xuan, YANG Peng-Yuan, WANG Xiao-Ru, HUANG Ben-Li. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, **1996**, 17(2): 8 ~ 14  
杭伟 杨成隆 苏永选 杨芑原 王小如 黄本立. 质谱学报, **1996**, 17(2): 8 ~ 14
- LIU Wei-De. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, **1996**, 17(3): 6 ~ 17  
刘威德. 质谱学报, **1996**, 17(3): 6 ~ 17
- Hoffmann V, Kasik M, Robinson P K, Venzago C. *Anal. Bioanal. Chem.*, **2005**, 381(1): 173 ~ 188
- Venzago C, Ohanessian-Pierrard L, Kasik M, Collisi U, Baude S. *J. Anal. At. Spectrom.*, **1998**, 13(3): 189 ~ 193
- Feng X B, Horlick G. *J. Anal. Atom. Spectrom.*, **1994**, 9(8): 823 ~ 831
- TANG Li-Bin, RONG Bai-Lian, JI Rong-Bin. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, **2004**, 25(Suppl.): 17 ~ 18  
唐利斌 荣百炼 姬荣斌. 质谱学报, **2004**, 25(Suppl.): 17 ~ 18
- Siqin BILIGE, QIAN Rong, ZHUO Shang-Jun, GAN Fu-Xi. *Chinese J. Chem.*, **2011**, 29(6): 1251 ~ 1255  
斯琴毕力格 钱荣 卓尚军 干福熹. 中国化学, **2011**, 29(6): 1251 ~ 1255
- CHEN Gang, GE Ai-Jing, ZHUO Shang-Jun, WANG Pei-Ling. *Chinese J. Anal. Chem.*, **2004**, 32(1): 107 ~ 112  
陈刚 葛爱景 卓尚军 王佩玲. 分析化学, **2004**, 32(1): 107 ~ 112
- QIAN Rong, Siqin BILIGE, ZHUO Shang-Jun, SHEN Ru-Xiang, SHENG Cheng, GAN Fu-Xi. *Chinese J. Anal. Chem.*, **2011**, 39(5): 700 ~ 704  
钱荣 斯琴毕力格 卓尚军 申如香 盛成 干福熹. 分析化学, **2011**, 39(5): 700 ~ 704
- CHEN Gang, GE Ai-Jing, ZHUO Shang-Jun, WANG Pei-Ling. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, **2007**, 28

(1): 36 ~ 39

陈 刚, 葛爱景, 卓尚军, 王佩玲. 质谱学报, 2007, 28(1): 36 ~ 39

19 ZHAO Mo-Tian, CAO Yong-Ming, CHEN Gang, JIANG Shan. *Introduction of Inorganic Mass Spectrometry*. Beijing: Chemical Industry Press, 2006

赵墨田, 曹永明, 陈 刚, 姜 山. 无机质谱概论. 北京: 化学工业出版社, 2006

20 Marisa D S, Anne L D, Joachim H, Lars A. *Spectrochimica Acta Part B*, 2011, 66(2): 144 ~ 148

21 PU Chao-Guang, ZHANG Zhen, XIAO Shao-Ze, CHEN Yun-Chao. *Yunnan Metallurgy*, 1997, 26(4): 56 ~ 58

普朝光, 张 震, 肖绍泽, 陈云超. 云南冶金, 1997, 26(4): 56 ~ 58

## Determination of Relative Sensitivity Factors of Impurities in Poly-Silicon by Direct Current Glow Discharge Mass Spectrometry

LIU Jie<sup>1, 2</sup>, QIAN Rong<sup>\* 2</sup>, SIQIN Bilige<sup>3</sup>, ZHUO Shang-Jun<sup>2</sup>, HE Pin-Gang<sup>1</sup>

<sup>1</sup>(Department of Chemistry, East China Normal University, Shanghai 200062)

<sup>2</sup>(Shanghai Mass Spectrometry Center, Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050)

<sup>3</sup>(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

**Abstract** This paper mainly describes the determination of relative sensitivity factors (RSF) of the key impurities in poly-silicon by direct current glow discharge mass spectrometry (dc-GD-MS). Appropriate content of non-standard poly-silicon samples was molten in furnace under argon atmosphere and cast to ingot. Prior to casting, the B and P key impurities were added to the silicon melt in the range of 1 – 30  $\mu\text{g/g}$ . Then a series of standard samples were made for the flat cell analysis (20 mm  $\times$  20 mm  $\times$  2 mm). The accurate concentrations of the key impurity in these standard samples were determined by secondary ion mass spectrometry (SIMS) analysis. The key impurities of standard samples were also detected by GD-MS to get the ion intensity and the uncorrected concentration under optimized conditions. The relative sensitivity factors (RSF) of key impurities were calculated by the experimental formula and standard curve method.

**Keywords** Glow discharge-mass spectrometry; Poly-silicon; Impurities; Relative sensitivity factor

(Received 20 June 2011; accepted 1 September 2011)

## 冶金仪器分析技术与应用 ( ISBN 978-7-122-08815-4 )

该书阐述了目前冶金行业常用的各种仪器分析方法, 包括紫外和可见分光光度法、原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、原子发射光谱法、X 射线荧光光谱法、金属中碳硫氧氮氢的分析方法、电化学分析法等常用仪器分析方法以及冶金标准物质(样品)。全面介绍了各种常用仪器的基本原理、仪器组成、分析方法、仪器的使用与维护、应用实例。其中, 应用实例部分作为本书的重点与特色之一, 是综合考虑冶金原辅材料、成品、半成品的化学组成的分析技术, 选取了一些有代表性的分析实例; 同时, 在每个实例后, 又增加了附注, 包括实际操作过程中可能遇到问题的解决以及操作注意事项, 这些都是多年实际工作经验的总结。该书可作为冶金行业操作人员的培训教材, 指导操作人员进行日常分析操作, 解决具体工作中遇到的疑难问题; 也可以作为专业技术人员进行基础研究的参考资料。

该书由化学工业出版社出版, 王立新 主编, 定价 88.0 元。