

国家标准《流化床法颗粒硅》 编制说明（讨论稿）

一、工作简况

（一）项目目的与意义

流化床法生产的颗粒硅具有投资少、成本低等特点，同时颗粒状的多晶硅对下游太阳能电池应用也具有减少生产环节的优点，该技术的利用可降低太阳能光伏电池及光伏发电的成本，进而扩大太阳能发电占能源消耗的比例，减少温室气体排放，促进“碳达峰、碳中和”目标的实现。流化床法颗粒硅产品纯度控制是其制备工艺的一大技术难点，主要是因为处于流化状态的颗粒硅不可避免地对流化床内表面进行频繁磨蚀，而其主要生产设备为石墨和金属，所以颗粒硅产品中不可避免地会带来碳和金属杂质的污染。多晶硅铸锭用户使用颗粒硅主要作为填缝、铺底料，对碳含量要求不高，但是单晶硅拉晶用户对碳杂质的影响较为敏感。

近几年颗粒硅生产企业加大对生产工艺及装备的革新改造，引进美国半导体颗粒硅技术，同时也与国内厂家联合攻关了高纯组件制备技术。对于主要原料硅烷，采用了痕量精馏的方式将其纯度提高至 9N 以上，最大程度的确保了原料不会带入杂质。颗粒硅品质得到大幅提升，已经可生产直拉单晶硅用的颗粒料，品质与改良西门子法生产的棒状硅的特级料不相上下，甚至优于棒状硅。复投也不影响拉晶的结晶率和单炉产出率。颗粒硅的应用从之前的多晶铸锭到如今的直拉单晶，用户应用规模明显扩大。GB/T 35307-2017《流化床法颗粒硅》标准于 2014 年 12 月开始制定，随着近几年流化床法颗粒硅技术革新和工艺改进，产品指标变化较大，客户需求也在不断提升，原标准对颗粒硅的等级划分、技术要求已无法满足市场实际需求，无法对企业进行生产指导，急需进行修订。通过对碳含量、施主杂质和受主杂质浓度等关键技术指标的修订，有利于颗粒硅生产企业适应市场需求，更加有效的指导国内颗粒硅的生产、销售和应用，同时可以促进颗粒硅生产企业以及下游用户对制造工艺的改革和优化、提高市场竞争力。

（二）任务来源

根据2021年7月21日《国家标准化管理委员会关于下达2021年推荐性国家标准修订计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发[2021]19号）的要求，国家标准《流化床法颗粒硅》（修订 GB/T 35307-2017）项目由江苏中能硅业科技发展有限公司牵头起草，计划编号为 20211953-T-469，项目周期为18个月，完成年限为2023年1月。

（三）主要工作过程

1 预研阶段

2021年，在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组织下，成立了以江苏中能硅业科技发展有限公司为主的标准编制小组，小组成员由GCL检测技术中心及生产分厂相关技术人员组成。标准编制小组2021年开展标准调研工作，调研颗粒硅的生产工艺、取样过程、粒硅产品尺寸、杂质含量等相关情况，并对颗粒硅的相关分析方法进行查询和调研。

目前硅烷流化床法是制备颗粒状多晶硅的主要工艺之一，它以硅烷作为硅源气、以氢气作为载气，将硅烷通入以多晶硅为晶种的流化床中，使硅烷热分解并在晶种上沉积，生成粒状多晶硅。在反应过程中，硅烷气进入流化床后迅速分解，发生异相反应，沉积在颗粒硅的表面，生成颗粒硅。

2 起草阶段

2021年7月21日，国家标准化管理委员会下达了修订《流化床法颗粒硅》国家标准的任务。2021年由标准编制小组牵头，按照小组成员的工作性质进行项目分工。根据国标委相关文件精神要求，江苏中能根据颗粒硅生产与使用经验，通过查阅大量的文献，比较国内外颗粒硅的品质状况，调研和调查相关客户的质量要求，及时召开现场工作会议讨论标准的修订内容，按照国家标准委员会的编制原则、框架要求和国家的法律法规，编制组及时修改标准文本，形成《流化床法颗粒硅》标准讨论稿和编制说明（讨论稿）。

