协会标准《改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯》

编制说明（征求意见稿）

**一、工作简况**

**1、项目简介**

传统的燃料能源正在一天天减少，对环境造成的危害日益突出，能源问题日益成为制约国际社会经济发展的瓶颈，这个时候，全世界都把目光投向了可再生能源，希望可再生能源能够改变人类的能源结构，维持长远的可持续发展。作为可再生能源的太阳能以其独有的优势而成为人们重视的焦点。多晶硅因其原料来源广、纯度要求相对较低，以及生产效率高、规模生产大，已成为太阳能行业中的主导光伏材料。目前市面上的多晶硅大多采用改良西门子法生产的棒状多晶硅为主，以流化床技术生产的粒状多晶硅为辅。国内多晶硅生产采用的主流技术几乎都是改良西门子法，这种方法的优点是节能降耗显著、成本低、质量高，目前已占据了国内市场的80%以上。

QQ截图20181020092811.png在改良西门子法生产多晶硅过程中，硅芯是西门子法和硅烷法多晶硅生产中作为还原炉中进行还原反应沉积（CVD）多晶硅的热载体，在还原反应结束后，硅沉积在硅芯周围，硅芯连同硅通过破碎一起作为多晶硅原料使用，因此，硅芯是作为多晶硅生产过程中非常重要的辅材使用和消耗的。作为还原反应沉积（CVD）多晶硅的热载体，硅芯的发展先后经历了钼丝或钽管、圆硅芯和线切方硅芯等几个阶段，现阶段方硅芯以其截面积大强度高，承载能力大，产能高、能耗小、成本低等优势已渐渐取代圆硅芯，在还原法生产多晶硅中得到广泛应用。

铸锭方硅芯以其电阻率均匀及生产成本低等优势逐渐得到了国内大中型多晶硅企业的推崇和应用。铸锭方硅芯是由铸锭方锭经切割工艺制成。目前，我公司在铸锭硅芯方面已有多年研发生产经验，一直致力于提高产品纯度、电性能等关键技术指标，为推动国内光伏行业技术进步、降低综合成本贡献力量。为了进一步提高公司知名度，提升市场认可度及竞争力，公司决定立项进行“改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯”协会标准的起草。

“改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯”的推广具有如下重要的意义：改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯大幅提升了方硅芯的电阻率均匀性，能大幅提高改良西门子法多晶硅生产致密料比例。还可带动上游原材料，下游光伏等行业的技术进步，降低生产成本,有利于整体产业发展，促进光伏业可持续发展,有利于推动早日实现平价上网的目标。

**2、任务来源**

根据《关于下达2019年第一批协会标准制修订计划的通知》（中色协科字[2019]17号）的要求，由江阴东升新能源股份有限公司负责《改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯》的编制工作，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编制，计划编号为2019-005-T/YS，要求于2020年完成。

**3、项目申报单位简况**

江阴东升新能源股份有限公司(以下简称东升新能源)坐落在江阴市新桥镇工业园，占地面积10000平方米，厂房面积5000多平方米，是一家以半导体材料产业为主业，主要从事多晶硅铸锭及方硅芯制造与销售服务为一体的高新科技企业，现有员工近百余名。经过发展，东升新能源目前已成为全球最大的方硅芯切割生产基地。公司致力于用高科技推动和提升半导体产业，拥有技术先进、产能稳定、质量优良的专业生产设备，产品质量及技术已达到国际硅材料加工行业先进水平。公司自成立以来，立足于专业化、规模化、国际化发展之路，秉承“科技创新，质量为本”的宗旨，专注于高质量产品的研发与生产，是目前国内最大的硅芯生产企业，公司在大规模生产的同时，打造出一支具有研发、开拓、进取的专业硅芯生产团队,凭借强大的技术支持和严格的质量把关，产品已通过了ISO9001质量体系认证标准。

东升新能源以“绿色能源，纯净自然，为子孙后代留下一片蓝天碧水”为企业愿景，致力为社会提供可持续性能源的解决方案，共建和谐、洁净的人类居住环境。公司秉承“严细管理、携手奋进、崇尚科学、追求卓越”的企业精神，依托科学规范的管理和高新专业的技术研发，生产能力已达到月生产硅芯近10万支，为构建和谐社会，全面建设小康做出不懈努力与应尽的责任。

