

有色金属工业分析丛书

高纯金属和半导体
材料分析

· 8 ·

有色金属工业分析丛书》

编辑委员会 编



有色金属工业分析丛书

《现代分析化学基础》

《地质和地球化学物料分析》

《重金属冶金分析》

《轻金属冶金分析》

《贵金属分析》

《难熔金属和稀散金属冶金分析》

《稀土分析》

《高纯金属和半导体材料分析》

《矿石和工业产品化学物相分析》

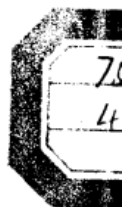
ISBN 7-5024-1726-5



9 787502 417260 >

ISBN 7-5024-1726-5

TG · 202 定价16.00元



75.715
4078

有色金属工业分析丛书 8

高纯金属 和半导体材料分析

《有色金属工业分析丛书》

编辑委员会 编

冶金工业出版社

内 容 提 要

《高纯金属和半导体材料分析》是《有色金属工业分析丛书》之一。该书讨论了痕量分析中的基本问题,概括介绍了高纯材料中痕量杂质元素的分离与富集方法,全面地阐述了硅、锗、砷化镓、磷化镓等半导体材料和 $4N\sim 6N$ 的镓、铟、铊、磷、砷、锑、铋、锌、镉、汞、硫、硒、碲、铅、锡、金、银以及辅助材料(如石墨、试剂等)的分析方法,其中包括原子发射光谱法、原子吸收光谱法、吸光光度法、电化学分析法、中子活化分析法、质谱法等实用方法以及痕量分析的新技术。

该书可供冶金、电子、化工、原子能系统的科研、工厂等单位广大分析检验人员使用,也可供高等院校、中等专业学校师生参考。

有色金属工业分析丛书 8

高纯金属和半导体材料分析

《有色金属工业分析丛书》编辑委员会 编

责任编辑 刘永琴

*

冶金工业出版社出版发行

(北京北河沿大街葛城院北巷 39 号)

新华书店总店科技发行所经销

北京昌平百善印刷厂印刷

*

850×1168 1/32 印张 12 字数 322 千字

1995 年 11 月第一版 1995 年 11 月第一版印刷

印数 1~1200 册

ISBN 7-5024-1726-5

TG·202 定价 16.00 元

《有色金属工业分析丛书》

编辑委员会

主任委员

王道隆

副主任委员

(按姓氏笔划为序)

丁长兴 王家洪 朱子长 张凤兮

杨邦俊 秦光荣 翁吉生 符斌

委员

(按姓氏笔划为序)

丁官忠 于广聪 王守成 王履宏

刘文华 邬安华 苏德 吴永福

陆世鑫 李昌世 张志龙 张宝琦

张惠斌 林庆权 赵多仲 赵敏政

夏汉祥 郭采文 徐金华 常发现

龚美菱 裴立奋 蔡绍勤 薛潮明

本册主编

蔡绍勤

副主编

李昌世 王新

编写人员

(按姓氏笔划为序)

丁官忠 王新 刘玉龙 李昌世

周云鹿 周淑君 周国威 蔡绍勤

编 者 的 话

建国 40 多年来,我国有色金属工业有了突飞猛进的发展。分析测试工作在有色金属工业生产中是一个不可缺少的环节,它对有色金属工业的生产、科研、产品质量的提高都起着重要的作用。目前,有色金属工业分析专业门类齐全,仪器设备先进,拥有一支技术水平较高的专业队伍,实现了现代化管理,在全国分析行业中享有一定的声誉。

为了系统总结有色金属工业分析在理论和实际工作中的成就和经验,进一步提高本行业的分析测试水平以适应我国有色金属工业的发展,在中国有色金属工业总公司科技局的支持和领导下,由有色金属分析化学科技协作组和有色金属分析情报网共同筹划,组成了编辑委员会,负责组织《有色金属工业分析丛书》的编写工作。《丛书》的编写以先进性与实用性相结合为指导思想,力求反映出我国有色金属工业分析的特色和技术水平。由于有色金属产品种类繁多,《丛书》基本按分析对象分类,每本书又各具特色,内容丰富,既有简明的理论阐述,又有实用方法介绍;既有经典化学分析方法,又有现代仪器分析方法,可作为分析测试人员的实用工具书。

《丛书》共九种:

