

T/CWDPA

团 体 标 准

T/CWDPA XXX—XXXX

电子级磷酸三乙酯

Triethyl phosphate of electronic grade

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国西部开发促进会 发 布

目 次

前 言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 技术要求 1

 4.1 外观与色度 错误！未定义书签。

 4.2 有机纯度 错误！未定义书签。

 4.3 无机纯度 错误！未定义书签。

 4.4 痕量金属杂质限值 2

 4.5 水分含量 错误！未定义书签。

 4.6 无机氯离子杂质 错误！未定义书签。

 4.7 闪点性能 错误！未定义书签。

5 试验方法 2

 5.1 一般规定 2

 5.2 外观和色度试验 2

 5.3 有机纯度试验 3

 5.4 无机纯度试验 3

 5.5 金属杂质试验 3

 5.6 水分含量试验 3

 5.7 氯离子含量试验 3

 5.8 闪点性能试验 4

6 检验规则 4

 6.1 检验分类 4

 6.2 组批规则 4

 6.3 判定 4

7 标志、包装、运输和贮存 4

 7.1 标志 4

 7.2 包装 4

 7.3 运输 5

 7.4 贮存 5

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。

本文件由中国西部开发促进会提出。

本文件由中国西部开发促进会归口。

本文件起草单位：（报批发布前完善）。

本文件主要起草人：（报批发布前完善）。

电子级磷酸三乙酯

1 范围

本文件规定了电子级磷酸三乙酯的术语和定义、规范性引用文件、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存要求。

本文件适用于集成电路薄膜沉积、光伏电池钝化层制备的电子级磷酸三乙酯。

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 191 包装储运图示标志
GB/T 261 闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法
GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen单位—铂—钴色号)
GB/T 3723—1999 工业用化学产品采样安全通则
GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
GB/T 6680 液体化工产品采样通则
GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 11446.7 电子级水中痕量阴离子的离子色谱测试方法
GB/T 12717—2017 工业用乙酸酯类试验方法
GB 17914 易燃易爆性商品储存养护技术条件
SJ/T 11637—2016 电子化学品 电感耦合等离子体质谱法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

电子级磷酸三乙酯 triethyl phosphate of electronic grade

用于半导体CVD/ALD沉积、光伏磷掺杂薄膜制备的超高纯液态有机磷前驱体。

3.2

无机纯度 inorganic purity

扣除样品中全部金属杂质、无机阴离子杂质后基体物质质量占比，单位质量百分比。

3.3

液体颗粒度 liquid particle count

采用光学液体颗粒仪统计单位体积样品内特定粒径悬浮固体颗粒数量。

4 技术要求

4.1 理化及纯度要求

理化及纯度要求见表1。

表 1 理化及纯度要求

序号	指标项目	技术要求
1	外观与色度	常温常压下产品为完全澄清、无浑浊、无悬浮物、无沉淀的无色透明液体，铂-钴色度≤5APHA；若样品静置后出现絮状物、发黄、分层现象直接判定不合格
2	有机纯度	磷酸三乙酯基体有机纯度质量分数≥99.99%，有机微量杂质总质量分数<0.01%；杂质包含乙醇、磷酸二乙酯、磷酸单乙酯、微量碳类副产物
3	无机纯度	扣除全部金属杂质、无机氯离子后无机总纯度≥99.9999995%，适配先进制程晶圆沉积、HJT高效光伏磷掺杂工艺
4	水分含量	产品游离水分质量分数≤20ppm
5	无机氯离子杂质	样品无机氯离子总含量≤50ppb
6	闪点性能	常温下具备轻微水果特征气味，闪点区间115℃~117℃

