国家标准《电子级多晶硅》

**编制说明（送审稿）**

1. **工作简况**
	1. **立项目的与意义**

目前国外企业占据了超过95%电子级多晶硅的产能，其中应用于高端集成电路（12寸）的电子级多晶硅更是接近100%，其中日本（Tokuyama、Mitsubishi、Osaka Ti）产能占据超过40%，德国（Wacker）和美国（Hemlock）产能占据超过了50%。近年，国内江苏鑫华半导体、陕西有色天宏瑞科、黄河水电等企业积极研发，产品质量不断提高，已具备电子级多晶硅的生产能力，在市场上已经占有一定份额。

同时，目前中国正在全力发展集成电路，产业目标由“中国制造”转换为“中国创造”。未来全球有60余座芯片厂建成，其中有半数在中国大陆，对电子级多晶硅的需求量将增加超过30%（近1万吨）。与此同时，由美国为首的部分国家掀起“贸易战”，对未来电子级多晶硅的进口造成了很大的不确定性。因此，电子级多晶硅国产化势在必行，也非常急迫。

但是GB/T 12963-2014《电子级多晶硅》对电子级多晶硅产品的等级划分、技术要求已无法满足市场的实际需求，与电子级多晶硅的应用存在较大的差异，无法指导企业的生产和销售。

通过对此标准的修订，能够更加贴合市场实际情况，和国际先进电子级多晶硅企业质量水平接轨，有效的指导国内电子级多晶硅的生产、销售和应用，提高国内企业的国内国际市场竞争力。

* 1. **任务来源**

根据2019年12月31日《国家标准化管理委员会关于下达2019年第四批推荐性国家标准计划的通知》（国标委综合[2019]40号）的要求，国家标准《电子级多晶硅》项目由江苏鑫华半导体科技股份有限公司牵头修订，计划编号20194174-T-469，项目周期为18个月。鉴于《电子级多晶硅》作为半导体产业的重要产品标准，对于电子级多晶硅、集成电路的产业发展具有重要意义，标准编制需要充分的调研和讨论，编制工作任务重，加之受疫情影响，2020年现场会议受限，为了保证编制质量，申请延期12个月完成，最终要求完成年限为2022年6月。

经过原国标委工业一部、工业二部认可，半导体材料标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会（SAC/TC 203）与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（SAC/TC 203/SC2）共同提出并归口，具体见标委工二函[2014]22号，已上传制修订系统。

* 1. **主要参加单位和工作成员及其所做工作**

**3.1 主要参加单位情况**

标准主要起草单位江苏鑫华半导体科技股份有限公司在标准编制过程中，积极主动收集并汇总国内外电子级多晶硅的产品标准，带领编制组成员单位认真细致修改标准文本，征求多家企业的修改意见，最终带领编制组完成标准的编制工作。

有色金属技术经济研究院有限责任公司、有研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新能源分公司、陕西有色天宏瑞科硅材料有限责任公司……（待补充）

**3.2 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。（待确定）

表1 主要起草人及工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| XX | 负责标准的工作指导、标准的编写及组织协调 |
| XX | … |

* 1. **主要工作过程**
	2. **立项阶段**

2018年11月，江苏鑫华半导体科技股份有限公司向全体委员会议提交了《电子级多晶硅》标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料，全体委员会议论证结果为同意国家标准申报立项。由秘书处组织委员网上投票，投票通过后转报国标委，并挂网向社会公开征求意见。2019年12月31日，国家标准化管理委员会下达了修订《电子级多晶硅》国家标准的任务，计划编号20194174-T-469。

* 1. **起草阶段**

本项目自下达计划之日起，在江苏鑫华半导体科技股份有限公司内部成立了标准编制组，召开了关于标准起草的工作会议，布置了标准起草的相关工作，产品测试和数据收集有序展开。2020年8月完成了标准标准讨论稿1及编制说明。

2020年10月，由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，在江苏省昆山市召开《电子级多晶硅》第一次标准工作会议（讨论会），共有有色金属技术经济研究院有限责任公司、有研半导体材料有限公司、青海芯测科技有限公司、陕西有色天宏瑞科硅材料有限责任公司、天津中环领先材料技术有限公司、浙江金瑞泓科技股份有限公司等29家单位的37名专家参加了会议，与会专家对标准的讨论稿认真地进行了逐字逐句的讨论，对本标准的技术要点内容和文本质量进行了充分的讨论，会议对本标准的范围、规范性引用文件、术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标志包装、运输、贮存及质量证明书干扰因素、订货单（或合同）内容等提出了相应修改意见。根据昆山会议的要求，编制组对讨论稿进行了修改和补充、完善，于2021年1月完成了标准讨论稿2及编制说明。

