## **JEITA**

### 電子情報技術産業協会規格

Standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association

### JEITA EM-3601A

# 高純度多結晶シリコン標準品規格 Standard specification for high purity polycrystalline silicon

JEITA半導体部会 シリコン規格管理小委員会の終息に伴い、本規格は 2016年3月(平成28年3月)をもって廃止されました。 シリコン規格管理小委員会の活動記録として公開するものです。

1974年 3月制定 2004年 9月改正 2016年3月廃止

作 成

シリコン技術委員会 Silicon Technologies Committee

情報処理標準化運営委員会

Managing Committee on Information Technology Standardization

発 行

社団法人 電子情報技術産業協会

Japan Electronics and Information Technology Industries Association

## 目 次

1.	適用範囲 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	
2.	引用規格 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	Ĺ
3.	用語の定義・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	Ĺ
4.	CZ 用チャンク・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	Ĺ
4.1	品質 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	Ĺ
4.1.	in the transfer	
4.1.2		
4.2	サイズ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	2
5.	CZ 用粒状多結晶シリコン · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	2
5.1	品質 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	2
5.1.1	in the teachers and	
5.1.2	2 表面清浄度 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	2
5.2	サイズ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	
6.	FZ 用ロッド・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	2
6.1	品質 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	2
6.1.	- In the	
7.	測定法 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
7.1	安全に関する注意・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	3
7.2	含有不純物濃度(アクセプタ及びドナー) ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	3
7.2.	は 試料の作製 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	3
7.2.2	2 测定方法 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	3
7.3	含有不純物濃度(炭素) · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	3
7.3.		
7.3.2	2 测定方法 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	3
7.4	CZ 用チャンク及び CZ 用粒状多結晶シリコンの表面清浄度・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	3
7.4.	□ 表面不純物の回収・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	3
7.4.2	2     測定方法     · · · · · · · · · · · · · · · · ·	3
高納	<b>i度多結晶シリコン標準品規格の解説・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・</b>	1

### 電子情報技術産業協会規格

### 高純度多結晶シリコン標準品規格

### Standard specification for high purity polycrystalline sillicon

- 1. 適用範囲 この規格は、半導体用シリコン単結晶の材料となる、高純度多結晶シリコンの品質と測定 法及びサイズについて規定する。
- 2. 引用規格 次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成す る。これらの引用規格のうちで、発行年[日本工業規格(以下、JISという。)の場合は、発効年]を付記 してあるものは、記載の年の版だけがこの規格の規定を構成するものであって、その後の改正版、 Amendment 又は追補には適用しない。発行年(又は発効年)を付記していない引用規格は、その最新版 (Amendment・追補を含む)を適用する。

赤外吸収によるシリコン結晶中の置換型炭素原子濃度の標準測定法 **JEITA EM-3503** フォトルミネッセンス法によるシリコン結晶中の不純物濃度測定法 JIS H 0615-1996

JIS K 0121-1993 原子吸光分析通則

Standard Practice for Evaluation of Granular Polysilicon by Melter-Zoner Spectroscopy **SEMI MF 1708-96** 

Standard Practice for Evaluation of Polycrystalline Silicon Rods by Float-Zone Crystal **SEMI MF 1723-96** 

Growth and Spectroscopy

- 3. 用語の定義 この規格で用いる主な用語の定義は、次による。
- (a) CZ 用チャンク 円柱状多結晶を破砕してできた不定形の塊で、CZ 法(Czochralski 法)で単結晶を製 造する際に材料として使用されるもの。
- (b) FZ 用ロッド FZ 法 (Float-Zone 法) で単結晶を製造する際に材料として使用される, 円柱状の多結 晶棒。

### 4. CZ 用チャンク

品質 CZ 用チャンクの含有不純物濃度及び表面清浄度は、以下のとおりであること。なお、それぞ 4.1 れの測定法はこの規格の7. 測定法による。

#### 4.1.1 含有不純物濃度

アクセプタ

 $(2.5 \times 10^{12} \text{atoms/cm}^3)$  以下 ボロン 0.05ppba アルミニウム (2.5×10<sup>12</sup>atoms/cm³) 以下 0.05ppba ドナー  $(1.5 \times 10^{13} \text{atoms/cm}^3)$  以下 リン 0.3ppba (2.5×10<sup>12</sup>atoms/cm<sup>3</sup>) 以下 ひ素

