



中华人民共和国国家标准

GB/T 4059—2018
代替 GB/T 4059—2007

硅多晶气氛区熔基磷检验方法

Test method for phosphorus content in polycrystalline silicon by zone-melting
method under controlled atmosphere

2018-12-28 发布

2019-11-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 4059—2007《硅多晶气氛区熔基磷检验方法》，与 GB/T 4059—2007 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 基磷含量的测定范围由“ $0.002 \times 10^{-9} \sim 100 \times 10^{-9}$ ”修改为“ $0.01 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3} \sim 500 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ ”（见第 1 章，2007 年版的第 1 章）；
- 调整了规范性引用文件，删除了 GB/T 1553、GB/T 1554、GB/T 1555、GB/T 13389，增加了 GB/T 1550、GB/T 4060、GB/T 4842、GB/T 8979、GB/T 11446.1—2013、GB/T 24574、GB/T 24581、GB/T 25915.1—2010（见第 2 章，2007 年版的第 2 章）；
- 修改了样芯的定义，删除了“空心钻头”（见 3.3，2007 年版的 3.3）；
- 修改了方法 A 和方法 B 的方法原理表述（见 4.1、4.2，2007 年版的 4.1、4.2）；
- 干扰因素中酸洗和区熔操作的环境修改为“不低于 GB/T 25915.1—2010 规定的 6 级洁净环境”[见 5.3，2007 年版的第 5 章 c)]；
- 干扰因素中增加了样品处理过程、区熔速度、硅芯等 3 项对测试结果有影响的因素（见 5.4、5.6、5.7）；
- 删除了干扰因素中关于区熔后硅单晶棒、测试环境的要求[见 2007 年版的第 5 章 f)、第 5 章 g)]；
- 修改了试剂和材料中去离子水、氩气的要求（见 6.3、6.4，2007 年版的 6.3、6.5）；
- 试剂和材料增加了氮气的要求（见 6.5）；
- 修改了试剂和材料中籽晶的要求，由“n 型电阻率不低于 $500 \Omega \cdot \text{cm}$ 的籽晶”修改为“籽晶应为无位错的 N 型〈111〉高阻硅单晶，且施主杂质含量（原子数）小于 $2.5 \times 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ ，碳含量（原子数）小于 $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ ，晶向偏离度小于 5° ”（见 6.6，2007 年版的 6.1）；
- 对仪器设备中的“取芯设备”增加了要求 [见 7.1，2007 年版的第 7 章 a)]；
- “真空内热式区熔炉”改为“内热式区熔炉”[见 7.5，2007 年版的第 7 章 d)]；
- 仪器设备中增加了超声清洗设备、氮气与氩气纯化装置、导电类型测试仪、两探针电阻率测试仪、低温红外光谱仪或光致发光光谱仪（见 7.3、7.6、7.7、7.8、7.9）；
- 删除了定性滤纸、真空吸尘器、洁净室专用的手套等实验室常用材料[见 2007 年版的第 7 章 e)、第 7 章 f)、第 7 章 g)]；
- 修改了取样要求（见 8.2、8.4，2007 年版的 8.2、8.4）；
- 删除了“选择电阻率大于 $500 \Omega \cdot \text{cm}$ ，碳含量小于 0.2×10^{-6} ，无位错，晶向偏离度小于 5° 的 n 型〈111〉高阻硅单晶切割制备成的籽晶”（见 2007 年版的 10.1.1）；
- 将“籽晶必须在干燥后 36 h 内使用”修改为“籽晶应予以密封进行洁净保护”（见 10.1，2007 年版的 10.1.2）；
- 增加了“清洗后的样芯宜用高纯氮气吹干”（见 10.2.2）；
- 删除了“清洁取芯钻”“用不低于 $10 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的去离子水清洁酸洗台”（见 2007 年版的 10.3.1、10.3.2）；
- “在清洁、真空抽吸后，预热样芯”修改为“在清洁、装料、真空抽吸、充氩气后，预热样芯”（见 10.3，2007 年版的 10.3.3）；
- 修改了试验步骤中的晶棒生长内容（见 10.4，2007 年版的 10.4）；

- 增加了“导电类型的测试按 GB/T 1550 的规定进行”[见 10.5.2a)];
- 修改了试验步骤中的晶棒评价内容[见 10.5.2b), 2007 年版的 10.5.2.4];
- 删除了晶向、晶锭结晶完整性、少数载流子寿命的测试(见 2007 年版的 10.5.2.1、10.5.2.2、10.5.2.3);
- 删除了允许差,增加了精密度(见第 12 章,2007 年版的第 12 章)。

本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会(SAC/TC 203/SC 2)共同提出并归口。

本标准起草单位:江苏中能硅业科技发展有限公司、青海黄河上游水电开发有限责任公司新能源分公司、亚洲硅业(青海)有限公司、内蒙古神舟硅业有限责任公司、新特能源股份有限公司、宜昌南玻硅材料有限公司、洛阳中硅高科技有限公司、新疆大全新能源股份有限公司、鄂尔多斯多晶硅业有限公司、内蒙古盾安光伏科技有限公司、新疆协鑫新能源材料科技有限公司、乐山市产品质量监督检验所、山东大海新能源发展有限公司。

本标准起草人:胡伟、耿全荣、胡自强、鲁文锋、柳德发、薛心禄、蔡延国、尹东林、宗风云、邱艳梅、刘国霞、高明、楚东旭、刘翠、王瑞、姚利忠、梁洪、唐珊珊、王佳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 4059—1983、GB/T 4059—2007。

硅多晶气氛区熔基磷检验方法

1 范围

本标准规定了多晶硅中基磷含量的检验方法。

本标准适用于在硅芯上沉积生长的多晶硅棒中基磷含量(原子数)的测定,测定范围为 $0.01 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3} \sim 500 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 1550 非本征半导体材料导电类型测试方法

GB/T 1551 硅单晶电阻率测定方法

GB/T 4060 硅多晶真空区熔基硼检验方法

GB/T 4842 氩

GB/T 8979 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB/T 11446.1—2013 电子级水

GB/T 14264 半导体材料术语

GB/T 24574 硅单晶中Ⅲ-V族杂质的光致发光测试方法

GB/T 24581 低温傅立叶变换红外光谱法测量硅单晶中Ⅲ、V族杂质含量的测试方法

GB/T 25915.1—2010 洁净室及相关受控环境 第1部分:空气洁净度等级

3 术语和定义

GB/T 14264 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

硅芯 silicon core

小直径硅棒,用作多晶硅沉积的基体。

3.2

生长层 growth layer

在硅芯上沉积生长的多晶硅层。

3.3

样芯 sample core

从多晶硅棒上取得的圆柱体样品。

3.4

控制棒 control rod

有均匀沉积生长层,且已知其基磷含量的多晶硅棒。