2021年3月，由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，在山东省德州市召开《电子级多晶硅》第二次标准工作会议（讨论会），共有有色金属技术经济研究院有限责任公司、有研半导体材料有限公司、陕西有色天宏瑞科硅材料有限责任公司、天津中环领先材料技术有限公司、徐州鑫晶半导体科技有限公司、浙江金瑞泓科技股份有限公司、浙江中晶科技股份有限公公司、南京国盛电子有限公司、浙江海纳半导体材料有限公司等45家单位的54名专家参加了会议，与会专家对标准进行了充分的讨论。会议主要达成一致的讨论意见有：补充说明本文件适用于以氯硅烷、硅烷制得的电子级多晶硅（以下简称“多晶硅”）；试验方法按照技术指标和技术要求的顺序编排；补充规定多晶硅的断面边缘颗粒尺寸用相应精度的量具测量，其他表面质量目视检查。此外，是否保留引用GB/T 13389，技术指标的划分，尺寸分布参考值以“大小料区分”的内容还需进一步的征集意见讨论确定。根据此次会议的讨论结果，编制组及时修改标准讨论稿2，于2021年4月形成标准讨论稿3及编制说明。

2021年10月，由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，在新疆维吾尔自治区乌鲁木齐市召开《电子级多晶硅》第三次标准工作会议（预审会），共有有色金属技术经济研究院有限责任公司、有研半导体材料有限公司、陕西有色天宏瑞科硅材料有限责任公司、青海黄河上游水电开发有限责任公司新能源分公司、上海新昇半导体科技有限公司、上海合晶硅材料股份有限公司、洛阳中硅高科技有限公司等23家单位的43名专家参加了会议，与会专家对标准进行了充分的讨论。会议主要达成一致的讨论意见有：将“本文件适用于以氯硅烷、硅烷制得的电子级多晶硅”改为“本文件适用于以氯硅烷、硅烷制得的直拉（CZ）用电子级多晶硅”电子级多晶硅技术指标中的施主杂质增加Sb元素，即施主杂质包含P、As、Sb三种元素；电子级多晶硅的等级分类按照特级品约占30%，电子1级及以上约占50%，电子2级及以上约占80%-90%，电子3级及以上占比90%-100%；施主杂质含量的电子1级和电子2级的技术指标由≤150ppta/≤250ppta改为≤50ppta/≤100ppta；碳含量的电子1级和电子2级的技术指标由≤80ppba/≤200ppba改为≤50ppba/≤50ppba；基体金属杂质含量的电子1级和电子2级的技术指标由≤0.5ppbw/≤1.5 ppbw改为≤0.3 ppbw /≤0.5 ppbw； 表面金属杂质含量的电子1级和电子2级的技术指标由≤2.0 ppbw /≤5.0 ppbw改为≤0.5 ppbw /≤1.0 ppbw; 电子3级的碳含量由≤300ppba改为≤200ppba。根据此次会议的讨论结果，编制组及时修改标准讨论稿3，于2021年11月形成标准讨论稿4及编制说明。

1. **标准编制原则**

本标准完全按照GB/T 1.1-2020《标准化工作原则 第1部分：标准的结构与编写》、

GB/T 20001.10-2015《标准编写规则 第10部分：产品标准》的要求进行编写。

1. 优化产品的等级分类和技术指标，更好地引导电子级多晶硅的生产，满足用户的使用需求。

——将产品等级划分为4级，新增特级品对标国际主流电子级多晶硅生产厂商的质量水平，满足12寸集成电路的规格需求，约占30%；1级品对标目前国内电子级多晶硅的平均产品质量水平，满足8寸及以下集成电路的规格需求，约占20%；2、3级满足分立器件的规格需求分别约占30%-40%和10%以下。

——提高施受主杂质的规格要求，施主含量由150ppta/250ppta/300ppta变更为30ppta/50ppta/100ppta/300ppta,受主含量由50ppta/80ppta/100ppta变更为10ppta/30ppta/50ppta/100ppta,更好地满足大尺寸集成电路和器件的使用需求。

——提高碳含量的规格要求，由80ppba/200ppba/300ppba变更为20ppba/50ppba/50ppba/200ppba,满足更高要求的大尺寸集成电路的使用需求。

——提高基体金属杂质含量的规格要求，由1.0ppbw/1.5ppbw/2.0ppbw变更为0.1ppbw/0.3ppbw/0.5ppbw/2.0ppbw,降低金属杂质对成晶完整性和产品性能的影响风险。