4.2 痕量金属杂质限值

所有金属元素最大允许含量应符合表2规定。

表 2 痕量金属杂质限值

序号	元素	I级（集成电路用）最大允许含量/ppb	II级（光伏用）最大允许含量/ppb
1	铝（Al）	0.2	≤1.0
2	锑（Sb）	≤0.1	≤0.1
3	砷（As）	≤1	≤2
4	钡（Ba）、铍（Be）、铋（Bi）、镉（Cd）、铈（Ce）、铬（Cr）、锗（Ge）、铟（In）、铱（Ir）、铌（Nb）、钯（Pd）、铂（Pt）、铼（Re）、铑（Rh）、铷（Rb）、锶（Sr）、钽（Ta）、铊（Tl）、钍（Th）、钨（W）、铀（U）、钒（V）	≤0.05	≤0.05
5	钴（Co）	≤0.15	≤0.3
6	铜（Cu）、镍（Ni）	≤0.5	≤1.0
7	镓（Ga）、金（Au）、锂（Li）、锰（Mn）、钼（Mo）、铅（Pb）、锡（Sn）	≤0.1	≤0.1
8	钙（Ca）	≤1.5	≤5.0
9	铁（Fe）	≤0.3	≤3.0
10	钾（K）	≤0.2	≤1.0
11	镁（Mg）、银（Ag）	≤0.3	≤1.0
12	钠（Na）、锌（Zn）	≤1	≤5.0
13	铪（Hf）、钛（Ti）、锆（Zr）	≤0.2	≤0.5

5 试验方法

5.1 一般规定

- 5.1.1 试验操作按 GB/T 3723—1999 采取安全防护措施，操作人员佩戴护目镜、耐有机溶剂手套等防护用品。
- 5.1.2 除另有说明，使用分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的 EW-I 级水，标准滴定溶液、标准溶液等按 GB/T 602、GB/T 603 制备。
- 5.1.3 试验结果的数值修约与极限判定按 GB/T 8170—2008 修约值比较法试验，每项指标做两次平行试验，取算术平均值为结果，平行偏差符合各项目规定。

5.2 外观和色度试验

外观应按GB/T 12717—2017中3.3的要求进行试验，将试样置于具塞比色管，自然光下目视观察。色度应按GB/T 3143规定的铂—钴色度标准比色法试验，结果以Hazen(哈森)单位表示。

5.3 有机纯度试验

5.3.1 采用气相色谱柱将所测产品中的磷酸三乙酯分离出，并用检测器进行检测。仪器配置及色谱参数规定如下：

- 色谱柱：30 m×0.25 mm×0.25 μm 弱极性毛细管柱；
- 温度：进样口 220 °C，FID 检测器 250 °C；柱温程序：80 °C 保持 2 min，15 °C/min 升至 200 °C，恒温 5 min；
- 载气：高纯氮气，柱流量 1.0 mL/min，分流比 20:1；
- FID 燃气：氢气 30 mL/min，空气 300 mL/min，氮气尾吹 25 mL/min；进样量 0.2 μL。样品经色谱柱分离后由 FID 采集峰信号，采用峰面积归一法计算磷酸三乙酯含量。

5.3.2 采用峰面积或峰高定量，用面积百分比计算分析结果。将干净干燥的 GC 取样瓶和石英滴管送入惰性气氛操作箱中，用滴管取磷酸三乙酯液体约 0.1 mL 于取样瓶中，拧紧瓶盖，拿出手套箱。取样规则与安全应符合 GB/T 3723—1999 和 GB/T 6680 中规定。

5.3.3 用微量进样针将待测样品注入气相色谱仪内，启动后等待谱图完成，以所有组分峰面积总和为 100%，磷酸三乙酯峰面积占总峰面积百分比即为其有机纯度。

5.4 无机纯度试验

5.4.1 采用金属及其他元素的标准溶液进样。记录标准溶液中待测元素在无离子干扰下的最大丰度值的电信号。每种标准溶液至少重复测定三次，直至三次平行测定电信号的相对偏差不大于 3%，取平均值，绘制以待测素的净电信号为纵坐标，以待测元素的含量为横坐标的标准曲线。

5.4.2 将空白溶液与待测溶液以测定标准溶液同样的测定条件进样，记录不同待测元素的净电信号，重复测定至少三次，取有效平行测定平均值。

5.4.3 样品中 ppb 级超痕量金属杂质检测不采用常量分析相对偏差不大于 3% 的判定要求，标准曲线校准点平行测定执行相对偏差不大于 3% 的控制指标。磷酸三乙酯的无机纯度，按式 (2) 计算：

$$\varphi_j = 1 - [(C_j - T_j) \times k] \dots \dots \dots (2)$$

式中：

φ_j ——样品中磷酸三乙酯的无机纯度；

C_j ——样品中被测金属及其他元素的含量；

T_j ——空白对照组中相应金属及其他元素的含量；

k ——样品稀释倍数；

Σ ——样品中所有要求检测的金属及其他元素含量与空白对照组中相应金属及其他元素含量的差总和。

5.5 金属杂质试验

5.5.1 样品前处理优先采用行业通用挥干法开展预处理，操作说明如下：

- 量取定量待测磷酸三乙酯样品置于洁净聚四氟乙烯坩埚内；
- 在无尘超净环境下低温缓慢加热，匀速挥发去除有机基体；
- 基体完全挥发后，残留微量无机组分采用高纯稀酸定容，制备待测液；
- 全程避免外界金属污染，配套使用超纯器皿、超纯水、高纯酸试剂，匹配先进半导体、光伏电子化学品检测管控要求。