- 1 现代分析化学基础
- 2 地质和地球化学物料分析
- 3 重金属冶金分析
- 4 轻金属冶金分析
- 5 贵金属分析
- 6 难熔金属和稀散金属冶金分析
- 7 稀土分析
- 8 高纯金属和半导体材料分析
- 9 矿石和工业产品化学物相分析

《丛书》在编写过程中,得到了中国有色金属工业总公司、沈阳冶炼厂、株洲冶炼厂、白银有色金属公司、金川有色金属公司、云南锡业公司、郑州铝厂、葫芦岛锌厂、株洲硬质合金厂、北京有色金属研究总院、北京矿冶研究总院、中国有色金属工业总公司矿产地质研究院、广州有色金属研究院、郑州轻金属研究院、昆明贵金属研究所、西北有色金属研究院、西北有色金属地质研究所、湖南稀土金属材料研究所、峨眉半导体材料研究所、跃龙化工厂、上海有色金属研究所和中南工业大学等部门的领导和广大分析工作者的积极支持,在此表示致谢。

《丛书》中的《高纯金属和半导体材料分析》共分24章。书中讨论了痕量分析中的一些普遍性的问题,介绍了高纯材料中痕量杂质的分离与富集方法,全面阐述了硅、锗、砷化镓等半导体材料和4N~6N镓、铟、铊、磷、砷、锑、铋、锌、镉、汞、硫、硒、碲、铅、锡、金、银以及高纯石墨、高纯试剂中痕量杂质的实用分析方法。

《有色金属工业分析丛书》编辑委员会

1990年11月

目 录

1 概论	1
1.1 高纯材料的纯度与监测	1
1.1.1 高纯材料的纯度与痕量特性	2
1.1.2 痕量元素的分析方法	2
1.2 痕量分析的基本问题	12
1.2.1 痕量分析的含量范围	13
1.2.2 痕量分析的检出限、测定限、灵敏度	13
1.2.3 痕量分析的准确度、精密度	16
1.2.4 痕量分析的空白值	18
1.2.5 稀溶液的稳定性	19
1.3 痕量元素分析的玷污控制	20
1.3.1 大气的污染	20
1.3.2 器具和容器的污染	23
1.3.3 试剂的污染	26
1.3.4 痕量分析操作中的污染和损失	28
参考文献	34
2 痕量元素分析的分离与富集技术	36
2.1 高纯分析中痕量元素的分离与富集	36
2.2 分离与富集方法的主要参数	37
2.2.1 待测痕量元素的回收率	37
2.2.2 富集系数	38
2.3 高纯材料痕量分析的分离与富集方法	38
2.3.1 气化挥发法	39
2.3.2 溶剂萃取	43
2.3.3 选择性溶解	49
2.3.4 电化学法	51

2.3.5 沉淀法	54
2.3.6 吸附和离子交换分离	57
2.3.7 萃取色谱法	61
参考文献	63
3 硅及其化合物的分析	67
3.1 硅及其化合物的分析化学特性	67
3.2 硅材料的纯度监测	68
3.3 硅及其化合物的分析方法	70
3.3.1 多晶硅生产过程的控制分析	70
3.3.2 单晶硅体材料分析	72
3.3.3 硅表面剥层分析	76
3.4 中子活化分析法测定半导体硅材料中痕量杂质	78
3.5 放射化学分离-中子活化分析法测定半导体硅 材料中铜和砷	79
3.6 放射化学分离-中子活化分析法测定半导体硅 材料中磷	80
3.7 α 粒子活化分析法测定半导体硅材料中氧	81
3.8 氘子活化分析法测定半导体硅材料中碳	82
3.9 火花源质谱法测定硅、锗及 A^+B^+ 化合物半导体 中痕量杂质	83
3.10 挥发-原子发射光谱法测定三氯氢硅中 痕量杂质	84
3.11 部分水解、挥发-原子发射光谱法测定三氯氢 硅和四氯化硅中痕量杂质	86
3.12 挥发-原子发射光谱法测定三氯氢硅和四氯化硅 中痕量硼	86
3.13 挥发-原子发射光谱法测定高纯硅和二氧化硅 中痕量杂质	87
3.14 石墨炉原子吸收光谱法测定高纯硅和二氧化硅 中痕量杂质	88

