行业标准《电子级三氯氢硅的化学气相沉积评价方法》（预审稿）编制说明

**一、工作简况**

**1、项目背景和立项意义**

近年来随着国内极大规模集成电路产业的发展，电子级三氯氢硅作为微电子、光电子元件制造过程中不可或缺的重要材料，符合国家商务部2016年发布的《鼓励进口技术和产品目录》。其中明确“半导体、光电子元件、新型电子元件等电子产品用材料制造”为国家鼓励发展的重点行业，行业序号为C30。《重点新材料首批次应用示范指导目录（2019年版）》（工信部原﹝2019﹞254号）第129项也明确提及三氯氢硅。

电子级三氯氢硅主要用于高纯电子级多晶硅的生产，制备电子级二氯二氢硅，集成电路制造工艺中化学气相沉积的硅源。

由于电子级三氯氢硅纯度极高，可达9N-11N，通常是检测其中的杂质元素和其他组份后，计算其纯度，电子级三氯氢硅中的杂质元素分为影响后期产品质量的深能级金属元素和施受主杂质（即三五族元素）。深能级金属元素采用酸消解后用ICP-MS仪器检测，三五族元素因含量极低，采用酸消解ICP-MS检测时样品极易受到污染，且ICP-MS设备检出限也无法满足产品技术指标要求。国外电子级三氯氢硅产品还规定了电阻率指标，而对于液体或气体三氯氢硅是无法检测的。目前国外评价电子级三氯氢硅的方法为采用化学气相沉积法将三氯氢硅还原成多晶硅或在单晶硅片上生长一层外延层后检测其电阻率和三五族杂质，而国内没有检测电子级三氯氢硅产品电阻率指标的方法，无法与国外产品对标，很不利于电子级三氯氢硅在国内的推广应用。

因此需要建立一个适用于国内电子级三氯氢硅产品的质量评价方法标准，作为国内电子级三氯氢硅生产企业和下游客户对电子级三氯氢硅质量监控的手段，以提高电子级三氯氢硅的产品质量，为国产电子级三氯氢硅的生产、销售、采购及使用提供质量评价方法，同时采用此方法评价电子级多晶硅生产用的电子级三氯氢硅原料，可以实现电子级多晶硅还原工序的稳定供料，提高高纯电子级多晶硅的产出。本标准实施后对促进我国极大规模集成电路产业发展具有重要的意义。

**2、任务来源**

2020年3月，根据《工业和信息化部办公厅关于印发2022年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函〔2022〕94号）的要求，由青海黄河上游水电开发有限责任公司新能源分公司负责《电子级三氯氢硅的化学气相沉积评价方法》，计划编号为2022-0080T-YS，项目周期为24个月。

**3、项目承担单位概况**

青海黄河上游水电开发有限责任公司新能源分公司为青海黄河上游水电开发有限责任公司的内部核算单位，负责电子级多晶硅项目的生产运营、市场销售及技术研发管理，目前公司已建成年产3300吨电子级多晶硅的改良西门子法工艺生产线，我公司已被工信部列入2018年工业强基工程存储器“一条龙”应用计划项目特种气体和晶体硅材料生产示范企业。我公司实验室（青海芯测科技有限公司）为CNAS和CMA认可实验室，实验室总建筑面积1543平方米，实验室由公共服务区和10个功能实验室组成，实验室严格按照SEMI标准设计，按照ISO 4、ISO 5、ISO 8级标准建设了10个洁净检测室。具有多种先进的多晶硅产品测试手段和检测能力，积累了丰富的生产和研究经验，设备力量雄厚，测试经验丰富，具备标准起草工作的实验条件和能力。

**4、主要工作过程**

自任务下达后，2022年6月青海黄河上游水电开发有限责任公司新能源分公司成立了《电子级三氯氢硅的化学气相沉积评价方法》专门的标准编制小组，明确了工作指导思想，制定了工作原则、任务分工和试验计划。

标准编制组通过收集、整理国内外相关技术资料，为标准修订提供技术参考和支撑。同时，组织专业技术人员进行测试方法的试验。在调研和试验工作的基础上，编制组拟定了该标准所涉及的适用范围、主要修订内容，最终按照方法标准的编制原则、框架要求和国家的法律法规，于2023年4月编制完成《电子级三氯氢硅的化学气相沉积评价方法》讨论稿。