（四）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

1 主要参加单位情况

牵头单位江苏中能硅业科技发展有限公司（以下简称“中能硅业”），是世界领先的集研发、生产、销售、服务于一体的高纯多晶硅新能源企业，系香港上市公司保利协鑫能源控股有限公司控股的子公司。2006年3月，中能硅业在江苏省徐州市经济技术开发区创立。凭借人才、技术、成本、质量、研发等综合优势。仅用5年时间就赶超了美、德等西方发达国家半个世纪的多晶硅研发与制造水平，彻底扭转中国光伏行业“两头在外”的被动局面。2016年在新疆昌吉州西黑山产业园新建新疆协鑫新能源材料科技有限公司，2020年“新疆”与“徐州”双轮齐驱，为全球提供四分之一的高纯多晶硅原料。

目前，中能硅业正引领国内多晶硅产业第二次技术革命，全力推进硅烷流化床法制备多晶硅技术（简称“硅烷法”）的自主研发。2017年4月正式收购美国太阳能巨头、全球最大洁净能源开发商SunEdison公司，提升硅烷流化床核心技术能力。2019年实现关键设备国产化及关键材料替代，主编国内颗粒硅国标行标，实现FBR装置长周期运行及品质突破，完全满足主流市场单晶硅料需求，并已通过下游客户的实际验证。中能硅业硅烷法生产的颗粒硅产品质量已达到电子级标准，随着单晶复投料需求激增，公司现有颗粒硅产能已无法满足市

场需求，为加快推进硅料业务提档升级，中能硅业于 2020 年 8 月实施启动高纯晶体硅替代升级项目，采用协鑫独创 FBR 硅烷流化床法批量生产颗粒硅，目前已实现颗粒硅年产能 1.0 万吨，计划 2021 年底产能扩至 5.4 万吨。志在打造清洁生产、低碳减排的环保新能源企业，提升国际化核心竞争力，带动国内光伏、电子等新兴行业发展，在行业竞争中继续赢得领跑者的地位。

江苏中能硅业科技发展有限公司作为牵头单位开展大量的现场调研、资料查阅、取样、各项试验和数据的收集工作，为标准编写提供了真实有效的实测数据，并组织标准编写，最终带领编制组完成标准编制工作。陕西有色天宏瑞科硅材料有限责任公司积极参加标准调研工作和意见反馈工作，针对标准的讨论稿的技术指标提出反馈意见。亚洲硅业（青海）股份有限公司在标准编写过程中积极提供生产工艺类材料和反馈意见，为标准内容的确定与完善做出了贡献。

2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

起草人	工作职责
兰天石	负责标准修订工作整体的统筹安排，跟进标准修订进度，推进标准稳步进行。
蒋立民	提供理论支撑和指导，协助标准编写。
王彬、徐梦	负责标准和编制说明的编写，负责相关企业意见的征集和反馈。
徐梦	负责本标准实验安排，试验方案确定以及数据积累。
陈琛、郭晓晖	提供产品生产、使用情况，参与标准编写及意见反馈

二、标准编制原则

本标准的编制原则如下：

(1) 修订流化床法颗粒硅的产品质量要求，使之满足和保证行业应用的技术发展需要。根据行业水平和用户需求，对现有《流化床法颗粒硅》国家标准施受主杂质、碳杂质、氢浓度和总金属杂质含量的指标进行修订，并增加总金属杂质含量的元素。

(2) 融入最新的较为成熟的流化床颗粒硅的检测方法，提供准确的分析数据，更好的指导流化床法颗粒硅的生产。

(3) 为促进光伏行业的发展，结合我国多晶硅实际生产水平，同时根据产品用户的意见反馈，正确兼顾好彼此之间的关系，追求技术的先进性、指标的合理性和严谨性的统一，规范产品的质量标准，便于生产和用户的应用；