**4、主要工作过程**

计划下达后，编制组根据改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯的生产经验以及下游客户使用产品的经验，查阅大量的文献和标准，调研和调查相关客户的质量要求，通过分析我公司改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯产品的各项指标，最终按照产品标准的编制原则、框架要求和国家的法律法规，编制完成《改良西门子法多晶硅用铸锭方硅芯》协会标准讨论稿。

2019年3月22日，由全国半导体材料标准化分技术委员会组织，在江苏省江阴市召开《改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯》标准第一次工作会议（讨论会），共有有研半导体材料、内蒙神舟硅业、洛阳中硅、新特能源等17个单位36位专家参加了本次会议。与会专家对标准资料从标准技术内容和文本质量等方面进行了充分的讨论。对文本内容提出

1. 4.2.1铸锭硅芯的导电类型PN型经讨论后删除。
2. 4.2.2电学性能中N型电阻率、P型电阻率改为参考指标。
3. 4.2.2电学性能中施主、受主杂质浓度、碳含量、基体金属杂质含量、表面金属杂质含量按指标划分等级；另表金属标准加星标注明经酸洗后。
4. 5.3铸锭硅芯的导电类型按GB/T1550的规定进行测试改为铸锭硅芯的导电类型参照GB/T1550的规定进行测试。
5. 5.4铸锭硅芯的电阻率按GB/T1551的规定进行测试改为铸锭硅芯的电阻率参照GB/T1551的规定进行测试。
6. 5.9铸锭硅芯的外观质量用目视检查改为酸洗后铸锭硅芯的外观质量用目视检查。
7. 6.2组批中成批（统一规格产品规定为同一检测批次）改为成批（相同质量原料、类似工艺规定为同一检测批次）。
8. 7.2.1铸锭硅芯检测合格后经酸洗、高纯水（电阻率大于等于18MΩ.cm）清洗、干燥后，装入洁净袋改为铸锭硅芯经酸洗工序后，装入洁净袋。

会后，编制组根据与会专家意见，对《改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯》进行修改形成了标准征求意见稿，并提交至2019年10月标准工作会上征求意见。

**二、编制原则和确定主要内容的依据**

**1、编制原则**

本标准规定了改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯的术语和定义、要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存、质量证明书及订货单（或合同）内容等。

本标准适用于以多晶硅为原料，通过铸锭法生产硅锭再经过线切割加工的方硅芯。

本标准按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写》和GB/T20001.10-2014《标准编写规则第10部分：产品标准》的要求进行编写。

**2、确定主要内容的依据**

2015版《改良西门子法多晶硅用硅芯》中规定了太阳能级硅芯外形及尺寸、电学性能及成分，而我司生产的改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯在实行量产后，各多晶硅生产制造企业纷纷反映，改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯与改良西门子法多晶硅用硅芯存在幅度较大的指标差异，在质量提升管理、市场售价方面均受到了极大的影响。

考虑到改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯的实际控制水平，权衡市场效应及经济利益的影响，制定改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯产品技术指标如下表

：

表1 尺寸及外形

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 要求 |
| 锥头直径及允许偏差  mm | Φ（5～15）±0.2 |
| 边长（方形）及允许偏差  mm | （7×7)±0.3～(15×15)±0.3 |
| 长度及允许偏差  mm | 2100±2～3200±2 |
| 直线度误差  mm/mm | ≤0.5/1000 |
| 注：锥头直径、边长、长度超出表1规定的范围时，由供需双方协商确定并在合同中注明。 | |

