国家标准《硅外延用三氯氢硅中杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》编制说明（讨论稿）

# 一、工作简况

## 1.1 立项目的

电子信息产业是我国国民经济的支柱产业，是经济保持中高速增长和产业迈向中高端水平的中坚力量。2014年国务院发布《国家集成电路产业发展推进纲要》，提出将集成电路产业上升至国家战略高度，强调“集成电路产业是信息技术产业的核心，是支撑经济社会发展和保障国家安全的战略性、基础性和先导性产业”以来，一系列针对集成电路发展的产业扶持政策相继出炉，如设立了国家集成电路产业投资基金、设立地方性产业投资基金；出台《中国制造2025》，强调突破发展集成电路国产重要性。

高纯电子气体是集成电路制造过程中必不可少的原料。它也广泛应用于光电子、化合物半导体、太阳能光伏电池、液晶显示器、光导纤维制造等其它诸多领域。集成电路制造的前道工序如外延、化学气相沉积、离子注入、掺杂、刻蚀、清洗、掩蔽膜生成等工艺，几乎都需要不同种类和不同纯度的电子气体。硅外延用三氯氢硅是高纯电子气体之一，主要作为半导体硅外延所需的反应气体，在硅外延片生产中得到了广泛的应用，硅外延片主要用于功率半导体器件和12英寸逻辑芯片。

硅外延用三氯氢硅作为半导体行业不可或缺的重要电子特种气体原材料，符合2016年国家商务部发布《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C30。

当前，我国集成电路行业快速增长，对硅外延用三氯氢硅需求呈日益增长态势。但由于硅外延用三氯氢硅生产和制造存在非常高的技术要求，因此主要依赖进口，国外主要的生产商是日本信越。硅外延用三氯氢硅特种气体国产化研究对我国集成电路行业发展意义重大，值得深入研究应用。

硅外延用三氯氢硅是电子工业用的新型硅源气体，是广泛用于生产半导体器件的关键原料。硅外延用三氯氢硅中微量的杂质元素如硼、磷、铁等会对硅外延片的电学性能产生重要影响，金属元素对硅片表面杂质分布也有影响，因此，为了满足各种半导体器件的需要，使半导体器件得到所需求的电参数，对硅外延用三氯氢硅中杂质含量的分析控制是保证产品质量的重要环节。

超高纯硅基电子材料是我国发展集成电路的关键材料，长期依赖进口，严重影响国家信息和产业安全，已成为我国集成电路产业发展的“卡脖子”问题，硅外延用三氯氢硅作为集成电路用关键硅基材料之一，经过近5年的技术攻克，包含洛阳中硅高科技有限公司在内的一些国内企业，已完成了高纯度三氯氢硅产品从技术到市场的全链条的攻关，实现了该产品的国产化替代，目前国产化替代率接近50%。洛阳中硅高科有限公司在产品研发的同时，开发建立了硅外延三氯氢硅杂质含量的测定方法，为保证产品品质提供了强有力的保障。

目前国内半导体客户使用的产品标准GB/T 30652-2023《硅外延用三氯氢硅》标准于2023年8月6号正式发布。经过对硅外延生产厂商的调研，目前从国外进口的硅外延用三氯氢硅大部分均采用ICP-MS检测杂质元素，该方法是一个非常常规的痕量杂质元素测试方法，用ICP-MS测定金属元素具有基体效应小，干扰少，精密度高、准确性好，多元素同时测定的特点，可满足硅外延用三氯氢硅杂质元素检测需求。但在该标准制定过程中，发现与之配套的GB/T 29056-2012杂质测试方法标准存在几方面问题：首先是原标准测试元素涵盖范围不全，最新发布的产品标准中定义了芯片有害杂质Ca、Zn，但原标准中未定义该元素，且有些客户特殊要求的金属项，该标准也不能完全覆盖；其次是原标准中所用试剂乙腈有毒，且市面上购买不到满足要求的乙腈，使用前需要进行提纯，而提纯过程又极易引入杂质。目前研究并已经使用的测试方法在不使用乙腈的情况下，经过加标回收验证，满足测试准确度要求；再次是原标准中B、P等元素，被更先进的测试方法替代，因半导体对施、受主要求极为严苛，在2012年并无更先进的施受主测试手段，因此只能靠用ICP-MS测试，事实上ICP-MS测试非金属的准确性有待考究。近几年随着低温傅里叶红外以及微型评价技术的普及，已经有施、受主直接测试技术。

基于原标准与实际执行不匹配的问题，以及硅外延用三氯氢硅产品国产化攻艰期需要标准化支持的需求，该标准的修订是必要且急迫的。

## 1.2 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达2024年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》(国标委发[2024]16号)及《工业和信息化部办公厅关于印发2024年第一批行业标准制修订计划的通知》(工信厅科(2024)18号)，以及《关于转发2024年第一批半导体材料标准项目计划及征集起草单位的通知》（半材标委[2024]11号），国家标准《硅外延用三氯氢硅中杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》由洛阳中硅高科技有限公司牵头起草，由全国有色金属标准化技术委员会、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归口，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具体组织编制，计划编号20240139-T-469。