3.15 石墨炉原子吸收光谱法测定四氯化硅中 痕量杂质	89
3.16 高温氢还原-气相色谱法测定三氯氢硅和四 氯化硅中总磷	89
3.17 苯基荧光酮吸光光度法间接测定三氯氢硅和 四氯化硅中痕量磷	91
参考文献	92
4 锗及其化合物的分析	94
4.1 锗及其化合物的分析化学特性	94
4.2 锗材料的纯度监测	96
4.3 高纯锗及其化合物的分析方法	96
4.4 中子活化分析法测定高纯锗中痕量杂质	100
4.5 α 粒子活化分析法测定高纯锗中氧	101
4.6 挥发-原子发射光谱法测定高纯二氧化锗中 痕量杂质	101
4.7 挥发-原子发射光谱法测定高纯四氯化锗中 痕量杂质	102
4.8 挥发-原子发射光谱法测定高纯锗中痕量杂质	103
4.9 石墨炉原子吸收光谱法测定二氧化锗和四氯化锗 中痕量砷	103
4.10 硅钼蓝吸光光度法测定二氧化锗中痕量硅	104
4.11 硫氰酸汞吸光光度法测定二氧化锗中氯	105
参考文献	105
5 A^{III}B^V 化合物半导体材料的分析	107
5.1 A ^{III} B ^V 化合物半导体中痕量杂质的电学行为	107
5.2 A ^{III} B ^V 化合物半导体的分析方法	108
5.2.1 A ^{III} B ^V 化合物半导体的体材料分析	108
5.2.2 A ^{III} B ^V 化合物半导体的剥层分析	113
5.2.3 A ^{III} B ^V 化合物的化学计量比测定	115
5.3 分离基体-原子发射光谱法测定砷化镓中	

痕量杂质	115
5.4 萃取杂质-原子发射光谱法测定磷化镓中 痕量杂质	116
5.5 萃取基体-原子发射光谱法测定磷化镓中 痕量杂质	117
5.6 萃取杂质-原子发射光谱法测定磷化镓中 镓、铟、铊和金	118
5.7 石墨炉原子吸收光谱法测定砷化镓中痕量杂质	119
5.8 硅钼蓝吸光光度法测定砷化镓中痕量硅	120
5.9 催化极谱法测定高纯铊化镓中痕量碲	120
5.10 石墨炉原子吸收光谱法测定磷化镓中痕量铁	121
5.11 石墨炉原子吸收光谱法测定砷化镓单晶 中掺杂镓	122
5.12 中子活化分析法测定砷化镓中硅	122
5.13 质子活化分析法测定砷化镓中氧	123
参考文献	124
6 高纯镓的分析	127
6.1 镓及其重要化合物的分析化学特性	127
6.2 高纯镓中杂质的分离与富集	129
6.3 高纯镓的分析方法	130
6.4 萃取-原子发射光谱法测定高纯镓中痕量杂质	134
6.5 基体部分溶解-原子发射光谱法测定高纯镓中 铅、镍、锡、铜、钴、铋、银和镉	135
6.6 4,7 二苯基-邻菲罗啉吸光光度法测定高纯镓 中痕量铁	136
6.7 硅钼蓝吸光光度法测定高纯镓中痕量硅	137
6.8 石墨炉原子吸收光谱法测定高纯镓中痕量钠	138
6.9 石墨炉原子吸收光谱法测定高纯镓中痕量杂质	138
6.10 冷原子吸收光谱法测定高纯镓中痕量汞	140
6.11 选择性溶解-石墨炉原子吸收光谱法测定高纯	

镱中痕量铟	141
6.12 氢化物发生-原子吸收光谱法测定镱中痕量铟	141
6.13 还原蒸馏-极谱法测定高纯镱中痕量硫	142
6.14 极谱法测定高纯镱中痕量硒和碲	143
6.15 苯基荧光酮吸光光度法测定镱中铈	143
6.16 乙基紫吸光光度法测定镱中铈	144
6.17 中子活化分析法测定高纯镱中痕量杂质	145
6.18 火花源质谱法测定高纯镱中痕量杂质	145
参考文献	146
7 高纯铟的分析	148
7.1 铟及其化合物的分析化学特性	148
7.2 高纯铟中杂质的分离与富集	149
7.3 高纯铟的分析方法	150
7.4 萃取-原子发射光谱法测定高纯铟中痕量杂质	154
7.5 萃取-原子发射光谱法测定高纯铟中铁、镱、 铟和铟	154
7.6 石墨炉原子吸收光谱法测定高纯铟中银、镉、 钴、铬、铜、铁、锰和镍	155
7.7 铜试剂银盐吸光光度法测定高纯铟中砷	156
7.8 还原蒸馏-极谱法测定高纯铟中硫	157
7.9 苯基荧光酮吸光光度法测定高纯铟中痕量锡	159
7.10 硅钼蓝吸光光度法测定高纯铟中痕量硅	160
7.11 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定 高纯铟中硅	160
7.12 催化极谱法测定高纯铟中碲	161
参考文献	161
8 高纯铊的分析	163
8.1 铊及其化合物的分析化学特性	163
8.2 高纯铊中杂质的分离与富集	163
8.3 高纯铊的分析方法	165