0.05ppba

炭素 0.3ppma (1.5×10<sup>16</sup>atoms/cm³) 以下

### 4.1.2 表面清浄度

- Fe 3.0ppbw (1.5ppba) 以下
- Cr 3.0ppbw (1.5ppba) 以下
- Ni 3.0ppbw (1.5ppba) 以下
- Na 3.0ppbw (3.8ppba) 以下
- Zn 1.0ppbw (0.5ppba) 以下
- 4.2 サイズ 最大寸法箇所で 120mm 以下,最小寸法箇所で 10mm 以上であること。

### 5. CZ 用粒状多結晶シリコン

**5.1 品質** CZ 用粒状多結晶シリコンの含有不純物濃度及び表面清浄度は、以下のとおりであること。 なお、それぞれの測定法は、この規格の **7. 測定法**による。

### 5.1.1 含有不純物濃度

### 5.1.2 表面清浄度

Fe 3.0ppbw (1.5ppba) 以下 Cr 3.0ppbw (1.5ppba) 以下 Ni 3.0ppbw (1.5ppba) 以下 Na 3.0ppbw (3.8ppba) 以下 Zn 1.0ppbw (0.5ppba) 以下

**5.2** サイズ 粒径にして 150  $\mu$  m 以上, 3500  $\mu$  m 以下であること。

### 6. FZ 用ロッド

**6.1 品質** FZ 用ロッドの含有不純物濃度及び表面清浄度は、以下のとおりであること。なお、それぞれの測定法は、この規格の **7. 測定法**による。

### 6.1.1 含有不純物濃度

アクセプタ

ボロン 0.05ppba (2.5×10<sup>12</sup>atoms/cm³) 以下 アルミニウム 0.05ppba (2.5×10<sup>12</sup>atoms/cm³) 以下 ドナー

リン 0.3 ppba  $(1.5 \times 10^{13} atoms/cm^3)$  以下 ひ素 0.05 ppba  $(2.5 \times 10^{12} atoms/cm^3)$  以下 炭素 0.3 ppma  $(1.5 \times 10^{16} atoms/cm^3)$  以下

#### 7. 測定法

- 7.1 **安全に関する注意(\*)** 以下の測定方法は、それぞれ JEITA 規格、JIS 規格、SEMI 規格に準拠しており、これらの規格では、シリコン表面のエッチングに酸を使用する。このエッチング液は人体に有害であるため、局所排気機能を有するドラフトチェンバ内で、細心の注意を常時払いながら取り扱うこと。弗化水素を含む溶液は特に危険であり、危険策及び被災時の処置を熟知しない者は、これを取り扱ってはならない。また、この規格は、その使用に当たっての安全に関わる問題についての検討を、全て網羅しているわけではない。以下の測定法を実施するに先立って適切な安全及び健康対策を講じ、かつ限定適用範囲を設定することは、全て、この規格の使用者の責任である。
  - **注(¹) SEMI MF 1723-96** に準拠する。この項については、独自の検討をせず **SEMI** 規格をそのまま用いている。
- **7.2 含有不純物濃度(アクセプタ及びドナー) JIS H 0615**-1996 によって、フォトルミネッセンス法で 測定する。