三、标准主要内容的确定依据及主要试验验证情况分析

本次修订，主要技术变动内容及其依据如下：

3.1 更改了标准的范围

随着技术革新和设备改造，颗粒硅生产工艺也逐渐趋于多元化，不仅仅限于以硅烷气为原料生产颗粒硅。根据前期调研和查阅资料，颗粒硅的生产工艺包括硅烷法和氯硅烷法两种制备方法。因此，本次标准修订对原标准中的“1 范围”做了如下修改：标准适用范围增加了以氯硅烷为原料的颗粒硅的生产工艺。

具体表述为：“本文件规定了流化床法生产的颗粒硅的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、随行文件和订货单（或合同）内容。本文件适用于以氯硅烷、硅烷为原料，采用流化床法生产的颗粒状多晶硅产品”。

3.2 更改了牌号

根据 GB/T 14844-2018 的相关要求，对颗粒硅牌号进行了修改，并增加了氯硅烷生产方法。

3.3 更改了技术指标

随着颗粒硅生产企业大量资金、技术、设备以及人才的投入，颗粒硅生产工艺日渐成熟，颗粒硅产品质量有了稳步提升。根据颗粒硅企业实际产品质量和参照多晶硅相关标准，对颗粒硅的指标进行相应如下调整。

表 1 技术指标（原标准）

项目	技术指标			
	特级	1 级	2 级	3 级
施主杂质浓度 10^{-9} (ppba)	≤ 0.30	≤ 1.10	≤ 2.30	≤ 4.80
受主杂质浓度 10^{-9} (ppba)	≤ 0.20	≤ 0.26	≤ 0.54	≤ 1.32
碳浓度 atoms/cm ³	$\leq 2.0 \times 10^{16}$	$\leq 2.5 \times 10^{17}$	$\leq 3.0 \times 10^{17}$	$\leq 5.0 \times 10^{17}$
氢浓度 mg/kg	≤ 30	≤ 30	≤ 30	≤ 30
总金属杂质平均浓度 (Fe、 Cr、Ni、Cu、Na) ng/g	≤ 10	≤ 100	≤ 300	≤ 600

表 1 技术指标（修订标准）

项目	技术指标			
	特级	1 级	2 级	3 级
施主杂质浓度 10^{-9} (ppba)	≤ 0.30	≤ 0.68	≤ 1.40	≤ 2.61
受主杂质浓度 10^{-9} (ppba)	≤ 0.10	≤ 0.20	≤ 0.54	≤ 1.32
碳浓度 atoms/cm ³	$\leq 1.5 \times 10^{16}$	$\leq 2.5 \times 10^{16}$	$\leq 5.0 \times 10^{16}$	$\leq 1.0 \times 10^{17}$
氢浓度 mg/kg	≤ 15	≤ 30	≤ 30	≤ 30
总金属杂质平均浓度 (Fe、 Cr、Ni、Cu、Na、Zn) ng/g	≤ 10	≤ 15	≤ 50	≤ 100

(1) 更改了施、受主杂质浓度指标

更低的施、受主杂质含量，显著提高拉晶、铸锭环节生产的晶体的电阻率稳定性。

本标准根据颗粒硅产品实际质量情况，同时参考《太阳能级多晶硅》、《电子级多晶硅》（修订中）的指标，进行如下修订：

将 1、2、3 级施主杂质浓度由 1.10、2.30、4.80 ppba 修订为 0.68、1.40、2.61 ppba。将特级、1 级受主杂质浓度由 0.20、0.26 ppba 修订为 0.10、0.20ppba。

(2) 更改了碳浓度指标

更低的碳含量，显著降低拉晶、铸锭环节生产的晶体碳含量水平。根据颗粒硅产品实际质量情况，参考《太阳能级多晶硅》、《电子级多晶硅》（修订中）的指标，进行如下修订：

特级、1、2、3 级碳浓度的指标由 2.0×10^{16} 、 2.5×10^{17} 、 3.0×10^{17} 、 5.0×10^{17} atoms/cm³ 修订为 1.5×10^{16} 、 2.5×10^{16} 、 5.0×10^{16} 、 1.0×10^{17} atoms/cm³。