表2 电学性能及成分

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 项目 | 控制类型 | 多晶硅用硅芯 | | |
| 1级 | 2级 | 3级 |
| N型**多晶**电阻率  Ω·cm | 参照指标 | ≥40 | ≥20 | ≥10 |
| P型**多晶**电阻率  Ω·cm | 参照指标 | ≥200 | ≥100 | ≥75 |
| 施主杂质浓度  10-9（ppba） | 监控指标 | ≤2 | ≤2.5 | ≤3.5 |
| 受主杂质浓度  10-9（ppba） | 监控指标 | ≤1 | ≤2 | ≤2.5 |
| 碳含量（原子数）  cm-3 | 监控指标 | ≤5×1016 | ≤10×1016 | ≤20×1016 |
| 基体金属（铁、铬、镍、铜、锌）杂质浓度  ng/g | 监控指标 | ≤50 | ≤50 | ≤100 |
| **酸洗后**表面金属(铁、铬、镍、铜、锌、铝、钾、钠)杂质浓度  ng/g | 监控指标 | ≤50 | ≤50 | ≤100 |

**1) 尺寸及外形**

**1 锥头直径及允许偏差**：硅芯锥头与横梁孔的配合精度要求都比较高，对生产操作员工要求比较高，但即便在这样的情况下，仍然会出现由于接触不好，还原炉在高温启动后，硅芯与横梁成为导体有电流通过时，硅芯和横梁接触不好的位置开始出现亮点，即该部位的温度偏高，导致硅芯锥头变软甚至熔融，从而直接引起倒炉。根据客户使用情况反馈结合本厂实际情况，对锥头直径及允许偏差做了如表1中的规定。

**2 边长（方形）及允许偏差**：由于硅芯尾部以插入石墨夹具的方式安装，一方面要保证硅芯插入夹具底部，与夹具下面的石墨座接触到，另一方面还要保证硅芯与夹具的口部紧密接触。由于硅棒线切割工艺等原因，仍会出现接触不好，还原炉在高温启动后，硅芯成为导体有电流通过时，硅芯和石墨夹具接触不好的位置开始出现亮点，即该部位的温度偏高，导致硅芯尾部变软甚至熔融，从而直接引起倒炉。根据客户使用情况反馈结合本厂实际情况，对边长（方形）及允许偏差做了如表1的规定。

**3 长度及允许偏差：**参照2015版《改良西门子法多晶硅用硅芯》中的规定及根据客户使用情况同时结合本厂实际情况，对长度及允许偏差做了表1的规定。

**4 直线度误差**：由于硅芯安装后是直立于还原炉内，因此如果弯曲度过大的话，容易出现倒炉，从而给生产组织和配件消耗等，甚至是还原炉的安全运行带来巨大的风险。根据客户使用情况反馈结合本厂实际情况，对直线度误差做了表1的规定。

**2）电学性能及成分**

**1 多晶N型电阻率及P型电阻率**：铸锭硅芯通过工艺、设备等的改进，自主研发的改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯电阻率高、均匀性好，单个方锭产出硅芯单点电阻率提升到N型20Ω/cm以上,并且单支硅芯上所有点电阻率均匀性很好,整体电阻率偏差控制在（10-20）Ω/cm以内；解决了直拉硅芯电阻率头高尾低的问题,更有利于硅芯的击穿及致密料的生长。

1.1 关键技术

①原料成分杂质控制：分析原料及各辅材中各成分对产品电阻率的影响，同时经测试发现原料中三五价杂质元素偏高，是造成整体电阻率偏低的主要因素之一，为此我司制定了原料标准，通过严格控制原料中杂质浓度，有助于提升方锭硅芯电阻率。

②坩埚低扩散设计：坩埚是铸锭过程中必不可少的辅材之一，在铸锭过程中，坩埚中五价元素（P）会扩散到熔融的硅液中，增加了硅芯方锭的杂质含量，降低电阻率，通过研究并在坩埚内层涂覆合理的涂层，以减少杂质元素的扩散，提高方锭电阻率。

③N型高电阻率硅芯方锭铸锭工艺优化：分析了铸锭过程中各个阶段杂质扩散的程度对硅芯方锭电阻率影响较大，针对这一研究结果，对工艺进行优化，旨在保证产品质量的基础上，提升产品产能及电阻率。