8.4	萃取-原子发射光谱法测定高纯铈中痕量杂质	166
8.5	离子交换分离-电感耦合等离子体原子发射光谱法 测定高纯铈中痕量杂质	167
8.6	蒸馏-原子发射光谱法测定高纯铈中痕量杂质	168
8.7	原子发射光谱法测定纯铈中痕量杂质	169
8.8	磷钼蓝吸光光度法测定高纯铈中痕量磷	169
	参考文献	170
9	高纯磷的分析	171
9.1	磷及其化合物的分析化学特性	171
9.2	高纯磷中杂质的分离与富集	172
9.3	高纯磷的分析方法	172
9.4	氯化分离-原子发射光谱法测定高纯磷 中痕量杂质	175
9.5	萃取-原子发射光谱法测定高纯磷中痕量杂质	176
9.6	还原蒸馏-极谱法测定高纯磷中痕量硫	176
9.7	示波极谱法测定高纯磷中硒	177
9.8	示波极谱法测定高纯磷中碲	178
9.9	阳极溶出伏安法测定三氯化磷中铜、铅、镉和锌	178
9.10	极谱法测定三氯化磷和高纯磷中铜、铅和铁	179
9.11	蒸馏-硅钼蓝吸光光度法测定高纯磷中硅	179
9.12	二硫代安替比林甲烷吸光光度法测定黄磷中砷	180
	参考文献	181
10	高纯砷的分析	183
10.1	砷及其化合物的分析化学特性	183
10.2	高纯砷中杂质的分离与富集	184
10.3	高纯砷的分析方法	185
10.4	氯化分离-原子发射光谱法测定高纯砷中 痕量杂质	189
10.5	溴化分离-原子发射光谱法测定高纯砷中 痕量杂质	190

10.6	石墨炉原子吸收光谱法测定高纯砷中痕量杂质	191
10.7	还原蒸馏-极谱法测定高纯砷中痕量硫	191
10.8	示波极谱法测定高纯砷中硒	192
10.9	极谱法测定高纯砷中碲	192
10.10	溶出伏安法测定高纯砷中铈	193
10.11	孔雀绿吸光光度法测定高纯砷中铋	194
10.12	气相色谱法测定高纯砷中碳	194
	参考文献	196
11	高纯铋的分析	199
11.1	铋及其化合物的分析化学特性	199
11.2	高纯铋中杂质的分离与富集	200
11.3	高纯铋的分析方法	201
11.4	氯化分离-原子发射光谱法测定高纯铋 中痕量杂质	205
11.5	萃取-原子发射光谱法测定高纯铋中痕量杂质	205
11.6	还原蒸馏-极谱法测定高纯铋中硫	206
11.7	催化极谱法测定高纯铋中碲	207
11.8	共沉淀分离-极谱法测定高纯铋中碲	208
11.9	蒸馏-铜试剂银盐吸光光度法测定高纯铋中砷	209
11.10	气相色谱法测定高纯铋中碳	209
	参考文献	209
12	高纯铊的分析	212
12.1	铊及其化合物的分析化学特性	212
12.2	高纯铊中杂质的分离与富集	213
12.3	高纯铊的分析方法	214
12.4	挥发-原子发射光谱法测定高纯铊中痕量杂质	215
12.5	萃取-原子发射光谱法测定高纯铊中痕量杂质	216
12.6	挥发-原子发射光谱法测定高纯氧化铊中 痕量杂质	217
12.7	原子吸收光谱法测定纯铊中铅和锌	217

