

SEMI PV74-0216

硅中氯离子的测定 – 离子色谱分析法

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 February 1, 2016. Available at www.semiviews.org and www.semi.org in February 2016.

1 目的

1.1 多晶硅的质量对于用户是非常重要的，现在越来越多的颗粒硅被生产和使用，根据研究，颗粒硅比传统西门子法生产的多晶硅块残留更多的氯，硅中的氯会影响产品质量并且对影响用户使用，所以，开发一种方法来测量硅中的氯显得非常必要。

1.2 本方法可用于在各实验室间统一测试方案和测试结果，用于监测或考核硅中氯的含量。

2 范围

2.1 本标准规定了使用离子色谱法测定硅中氯离子含量的测试方法。

2.2 此测试方法可以用于不同形状硅中氯含量的测定，包括：棒状、块状、颗粒状和片状。除颗粒硅外，其他形状都需进行粉碎，使用颗粒大小范围在 200~3000 μm 。常规分析方法的检出限为 1 ppmw。

2.3 在本技术规格中，ppbw 和 ppmw 是表示质量浓度值的单位。其它单位转换详见文件。

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 无。

注 1: 确保所有接触到样品的容器应该是洁净的，用大量的去离子水(DI)洗净并使用氮气吹干。

4 参考标准与文件

4.1 *ASTM 标准*¹

ASTM D1193 — 标准规范试剂用水

ASTM E122 — 计算样品尺寸的标准实施规程，用规定的精度估算一个或多个工序的平均值

4.2 *其他文件*

SEMI AUX022 — 硅中杂质浓度的单位换算

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 参考 SEMI 标准术语汇编（COTS）查看最新术语列表及其定义。

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>

5.2 缩略语及首字母缩略词

5.2.1 IC — 离子色谱

5.2.2 ppmw — 百万分之一，质量比

5.2.3 ppbw — 十亿分之一，质量比

5.3 定义

5.3.1 经认证的对照物质 (CRM) — NIST 可追溯的单个或多个元素的标准溶液。

5.3.2 颗粒硅 — 近球形，颗粒状 (200~3000 微米)，在流化床反应器中所产生的硅。

5.3.3 方法空白 — 与样品使用相同的方法制备，但不加入测试样品而制得的酸溶液，用于去除背景中来自实验室环境、试剂或实验室器皿的痕量氯离子污染。

5.3.4 样品标准 — 通常为 0, 0.1, 0.2, 0.5 和 1 ppmw, 用以离子色谱仪绘制氯离子标准曲线。

6 测试方法概要

6.1 释放 — 当加热到 1500°C 时，硅样品熔化（硅的熔点是 1414°C），熔化后以 SiCl₄ 蒸汽的形式释放出氯。

6.2 吸收 — 将氯气通过管道，氯离子以 SiCl₄ 气体的形式通过两级吸收瓶进行吸收，吸收瓶中为超纯水。

6.3 测试 — SiCl₄ 气体在吸收瓶中吸收和分解后，将两个吸收瓶中的高纯水使用 IC 进行分析。

7 设备

7.1 IC — 离子色谱仪。

7.2 电子天平 — 准确度要求为 0.1 mg, 用于样品的称量。

7.3 高温管式炉 — 加热硅样品，至少为 1500°C。

7.4 样品容器 — 使用石英舟盛放样品，最少保证 2 g。

7.5 样品管 — 由 Al₂O₃ 制成，用于熔化硅样品。

7.6 气泡吸收瓶 — 10 mL 容量，用于吸收尾气。

7.7 超声仪 — 用于离子色谱仪淋洗液的超声处理。

8 试剂和材料

8.1 超纯水 — 除非另有说明，否则本测试方法中‘水’即为符合规范 ASTM D1193 的试剂水。

8.2 氯气 — 不低于 99.999% (V/V)。

8.3 标准溶液 — 氯离子标准溶液 (CRM), 1000 ppmw (mg/kg)。

9 安全注意事项

9.1 高温管式炉的使用者必须经过培训，按照操作规程进行操作，避免受到伤害。

10 采样

10.1 本测试方法可以从大量的硅样本中取样。一般选取 5 千克的袋子并从这个袋子中取出样品，然后用分析得出的氯离子的值来代表整体。可通过运用过程能力指数等统计方法，计算生产过程的实际取样计划。取样计划的制定应参照用 ASTM E122。同时，在进行测试之前，取样计划应该得到供需双方的认可。在取样过程中，应该关注并避免引入污染。