#### 7.2.1 試料の作製

- (a) CZ用チャンク及びFZ用ロッド 多結晶ロッドの直胴部から内径 19±1mmのコアードリルによって、析出心を含む直径方向に丸棒を切り出し、この多結晶の丸棒を FZ 法によって単結晶化する。CZ 用チャンクの場合は、破砕してチャンクにする以前の状態の多結晶ロッドから、上記のように丸棒を切り出して材料とする。この単結晶棒からスライスを切り出し、表面処理を施してフォトルミネッセンス用試料とする。FZ 条件、スライスの切り出し位置及び表面処理の詳細は、JIS H 0615-1996 3.2 多結晶シリコン試料による。
- (b) **CZ 用粒状多結晶シリコン** 粒状多結晶シリコンを、融解・凝固させて丸棒状のシリコン多結晶を得る。続いてこの丸棒状多結晶を材料として、FZ 法で単結晶化する。単結晶棒の所定の位置からスライスを切り出し、表面処理を施して、フォトルミネッセンス法の試料とする。詳細については **SEMI MF** 1708-96 によるか、又はそれと同等の検出感度・精度を達成できるものであることとする。
- **7.2.2 測定方法 JIS H 0615**-1996 による。
- **7.3 含有不純物濃度(炭素) JEITA EM-3503** によって、赤外吸収法で測定する。
- 7.3.1 試料の作製
- (a) CZ 用チャンク及び FZ 用ロッド この規格の 7.2.1 試料の作製と同じ手順で FZ 単結晶棒を得る。この単結晶棒の終端部付近からスライスを切り出し、表面処理を施して試料とする。試料厚さ及び表面処理の詳細については、JEITA EM-3503 による。
- (b) CZ 用粒状多結晶シリコン この規格の 7.2.1 試料の作製と同じ手順による。
- 7.3.2 **測定方法** 上記 7.3.1 **試料の作製**で作製した試料の炭素濃度を, JEITA EM-3503 によって測定する。炭素の実効偏析係数は 0.1 程度と小さいため、上記の手順で作製された, FZ パスの終端付近から切り出されたスライスの炭素濃度測定値を, そのまま多結晶棒全体を代表する炭素濃度と見なすことができる。
- 7.4 **CZ 用チャンク及び CZ 用粒状多結晶シリコンの表面清浄度** CZ 用チャンク又は粒状多結晶シリコン表面の金属不純物をエッチング液で回収し、回収液を原子吸光法で分析することで表面清浄度の測定とする。分析法としては、原子吸光法の代わりに、同等又はそれ以上の検出感度を有する方法、例えば ICP-MS (Inductively Coupled Plasma Mass Spectroscopy) などを用いても良い。
- **7.4.1 表面不純物の回収** 定量下限が 0.1ppbw 以下となるような回収方法による。
- **7.4.2 測定方法** 原子吸光法で測定する場合, **JIS K 0121**-1993 による。ただし, 試料原子化部の発熱体が黒鉛製の装置を使用すること。

### 高純度多結晶シリコン標準品規格の解説

この解説は、本体及び附属書に記載した事柄、参考に記載した事柄、並びにこれらに関連した事柄を説明するためのもので、規格の一部ではない。

- **1. 改正の趣旨 JEITA EM-3601** は、**JEIDA-22-**2000 の規定内容はそのままに、**JEITA** 規格の様式に変更 し英語版を追加して 2002 年 12 月に制定・発行された。その後引用している **ASTM** 規格が **SEMI** 規格に移管されたため、今回該当部分の変更を行い **JEITA EM-3601A** として改正・発行した。
- **2. 主な改正点** 「ASTM 規格」という表現を「SEMI 規格」に変更した。それにともない、規格番号の「ASTM F」を「SEMI MF」に変更した。
- 3. JIS 及び JEITA 規格と SEMI 規格との対応 今回の改正で規定した測定法については、SEMI においても標準化されており、JIS 規格及び JEITA 規格と SEMI 規格との間でほぼ共通化されている。両者の対応を解説表 1 に示す。ただし、JIS 及び JEITA 規格と SEMI 規格とでは、以下に示すような差異がある。3.1 フォトルミネッセンス測定のための試料作製法として、JIS H 0615-1996では、多結晶ロッドの析出心に対して垂直に丸棒を切り出す方法が規定されている。一方、SEMI MF 1723-96では、JIS H 0615-1996に共通の方法と、析出心に対して平行に丸棒を切り出す方法とが、並列して規定されている。
- 3.2 この規格においては、多結晶ロッドの析出心に対して垂直に丸棒を切り出し、これを FZ 法で単結晶化して炭素濃度測定用試料とするよう規定した。これに対して SEMI MF 1723-96 では、炭素濃度測定用試料の作製法として、析出心に垂直に切り出す方法と平行に切り出す方法とが規定され、また、切り出す向きによって後の処理が異なっており、前者は単結晶化せずに 1,360℃で熱処理して試料とし、後者は FZ 法で単結晶化するよう規定されている。
- **3.3 JIS H 0615**-1996 では、強励起条件によるフォトルミネッセンス測定が規定されている。一方、**SEMI MF 1389-92** では、強励起条件と弱励起条件の両方が並列して標準化されている。
- 3.4 CZ 用チャンクの表面清浄度測定についての規格である SEMI MF 1724-96 では、チャンクのサンプリング・エッチング液の組成等、表面不純物の回収法について詳細部分の標準化がなされている。