④铸锭炉热场气流结构优化设计：通过对热场气流结构进行优化，实现定向长晶的同步,从而实现电阻率的均匀分布。

1.2 技术创新之处

①分析原料中各成分对产品电阻率的影响，对产品原料杂质浓度做了规定，通过严格控制原料中施受主杂质的浓度，提升最终产品电阻率。

②采用了低扩散设计的坩埚，通过在坩埚内壁五面上均匀涂覆高纯度的涂层，形成致密的阻隔层，在铸锭过程中，有助于减少、隔离坩埚中的施主杂质扩散到坩埚中的硅液中，从而有效提高硅芯方锭的电阻率。

③分析了铸锭过程中各个阶段杂质扩散的程度，通过优化铸锭过程中融化、长晶工序的时间，在保证质量，提高产能的基础上，减少杂质的扩散，有助于提升整体电阻率。

④进行了铸锭炉热场气流结构优化设计，充分带走硅熔体表面挥发出的杂质，并且实现长晶阶段的平推,提升整体电阻率及分布均匀性。

1.3 N型电阻率及P型电阻率要求规定为1:5左右，根据实际情况做了适量调整。

1.4 同一支硅芯上因电子和空穴的复合形成的空间电荷区而形成的PN结则规定为PN型硅芯。

**2 施主杂质浓度、受阻杂质浓度**

目前改良西门子法生产的多晶硅用铸锭硅芯中的施主杂质浓度和受阻杂质浓度可以满足太能能多晶硅生产企业的使用要求。当随着对多晶硅用铸锭硅芯质量要求的提升，以及生产企业希望施主杂质浓度和受阻杂质浓度尽量低，因此对铸锭硅芯的施主杂质浓度和受阻杂质浓度做了表2的规定。

**3 碳含量（原子数）**

碳在铸锭过程中有引入。碳作为自然界中存在最广、存在形式最多、最复杂的物质，在原生多晶中不可能完全祛除，只能通过铸锭工艺的提升尽可能降低，根据铸锭工艺的实际生产水平对碳含量（原子数）做了表2的规定。

**4 基体金属（铁、铬、镍、铜、锌）杂质浓度**

重金属杂质形成的强复合中心对硅芯会产生严重的影响，原生多晶料是铸锭硅芯中基体金属杂质的最主要的来源。考虑到铸锭生产过程中的玷污因素，对基体金属（铁、铬、镍、铜、锌）杂质浓度做了表2的规定。

**5 表面金属(铁、铬、镍、铜、锌、铝、钾、钠)杂质浓度**

表金属的引入主要来自硅芯后处理（酸洗）、包装过程，尤其是碱金属更是在自然界中和人体中广泛存在，其只能通过良好的过程控制去改善，而不能完全避免，并且取样过程本身就是一个二次污染的过程，样品的分布均匀性和取样的代表性也难以量化的控制，故对表面金属（表面金属(铁、铬、镍、铜、锌、铝、钾、钠)杂质浓度）做了表2的规定。

**三、标准水平分析**

目前国内尚无统一的《改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯》标准，生产单位根据用户的要求来组织生产，但由于各用户的要求不一致，难以统一，想以此标准作为生产及销售的技术规范。本标准为首次制定，规定了改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯产品的各项参数，达到了国内先进水平。

**四、与现行法律、法规及强制性标准的关系**

本标准不违反国家现行的有关法律、法规的规定，与现行的强制性标准协调一致。

**五、标准作为强制性或推荐性标准的建议**

建议本标准作为推荐性协会标准发布、实施。

**六、重大分歧意见的处理**

无。

**七、贯彻标准的要求和措施建议**

无。

**八、预期效果**

我司生产的改良西门子法多晶硅用铸锭硅芯已经在国内多家多晶硅厂使用，如洛阳中硅高科、神舟硅业、江苏康博、万年硅业、内蒙东立、鄂尔多斯等，反响良好。通过对铸锭工艺中各个工序的挖潜，形成了一整套提高硅芯电学性能的工艺及相关技术资料，通过该工艺生产的铸锭硅芯大幅提高了铸锭硅芯的电性能,并大幅降低施、受主杂质浓度。

本标准的实施，有利于统一太阳能级多晶硅对铸锭硅芯的要求，有利于降低太阳能级多晶硅生产成本，乃至整个产业链生产成本的降低，助推光伏平价上网。