

ICS 29.045
H 82



中华人民共和国国家标准

GB/T 32573—2016

GB/T 32573—2016

硅粉 总碳含量的测定 感应炉内燃烧后红外吸收法

Silicon powder—Determination of total carbon content—
Infrared absorption method after combustion in an induction furnace

中华人民共和国
国家标准
硅粉 总碳含量的测定
感应炉内燃烧后红外吸收法
GB/T 32573—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

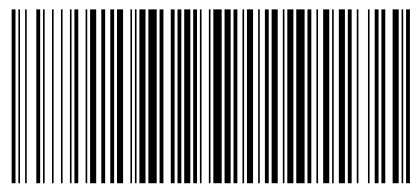
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2016年3月第一版 2016年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-53740 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 32573—2016

2016-02-24 发布

2016-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

6.4.3 使用仪器内生产厂家做出厂校准时设置的校准曲线时

用与所测定硅粉样品含量相近的钢铁标准样品或碳酸钠标准物质测定校准曲线的修正系数。

7 结果处理

7.1 用碳酸钠做校准曲线时

根据校准曲线将试料的分析读数转换为试料中碳的质量。

试料的碳含量以质量分数 $w(C)$ 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w(C) = \frac{(m_0 - \overline{m_1})}{m \times 10^3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 —— 试料中碳的质量,单位为毫克(mg);

$\overline{m_1}$ —— 空白试验中碳的质量的平均值,单位为毫克(mg);

m —— 试料的质量,单位为克(g)。

7.2 用钢铁标准样品做校准曲线时

根据校准曲线将试料的分析读数转换为碳含量,减去空白值即为碳含量,以质量分数 $w(C)$ 计,数值以%表示。

8 精密度

组织 5 家实验室对 3 个硅粉样品做本方法的准确度试验,对试验原始数据按照 GB/T 6379.2—2004 进行统计分析,没有离群值,全部原始数据参与统计计算,结果见表 4。

表 4 标准偏差

水平 m	重复性标准偏差 s_r	再现性标准偏差 s_R
0.005 02	0.001 10	0.001 22
0.014 4	0.001 3	0.002 0
0.145	0.007	0.008

9 干扰因素

9.1 对检测结果影响较大的因素主要有样品的均匀性、坩埚和助熔剂的空白值及其配比和用量、校准曲线及校准样品定值的不确定度、电子天平的准确度等。

9.2 取样和制样按照 YS/T 724—2009 中 5.4 进行,样品粒度不宜大于 2 mm。硅粉的使用方对于来料硅粉是直接进行使用,不会对表面进行清洗,需要的总碳含量数据是代表生产中投料状态硅粉的总体碳含量的数据,样品分析前不需要清洗,在取样和制样过程中应注意避免样品遭受污染。如果在取样和制样过程中样品可能受到污染,则样品在分析前需用合适的溶剂例如优级纯的无水乙醇或异丙醇清洗表面并干燥。

9.3 坩埚和助熔剂的碳含量或杂质含量会影响分析数据的准确度,建议使用低碳坩埚和高纯度助熔

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)提出并归口。

本标准起草单位:国家太阳能光伏产品质量监督检验中心(无锡市产品质量监督检验中心)、江苏中能硅业科技发展有限公司、江西赛维 LDK 太阳能高科技有限公司、中国电子技术标准化研究院、洛阳中硅高科技有限公司。

本标准主要起草人:何莉、徐敏秀、周滢、姚凤花、刘晓霞、鲁文锋、袁凯笛、杨君、蒋威、王美娟、黄雪雯、张立眉、冯亚彬、裴会川、曹俊英、谢秦。

表 1 碳含量(质量分数)0.001%~0.01%的样品测量用校准系列

碳酸钠标准溶液(4.5)体积 mL	每毫升稀释溶液中的碳含量 mg	移入锡囊中的碳质量 mg	试料中碳含量(质量分数) %
0 ^a	0	0	0
0.60	0.015	0.001 5	0.001
1.20	0.030	0.003 0	0.002
3.00	0.075	0.007 5	0.005
6.00	0.15	0.015	0.010