(3) 更改了氢浓度指标

颗粒硅氢含量显著影响单晶拉制过程中的结晶率，较低的氢含量不仅能提高下游应用的安全性，更能提高单晶拉制成功率。随着脱氢技术研发和进步，颗粒硅氢含量的指标已有了明显的降低。因此本标准修订过程中，对氢含量进行更改，将特级品氢浓度指标由 30 mg/kg 修订为 15 mg/kg。

(4) 更改了总金属杂质平均浓度指标，同时增加金属元素锌

更低的总金属杂质，能提高拉晶、铸锭环节生产的晶体的少子寿命。根据颗粒硅产品实际质量情况，同时参考《太阳能级多晶硅》、《电子级多晶硅》（修订中）的指标，进行如下修订：将 1、2、3 级总金属杂质平均浓度指标由 100、300、600 ng/g，修订为 15、50、100 ng/g。

原标准中总金属杂质包括铁、铬、镍、铜、钠（Fe、Cr、Ni、Cu、Na）五种元素，为保持和国标《太阳能级多晶硅》、《电子级多晶硅》（修订中）金属元素的一致性，修订后的标准增加了锌元素，总金属杂质包括铁、铬、镍、铜、钠、锌（Fe、Cr、Ni、Cu、Na、Zn）六种元素；

3.4 更改了试验方法

(1) 更改了颗粒硅的氢含量的试验方法

GB/T 35307-2017 发布时，并没有颗粒硅氢含量检测方法相关标准的制定，因此也没有相关检测方法标准可参考。随着技术进步和新标准的推进，20184311-T-469《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》标准中明确了流化床法颗粒硅氢含量的测试方法。本标准修订时规定将颗粒硅氢含量检测方法参考此标准进行。试验方法的具体表述为：

“颗粒硅的氢含量检验按 20184311-T-469《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》的规定进行，或用供需双方商定的方法检验。”

(2) 更改了颗粒硅的总金属杂质平均浓度的试验方法

GB/T 35307-2017 发布时，并没有颗粒硅总金属杂质平均浓度相关标准的制定，仅参考了 GB/T31854 光伏材料体金属杂质含量的标准。随着技术进步和新标准的推进，YS*****《颗粒硅总金属杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》标准中明确了流化床法颗粒硅总金属杂质平均浓度的测试方法。本标准修订时规定将颗粒硅总金属杂质平均浓度的检测方法参考此标准进行。试验方法的具体表述为：

“颗粒硅的总金属杂质平均浓度测定按 YS*****的规定进行。”

(3) 更改了颗粒硅尺寸的试验方法

原标准中颗粒硅尺寸的试验方法使用筛分法或参考国际标准，但筛分法进行颗粒硅尺寸检测并没有相关标准的制定。随着技术进步和国家标准发展，GB/T 21649.2《粒度分析 图像分析法 第 2 部分：动态图像分析法》已明确规定了粒度分析方法。因而本标准在修订时将颗粒硅尺寸的试验方法更改为 GB/T 21649.2，试验方法的具体表述为：

“颗粒硅的尺寸检验按 GB/T 21649.2 的规定进行，或用供需双方商定的方法检验。”

3.5 更改了随行文件的内容，增加了“订货单内容”

根据 GB/T 20001.10-2014 的相关要求以及半导体材料产品标准的特点，将“质量证明书”更改为随行文件。

三、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

四、预期达到的社会效益等情况

(一) 标准项目的可行性简述

流化床颗粒硅技术出现于上世纪六十年代，然而由于当时的技术无法解决颗粒硅产品的表面污染和设备的大型化问题，该技术一直没有得到发展。近年来随着技术进步，国际一流多晶硅生产企业投入大量资源进行相关技术设备开发，阻碍流化床法发展的诸多瓶颈问题相继得到解决，其优势逐渐体现。流化床法生产的颗粒状多晶硅与改良西门子法生产的多晶硅相比具有投资少、成本低等特点，同时颗粒状多晶硅能有效节省太阳能光伏电池制造的生产环节，该技术的利用可降低太阳能光伏电池及光伏发电的成本，进而扩大太阳能发电占能源消耗的比例，减少温室气体排放，促进我国“碳达峰、碳中和”目标的实现。