参考として, **SEMI MF 1724-96** における不純物回収法を以下に示す。

「チャンク 1 ロットから、サイズにして約  $3\times3\times3$ cm、重量にして約 50g のチャンクを 6 個抜き出す。これら 6 個のチャンクのうち少なくとも 3 個は、破砕前の多結晶ロッドの外表面だった面を持つものであること。

よく洗浄された PTFE (polytetrafluoroethylene) 容器に 6 個のチャンクを入れ,体積比にして  $HNO_3: HF: H_2O_2: H_2O=1:1:1:50$  のエッチング液を注ぐ。容器ごとホットプレートで加熱し、チャンクの表面をエッチングする。エッチングによる取り代は、重量にして 1%未満とすること。ただし、表面金属不純物の回収率が 90%を超えなければならない。

容器からチャンクを取り出し、残ったエッチング液をそのまま容器ごと加熱を続け、乾燥させて残渣とする。容器内の残渣に 2ml の  $5\%HNO_3$  水溶液と 8ml の  $H_2O$  を注いで溶解させ、10ml の抽出液をつくり、

解説表 1 JIS 及び JEITA 規格と SEMI 規格の対応

		JIS 及び JEITA	SEMI
	試料作製	JIS H 0615-1996	MF 1723-96
ドナー・アクセプタ濃度 (フォトルミネッセンス法)	試料作製 CZ 用粒状 多結晶シリコン	JEITA EM-3601	MF 1708-96
	測定	JIS H 0615-1996	MF 1389-92
出去冲成	試料作製	JEITA EM-3601	MF 1723-96
炭素濃度 (赤外吸収法)	試料作製 CZ 用粒状 多結晶シリコン	JEITA EM-3601	MF 1708-96
	測定	JEITA EM-3503	MF 1391-93
表面清浄度	試料作製	JEITA EM-3601	MF 1724-96
	測定	JIS K 0121-1993	MF 1724-96

### 4. JEITA EM-3601 審議委員会の構成表

### 情報処理標準化運営委員会

委員長 柴田 彰 ㈱デンソーウェーブ

### シリコン技術委員会

委	員	長	ш	白	、岩	+	IAVA 学生科学研究卡如
幹	貝	事	田金	島山	道敏	夫彦	JAXA 宇宙科学研究本部 産業技術総合研究所
籽	同	<b>尹</b>		Ш Ш	姒		生来仅何松石·研先別 日本電子(株)
<del>*</del>	[P]	旦	小业		<del>. +-</del>	浩	
委	<b> </b>	員	井	上	直	久士	大阪府立大学
	同		小	椋	厚	志	明治大学
	同		宮	崎	守	正	三菱住友シリコン(株)
	同		福	田	哲	生	富士通㈱
	同		松	本	行	雄	アクセント オプティカル テクノロジーズ㈱
	同		北	野	友	久	NECエレクトロニクス(株)
	同		辻	村		学	㈱荏原製作所
	同		江		公	平	エム・イー・エム・シー (株)
	同		内	田	英	次	沖電気工業㈱
	同		進	藤	健	_	黒田精工㈱
	同		中	井	康	秀	㈱コベルコ科研
	同		河	野	光	雄	コマツ電子金属㈱
	司		兀	戸	敬	昭	シルトロニック・ジャパン (株)
	司		竹	中	卓	夫	信越半導体㈱
	司		滝	澤	律	夫	ソニー(株)
	同		藤	野	誠	_	(株)デンソー
	同		宮	下	守	也	㈱東芝
	同		松	下	嘉	明	東芝セラミックス傑
	同		磯	崎		久	(株) トプコン
	同		吉	瀬	正	典	日本エーディーイー(株)
	同		渡	辺	正	晴	日本エスイーゼット㈱
	同		中	嶋	定	夫	㈱日立国際電気
	同		有	本	由	弘	㈱富士通研究所
	同		吉	住	恵	<u> </u>	松下電器産業㈱
	同		大	石	博	司	松下電器産業㈱
	同		片	浜	1.3	久	三菱住友シリコン(株)
	同		河	合	直	行	㈱ルネサステクノロジ
	同		坂	井	秀	男	(株)レイテックス
顧	lu.1	問	垂	井	康	夫	武田計測先端知財団
事	務	局	中	瀬	1215	真	
7	历同	/FJ	高	梨	健	<b>兴</b>	他電子情報技術產業協会 (社)電子情報技術產業協会
	lh)		口	术	)进		(山电) 阴拟汉州生未勋云

