



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КРЕМНИЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 2169—69

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва

КРЕМНИЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ

Технические условия

Crystal silicon.
SpecificationsГОСТ
2169—69*Взамен
ГОСТ 2169—43

ОКП 17 1131

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 16/X 1969 г. № 1129 срок введения установлен

с 01.07.70

Проверен в 1986 г. Постановлением Госстандарта от 28.07.86 № 2267 срок действия продлен

до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на кремний, получаемый путем восстановительной плавки кварцита в дуговых электропечах, предназначенный для изготовления кремнийсодержащих сплавов, кремнийорганической продукции, полупроводникового кремния, а также для спеццелей.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Кристаллический кремний изготавливают в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической инструкции, утвержденной в установленном порядке.

1.2. Марки и химический состав кремния должны соответствовать указанным в таблице.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание (декабрь 1986 г.) с Изменением № 2, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86).

© Издательство стандартов, 1987

Марка кремния	Код ОКП	Химический состав, %				
		Кремний, не менее	Примеси, не более			
			Железо	Алюминий	Кальций	Сумма определяемых примесей
Кр00	17 1131 0001	99,0	0,4	0,3	0,4	1,0
Кр0	17 1131 0002	98,8	0,5	0,4	0,4	1,2
Кр1	17 1131 0003	98,0	0,7	0,7	0,6	2,0
Кр2	17 1131 0004	97,0	1,0	1,2	0,8	3,0
Кр3	17 1131 0005	96,0	1,5	1,5	1,5	4,0

Примечания:

1. Массовая доля кремния устанавливается как разность между 100% и суммой определяемых примесей в процентах.

2. В кремнии, предназначенном для производства алюминиево-кремниевых сплавов, допускается более высокая массовая доля алюминия без увеличения суммы определяемых примесей. В этом случае к обозначению марки добавляют букву А. Например: Кр1А.

3. В кремнии, предназначенном для синтеза кремнийорганических мономеров, массовая доля титана не должна превышать 0,3% с соответствующим увеличением суммы определяемых примесей.

4. По требованию потребителя для производства полупроводникового кремния, а также для спеццелей изготавливают кремний марки Кр0 с массовой долей алюминия не более 0,3%; марки Кр1 — с массовой долей алюминия не более 0,6%.

1.3. Кремний изготавливают в виде кусков (частиц) размерами от 20 до 300 мм. Допускается содержание кусков (частиц) размером менее 20 мм не более 10% массы партии. По требованию потребителя минимальный размер куска в партии должен быть не менее 5 мм. Содержание кусков (частиц) размером менее 5 мм не должно превышать 5% массы партии. По согласованию изготовителя с потребителем изготавливают дробленый и порошкообразный кремний.

1.4. Поверхность и излом кусков кремния не должны содержать включений шлака, песка и других инородных материалов, видимых невооруженным глазом.

На поверхности кусков кремния, предназначенного для производства алюминиево-кремниевых сплавов, допускаются следы противопригарной засыпки, ликвационные наплывы, брызги кремния, пленки побежалости и отдельные незначительные шлаковые включения.

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Кремний принимают партиями. Партия должна состоять из кремния нескольких плавов одной марки и оформлена одним документом о качестве, содержащим:

товарный знак или наименование и товарный знак предприятия-изготовителя;
марку кремния;
номер партии;
массу партии;
результаты определения химического состава;
дату формирования партии;
штамп технического контроля;

обозначение настоящего стандарта.

Масса партии не должна быть более 75 т.

2.2. Для проверки химического состава и размера кусков (частич) кремния отбирают объединенную пробу в количестве не менее 0,1% массы партии. Массовую долю железа, алюминия, кальция, а также титана (в кремнии, предназначенном для синтеза кремнийорганических мономеров) определяют в каждой партии.

2.3. Контроль качества поверхности и излома проводят на четырех кусках, произвольно взятых от партии.

2.4. При получении неудовлетворительных результатов испытания хотя бы по одному из показателей проводят повторное испытание на удвоенной выборке, взятой от той же партии. Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Отбор и подготовка проб

3.1.1. От упакованного кремния точечные пробы отбирают: у изготовителя — с транспортных лент через равные промежутки времени, у потребителя — в процессе разгрузки или других перемещений кремния и объединяют.

3.1.2. От упакованного кремния точечные пробы отбирают от каждого второго грузового места, если в партии не более десяти грузовых мест, и от каждого десятого грузового места, если в партии более десяти грузовых мест, и объединяют.

3.1.3. Объединенную пробу делят на две равные части: одну — для определения химического состава, другую — для определения гранулометрического состава.

3.1.4. Часть объединенной пробы для определения химического состава дробят и сокращают квартованием до лабораторной пробы массой не менее 150 г и крупностью зерен, проходящих через сито с сеткой № 2,5 по ГОСТ 6613—86.

Лабораторную пробу делят на две равные части. Одна часть предназначена для определения химического состава, другая хранится в течение 30 сут на случай разногласий в оценке качества.

