ICS 29.045

CCS H 82

|  |
| --- |
|  |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—XXXX

|  |
| --- |
|  |

颗粒硅表面粉尘含量的测定 浊度法

Determination of dust content on the surface of granular silicon-Turbidity method

|  |
| --- |
|  |
| (审定稿) |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部   发布

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。

本文件由全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分会（SAC/TC 203/SC2）提出并归口。

本文件起草单位：江苏中能硅业科技发展有限公司、乐山协鑫新能源科技有限公司、内蒙古鑫元硅材料科技有限公司、内蒙古鑫环硅能科技有限公司、陕西有色天宏瑞科硅材料有限责任公司

本文件主要起草人：

颗粒硅表面粉尘含量的测定 浊度法

1. **范围**

本文件描述了浊度仪测定颗粒硅表面粉尘含量的方法。

本文件适用于颗粒硅产品表面粉尘含量的测定，测定范围为0NTU-1000NTU。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数据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

HJ 1075 水质 浊度的测定 浊度计法

1. **术语和定义**
   1. 颗粒硅 granular silicon

用硅烷流化床法（FBR）生产出来的颗粒状硅多晶。

* 1. 浊度 turbidity

也称浑浊度。是由于水中对光有散射作用物质的存在，而引起液体透明度降低的一种量度。水中悬浮及胶体微粒会散射和吸收通过样品的光线，光线的散射现象产生浊度，利用样品中微粒物质对光的散射特性表征浊度，测量结果单位为 NTU（散射浊度单位 Nephelometric Turbidity Units）。

[来源：HJ 1075 水质 浊度的测定 浊度计法]

1. **方法原理**

称取一定质量的颗粒硅置于纯水中，经过超声后，颗粒硅表面粉尘被浸提到纯水中，通过检测纯水的浊度来表示颗粒硅表面粉尘的含量。

1. **干扰因素**
   1. 样品超声过程中，超声仪频率和声强影响粉尘浸提效果。超声仪频率宜为40KHZ、声强宜为0.5 W/cm2。
   2. 检测样品前应对浊度瓶进行润洗，并擦拭表面残留液体，避免浊度瓶影响检测结果。
   3. 不同材质的样品容器影响样品表面粉尘的超声效果，宜选用聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）材质和聚丙烯（PP）材质。
   4. 样品超声结束后，提取液长时间放置会导致粉尘沉降，影响检测结果。宜超声后10min内完成样

品检测，测试前建议摇匀。

1. **试剂和材料**
   1. 二级水：应符合GB/T 6682规定的二级水及以上等级。
   2. 浊度校准溶液：采用可以量值溯源的有证标准物质。
   3. 样品容器：聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）材质和聚丙烯（PP）材质。
2. **仪器设备**
   1. 浊度仪：检测范围0-4000 NTU或符合上述条件的仪器。
   2. 超声仪：频率为40KHz，各点位声强约为0.5W/cm2或符合上述条件的仪器。
   3. 电子天平：感量为0.01 g。
3. **试验步骤**
   1. 试料

称取2.00 g试料，精确至0.01 g。

* 1. 平行试验

独立地进行三次测定，取其平均值。

* 1. 仪器校准

按照浊度仪使用说明书的要求，利用不同浓度的浊度校准溶液（6.2）对仪器进行校准。

* 1. 空白试验

在样品容器（6.3）中加入100 mL二级水（6.1），按照（8.5）中的操作读取数值，若浊度值不大于0.02 NTU，继续进行试验。否则，需重新清洗容器。

* 1. 样品的测定

将样品（8.1）置于盛有100 mL二级水（6.1）的样品容器（6.3）中，在超声仪（7.2）中超声5分钟。把待测溶液加至润洗干净的浊度瓶刻度线处，再将浊度瓶放入浊度仪中（7.1）中，待仪器读数稳定后读取数值，即为颗粒硅表面粉尘含量，单位NTU。

1. **结果表示**
   1. 仪器直接读出测量结果，无需计算。
   2. 样品将结果根据GB/T 8170 进行数值修约，结果保留小数点后一位。
2. **精密度**
   1. 重复性

在重复性条件下获得的三次独立测定结果的测定值，在表1给出的平均值范围内，这两个测定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）按照表1数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限**（r）**

|  |  |
| --- | --- |
| **表面粉尘含量（NTU）** | **重复性限（NTU）** |
| 50.2 | 14.1 |
| 95.7 | 18.4 |
| 152.9 | 31.0 |
| 216.8 | 49.6 |

* 1. 再现性

在再现性条件下获得的三次独立测试结果的测定值，在表2给出的平均值范围内，这两个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）按照表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限**（R）**

|  |  |
| --- | --- |
| **表面粉尘含量（NTU）** | **再现性限（NTU）** |
| 50.2 | 15.7 |
| 95.7 | 18.9 |
| 152.9 | 31.7 |
| 216.8 | 50.2 |

1. **试验报告**

试验报告应包含以下内容：

1. 样品名称；
2. 本文件编号；
3. 测试环境；
4. 仪器型号；
5. 测试结果；
6. 操作者、测试日期、测试单位；
7. 其他；