### ウェーハ測定標準専門委員会

委	員	長	宮	崎	守	正	三菱住友シリコン(株)
委		員	井	上	直	久	大阪府立大学
	同		武	縄	智	章	アクセント オプティカル テクノロジーズ(株)
	司		中	村	典	夫	エム・イー・エム・シー(株)
	司		住	江	伸	吾	㈱コベルコ科研
	同		松	本		圭	コマツ電子金属㈱
	同		砭	定	皇	文	シルトロニック・ジャパン(株)
	同		篠	宮		勝	信越半導体㈱
	同		迫	田		元	ソニー(株)
	同		竹	田	隆	<u> </u>	東芝セラミックス(株)
	同		後	藤	大	助	日本エーディーイー㈱
	同		渡	辺	正	晴	日本エスイーゼット㈱
	同		金	田		寛	㈱富士通研究所
	同		米	田	健	司	松下電器産業㈱
	同		斎	藤	滋	晃	(株)ルネサステクノロジ
客		員	小	Щ		浩	日本電子(株)
	同		河	合	健	-	河合企画
事	務	局	高	梨	健	_	<b></b>



Standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association

### JEITA EM-3601A

## Standard specification for high purity polycrystalline silicon

Established in March, 1974 Revised in September, 2004

### Prepared by

Silicon Technologies Committee

Managing Committee on Information Technology Standardization

Published by

Japan Electronics and Information Technology Industries Association

11, Kanda-Surugadai 3-shome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-0062, Japan Printed in Japan



### **Contents**

1.	Scope
2.	Normative references · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
3.	Definition of term · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
4.	CZ chunks · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
4.1	Quality
4.1.	F
4.1.2	
4.2	Size
5.	Granular polysilicon · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
5.1	Quality · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
5.1.1	1
5.1.2	
5.2	Size
6	FZ rods
6.1	Quality
6.1.	1
7.	Measuring method · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
7.1	Hazards · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
7.2	Impurities concentration (acceptor and donor components)
7.2.	1 1 1
7.2.2	
7.3	Impurities concentration (carbon)
7.3.	1 1 1
7.3.2	2 Measuring method
7.4	Surface metal contamination of CZ chunk and granular polysilicon for CZ
<b>7.4.</b> 1	1
7.4.2	2 Measuring method · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
Exp	lanation for Standard specification for high purity polycrystalline silicon · · · · · · · · · · · · · · · · · ·

### Standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association

### Standard specification for high purity polycrystalline silicon

- 1. Scope This standard specification specifies quality of high purity polycrystalline silicon (hereafter called polysilicon) and measurement method and size for material of semiconductor silicon single crystal.
- 2. Normative references The following standards containprovisions which, through reference in this Standard, constitute provisions of this Standard. If the indication of the year of issue [the year of coming into effect, in case of the Japanese Industrial Standard (hereinafter referred to as JIS)] is given to these referred standards, only the edition of indicated year constitutes the provision of this Standard but the revision, amendment or supplement made thereafter in not applied. The normative references without the indication of the year of issue (or the year of coming into effect) apply limiting only to the most recent edition (including the amendment and supplement).