——提高表面金属杂质含量的规格要求，由5.5ppbw/10.5ppbw/15ppbw变更为0.1ppbw/0.5ppbw/1ppbw/5ppbw, 降低金属杂质对成晶完整性和产品性能的影响风险。

——删除少数载流子寿命技术指标的数值范围，改为由供需双方协商确定

——删除氧含量技术指标的数值范围，改为由供需双方协商确定

 (2)补充更新产品的质量检测方法，规定产品的质量检验和验收内容，促进行业健康发展。

——多晶硅中的施主杂质含量、受主杂质含量的测试按GB/T 24574或GB/T 24581的规定进行。仲裁检验按GB/T 24581的规定进行。

——多晶硅的基体金属杂质含量测试按照GB/T 37049 电子级多晶硅中基体金属杂质含量的测定电感耦合等离子体质谱法。

——多晶硅中碳含量测试按GB/T 1558 硅中代位碳原子含量红外吸收测量方法或GB/T 35306 硅单晶中碳、氧含量的测定低温傅里叶变换红外光谱法的规定进行，仲裁检验按照GB/T 35306的规定进行。

——多晶硅中氧含量测试按GB/T 1557 硅晶体中间隙氧含量的红外吸收测量方法或GB/T 35306 硅单晶中碳、氧含量的测定低温傅里叶变换红外光谱法的规定进行，仲裁检验按照GB/T 35306的规定进行。

——块状多晶硅的尺寸分布范围用过筛检验。棒状多晶硅尺寸及偏差用相应精度的量具测量。

——多晶硅结构（氧化夹层、温度夹层）的检验按GB/T 4061的规定进行。

——多晶硅的断面边缘颗粒尺寸用相应精度的量具测量，其他表面质量目视检查。

1. **标准主要内容的确定依据**

**1、第4章 牌号和类别**

按照标准规范要求，牌号和类别不是产品的技术要求，将其单列为第4章。因为GB/T 14844-2018《半导体材料牌号表示方法》对半导体材料的牌号表示有详细的规定，将4.1条改为“电子级多晶硅牌号的表示按GB/T 14844的规定进行”。类别按技术指标的差别分为4级，分类原则按照电子级多晶硅的等级分类按照特级品约占30%，电子1级及以上约占50%，电子2级及以上约占80%-90%，电子3级及以上占比90%-100%。

**2、第5章 技术要求**

目前评价多晶硅少数载流子寿命的方法为先按照GB/T 4059硅多晶气氛区熔基磷检验方法、GB/T 4060硅多晶真空区熔基硼检验方法或GB/T29057用区熔拉晶法和光谱分析法评价多晶硅棒的规程将多晶转化为单晶，而后按照GB/T1553硅和锗体内少数载流子寿命测定-光电导衰减法进行测量，实际测试中按照GB/T1553中的高频光电导法和直流光电导法对单晶寿命进行测试的少子寿命数值相差较大，不具备可比性。目前大部分多晶硅生产厂家配备的是高频光电导寿命测试仪，直接测试整根单晶检测棒，但测试单晶的制样和测样位置各生产厂家仍有不同，且大部分客户并未要求在产品COA中体现少数载流子寿命的测试数值，所以删除少数载流子寿命的指标的参考值范围，改为由供需双方协商确定。

全球约85%的硅片是由直拉法（CZ）制备，其生产出的硅片用来制造低功率的集成电路。由于在直拉制备单晶棒的过程中需要使用石英坩埚，其不可避免的会引入大量氧杂质，而电子级多晶硅中氧含量相比直拉单晶制备过程中坩埚引入的氧杂质而言微乎其微，因此目前直拉单晶客户并不太关注电子级多晶硅中的氧含量；约15%的硅片由区熔法（FZ）制备，是制作整流器、IGBT等大功率器件的主流技术，在区熔法制备单晶的过程中不会使用坩埚，由于其具有纯度高、含氧量低、污染度低、电阻率高（杂质分凝和蒸发效应）、耐高压的特性，要求多晶硅的原料的氧含量较低。鉴于直拉法和区熔法市场份额及需求的巨大差异且本文件适用于以氯硅烷、硅烷制得的直拉（CZ）用电子级多晶硅，所以删除氧含量指标的参考值范围改为由供需双方协商确定。