近年来，颗粒硅技术已逐步成熟，并实现大规模稳定生产，仅江苏中能年有效产能已達一万吨，迈入万吨级产能规模。通过采用硅烷流化床法将原料三氯氢硅歧化制得硅烷，硅烷

在流化床中进行分解反应制得颗粒硅，单程转化率可达 99%，减少了尾气回收和精馏环节，可连续化生产，能耗和成本都大大降低。FBR 法颗粒硅可达到电子级标准，满足光伏级 N 型高效要求；生产成本更低，同等条件下，颗粒硅比棒状硅生产成本降低 30%左右。通过下游客户的大力支持，在产品试验和认证过程中，通过使用百分百颗粒硅纯投，客户已经生产出完美的单晶产品，颗粒硅产品质量也得到潜在客户认可。

由于国内颗粒硅生产技术质量水平的快速提升，产品指标变化较大，客户需求在不断提升，现行的产品标准 GB/T 35307-2017《流化床法颗粒硅》已无法适应快速发展的颗粒硅产品的应用需求，不能有效指导产品生产及满足客户需求，制约了流化床法颗粒硅产品进一步扩大应用。因而，修订 GB/T 35307-2017 国家标准中涉及的生产工艺、技术指标、试验方法等关键技术内容，有利于促进企业生产工艺装备、技术水平、试验检测的升级发展，同时也利于下游使用颗粒硅的生产企业的发展，规范颗粒硅产品在光伏等应用领域的质量标准，增强企业的市场竞争力，确保颗粒硅产业的良性发展。

(二) 标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益

本标准将是我国目前水平较高的颗粒硅产品标准，主要规定流化床法颗粒硅的适用范围、技术指标、检测方法及随行文件等，满足我国光伏行业发展的客观要求，既体现了我国颗粒硅的制备技术的先进水平，又兼顾现阶段的具体实际。在标准的修订过程中，调研了颗粒硅目前的质量水平，并结合颗粒硅制备研发企业的和下游客户的要求，参照国内其他行业的标准，进一步规范国内流化床法颗粒硅的适用范围、技术指标及试验方法，使标准具有充分的先进性、科学性、广泛性和适用性，综合水平达到国内先进水平。

颗粒硅作为光伏硅材料新一代技术，将助力行业大幅降本，本标准实施后，进一步保障光伏行业需求，有利于扩大颗粒硅产品市场占有率和应用领域，提高流化床法颗粒硅的国际竞争力，提高企业的经济效益。

五、采用国际标准和国外先进标准的情况

无。

六、与现行相关法律、法规、规章及相关标准的关系

本标准修订时，在标准的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存等方面与国内相关标准协调一致。新修订的《流化床法颗粒硅》从技术上保证了产品的可靠性，表达清楚，技术要求全面、准确、科学、合理；标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和有关法规，符合 GB/T 1.1 的有关要求。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、标准性质的建议说明

本标准作为推荐性国家标准发布实施。

九、贯彻标准的要求和措施建议

1、首先应在实施前保证标准文本的充足供应，使每个颗粒硅生产企业及相关检测机构都能及时获得本标准，这个是保证新标准贯彻实施的基础。

2、本次修订的《流化床法颗粒硅》标准，与多晶硅生产企业有关，对于标准使用过程中出现的疑问，起草单位有义务进行解释。

3、可以针对标准使用的不同对象，有侧重点的进行标准培训和宣贯，以保证标准的贯彻实施。

十、废止现行标准的建议

在本标准实施之日起，建议废止 GB/T 35307-2017《流化床法颗粒硅》。

十一、其他应予说明的事项

无。

标准编制组

2021年8月