JEITA EM-3503	Standard test method for substitutional atomic carbon content of silicon by infrared
	absorption
JIS H 0615-1996	Test method for determination of impurity concentrations in silicon crystal by
	photoluminescence spectroscopy
JIS K 0121-1993	General rules for atomic absorption spectrochemical analysis
<b>SEMI MF 1708-96</b>	Standard Practice for Evaluation of Granular Polysilicon by Melter-Zoner Spectroscopy
<b>SEMI MF 1723-96</b>	Standard Practice for Evaluation of Polycrystalline Silicon Rods by Float-Zone Crystal
	Growth and Spectroscopy

- **3. Definition of term** The definitions of main terms used in this standard are as follows.
- (a) CZ chunks Lumps of an unfixed form that are crushed from pillar-like polysilicon for use in CZ (Czochralski method) single crystal manufacturing.
- (b) FZ rods Pillar-like polycrystalline rods for use in FZ (Float-Zone method) single crystal manufacturing.

#### 4. CZ chunks

**4.1 Quality** The impurity concentration and the level of surface metal contamination of CZ chunks should be as listed in section **4.1.1** of this standard, and in addition, each measuring method should follow section **7** of this standard.

### 4.1.1 Impurities concentration

Acceptor components

```
B less than 0.05ppba (2.5 \times 10^{12} \text{ atoms/cm}^3)
```

Al less than 0.05ppba  $(2.5 \times 10^{12} \text{ atoms/cm}^3)$ 

Donor components

P less than 0.3ppba  $(1.5x10^{13} atoms/cm^3)$ 

As less than 0.05ppba  $(2.5 \times 10^{12} \text{ atoms/cm}^3)$ 

Carbon less than 0.3ppma (1.5x10<sup>16</sup> atoms/cm<sup>3</sup>)

#### 4.1.2 Surface metal contamination

- Fe less than 3.0ppbw (1.5ppba)
- Cr less than 3.0ppbw (1.5ppba)
- Ni less than 3.0ppbw(1.5ppba)
- Na less than 3.0ppbw (3.8ppba)
- Zn less than 1.0ppbw (0.5ppba)
- **4.2 Size** Chunks should have a maximum dimension less than 120mm, and a minimum dimension greater than 10mm.

#### 5. Granular polysilicon for CZ

**5.1 Quality** The impurity concentration and the level of surface metal contamination of granular polysilicon should be as listed in section **5.1.1** of this standard, and in addition, each measuring method should follow section **7** of this standard.

### 5.1.1 Impurities concentration

acceptor components (sum of boron and aluminum) less than 0.1ppba  $(5x10^{12} \text{ atoms/cm}^3)$  donor components (sum of phosphorus and arsenic) less than 0.4ppba  $(2x10^{13} \text{ atoms/cm}^3)$  carbon less than 0.3ppma  $(1.5x10^{16} \text{atoms/cm}^3)$ 

### 5.1.2 Surface metal contamination

- Fe less than 3.0ppbw (1.5ppba)
- Cr less than 3.0ppbw (1.5ppba)
- Ni less than 3.0ppbw (1.5ppba)
- Na less than 3.0ppbw (3.8ppba)
- Zn less than 1.0ppbw (0.5ppba)
- 5.2 Size The granules shall be less than 3,500  $\mu$  m and greater than 150  $\mu$  m.

#### 6. FZ rods

**6.1 Quality** The impurities concentration and the level of surface purity of FZ polysilicon rods should be listed in **6.1.1** of this standard, and in addition, each measuring method should follow section 7 of this standard.

