

ICS 29.045  
H 82



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 31854—2015

GB/T 31854—2015

## 光伏电池用硅材料中金属杂质含量的 电感耦合等离子体质谱测量方法

Test method for measuring metallic impurities content in silicon materials used for photovoltaic applications by inductively coupled plasma mass spectrometry

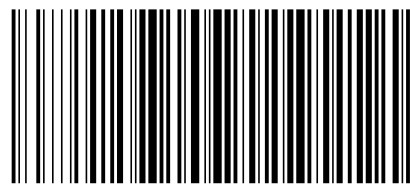
中华人民共和国  
国家标准  
光伏电池用硅材料中金属杂质含量的  
电感耦合等离子体质谱测量方法  
GB/T 31854—2015

\*  
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 12 千字  
2015年8月第一版 2015年8月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-52085 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 31854—2015

2015-07-03 发布

2016-03-01 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

## 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)及材料分技术委员会(SAC/TC 203/SC 2)共同提出并归口。

本标准起草单位:信息产业专用材料质量监督检验中心、中国电子技术标准化研究院、江苏中能硅业科技发展有限公司、洛阳中硅高科技有限公司、国家电子功能与辅助材料质量监督检验中心、天津市环欧半导体材料技术有限公司。

本标准主要起草人:褚连青、王奕、徐静、王鑫、何秀坤、裴会川、冯亚彬、鲁文峰、余慧茹、张雪囡。

使试样溶解后,在 160 ℃~170 ℃下将溶液蒸发至干。室温冷却后,加入 4 mL 硝酸-氢氟酸混合溶液溶解残渣,然后再在 160 ℃~170 ℃下将溶液蒸发至干。加入 4 mL 硝酸溶液,充分摇动使残渣完全溶解,将溶液转移至 10 mL 容量瓶中,用超纯水定容,摇匀,备 ICP-MS 测定。

## 9.6 仪器分析

### 9.6.1 仪器准备

测试前电感耦合等离子体质谱仪需要设定适当的工作条件,并进行调谐,以达到最佳测试条件。

### 9.6.2 同位素的选择

样品中各待分析元素和内标元素同位素的选择应按表 3 进行。

表 3 同位素选择汇总表

待测金属元素				内标元素 <sup>a</sup>	
元素名称	同位素	元素名称	同位素	元素名称	同位素
铁	<sup>56</sup> Fe	铬	<sup>53</sup> Cr	钇	<sup>89</sup> Y
镍	<sup>60</sup> Ni	铜	<sup>63</sup> Cu		
锌	<sup>66</sup> Zn				

<sup>a</sup> 除钇外,还可以选择其他元素作为内标。

### 9.6.3 分析

将空白溶液、样品溶液和标准系列工作溶液分别在电感耦合等离子体质谱仪上进行分析,以钇标准工作溶液为内标,用内标法校正。以标准系列工作溶液中各元素信号与内标元素信号的比值为纵坐标,以标准系列工作溶液中各元素的浓度为横坐标做校正曲线,仪器自动给出空白溶液和样品溶液中各待测元素的质量浓度。根据实际情况也可采用其他方法进行定量分析。

## 10 结果处理

按式(1)计算样品中各金属杂质的质量分数:

$$w_x = \frac{(c_2 - c_1) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $w_x$  ——分别为样品中铁、铬、镍、铜、锌的质量分数,单位为纳克每克(ng/g);
- $c_1$  ——空白溶液中待测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- $c_2$  ——样品溶液中待测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- $V$  ——样品溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $m$  ——试样的质量,单位为克(g)。

## 11 精密度

在重复性条件下获得两次独立的测试结果,在以下给出的平均值范围内,这两个测量结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按表 4 数据采用线性内插法求得。

# 光伏电池用硅材料中金属杂质含量的 电感耦合等离子体质谱测量方法

**警告**——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本标准规定了利用电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)测定光伏电池用硅材料中痕量金属杂质含量的方法。

本标准适用于光伏电池用硅材料中痕量金属杂质铁、铬、镍、铜、锌含量的测定。各元素的测量范围见表 1。

表 1 痕量金属杂质含量测量范围

单位为纳克每克

元素名称	元素符号	测量范围
铬	Cr	1~2×10 <sup>3</sup>
铁	Fe	2~2×10 <sup>3</sup>
镍	Ni	1~2×10 <sup>3</sup>
铜	Cu	2~2×10 <sup>3</sup>
锌	Zn	2~2×10 <sup>3</sup>

注:在实验室综合条件允许的情况下,检测下限可进一步降低。

## 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 25915.1—2010 洁净室及相关受控环境 第 1 部分:空气洁净度等级

## 3 方法提要

将试样用硝酸和氢氟酸的混合物溶解,加热使溶液蒸干,溶液中的硅以 SiF<sub>4</sub> 的形式挥发。然后用硝酸溶液溶解残渣,用超纯水定容后利用电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)测定溶液中待分析金属元素的含量。

## 4 干扰因素

4.1 实验室的洁净度、容器和仪器进样系统的洁净度、试剂和水的纯度以及操作过程等因素直接影响测量结果的准确度,应严格控制。