

SEMI PV88-1018

TEST METHOD FOR DETERMINATION OF HYDROGEN IN PHOTOVOLTAIC (PV) POLYSILICON BY INERT GAS FUSION INFRARED ABSORPTION METHOD

惰性气体熔融红外吸收法测定光伏多晶硅中氢含量的测试方法

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。

本标准通过 SEMI 光伏材料技术委员会的技术批准。本版本于 2018 年 7 月 6 日经 SEMI 国际标准委员会全球审核分委员会批准发布，于 2018 年 10 月刊登在 www.semiviews.org 和 www.semi.org 网站。

1 目的

1.1 光伏多晶硅含有氢会影响多晶硅铸锭生产过程的安全性和多晶硅锭的品质，而多晶硅锭的品质又与后续太阳能光伏产品的特性和性能密切相关。本测试方法的目的是规范光伏多晶硅中氢含量的测定方案，以利于世界各地实验室之间的测试结果有可比性，可用于光伏多晶硅和其他光伏硅材料的质量监控。

2 范围

2.1 本测试方法适用于分析光伏多晶硅中的氢含量，包括各种类型的光伏多晶硅，例如流化床工艺生产的颗粒多晶硅，光伏多晶硅片和硅块等。

2.2 基于相同的材料基体和仪器，本测试方法还可用于测定其他硅材料中的氢含量，包括光伏单晶硅，半导体单晶硅和半导体多晶硅，硅原料包括金属硅和硅粉等。

2.3 本测试方法使用基于惰性气体熔融原理并采用红外检测器测量技术的商用氢分析仪。

2.4 本方法的测定范围取决于各款氢分析仪的测定范围。对于一款氢分析仪，以质量分数（%， m/m ）表示的测定范围因称取样品量的不同而不同。例如，三款商用氢分析仪，第一款氢分析仪的测定范围为氢量 0.0001 mg~2.5 mg（即，称取 1 g 样品的测定范围为质量分数 0.00001% (m/m)~0.2500% (m/m)，而称取 0.15 g 样品的测定范围为质量分数 0.00007% (m/m)~1.666% (m/m)）；第二款氢分析仪的测定范围为氢量 0.0001 mg~1.0 mg（即，称取 1 g 样品的测定范围为质量分数 0.00001% (m/m)~0.1000% (m/m)，而称取 0.15 g 样品的测定范围为质量分数 0.00007% (m/m)~0.666% (m/m)）；第三款氢分析仪的测定范围为氢量 0.00008 mg~2.5 mg（即，称取 1 g 样品的测定范围为质量分数 0.000008% (m/m)~0.2500% (m/m)，而称取 0.15 g 样品的测定范围为质量分数 0.00006% (m/m)~1.666% (m/m)）。

2.5 适用于分析多种物理形态的硅样品，包括多晶硅的粉末、颗粒、块料，单晶硅片、单晶硅棒和多晶硅片、多晶硅块等。

2.6 本氢含量测试方法适用于分析添加任何种类和浓度掺杂剂的硅材料。

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多晶硅中氢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氢含量最佳温度的确定或氢峰值参数的优化。

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。

3.3 来源于较低质量等级助熔剂的杂质元素会吸收一部分释放出的氢，建议使用高纯度助熔剂。

3.4 使用石墨单坩埚会因温度波动而影响测量。使用套坩埚的内坩埚可以显著减少这种影响。

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

SEMI PV22 — 太阳能电池用硅片规范

SEMI PV43 — 惰性气体熔融红外检测法测量硅太阳能电池用光伏硅材料中氧含量的测试方法

4.2 ASTM 标准¹

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

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

ASTM E1447 — 惰性气体熔融热导/红外检测法测定钛与钛合金中氢含量的测试方法

4.3 ISO 标准²

ISO 5725-2 — 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

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 碳素钢标准样品 — 氢含量质量分数（%，*m/m*）已被定值并有证书的碳素钢样品。

5.2.2 石墨坩埚 — 用高纯等级石墨制成的坩埚，以保证良好的加热性能并且产生最少的粉尘。

5.2.3 惰性气体熔融红外吸收法 — 本分析方法的定义与 SEMI PV43 标准中“惰性气体熔融红外检测法”的定义一致。本分析方法是放置于一次性使用石墨坩埚中的试样在高温惰性气流中熔融并释放出气体，然后用红外检测法测量释放出的气体。

5.2.4 光伏用多晶硅 — 硅固体材料的定义与 SEMI PV17 和 SEMI PV22 标准一致。

5.2.5 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。

5.2.6 试料 — 用本方法测定其氢含量的那部分试样。

5.2.7 试样 — 用本方法分析其氢含量的材料（硅）。通常，试样取自硅材料的一个较大批量，并在该批量中具有代表性。

6 方法提要

6.1 本测试方法原理与 ASTM E1447 标准相同。

6.2 试料放置于一次性使用的石墨套坩埚中，在载气气流中熔融，试料中的氢以氢气（H₂）的形式释放到气流中，流经加热的稀土氧化铜时气流中的氢气（H₂）转化为水（H₂O），继而导入合适的红外吸收池中进行测定。

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, BIBC II, Chemin de Blandonnet 8, CP 401, 1214 Vernier, Geneva, Switzerland; Telephone: +41.22.749.01.11, <http://www.iso.org>