UIICS ××××××

YS

中华人民共和国工业和信息化部 **发布**

××××-××-××实施

××××-××-××发布

硅多晶用硅粉理化性能的测定

第1部分:有效硅含量的测定 重量法

Determination of physicochemical properties of polysilicon powder for polycrystalline silicon - Part 1:Determination of available silicon content

（讨论稿）

 YS/T ××××—××××

**中华人民共和国有色金属行业标准**

ICS 77.040

CCS H 17

前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由全国半导体设备和材料标准化技术委员会（SAC/TC203）与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（SAC/TC203/SC2）共同提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

引 言

工业硅粉广泛用于配制合金、制取高纯半导体材料和有机硅以及其他用途，是现代工业尤其是高科技产业必不可少的材料，应用于硅多晶行业及相关产业。受全球新能源政策的推进，工业硅产业链得到了迅猛发展。

随着产业的进步对于原材料的管控也逐步细化及行业的不断发展，现有的验收标准已经不能满足生产对于原材料控制的要求，不少硅多晶企业提出了更严格的指标参数，以控制硅粉原料的品质，以杜绝铸造杂质、反应过废硅粉掺入硅粉造成工艺大幅度的变化，影响硅多晶生产的稳定性。因此硅多晶用硅粉的指标参数的增加有利于硅多晶生产工艺更好的控制。对于硅多晶用硅粉的指标，硅多晶企业提出增加硅粉活性、硅粉浊度、硅粉有效硅含量等参数的测定，以实现硅粉质量的全方位控制。

《YS/T XXXX-XXXX 硅多晶用硅粉理化性能的测定》是硅多晶分析方法的系列标准，对提高硅多晶技术能力和工艺控制水平，满足国内外市场需求有重要意义。

《YS/T XXXX-XXXX 硅多晶用硅粉理化性能的测定》由一下几个部分构成：

第1部分：有效硅含量的测定 重量法

第2部分：浊度的测定 散射光法

随着近年来碳达峰和碳中和的国家政策，硅多晶行业发展迅速需求，本文件的制定对于研究硅多晶用工业硅粉的理化性质、把控产品质量有十分重要的意义，为质量升级提供技术支撑，具有较大的社会效益。

硅多晶用硅粉有效硅含量的测定 重量法

* 1. 范围

本文件规定了多晶硅用硅粉有效硅含量的分析方法。

本文件适用于多晶硅用硅粉有效硅含量的测定，测定范围为1.00%-100.00%

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 8170 数字修约规则与极限数值的表示和判定

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

**有效硅 Effective silicon**

是指金属硅粉中能够被酸溶解，参与四氯化硅或氯化氢反应生产三氯氢硅的酸溶解性硅含量。

* 1. 方法原理

试样用水和硫酸润湿，加入硝酸和氢氟酸溶解,在石墨电热板将酸蒸发至干。将蒸干的坩埚放入高温炉中燃烧至恒重，根据溶解前后的质量差,扣除铁氧化成三氧化二铁的增量，计算硅的质量百分数。

* 1. 干扰因素

5.1 在方法中，酸的质量对检测结果有影响，实验试剂纯度要求满足标准。

5.2 电热板温度的均匀度和时间对检测结果均有影响，在测定过程中保持时间的一致性。

5.3 马弗炉的灰化温度和时间对检测结果有影响，在测定过程中温度和时间严格按文件要求。

* 1. 试验条件

温度范围为20 ℃～25 ℃，相对湿度不大于65%。

* 1. 试剂和材料

7.1 硝酸（55%）：优级纯，密度为1.42 g/mL；

7.2 氢氟酸（40%）：优级纯，密度为1.13 g/mL；

7.3 硫酸：优级纯；

7.4 硫酸（1+1）：由7.3配制；

7.5 实验用水：超纯水；

7.6 铂金坩埚：100 mL。

* 1. 仪器设备

8.1 分析天平:精确度0.01mg；

8.2 电热板:温度可调控，控温精度1℃；

8.3 马弗炉：可升温至1000℃，控温精度不小于20℃；

8.4 干燥器：内盛变色硅胶。

* 1. 样品

将硅粉样品按照取样规则，取混合后缩分样品不小于200g，保证样品代表性。

* 1. 试验步骤

10.1试料

称取0.200 g样品，精确至0.00002 g。

10.2 平行试验

平行做两份试验。

10.3 空白试验

随同试样做空白试验。

10.4 测定

称取0.200g试样（m），置于已恒重（m1）的铂坩埚（7.6）中,加少许水（7.5）润湿后加6滴硫酸(1+1)（7.4），沿坩埚壁加8mL氢氟酸（7.2），滴加5mL硝酸（7.1）加盖；待无黄烟冒出，即反应停止；将铂坩埚放置210℃电热板上，加热蒸发至无白烟冒出。将铂坩埚置于900℃高温炉（8.3）内灼烧30min取出,称至恒重（m2）。

同时，按照以上步骤进行空白样品的测定，试剂空白和铂坩埚灰化后质量记为m3，试剂空白用铂坩埚质量记为m4。

* 1. 试验数据处理

11.1 结果计算

样品中有效硅含量百分数$W\_{(Si)}^{}$，按照公式（1）进行计算：

 $W\_{(Si)}^{}=\frac{m−(m\_{2}−m\_{1})0.6994−(m\_{3}−m\_{4})}{m}×100\%$ ••••••••••••••••••（1）

式中:

$W\_{(Si)}^{}$——有效硅含量，单位为质量百分数（%）；

m——样品质量，单位为克（g）；

m1——已恒重的铂坩埚，单位为克（g）；

m2——反复灼烧直至恒重的坩埚加样品质量，单位为克（g）；

m3——试剂空白和铂坩埚质量，单位为克（g）；

m4——测定试剂空白用铂坩埚质量，单位为克（g）；

0.6994——三氧化二铁换算成铁的系数。

* 1. 精密度

12.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在表4给出的平均值范围内,这两个测试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1数据采用线性内插法求得。

12.2再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

* 1. 实验报告

 实验报告应包括下列内容：

a）样品的全部信息，包括样品名称、样品编号、采样时间、采样点、分析时间；

b）分析人员的姓名、审核人员姓名；

c）分析结果及其表示；

d）与基本分析步骤的差异；

e）引用的本标准号；