搜集整理国外电子级多晶硅企业的近一年的产品COA，其实际杂质含量远低于其所提供的产品规格线，实际纯度水平见表1。

表1国际主流的电子级多晶硅生产厂商产品质量水平

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  厂商 项目 | Wacker | Mitsubishi | Tokuyama | OTC |
| 施主杂质含量（P+As），ppta | 7.0-12.1 | 18-27 | 25 | 7-72 |
| 受主杂质含量(B+Al)，ppta | 1.7-3.0 | 5-6 | 2 | 1-12 |
| 少子寿命，μs | - | 1700-3000 | - | 1450-5510 |
| 碳含量，ppba | 6.0-6.6 | ＜26 | 15 | 20-80 |
| Na,Cr,Fe,Ni,Cu,Zn基体金属杂质含量,ppbw | - | - | - | ＜0.076 |
| Na,Cr,Fe,Ni,Cu,Zn,Al,K表金属含量,ppbw | 0.008-0.051 | ＜0.200 | ＜0.050 | ＜0.034 |
| 注：画“-”的单元格表示COA中未体现此项目。 |

搜集整理国内电子级多晶硅企业的产品COA，技术参数涵盖厂商所有的电子级多晶硅牌号等级，具体参数指标见表2，

表2国内主要的电子级多晶硅生产厂商产品质量水平

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  厂商 项目 | 国内企业A | 国内企业B | 国内企业C | 国内企业D | 国内企业E |
| 施主杂质含量(P+As)，ppta | ≤90 | ≤100 | ＜160 | ＜260 | ＜310 | ＜85 | ≤150 |
| 受主杂质含量(B+Al)，ppta | ≤10 | ≤10 | ＜60 | ＜90 | ＜110 | ＜20 | ≤50 |
| 少子寿命，μs | ≥3000 | ≥3000 | ＞1000 | ＞1000 | ＞1000 | 1200 | ≥1000 |
| 碳含量，ppba | ≤20 | ≤20 | ＜80 | ＜200 | ＜300 | 50 | ≤300 |
| Na,Cr,Fe,Ni,Cu,Zn基体金属杂质含量,ppbw | ≤0.5 | ≤0.5 | ＜0.5 | ＜0.5 | ＜0.8 | 1.0 | ≤1.5 |
| Na,Cr,Fe,Ni,Cu,Zn,Al,K表金属含量,ppbw | ≤0.5 | ≤0.5 | ＜1.0 | ＜1.5 | ＜2.0 | 3.0 | ≤3.5 |

根据《光伏制造行业规范条件（2021年本）》之要求：新建和改扩建企业及项目多晶硅满足《电子级多晶硅》（GB/T 12963）3级品以上要求或《流化床发颗粒硅》（GB/T 35307）特级品的要求。《电子级多晶硅》（GB/T 12963）三级品技术指标应与《流化床法颗粒硅》（GB/T 35307）特级品技术指标大致在同一水平。《流化床法颗粒硅》（GB/T 35307）由江苏中能硅业科技发展有限公司主导修订，目前已进入审定阶段，《电子级多晶硅》（GB/T 12963）三级品指标在修订时也与《流化床法颗粒硅》（GB/T 35307）修订单位进行了充分沟通。

5.3 结构

GB/T 4061-2009《硅多晶断面夹层化学腐蚀检验方法》中定义了氧化夹层和温度夹层的概念。氧化夹层是硅多晶横断面上呈同心圆状结构的氧化硅夹层；温度夹层是由于温度起伏，在多晶硅的横断面上引起结晶致密度、晶粒大小或颜色的差异，晶粒呈现出以硅芯为中心的年轮状结构，也叫温度圈。这是两种不同的多晶硅的缺陷，氧化夹层的出现将会严重影响硅料的纯度，导致产品质量下降从而引发质量风险；温度夹层对区熔（FZ）用棒状多晶硅的产品质量影响较大，可能导致区熔过程中因硅料致密度不同而应力集中炸料，直拉（CZ）用块状多晶硅用户也要求硅料不能出现温度夹层。所以将5.3条款修订为“多晶硅应无氧化夹层和温度夹层。”。

**3、第6章 试验方法**

对第5章的条款顺序和内容重新修订，具体修订内容如下

6.1目前电子级多晶硅生产厂家和使用客户普遍以实际测得的施主受主杂质含量来评价多晶硅的产品质量，且对于高纯的硅料由于高补偿的作用已不适用于采用GB/T 13389进行电阻率与施主受主杂质含量的换算。

6.2补充说明多晶硅导电类型、电阻率、少数载流子寿命、施主杂质含量、受主杂质含量、碳含量、氧含量检验检测项目的制样要求，修订为“对多晶硅进行导电类型、电阻率、少数载流子寿命、施主杂质含量、受主杂质含量、碳含量、氧含量检验前需按照GB/T 4059、GB/T 4060或GB/T 29057的方法制成单晶试样”。