12.8	孔雀绿吸光光度法测定高纯铋中铟	218
12.9	铜试剂银盐吸光光度法测定纯铋中砷	218
12.10	硫氰酸汞吸光光度法测定纯铋中氯	219
12.11	示波极谱法测定高纯铋中碲	219
	参考文献	221
13	高纯铟的分析	222
13.1	铟及其化合物的分析化学特性	222
13.2	高纯铟中杂质的分离与富集	222
13.3	高纯铟的分析方法	225
13.4	减压蒸馏-原子发射光谱法测定高纯铟中痕量杂质	229
13.5	载体共沉淀-原子发射光谱法测定高纯铟中痕量杂质	230
13.6	阳极溶出伏安法测定高纯铟中镉、铅、铜和铋	230
13.7	催化极谱法测定高纯铟中铅和镉	231
13.8	苯基荧光酮吸光光度法测定高纯铟中锡	232
	参考文献	232
14	高纯镉的分析	235
14.1	镉及其化合物的分析化学特性	235
14.2	高纯镉中杂质的分离与富集	235
14.3	高纯镉的分析方法	237
14.4	减压蒸馏-原子发射光谱法测定高纯镉中痕量杂质	240
14.5	载体共沉淀-原子发射光谱法测定高纯镉中痕量杂质	240
14.6	共沉淀-原子吸收光谱法测定高纯镉中铅	241
14.7	水杨基荧光酮吸光光度法测定高纯镉中锡	242
14.8	孔雀绿吸光光度法测定高纯镉中铟	242
	参考文献	243
15	高纯汞的分析	245

15.1	汞及其化合物的分析化学特性	245
15.2	高纯汞中杂质的分离与富集	246
15.3	高纯汞的分析方法	246
15.4	减压蒸馏-原子发射光谱法测定高纯汞中 痕量杂质	248
15.5	还原-原子发射光谱法测定高纯汞中痕量杂质	249
15.6	减压蒸馏-原子吸收光谱法测定高纯汞中 钠和钾	249
15.7	减压蒸馏-阳极溶出伏安法测定高纯汞中 铅和镉	250
	参考文献	250
16	高纯硫的分析	252
16.1	硫及其化合物的分析化学特性	252
16.2	高纯硫中杂质的分离与富集	252
16.3	高纯硫的分析方法	253
16.4	减压蒸馏-原子发射光谱法测定高纯硫中 痕量杂质	254
16.5	燃烧-原子发射光谱法测定高纯硫中痕量杂质	254
16.6	燃烧-硅钼蓝吸光光度法测定高纯硫中硅	255
16.7	硒试剂吸光光度法测定高纯硫中硒	255
16.8	铜试剂银盐吸光光度法测定高纯硫中砷	256
	参考文献	257
17	高纯硒的分析	258
17.1	硒及其化合物的分析化学特性	258
17.2	高纯硒中杂质的分离与富集	259
17.3	高纯硒的分析方法	260
17.4	蒸发-原子发射光谱法测定高纯硒中痕量杂质	263
17.5	萃取-原子发射光谱法测定高纯硒中痕量杂质	263
17.6	石墨炉原子吸收光谱法测定高纯硒中痕量杂质	264
17.7	原子吸收光谱法测定高纯硒中镁、铜、铁和镍	265

17.8	硅钼蓝吸光光度法测定高纯硒中硅	265
17.9	丁基罗丹明 B 吸光光度法测定高纯硒中汞	267
17.10	砷钼蓝吸光光度法测定高纯硒中砷	268
17.11	还原蒸馏-吸光光度法测定高纯硒中硫	268
17.12	硫氰酸汞吸光光度法测定高纯硒中氯	269
17.13	示波极谱法测定高纯硒中碲	270
	参考文献	271
18	高纯碲的分析	272
18.1	碲及其化合物的分析化学特性	272
18.2	高纯碲中杂质的分离与富集	273
18.3	高纯碲的分析方法	275
18.4	氯化分离-原子发射光谱法测定高纯碲 中痕量杂质	277
18.5	减压蒸馏-原子发射光谱法测定高纯碲 中痕量杂质	278
18.6	示波极谱法测定高纯碲中硒	279
18.7	砷钼蓝吸光光度法测定高纯碲中砷	280
18.8	萃取滴定法测定高纯碲中锌	280
18.9	铬天青 S 吸光光度法测定纯碲中铝	281
18.10	邻菲罗啉吸光光度法测定纯碲中铁	282
18.11	原子吸收光谱法测定纯碲中镁和钠	283
18.12	还原蒸馏-极谱法测定高纯碲中硫	283
	参考文献	283
19	高纯铅的分析	285
19.1	铅及其化合物的分析化学特性	285
19.2	高纯铅中杂质的分离与富集	286
19.3	高纯铅的分析方法	287
19.4	沉淀-原子发射光谱法测定高纯铅中痕量杂质	291
19.5	结晶分离-原子发射光谱法测定高纯铅中 痕量杂质	292