## 1.3 项目编制组单位简况

洛阳中硅高科技有限公司成立于2003年，注册资金10.57亿元，现有员工约800人，隶属于中国五矿集团有限公司，主要生产、研发、销售新能源、光通信及集成电路用高端基础材料，是我国电子信息行业优秀创新企业，河南省创新龙头企业、专精特新企业和高新技术企业。

洛阳中硅高科技有限公司始终坚持把科技创新作为引领发展的第一动力，研发应用了一大批具有自主知识产权的核心技术和产品。目前拥有2个国家级创新平台、3个省级创新平台和3个市级创新平台，设立了博士后科研工作站。积极融入国家科技创新体系，先后承担实施国家重点研发及产业化项目26项，通过校企合作、课题共研、平台共建、定制开发、产品应用迭代验证、柔性引才等举措，构建了基于市场需求的复合型研发体系，培育了以多晶硅、硅基电子特气、硅基功能材料三个板块为核心的原创技术体系，获得授权专利200余项，多项成果填补国内空白，有3项成果达到国际领先水平，牵头制定国际、国家、行业和团体标准71项，荣获国家科技进步二等奖、中国发明专利金奖、国家工业大奖提名奖等省部级以上荣誉奖励40多项。公司按照“关注一批、研发一批、突破一批”的滚动发展思路，聚焦解决公司已形成500吨/年电子级多晶硅以及相应的光纤级四氯化硅、电子级三氯氢硅、电子级二氯二氢硅、电子级六氯乙硅烷等集成电路用硅基电子特气生产规模。洛阳中硅高科技有限公司从2015年开始研发硅基电子材料，目前已具备年产硅外延用三氯氢硅1000吨的产品线，生产出质量稳定的硅外延用三氯氢硅，填补了国内空白，替代了部分进口三氯氢硅，产品质量得到客户的认可。在产品研发的同时，开发建立了三氯氢硅杂质含量的测定方法，为保证产品品质提供了强有力的保障。

标准主编单位洛阳中硅高科技有限公司在标准的编制过程中，积极主动收集国内外的三氯氢硅检测方法标准，对有代表性企业进行调研，根据了解到的情况，编制标准文本，公司带领编制组成员单位认真细致修改标准文本，征求多家企业的意见，最终带领编制组完成标准的编制工作。

## 1.4 工作过程

1.4.1起草阶段

标准起草单位和参编单位在接到标准制定计划任务后，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的组织下，洛阳中硅高科技有限公司和参编单位成立了标准编制组，确定了编制组成员的任务分工和计划。根据工作计划进度安排，标准编制组收集查阅了国内外相关政策、标准、文献，认真学习编制原则和需要注意的内容，同时标准编制组也充分调研了本公司和同行业其他单位的三氯氢硅中杂质的检测方法，并组织相关技术人员进行了三氯氢硅中杂质含量检测的试验工作，结合实际情况和具体的试验结果，对拟制定标准所涉及的内容、范围、适用性、可操作性、科学性等内容进行了认真研讨、论证和改进，通过试验，初步确立了方法标准的内容。最终形成了《硅外延用三氯氢硅中杂质含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》的讨论稿。

# 二、标准编制原则和确定标准主要内容

## 2.1编制原则

本标准按照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》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写。标准中主要包含范围、规范性引用文件、术语和定义、原理、干扰因素、试验条件、试剂和材料、仪器设备、样品、试验步骤、试验数据处理、精密度、试验报告等内容。

## 2.2标准主要内容说明

本次修订，主要技术变动内容及其依据如下：

2.2.1范围中原文件未涵盖目前行业重点关注的杂质元素，修订后调整测定元素以满足行业需求，修订后测定元素为Li、B、Na、Mg、Al、K、Ca、P、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Ga、Mo、As、Pb。

2.2.2原文件所用试剂乙腈有毒，且由于市面上购买不到满足要求的乙腈，使用前需要进行提纯，提纯过程又极易引入杂质，修订后的检测方法在不使用乙腈的情况下经过加标回收试验验证满足回收率的要求。

2.2.3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》新规定调整文件结构，主要为将“方法提要”修改为“原理”并重新进行表述，增加“规范性引用文件”和“试验条件”，进一步明确文件的使用条件。

# 三、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准是修订标准，与现行的相关法律、法规、规章及相关标准的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

# 五、标准中涉及的专利或知识产权说明

本标准不涉及任何专利或知识产权。

# 六、重大分歧意见的处理经过和依据

（无）

# 七、标准作为强制性或推荐性行业标准的建议

本标准作为推荐性国家标准。

# 八、贯彻标准的要求和措施建议

# 九、废止现行有关标准的建议

本标准发布实施之日起，代替 GB/T 29056-2012。

# 十、其他应予说明的事项

无

 标准编制组

 2024.9.12