6.3原标准中未说明多晶硅中的施主杂质含量、受主杂质含量的仲裁检验，此次修订在5.5条款中补充说明多晶硅中的施主杂质含量、受主杂质含量的仲裁检验按GB/T 24581的规定进行。

6.4补充多晶硅中碳、氧含量测试方法《GB/T 35306 硅单晶中碳、氧含量的测定低温傅里叶变换红外光谱法》

6.6电子级多晶硅中的基体金属杂质含量测定已有国标《GB/T 37049电子级多晶硅中基体金属杂质含量的测定电感耦合等离子体质谱法》发布，在此条款中规定“多晶硅基体金属杂质含量的测试按GB/T 37049的规定进行”。

6.7此次修订已在6.1条款中已规定电阻率测试前需按照GB/T 4059、GB/T 4060的方法制成单晶，将6.7条款修订为“多晶硅电阻率检验按GB/T 1551的规定进行”。

1. **标准中涉及专利的情况**

本标准不涉及专利问题。

1. **标准水平分析**

经查，本标准目前有国际标准SEMI M16 1110（Reapproved 1121），本标准技术内容达到国际先进水平，标准水平分析见表3

表3《电子级多晶硅》标准水平分析

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 项目 | 本标准 | SEMI M16 1110 | 水平综合判定 |
| 牌号 | 按GB/T 14844的规定进行 | 无 | 国际先进水平 |
| 类别 | 按形状分块状和棒状 | 根据形状分为块状、粒状、棒状 | 国际一般水平 |
| 技术要求内容 | 施主杂质含量、受主杂质含量、碳含量、基体金属杂质含量、表面金属杂质含量、尺寸、结构、表面质量、；导电类型、电阻率、少数载流子寿命、氧含量由供需双方协商确认 | 施主杂质含量、受主杂质含量、碳含量、表面金属杂质含量、尺寸、表面质量 | 国际领先水平 |
| 施主杂质含量10-12（ppta） | 特级-3级分别为≤30/≤50/≤100/≤300 | 由顾客指定 | 国际先进水平 |
| 受主杂质含量10-12（ppta） | 特级-3级分别为≤10/≤30/≤50/≤100 | 由顾客指定 | 国际先进水平 |
| 少数载流子寿命μs | 供需双方协商确定 | 无 | 国际先进水平 |
| 碳含量10-9（ppba） | 特级-3级分别为≤20/≤50/≤50/≤200 | 由顾客指定 | 国际先进水平 |
| 基体金属杂质含量（Fe、Cr、Ni、Cu、Zn、Na总含量）ng/g（ppbw） | 特级-3级分别为≤0.1/≤0.3/≤0.5/≤2.0 | 无 | 国际先进水平 |
| 表面金属杂质含量（Fe、Cr、Ni、Cu、Zn、Al、K、Na总含量）ng/g（ppbw） | 特级-3级分别为≤0.1/≤0.5/≤1.0/≤5.0 | 如果客户指定，根据SEMI MF1724进行检测 | 国际先进水平 |
| 块状硅尺寸要求 | 6 mm～150 mm，小于6mm的硅块混装时不超过总重量的1%；若对尺寸有其他要求或单独包装时，可由供需双方协商确定 | ≤150mm,未指定到最小尺寸，未给出混装的尺寸比例 | 国际领先水平 |
| 棒状硅的尺寸要求 | 直径及长度要求可由供需双方协商确定，其直径偏差应≤5% | 近似圆柱形多晶棒，长度等于或大于棒的直径。 | 国际一般水平 |
| 表面质量 | 1.多晶硅表面结构应致密、平整，断面边缘颗粒不大于3 mm。2.多晶硅的外观应无色斑、变色及可见的污染物。3.如对多晶硅的外观质量有其他要求，由供需双方协商确定。 | 除规定块状和棒状多晶硅无色斑，色差，肉眼可见的污染以外，其他未作要求或由供需双方协议。 | 国际领先水平 |

1. **与现行法律、法规和强制性国家标准及相关标准协调配套情况**

本标准的制定过程、技术指标选定、检验项目的设置等符合现行法律、法规及相关的国家标准或行业标准。

1. **重大分歧意见的处理经过和依据**

无。

1. **标准性质的建议说明**

建议该标准为推荐性国家标准。

1. **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，使每个电子级多晶硅生产企业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《电子级多晶硅》标准，不仅与材料生产企业有关，而且与相关科研院所、检测机构有关。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。

1. **废止现行有关标准的建议**

在本标准发布实施之日起，代替GB/T 12963-2014《电子级多晶硅》，原标准废止。

1. **其他应予说明的事项**

无。

 标准编制组

 2022年5月