



中华人民共和国国家标准

GB/T 40566—2021

流化床法颗粒硅 氢含量的测定 脉冲加热情性气体熔融红外吸收法

Granular polysilicon produced by fluidized bed method—Determination of
hydrogen—Pulse heating inert gas fusion infrared absorption method

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

| | |
|---------------------------|---|
| 前言 | I |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 术语和定义 | 1 |
| 4 原理 | 1 |
| 5 干扰因素 | 1 |
| 6 试剂和材料 | 2 |
| 7 仪器和设备 | 2 |
| 8 样品制备 | 2 |
| 9 试验步骤 | 2 |
| 10 结果处理 | 4 |
| 11 精密度 | 4 |
| 12 试验报告 | 4 |
| 13 质量保证与控制 | 5 |
| 附录 A (资料性) 仪器参考工作条件 | 6 |

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/TC 203)提出并归口。

本文件起草单位：无锡市产品质量监督检验院、上海赛夫特半导体材料有限公司、青海黄河上游水电开发有限责任公司光伏产业技术分公司、江苏中能硅业科技发展有限公司、新疆新特新能源材料检测中心有限公司、无锡市分析测试学会、中国电子技术标准化研究院、无锡市计量测试院、乐山市产品质量监督检验所、洛阳中硅高科技有限公司、中节能太阳能科技(镇江)有限公司、集萃新材料研发有限公司、常州大学、福建省计量科学研究所、上海材料研究所、苏州博飞克分析技术服务有限公司。

本文件主要起草人：何莉、杨君、王美娟、蒋威、丁彬斌、鲍军、刘晓霞、鲁文锋、王旭辉、王彬、王赶强、梁洪、楚东旭、邱艳梅、马昀锋、黄国平、王桃霞、薛小强、罗海燕、马冲先、何永强。

流化床法颗粒硅 氢含量的测定

脉冲加热惰性气体熔融红外吸收法

1 范围

本文件描述了用脉冲加热惰性气体熔融红外吸收法测定颗粒硅中氢含量的方法。

本文件适用于流化床法颗粒硅中氢含量的测定,其他硅材料参照使用。

注:本文件测定氢含量的范围取决于所用氢分析仪的量程,最大测定范围为氢量 0.000 08 mg~2.5 mg。以质量分数(%)表示的氢分析仪的测定范围因称取样品量的不同而不同。例如,1 g 样品最大测定范围的质量分数为 0.000 008%~0.25%;0.15 g 样品最大测定范围的质量分数为 0.000 06%~1.66%。

2 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 6379.2 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14264 半导体材料术语

3 术语和定义

GB/T 14264 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试料放置于经脱气的石墨套坩锅中,在惰性气氛下加热熔融,试料中的氢以氢分子(H_2)的形式释放并进入载气流中,氢分子随载气流通过热的氧化铜后转化为水(H_2O),在特定的红外池中检测。根据红外吸收强度信号变化,计算出氢含量。

5 干扰因素

5.1 对检测结果影响较大的因素主要有样品的均匀性,样品表面清洁度,惰性气体的纯度,石墨坩锅和助剂材料(高纯镍囊)的纯度,校准样品定值的准确度和不确定度,电子天平的准确度,仪器操作参数的优化选择等。

5.2 惰性气体(氮气或氩气)作为测试仪器中的载气,其含有的杂质可能会影响测试结果的准确度,应使用高纯度惰性气体以提高测试结果的准确度。

5.3 石墨坩锅和助剂材料的杂质元素可能会吸收一部分释放出的氢,石墨坩锅和助剂材料的氢含量也