

SEMI PV64-0715

电感耦合等离子体光谱法测量光伏多晶硅用工业硅粉中 B, P, Fe, Al, Ca 的含量

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 May 19, 2015. Available at www.semiviews.org and www.semi.org in July 2015.

1 目的

1.1 氯化是多晶硅制造过程中的关键环节。氯化过程需要大量使用硅粉，硅粉中 B, P, Fe, Al, Ca 的含量极大影响产出三氯氢硅的纯度。因此，开发一种方法来测量硅粉中 B, P, Fe, Al, Ca 的含量是非常必要的。

1.2 本方法可便于在世界各地实验室之间统一测试方案和测试结果，用于监测或测量硅粉中 B, P, Fe, Al, Ca 的含量。

2 范围

2.1 本标准规定了用电感耦合等离子体发射光谱法检测光伏多晶硅用工业硅粉中 B, P, Fe, Al, Ca 含量的测定方法。

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

3.1 本方法的元素检测范围如表 1 所示, 参考 SEMI C10。

表 1 元素检测范围

元素	B	P	Fe	Al	Ca
质量分数/%	0.0005~0.25	0.0005~0.50	0.02~1.00	0.02~0.50	0.02~1.00

4 参考文献

4.1 SEMI 标准和文件

SEMI C10 — 方法检测限测定指南

SEMI C28 — 氢氟酸规范

SEMI C35 — 硝酸规范和指南

SEMI PV17 — 光伏用原生硅料规范

SEMI PV49 — 太阳能电池用硅料中杂质元素含量的测定 基体消解-电感耦合等离子体质谱法

4.2 美国材料与试验协会标准¹

ASTM D1193 — 试剂水标准规范

ASTM E122 — 按规定的精度估算批量或过程特性的均值样本大小的标准规程

4.3 国际标准²

ISO 5725-2:1994 — 测量方法与结果准确度（正确度与精密性）第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

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 缩写词和缩略词

5.1.1 ICP-OES — 电感耦合等离子体光谱

5.2 定义

5.2.1 酸空白 — 用于形成程序中所使用的混合酸的背景光谱和微量金属污染的酸溶液。

5.2.2 分析线 — 用于分析样品的光谱发射线。

5.2.3 有证标准物质 — 附有证书的标准物质，其一种或多种特性值用建立了溯源性的程序确定，使之可溯源到准确复现的表示该特性值的测量单位，证书上给出的每种特性值都附有给定置信水平的不确定度。

5.2.4 方法空白 — 用与实验组相同的方法制备，但不加入样本或测试样品，而制得的酸溶液，用于形成背景光谱中来自实验室环境、试剂或实验室器皿的痕量金属污染。

5.2.5 硅粉 — 硅粉固体材料见 SEMI PV17。

6 测试方法概述

6.1 用甘露醇络合试样中硼（硼的回收率为 90%~110%），用氢氟酸、硝酸冒烟除去主体硅，残渣用硝酸溶解，所得的溶液引入等离子体光谱仪，在选定的最佳测定条件下，测量溶液中 B, P, Fe, Al, Ca 元素的含量。

6.2 测量准确性控制

6.2.1 溶样时慢慢滴加硝酸，以控制反应速度防止沸腾，溶样温度不超过 140°C，防止过度蒸干。

6.2.2 每次测样前都要重新做标准曲线，且线性相关系数不小于 0.9995。

6.2.3 氩气纯度必须大于 99.99%。

6.2.4 样品处理既要防止沾污，又要防止分析物的损失。

6.2.5 硼含量高时记忆效应严重，应充分冲洗进样管道。

6.2.6 所加的甘露醇对含硼范围在 0.0005% to 0.25%效果最好。

6.2.7 样品处理后定容必须在聚四氟乙烯或其他耐氢氟酸的塑料容量瓶内进行。

6.2.8 各试剂瓶、取样瓶不能混淆使用，不同级浓度的试剂瓶也不要混淆使用，必要时可作空白分析。

7 设备

7.1 电感耦合等离子体发射光谱仪，及配套设备和用品。

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>

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>