5.5.2 金属杂质方法参照 SJ/T 11637—2016 的规定进行试验。

5.6 水分含量试验

5.6.1 执行 GB/T 6283 卡尔费休水分试验通用要求，采用库仑型水分仪，检出限不高于 1 ppm。

5.6.2 器具与试剂：5 mL 无菌一次性注射器、高纯卡尔费休库仑试剂。

5.6.3 操作步骤：水分仪提前预干燥滴定池至漂移值达标；手套箱内注射器抽取样品，天平称量进样前后质量差计算进样量；快速注入滴定池启动检测，仪器自动输出水分 ppm 数值；两次平行检测结果相对偏差 ≤ 3%，记录平均值作为水分含量。

5.7 氯离子含量试验

5.7.1 仪器器具：离子色谱仪；60mL 聚四氟乙烯取样瓶；氯离子梯度标准溶液；EW-I 级电子超纯水空白液，60mL 取样瓶。

5.7.2 前处理：惰性气氛操作箱内移取 50mL 待测样品密封，无需消解直接作为待测原液，取样体积依据 GB/T 6680 液体样品取样量规定。

5.7.3 检测流程：配制至少 5 个梯度浓度的氯离子系列标准溶液，浓度范围覆盖样品氯离子限值区间，以峰面积为纵坐标、氯离子浓度为横坐标绘制标准曲线，曲线线性相关系数 R^2 应不小于 0.999；空白纯水、待测样品依次进样测定。

5.7.4 标准溶液平行测定峰面积相对偏差控制在 3%以内；样品中 ppb 级氯离子为超痕量检测，不采用 3%相对偏差作为平行判定依据，连续三次平行检测峰面积信号稳定后，通过标准曲线换算样品中氯离子 ppb 含量，取有效平行数据平均值作为检测结果。

5.8 闪点性能试验

应按 GB/T 261 规定进行试验。

6 检验规则

6.1 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验，检验项目见表 2。

表 2 检验项目

序号	项目名称	出厂检验	型式检验
1	外观	√	√
2	色度/（Hazen单位，铂—钴色号）	—	√
3	有机纯度试验	√	√
4	金属杂质试验	√	√
5	无机纯度含量试验	√	√
6	水分纯度含量试验	√	√
7	氯离子含量试验	√	√
8	闪点性能试验	—	√
注：“√”表示必检项目。			

6.2 组批规则

原材料稳定、工艺无变化的前提下，连续生产的实际批次为一组批，检验批的构成周期≤24 小时，每批编制唯一批号。

6.3 判定

当检验结果均符合本文件要求时，判定该检验样品为合格；若有不合格的项目，允许重新加倍抽样，其不合格项目重新进行检验，若仍不合格，则判为型式检验不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

铭牌标识内容包括但不限于：

- a) 产品名称；
- b) 型号；
- c) 生产日期；
- d) 产品序号；
- e) 生产企业。

7.2 包装

7.2.1 包装储运的图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

7.2.2 产品采用 316L 不锈钢无缝焊接钢瓶，内壁电解抛光处理，依次经电子级超纯水循环清洗、高温真空烘干、高纯惰性气体置换除水除氧。瓶口配套洁净金属隔膜阀实现密封，隔绝空气与水汽，避免产品水解；钢瓶介质出口末端采用 VCR 接头结构，配套不锈钢卡套、不锈钢金属垫片密封，行业优先选用钼材质内衬/本体钢瓶，进一步降低金属溶出风险。钢瓶外部配套防震缓冲外包装。

7.2.3 每单瓶充装量预留安全膨胀空间，充装系数不高于 0.9，禁止满液充装。

7.3 运输

产品在运输和存储过程中不应倒置、不应有剧烈的振动和撞击、暴晒、雨淋、化学腐蚀性药品及有害气体的侵蚀，确保产品安全运抵客户指定地点而不因上述原因使产品受损。

7.4 贮存

应按 GB 17914 相关要求，贮存在常温、通风、干燥的仓库内。