2023年4月，《电子级三氯氢硅的化学气相沉积评价方法》标准讨论会在四川乐山半标委会会议上进行讨论，经参会专家们充分讨论后，取得了8条修改意见，标准工作组据此对讨论稿进行了修改，于2023年8月《电子级三氯氢硅的化学气相沉积评价方法》形成了预审稿。

**二、标准编制原则和标准主要内容**

**1、编制依据**

1) 本标准编制主要依据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》、GB/T 20001.6-2015《标准编写规则 第6部分：规程标准》的原则进行起草。

2) 规定了用化学气相沉积法制备电子级三氯氢硅的评价样棒，以及将评价样棒拉制成单晶并通过低温红外光谱法或光致发光光谱法对拉制好的单晶硅棒进行分析以确定电子级三氯氢硅的导电类型、电阻率、碳、施主和受主杂质含量的方法。

3）适用于多晶硅生产和硅外延用高纯三氯氢硅的质量评价。

**2、确定标准主要内容的依据**

本标准根据电子级三氯氢硅生产的实际检测需求，建立一个适用于国内电子级三氯氢硅产品的质量评价方法标准，作为国内电子级三氯氢硅生产企业和下游客户对电子级三氯氢硅质量监控的手段，以提高电子级三氯氢硅的产品质量，为国产电子级三氯氢硅的生产、销售、采购及使用提供质量评价方法，同时采用此方法评价电子级多晶硅生产用的电子级三氯氢硅原料，可以实现电子级多晶硅还原工序的稳定供料，提高高纯电子级多晶硅的产出。本标准适用于多晶硅生产和硅外延用高纯三氯氢硅的质量评价。包括用化学气相沉积法制备电子级三氯氢硅的评价样棒，以及将评价样棒拉制成单晶并通过低温红外光谱法或光致发光光谱法对拉制好的单晶硅棒进行分析以确定电子级三氯氢硅的导电类型、电阻率、碳、施主和受主杂质含量的方法，主要内容包括：

1）方法原理；

2）干扰因素

3）试剂；

4）设备；

5）评价棒的生长；

6）样品；

7）单晶的制备及检测

结合各单位的实际使用情况对标准的技术内容进行广泛征集意见，进行适当修改。

**3、关于试验情况的说明**

**3.1 重复性**

选取高含量和低含量的多晶硅评价棒，分别制取5个平行样品，并用同一检测仪器检测；依据GB/T 6379.6-2009确定标准测量方法的重复性的基本方法，对实验室内测定数据进行重复性标准差Sr、重复性限r=2.8Sr计算，其结果详见表1和表2。

表1 ：高含量测定数据计算结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素  样品编号 | P（ppta） | B（ppta） | | C P（ppba） |
| 样品1-1 | 18.67 | 16.17 | 11.16 | |
| 样品1-2 | 18.44 | 15.77 | 12.91 | |
| 样品1-3 | 17.46 | 15.09 | 11.85 | |
| 样品1-4 | 17.93 | 16.95 | 12.74 | |
| 样品1-5 | 19.65 | 15.65 | 12.02 | |
| 均值 | 18.67 | 16.17 | 11.16 | |
| 标准偏差 | 0.83 | 0.69 | 0.71 | |
| 相对标准偏差 | 4.49% | 4.34% | 5.84% | |
| 重复性限 | 0.13 | 0.12 | 0.16 | |

表2 ：低含量测定数据计算结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素  样品编号 | P（ppta） | B（ppta） | C P（ppba） |
| 样品1-1 | 5.92 | 3.82 | <10.00 |
| 样品1-2 | 4.73 | 4.04 | <10.00 |
| 样品1-3 | 5.03 | 2.93 | <10.00 |
| 样品1-4 | 4.98 | 4.94 | <10.00 |
| 样品1-5 | 5.92 | 2.55 | <10.00 |
| 均值 | 5.32 | 3.66 | <10.00 |
| 标准偏差 | 0.56 | 0.95 | 0 |
| 相对标准偏差 | 10.59% | 25.85% | 0 |
| 重复性限 | 0.30 | 0.72 | 0 |

**三、标准中涉及专利的情况**

本标准的某些内容可能涉及专利，标准编制单位不承担识别专利的责任。

**四、与我国有关的现行法律、法规和相关强制性标准的关系**

《电子级三氯氢硅的化学气相沉积评价方法》与我国有关的现行法律、法规和相关强制性标准不存在相违背和抵触的地方。

**五、重大分歧意见的处理经过和依据。**

无

**六、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议**

建议本标准作为推荐性国家标准发布实施。

**七、其他需要说明的事项**

无

标准编制组

2023年8月