国家标准《氮化硅粉体中铁、钙、铝含量的测定电感耦合等离子体发射光谱法》编制说明（讨论稿）

# 一、工作简况

## 1.1 立项目的

在《中国制造2025》中第三章战略任务和重点的第六条大力推动重点领域突破发展第九款：新材料中明确国家对新材料的发展需要及支持。以特种金属功能材料、高性能结构材料、功能性高分子材料、特种无机非金属材料和先进复合材料为发展重点，加快研发先进熔炼、凝固成型、气相沉积、型材加工、高效合成等新材料制备关键技术和装备，加强基础研究和体系建设，突破产业化制备瓶颈。积极发展军民共用特种新材料，加快技术双向转移转化，促进新材料产业军民融合发展。高度关注颠覆性新材料对传统材料的影响，做好超导材料、纳米材料、石墨烯、生物基材料等战略前沿材料提前布局和研制。加快基础材料升级换代。

氮化硅陶瓷不但具有一般工程陶瓷材料的耐高温、高强度、高硬度、耐磨损等优良性能，而且还具有远高于一般陶瓷材料的高韧性，以及良好的抗热冲击性能。氮化硅陶瓷的优异性能使其在航空航天、电子信息、清洁能源等领域具有广阔的应用前景，特别地，氮化硅陶瓷还具有独特的自润滑性能，无需添加其他润滑剂，这使其广泛用在陶瓷轴承领域，是传统工业改造、新兴产业和高新技术领域中不可缺少的高端材料。

《战略性新兴产业分类（2018）》中代码：3.4.2.1；名称：结构陶瓷制造；国民经济行业代码：3073\*；国民经济行业名称：特种陶瓷制品制造、氮化硅陶瓷刀具。《重点新材料首批次应用示范指导目录（2019年版）序号173条，高性能氮化硅陶瓷材料。在国家新材料产业指导目录中有明确的指出氮化硅材料是战略新材料，是非金属新材发展的方向。

在多晶硅还原炉的生产中电极需要使用具有绝缘性能的瓷环进行保护处理，通常称为电极保护套，以前的绝缘瓷环使用的是氧化铝材质绝缘瓷环，由于氧化铝材料热震性较差，不能耐受骤冷骤热的工艺条件，还原炉使用的损耗比较大，每炉次的瓷环损耗在60%以上，改用氮化硅绝缘环之后，因氮化硅优异的性能致使其损耗大幅降低，因为氮化硅瓷环绝缘性能更好，耐热性更好，强度高，使用周期更长，每一个绝缘瓷环的使用寿命在1-2年，大大降低了生产成本。目前几乎大多数的多晶硅厂家都已经改用氮化硅绝缘瓷环。在多晶硅生产中除了绝缘瓷环（电极保护套）之外，还使用耐高温、耐腐蚀、耐磨损的尾气回收管的气流罩。罩在尾气管上保护硅渣不落入尾气管，不会因为倒炉使得保护管损坏，如果是氧化铝陶瓷较脆，倒炉就会砸碎，如果是不锈钢因为和底盘之间有磨损，会引入金属杂质，所以使用氮化硅制品，发挥其强度高、耐磨损的优势。在多晶硅还原炉中部分底盘的进料喷嘴也使用氮化硅的材料，使用寿命长，对多晶硅的污染少。

氮化硅粉体材料是制作氮化硅产品的基础原料，特别是目前，多晶硅行业还原工序，多采用性能优秀的氮化硅期间代替原有的陶瓷器件，不但降低了成本，更是提高了产品品质。在多晶硅行业，对生产过程器件的杂质析出尤为关注，因此，对于氮化硅产品的杂质含量的测定就显得非常重要 。

对于此标准的制定，对于氮化硅陶瓷材料在行业的规范应用和推广有很大的作用。目前在国内没有相关的标准，规范行业制造和应用。目前国内没有氮化硅杂质ICP-OES方法的标准，因此制定此标准有利于行业规范和市场交易。

## 1.2 任务来源

根据《关于召开半导体材料标准项目论证会暨标准制修订工作会议的通知》（半材标委[2024]1号）的要求，《氮化硅粉体中铁、钙、铝含量的测定电感耦合等离子体发射光谱法》新特能源股份有限公司牵头起草，由全国有色金属标准化技术委员会、全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分技术委员会归口，全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分技术委员会负责组织。

## 1.3 项目编制组单位简况

1.3.1新疆新特新能材料检测中心有限公司

新疆新特新能材料检测中心有限公司实验室成立于2008年，2013年独立注册运营。是西北地区唯一的硅基材料国家认可的检验检测机构。新特新能检测公司依托特变电工国家级企业技术中心和博士后科研工作站，以光伏产品研发、半导体材料科学研究为发展方向，检测能力行业领先的检测机构。公司已经建立“高纯硅材料工程技术研究中心”、“硅材料工程研究中心”等核心技术研发机构，荣获“自治区中小企业公共服务示范平台”，实验室通过了CMA计量认证和CNAS资质认可，属于国家高新技术企业，国家新材料测试评价服务平台，乌鲁木齐创新型试点企业、乌鲁木齐科技信用等级B+企业。