### 6.1.1 Impurities concentration

Acceptor components

- B less than 0.05ppba  $(2.5 \times 10^{12} \text{ atoms/cm}^3)$
- Al less than 0.05ppba  $(2.5 \times 10^{12} \text{ atoms/cm}^3)$

Donor components

- P less than 0.3ppba  $(1.5x10^{13} atoms/cm^3)$
- As less than 0.05ppba  $(2.5 \times 10^{12} \text{ atoms/cm}^3)$
- Carbon less than 0.3ppma  $(1.5 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3)$

### 7. Measuring method

7.1 Hazards(1) The following measuring methods are based on the usage of acids for etching silicon surfaces.

The etching solutions used in this standard are potentially harmful and must be handled in a fume hood with the utmost care at all times. Hydrofluoric acid solutions are particularly hazardous. All precautions normally used with these acids should be strictly observed. They should not be used by anyone who is not familiar with the specific preventive measures. This specification does not cover all safety problems on usage. It is the responsibility of the user of this specification to take appropriate safety and health problems and set limits to the applications.

- Note (1) SEMI MF 1723-96 "Standard Practice for Evaluation of Polycrystalline Rods by Float-Zone Crystal Growth and Spectroscopy". About this clause, we did not check the conformity and used SEMI standard unconditionally.
- 7.2 Impurity concentration (acceptor and donor components) Determine in accordance with JIS H 0615-1996, "photoluminescence spectroscopy".
- 7.2.1 Sample preparation
- (a) CZ chunk and FZ rods For FZ, take a sampling rod using a 19±1mm inner diameter core-drill from the perpendicular growth layer containing the filament. Grow a single crystal ingot from this polycrytalline rod using the FZ method. For CZ chunk, take a sampling rod from the polycrystalline rod as above before smashing, and grow a single crystal ingot from this rod by the FZ method.

Take slices from the single crystal ingot, and use them as samples for is given, uses as the sample for photoluminescence spectroscopy after treating the surface. The details of the FZ growth conditions, the locations to take the slices, and surface treatment should follow **JIS H 0615-1996**, **3.2 polysilicon sampling**.

- (b) CZ granular polysilicon Melt granular polysilicon solidify it to make a circular polycrystalline ingot, then monocrystallize the ingot by FZ process. Cut a slice from the predetermined location from the single crystal ingot, and use it as the sample for photoluminescence spectroscopy after treating the surface. The details of conditions should follow SEMI MF 1708-96, or any equivalent measuring method that yields the same detection sensitivity and accuracy.
- 7.2.2 Measuring method Determine in accordance with JIS H 0615-1996.
- 7.3 Impurity concentration (carbon) Determine in accordance with JEITA EM-3503, "infrared absorption analysis".
- 7.3.1 Sample preparation
- (a) CZ chunk and FZ rod Obtain the FZ ingot as described in 7.2.1 Sample preparation.

Cut a slice from the bottom portion of the ingot, and use it as the sample for photoluminescence spectroscopy after suitably treating the surface. The method to take the slices, and the surface treatment should follow **JEITA EM-3503**.

- (b) Z granular polysilicon Use same procedure as in 7.2.1 Sample preparation.
- **7.3.2 Measuring method** Measure the sample prepared as described **7.3.1** in accordance with **JEITA EM-3503**.

The carbon concentration of the slice obtained from the near end of FZ pass can be regarded as the representative value of whole polycrystalline ingot, because the effective segregation coefficient is low (near 0.1).

**7.4 Surface metal contamination of CZ chunk and granular polysilicon for CZ** Collect metal contamination elements of CZ chunks or granular polycrystalline surface by etching, then measure the collected etching solutions by atomic absorption spectroscopy analysis.

Other analyzing techniques with the same or better detection sensitivity, such as ICP-MS (Inductively Coupled

### JEITA EM-3601A

Plasma Mass Spectroscopy) also be used.

- **7.4.1 Collection of surface impurities** Use any collection method with the lowest quantification limit of 0.1ppbw.
- **7.4.2 Measuring method** When measuring by the atomic absorption method, follow **JIS K 0121-1993**, except that a graphite heater should be used for the ample atomizing unit.

### Explanation for Standard specification for high purity polycrystalline silicon

The following description have been compiled to describe the matters provided in the standard proper and their associated matters, and is not part the standard.