3.1.5. Отбор и подготовку проб допускается проводить другими методами, обеспечивающими требуемую точность отбора. При

возникновении разногласий в оценке качества отбор проб проводят в соответствии с пп. 3.1.1—3.1.4.

3.2. Химический состав кремния определяют по ГОСТ 19014.0-73 — ГОСТ 19014.4-73. На предприятии-изготовителе допускается проводить анализ другими методами, обеспечивающими требуемую точность определений. При разногласии в оценке химического состава анализ проводят по ГОСТ 19014.0-73 — ГОСТ 19014.4-73.

3.3. Качество поверхности и излома оценивают визуально.

3.4. Максимальный размер кусков проверяют металлической линейкой по ГОСТ 427—75.

Содержание мелких фракций определяют просеиванием на сетке № 20 или № 5 по ГОСТ 5336—80.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Кристаллический кремний не упаковывают.

По согласованию потребителя с изготовителем кремний упаковывают в плотные деревянные ящики типа II—III по ГОСТ 2991—85, металлические барабаны по ГОСТ 25750—83 и бочки по ГОСТ 6247—79 или ГОСТ 13950—84.

Для длительного хранения кремний упаковывают в тару с постоянной массой нетто каждого упаковочного места.

4.2. Транспортная маркировка кремния, отгружаемого в упаковке, — по ГОСТ 14192—77.

4.3. Маркировку, характеризующую продукцию, наносят на ярлык, содержащий:

товарный знак или наименование и товарный знак предприятия-изготовителя;

номер партии;

марку кремния;

химический состав;

массу нетто упаковочного места;

штамп технического контроля;

дату формирования партии.

На ярлык по диагонали наносят полосы следующего цвета:

желтый — для кремния марки Кр00;

красный — для кремния марки Кр0;

зеленый — для кремния марки Кр1;

синий — для кремния марки Кр2;

черный — для кремния марки Кр3.

4.4. Ярлык вкладывают в защитное приспособление, изготовленное по нормативно-технической документации и обеспечивающее сохранность надписей при транспортировании и хранении, и прикрепляют к крышке барабана или торцовой стенке ящика. На специализированном контейнере ярлык вкладывают в карман, в

открытом железнодорожном вагоне при транспортировании кремния навалом ярлык прикрепляют внутри с каждой стороны вагона около лестницы.

4.5. Для кремния, предназначенного для длительного хранения, по требованию потребителя маркировку, указанную в п. 4.3 (кроме химического состава), наносят на тару по трафарету несмываемой краской с указанием массы брутто каждого упаковочного места.

4.6. При транспортировании кремния автотранспортом документ о качестве прикладывают к товарно-транспортной накладной.

4.7. Кремний транспортируют железнодорожным и автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

Транспортирование кремния навалом, в том числе в специализированных контейнерах, осуществляют открытыми транспортными средствами.

Кремний, упакованный в соответствии с требованиями п. 4.1, транспортируют крытыми транспортными средствами.

4.8. Упакованный кристаллический кремний хранят в крытых помещениях.

Кристаллический кремний, транспортируемый навалом, в том числе в специализированных контейнерах, хранят под навесом или в крытых помещениях.

Разд. 1—4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

Дата введения 01.07.91

Наименование стандарта. Заменить слово: «кристаллический» на «технический»; «Crystal» на «Technical».

Пункт 1.1. Заменить слово: «Кристаллический» на «Технический».

Пункт 1.2. Таблица. Заменить наименование графы: «Химический состав, %» на «Массовая доля, %»;

примечания изложить в новой редакции:

«Примечания:

1. Массовая доля кремния устанавливается как разность между 100 % и суммой определяемых примесей в процентах.

2. Округление результатов анализа кремния до десятых долей для определения его марки проводится в соответствии с СТ СЭВ 543—77.

3. В кремнии, предназначенном для производства алюминиево-кремневых сплавов, допускается массовая доля алюминия до 2,0 % с соответствующим снижением массовой доли кремния. В этом случае к обозначению марки кремния добавляется буква А. Например: Кр1А.

4. В кремнии, предназначенном для химической промышленности, массовая доля титана не должна превышать 0,2 % с соответствующим снижением массовой доли кремния.

5. По согласованию изготовителя с потребителем для производства полупроводникового кремния, а также для спеццелей изготовляют кремний марки Кр0 с массовой долей алюминия не более 0,3 %, марки Кр1 — с массовой долей алюминия не более 0,6 %».

Пункт 1.3 изложить в новой редакции: «1.3. Кремний изготовляют в виде кусков размерами от 20 до 300 мм с допускаемым содержанием фракции менее 20 мм не более 10 % массы партии.

По согласованию изготовителя с потребителем изготовляют кремний следующего фракционного состава:

до 20 мм;

от 5 до 300 мм (содержание фракции менее 5 мм — не более 5 % массы партии);

от 20 до 150 мм (содержание фракции менее 20 мм — не более 20 % массы партии);

от 2 до 70 мм (содержание фракции менее 2 мм — не более 5 % массы партии)».