^a 零点锡囊准备:用微量移液管(5.3)移取 100 μL 水(4.1)于锡囊(5.4)中,于 50 ℃干燥 2 h。

6.4.1.1.2 测量

将装有碳酸钠标准溶液(4.5)的锡囊放入瓷坩埚(5.5),轻轻按压锡囊,使其位于瓷坩埚(5.5)底部。加入(0.4-m_{te})g 锡助熔剂(4.6),加入 0.3 g 纯铁(4.3),并于表面覆盖约 1.5 g 钨助熔剂(4.7)。

按 6.2.1.2 进行。

6.4.1.1.3 校准曲线的绘制

将校准系列各点的读数减去零点读数,得到净读数。

以净读数为纵坐标,以校准系列各点的碳质量(毫克数)为横坐标,按照最小二乘法拟合绘制校准曲线。

6.4.1.2 碳含量(质量分数)0.01%~0.10%的样品

6.4.1.2.1 校准系列的准备

首先,按表 2 移取一定体积的碳酸钠标准溶液(4.5)于 5 个 25 mL 容量瓶(5.6)中,用水(4.1)稀释至刻度,混匀。然后,用微量移液管(5.3)移取稀释后的标准溶液各 100 μL 于 5 个锡囊(5.4)中,于 50 ℃干燥 2 h。最后,在干燥器中冷却至室温。

表 2 碳含量(质量分数)0.01%~0.10%的样品测量用校准系列

碳酸钠标准溶液(4.5) mL	每毫升稀释溶液中的碳含量 mg	移入锡囊中的碳质量 mg	试料中碳含量(质量分数) %
0 ^a	0	0	0
1.50	0.15	0.015	0.010
3.00	0.30	0.030	0.020
7.50	0.75	0.075	0.050
15.0	1.50	0.150	0.100

^a 零点锡囊准备:用微量移液管(5.3)移取 100 μL 水(4.1)于锡囊(5.4)中,于 50 ℃干燥 2 h。

6.4.1.2.2 测量

按 6.4.1.1.2 进行。

硅粉 总碳含量的测定 感应炉内燃烧后红外吸收法

1 范围

本标准规定了利用感应炉燃烧后红外吸收法测定硅粉中总碳含量的方法。

本标准适用于生产多晶硅的原料硅粉中总碳含量的测定。测定范围为 0.001%~1.0%(质量分数)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

JJG 395 定碳定硫分析仪检定规程

YS/T 724—2009 硅粉

YB/T 4145 碳硫分析专用坩埚

3 方法提要

试料在高频感应炉中,通入纯氧气流,在高温、有助熔剂和其他助剂存在的条件下,将碳转化为二氧化碳和/或一氧化碳,测量气流中的二氧化碳和/或一氧化碳的红外吸收光谱,并由此计算出试料中的碳含量。

4 试剂和材料

4.1 水:不含二氧化碳,使用前将符合 GB/T 6682—2008 要求的三级水煮沸 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(4.2)吹泡 15 min。

4.2 氧气:纯度(体积分数)应不低于 99.5%,测定碳含量 0.001%~0.01%样品时的纯度(体积分数)应不低于 99.995%。

4.3 纯铁:粒度应不大于 1.25 mm,粒度推荐范围 0.4 mm~0.8 mm,碳含量(质量分数)应小于 0.000 5%。

4.4 无水碳酸钠:有证标准物质,使用前将无水碳酸钠(质量分数大于 99.9%)在 285 ℃±5 ℃下干燥 2 h,并置于干燥器中冷却,备用。

4.5 碳酸钠标准溶液:1 mL 含 2.50 mg 碳。称取 5.515 2 g 碳酸钠(4.4),精确至 0.1 mg,溶于 200 mL 水(4.1)中,定量移入 250 mL 容量瓶中,用水(4.1)稀释至刻度,混匀。

4.6 锡助熔剂:碳硫专用高纯锡粒,锡含量(质量分数)应大于 99.8%,粒度 0.4 mm~0.8 mm,碳含量(质量分数)应小于 0.000 5%。