 公司具有丰富的实验资源，实验室有效建筑面积为6340m2，其汇总十万级恒温空调间占4784m2，高洁净千级间占地756m2，无菌室12m2，百级超高净试验台4个。本实验室仪器配置ICP-MS电感耦合等离子质谱仪、原子吸收光谱仪、低温红外、气相色谱、气质联用、离子色谱、液烟气测汞仪、原子荧光等检测仪器设备，共计630台（套），设备及配套设施投资已达1.4亿元，超洁净的环境、高尖端的设备为无机痕量分析、光伏材料分析奠定了基础。

1.3.2新特能源股份有限公司

在氮化硅领域，公司投资8000万元建设年产100吨氮化硅粉和100000件氮化硅陶瓷环的生产线。氮化硅产品主要应用于轴承、冶金、化工、能源、环保、航空航天和国防军事及新能源汽车逆变器等新能源及新材料领域。

通过自主研发，形成技术专利30项，其中发明专利18项，实用新型专利12项。在国内，通过与中科院理化所、天津大学、南昌大学、上硅所、华东理工等科研院所进行产学研合作，在国外，聘任美国、日本的外籍专家，进行新产品的研发；多项产品填补了国内空白，在氮化硅陶瓷材料研究、开发及应用方面居国内领先水平。

## 1.4 工作过程

1.4.1起草阶段

标准起草单位和参与单位在接到中国有色金属工业协会下达的项目任务后，成立了专门的《氮化硅粉体中铁、钙、铝含量的测定电感耦合等离子体发射光谱法》编制组，其中包括领导组、技术组和专家组，并制定了相关工作计划。根据工作计划进度安排，标准编制组收集查阅了国内外相关政策、标准、文献，认真学习编制原则和需要注意的内容。编制组对我国氮化硅企业生产现状进行调研，调研方式主要有：资料调研、网上调研等。在调研工作的基础上，经逐步修改完善，形成《氮化硅粉体中铁、钙、铝含量的测定电感耦合等离子体发射光谱法》讨论稿。

# 二、标准编制原则和确定标准主要内容

## 2.1编制原则

## 本标准按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写的要求进行编写。标准中简述了方法原理，确定了适用范围、等级划分及其杂质含量要求、检验规则、包装、运输、贮存等技术内容。

## 2.2标准主要内容说明

根据目前市场销售及相关厂家的合同指标进行确认，得出下列指标要求。

2.2.1技术要求

* 1. 方法原理

氮化硅粉体样品用氢氟酸、硝酸消解后，在电热板上加热除去硅、氟等，残渣用硝酸溶解。试样溶液引入等离子体光谱仪，在选定的最佳测定条件下，测量试液中各元素的含量。

* 1. 样品

2.1 样品制备： 试样经研磨，通过100目尼龙筛，待测。

2.2 称取0.25g试样，精确至0.0001g。

* 1. 试验步骤

3.1 工作曲线的配制

在一组100mLPFA容量瓶中加入混合标准溶液（5.5），其介质和酸度与分析试液一致，以水稀释至刻度，摇匀。以不加标准溶液的试样作为空白溶液，待测元素含量应在所作工作曲线范围之内，系列标准溶液的数量由精度要求决定，至少取6个点。样品溶液中待测元素的浓度值应在所配制的标准工作溶液浓度值范围内。

3.2 样品制备

称取0.25g试样，精确至0.0001g，于微波消解罐中，用少量超纯水润湿，分次加入9mL氢氟酸（5.2），加硝酸1mL（5.3），于微波消解仪中消解后，倒入100mL聚四氟乙烯烧杯中于电热板上蒸发至干，取下冷却，加入1mL硝酸（6.3），定容到50mL，待测。 随同做试剂空白，且应同时进行至少2个平行样制备。

3.3 测定

3.3.1 各待测元素的推荐分析线见表1。

表1 待测元素的推荐分析线

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm |
| Fe | 259.940 |
| Al | 396.153 |
| Ca | 317.933 |

# 三、标准水平分析

本标准属首次制定，标准指标同比国内及国际上知名的厂家的需求指标。

# 四、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准是新制定的团体标准。本标准的制定是我国氮化硅行业标准体系的完善和补充。本标准的制定与现行的相关法律、法规、规章及相关标准的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

# 五、标准中涉及的专利或知识产权说明

本标准不涉及任何专利或知识产权。

# 六、重大分歧意见的处理经过和依据

（无）

# 七、标准作为强制性或推荐性行业标准的建议

本标准建议不作为强制性标准，而建议作为推荐性标准。

# 八、贯彻标准的要求和措施建议

本标准发布后，中国有色金属工业协会、全国半导体标准化技术委员会应加强对本标准的宣传力度，介绍本标准的核心技术内容及实施的关键技术要素，促进更多地企业和科研单位了解、掌握科学的氮化硅粉的测定，促进标准的顺利实施。

# 九、废止现行有关标准的建议

（无）。

# 十、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果

该标准的制定，有利于生产单位对质量的管控，对保证行业内氮化硅制品产品质量具有重要的作用。本标准的发布和实施能有效的规范氮化硅产品质量的把控，这对于提高我国氮化硅产品质量有深远的意义。

 标准编制组

 2024.7.20