Пункт 1.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «Поверхность кусков кремния не должна содержать включений шлака, песка и других инородных материалов, видимых невооруженным глазом. Потемнение поверхности кремния при саморазламывании горячих слитков, а также наличие цветов побежалости браковочными признаками не являются»;

второй абзац после слов «алюминиево-кремневых сплавов» дополнить словами: «различных марок».

Пункт 2.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Кремний принимают партиями. Партия должна состоять из кремния одной или нескольких плавок одной марки. Партию оформляют одним документом о качестве, содержащим:»;

заменить слова: «результаты определения химического состава» на «результаты определения массовой доли компонентов»; последний абзац. Заменить слова: «не должна быть» на «должна быть не».

Пункты 2.2, 2.3 изложить в новой редакции: «2.2. Для определения массовых долей компонентов в кремнии и его фракционного состава отбирают точечные пробы, из которых формируют объединенную пробу в количестве не менее 0,1 % партии. В каждой партии определяют массовую долю железа, алюминия

(Продолжение см. с. 108)

и кальция. Массовую долю титана в кремнии, предназначенном для химической промышленности, определяют по требованию потребителя.

2.3. Контроль качества поверхности проводят визуально не менее чем на четырех кусках, произвольно отобранных от партии».

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3. Методы испытаний

3.1. От партии неупакованного кремния точечные пробы отбирают через равные промежутки времени в процессе погрузки, разгрузки или других перемещений кремния.

3.2. От партии упакованного кремния точечные пробы отбирают от каждого второго грузового места. Количество точек отбора проб должно быть не менее пяти.

3.3. Объединенную пробу делят на две равные части: одну — для определения массовых долей компонентов в кремнии, другую — для определения его фракционного состава.

3.4. Часть объединенной пробы, предназначенной для определения массовых долей компонентов в кремнии, дробят до крупности зерен, проходящих через сито с сеткой № 2, 5 по ГОСТ 6613—86, и сокращают квартованием до лабораторной пробы массой не менее 150 г.

Лабораторную пробу отмагничивают и делят на две равные части. Одна часть используется для определения массовых долей компонентов в кремнии, другая — хранится в течение 30 сут с момента отбора пробы на случай разногласий в оценке качества.

Дальнейшую подготовку лабораторной пробы проводят по ГОСТ 19014.0—73.

3.5. Отбор проб допускается проводить другими методами, обеспечивающими представительность выборки. При возникновении разногласий в оценке качества кремния отбор проб проводят в соответствии с пп. 3.1 и 3.2 настоящего стандарта.

3.6. Массовую долю компонентов в кремнии определяют по ГОСТ 19014.0-73 — ГОСТ 19014.4-73. Допускается проводить анализ другими методами, обеспечивающими требуемую точность определений. При разногласиях в оценке результатов анализа его проводят по ГОСТ 19014.0-73 — ГОСТ 19014.4-73.

3.7. Качество поверхности кремния оценивают визуально.

3.8. Максимальный размер кусков проверяют металлической линейкой по ГОСТ 427—75.

Массовую долю мелких фракций определяют просеиванием на сетках № 2 по ГОСТ 6613—86 или № 5 и 20 по ГОСТ 5336—80».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции: «4.1. Технический кремний транспортируют в неупакованном виде или, по согласованию изготовителя с потребителем, упакованным в плотные деревянные ящики типа II—III по ГОСТ 2991—85, металлические барабаны по ГОСТ 25750—83 или бочки по ГОСТ 6247—79, ГОСТ 13950—84, ГОСТ 8777—80 и ТУ 10.10.739—80.

Кремний, предназначенный для длительного хранения, упаковывают в деревянные ящики типа III—2 по ГОСТ 2991—85 с постоянной массой нетто 500 кг или металлические барабаны типов I и II с гофрами жесткости на обечайке по ГОСТ 25750—83».

Пункт 4.3. Заменить слова: «химический состав» на «массовую долю компонентов в кремнии».

Пункт 4.4 после слов «ярлык прикрепляют внутри» дополнить словами: «вагона, около лестницы».

Пункт 4.7. Второй абзац изложить в новой редакции: «Транспортирование кремния навалом осуществляют в специализированных контейнерах грузоотправителя или грузополучателя по ГОСТ 26380—84, исключая попадание влаги, открытыми транспортными средствами. По согласованию изготовителя с потребителем и транспортными организациями кремний перевозят навалом в

(Продолжение изменения к ГОСТ 2169—69)

открытых вагонах с заделкой конструктивных зазоров в целях избежания просыпания груза и в соответствии с действующими требованиями»;

дополнить абзацами: «При массовой отгрузке кремния в однотипной таре упакованные грузовые места формируются в транспортные пакеты по ГОСТ 26663—85.

Допускается одновременная перевозка в одном транспортном средстве нескольких партий кремния различных марок с обязательным разделением одной партии от другой».

Пункт 4.8 дополнить абзацем: «Допускается хранение у потребителя кремния, упакованного в металлическую тару, исключающую попадание влаги, на открытых площадках с твердым грунтом и уклоном, обеспечивающим сток воды».

(ИУС № 4 1991 г.)