

SEMI PV59-0115

感应炉内燃烧后红外吸收法测定硅粉中总碳含量的测试方法

NOTICE: This translation is a REFERENCE COPY ONLY. If differences should exist between the English version and a translation in any other language, the English version is the official and authoritative version.

注意：這個翻譯是一個參考版本。如果您在使用上，發現中文翻譯版本與英文原文版本產生任何差異或是不確定之處，請務必參考英文原文版本，並以英文原文版本為主，英文原文版本屬於正式和權威的版本。

This Standard was technically approved by the Photovoltaic Global Technical Committee. This edition was approved for publication by the global Audits and Reviews Subcommittee on November 11, 2014. Available at www.semiviews.org and www.semi.org in January 2015.

1 目的

1.1 光伏硅原料中的总碳含量可能影响太阳能光伏产品或其生产过程的特性和性能，本测试方法的目的是规范光伏硅原料中总碳含量的测定方案，以利于世界各地实验室之间的测试结果有可比性，可用于光伏硅原料的质量监控。

2 范围

2.1 本测试方法适用于分析硅粉中的总碳含量，硅粉用作生产太阳能级多晶硅的原料。本测试方法也可用于测定单晶硅片和硅锭、多晶硅片和硅锭中的总碳含量，前提是在避免污染的情况下将硅片和硅锭破碎成小片或粉末。

2.2 本测试方法使用基于感应炉内燃烧原理并采用红外检测器测量技术的商品化碳分析仪。

2.3 本方法测定范围为 0.001%~1.0%（质量分数）。

2.4 来源于较低质量等级助熔剂的杂质元素或碳会影响分析数据的准确性，建议使用高纯度助熔剂。

注意：本标准并非着重于处理使用方面的相关安全问题，本标准的使用者必须负责建立适当的安全与健康作法，并于使用前决定法规或其他限制的适用性。

3 限制条件

3.1 本方法未包括测定光伏硅原料中碳含量需要的所有信息，例如，本方法未说明测定各类硅样品中碳含量的最佳温度条件。

3.2 检出限通过仪器空白限测定，并因仪器和制样技术不同而不同。

4 参考标准与文件

4.1 SEMI 标准与安全导则

SEMI PV17 — 用于光伏行业的硅原料规范

4.2 ASTM 标准¹

ASTM E50 — 金属、矿石和相关材料化学分析用仪器、试剂及安全措施规程

ASTM E122 — 在规定精度范围内估算一个批量或工序的性能平均值用样本量的计算规程

ASTM E135 — 有关金属、矿石和相关材料分析化学的术语

¹ ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428-2959, USA; Telephone: +1.610.832.9585, Fax: +1.610.832.9555, <http://www.astm.org>

4.3 ISO 标准²

ISO 5725-2:1994 — 测试方法与结果的准确度(正确度和精密度) 第2部分:确定标准测试方法重复性和再现性的基本方法

ISO 9556 — 钢铁 总碳含量的测定 感应炉内燃烧后红外吸收法

注意: 除非另外说明, 否则所有引用的文件必须是最新的版本。

5 术语

5.1 本方法中的术语与 ASTM E135 标准中的术语一致。ASTM E135 标准中未包含的本方法专用术语的定义见 5.2。

5.2 定义

5.2.1 **标准物质** — 分析相关各方均可以接受其用作校准或灵敏度参比标准的材料。

5.2.2 **硅粉** — 硅固体材料的定义与 SEMI PV17 标准一致。

5.2.3 **钢铁标准样品** — 碳含量(%, 质量分数)已被定值并有证书的钢铁样品。

5.2.4 **试料** — 用本方法测定其碳含量的那部分试样。

5.2.5 **试样** — 用本方法分析其碳含量的材料(硅)。通常, 试样取自硅原料的一个较大批量, 并在该批量中具有代表性。

6 方法提要

6.1 测试方法原理与 ISO 9556 标准方法相同。

6.2 **燃烧** — 在高温有助熔剂存在的条件下, 试料在高频感应炉中并在纯氧气流中燃烧。

6.3 **转化** — 将碳转化为二氧化碳和/或一氧化碳。

6.4 **测量** — 测量氧气流中的二氧化碳和/或一氧化碳的红外吸收光谱。

7 仪器

7.1 **高频感应炉和红外碳分析仪**

7.2 **电子天平** — 称量试料、钢铁标准样品和助熔剂时准确度要求为 0.1 mg, 称量 12.2.3.1 章节中的无水碳酸钠时准确度要求为 0.01 mg。

7.3 **微量移液管** — 100 μ L, 容量允差为 ± 1 μ L。

7.4 **锡囊** — 直径约 6 mm, 高 13 mm~18 mm, 容积约 0.4 mL, 碳含量小于 0.0005% (质量分数)。

7.5 **瓷坩埚** — 能够用于在感应炉中燃烧。使用前将瓷坩埚置于高温炉内在空气或氧气流中于 1000°C 灼烧不少于 2 h, 并储存于干燥器中。

8 试剂和材料

8.1 **无二氧化碳的水** — 将水煮沸 30 min., 用装有钠石灰干燥管的橡皮塞塞住瓶口, 冷却至室温, 通氧气(8.2)吹泡 15 min。使用前制备。

8.2 **氧气** — 质量分数不小于 99.5%。

8.3 **纯铁** — 碳含量(质量分数)小于 0.0005%, 粒度小于 1.25 mm, 粒度推荐范围为 0.42 mm~0.85 mm (40 ASTM 目至 20 ASTM 目)。

² International Organization for Standardization, ISO Central Secretariat, 1, ch. de la Voie-Creuse, CP 56, CH-1211 Geneva 20, Switzerland; Telephone: +41.22.749.01.11, Fax: +41.22.733.34.30, <http://www.iso.org>