- 1. Purpose of revision JEITA EM-3601 has been established in December 2002 by aligning JEIDA-22-2000 with the style JEITA standards and by adding the English edition. After that, ASTM standard quoted by JEITA EM-3601 was transferred to SEMI standard, it revised and published.
- **2. Main points of revision** The term "ASTM standard" was changed into the "SEMI standard". And "ASTM F" was changed into "SEMI MF".
- **3.** Correspondence between JIS/JEITA and SEMI standards The measuring methods specified by this revision have also been standardized by SEMI, and almost all of the clauses are equivalent. The correspondence is shown as Explanation Table 1.

However the following differences exist.

- 3.1 As the method of sample preparation for photoluminescence measurement, JIS H 0615-1996 specifies to core perpendicularly to the filament of a rod. On the other hand SEMI MF 1723-96 specifies not only the same as JIS H 0615-1996 but also allows coring parallel with the filament.
- 3.2 In this standard, the carbon sample is prepared by coring perpendicularly to the filament of polycrystalline rod, then monocrystallizing by the FZ method. On the other hand, **SEMI MF 1723-96** specifies coring both perpendicularly to and parallel with the filament. The former core did not monocrystallize but heat treated to 1360°C to prepare the sample, while the latter core is monocrystallized by the FZ method, to prepare the sample.
- 3.3 JIS H 0615-1996 specifies only the high excitation condition for photoluminescence analysis, but SEMI MF 1389-92 specifies both low and high excitation conditions
- 3.4 The standard for CZ chunks for the surface impurity contamination measuring method, **SEMI MF 1724-96** standardizes in detail the sampling, etching solutions, and collecting method of impurities. For reference, the description is extracted from the SEMI as follows:

"From one lot of chunks choose approximately 3 by 3 cm, at 50g each. A minimum of three of the six pieces should have an outside surface before crushing.

The six chunks are loaded into clean PTFE (polytetrafluoroethylene) bottles, covered with volume ratio HNO<sub>3</sub>:HF:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>O=1:1:1:50 acid solution, heated on a hotplate and the surface of the chunks dissolved. Etching weight should be less than 1%, but recovery efficiencies of surface metal impurities should be above 90% required.

The chunks are removed from the etchant, and the etchant heated to dryness to be the residue. The dried etchant residue is dissolved by adding 2ml of 5 % HNO<sub>3</sub> and 8 ml of  $H_2O$  to make a total of 10 ml extracted solution. Then analyze by atomic absorption analysis or by other analyses."

**Explanation Table 1** Correspondence between JIS /JEITA and SEMI

		JIS/JEITA	SEMI
Donor and acceptor concentration	Sample preparation		
(for photoluminescence method)	CZ chunks	JIS H 0615-1996	MF1723-96
	FZ rod		
	Sample preparation		
	CZ granular	JEITA EM-3601	MF1708-96
	Polysilicon		
	Measurement	JIS H 0615-1996	MF1389-92
Carbon concentration	Sample preparation		
(for Infrared absorption method)	CZ chunks	JEITA EM-3601	MF1723-96
	FZ rod		
	Sample preparation		
	CZ granular	JEITA EM-3601	MF1708-96
	polysilicon		
	Measurement	JEITA EM-3053	MF1391-93
Surface metal	Sample preparation	JEITA EM-3601	MF1724-96
Contamination content	Measurement	JIS K 0121-1993	MF1724-96

#### 4. Committee member

### Managing Committee on Information Technology Standardization

Chairman Akira Shibata DENSO WAVE INCORPORATED

### **Silicon Technologies Committee**

Chairman Michio Tajima ISAS / JAXA

Co-Chairman Toshihiko Kanayama National Institute of Advanced Industrial Science and Technology.

Co-Chairman Hiroshi Koyama JEOL Ltd.

Member Naohisa Inoue Osaka Prefecture University.

Member Atsushi Ogura Meiji University.

Member Morimasa Miyazaki SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION.

Member Tetsuo Fukuda FUJITSU LIMITED.

Member Yukio Matsumoto Accent Optical Technologies Co., Ltd.

Member Tomohisa Kitano NEC Electronics Corporation.

Member Manabu Tsujimura Ebara Corporation. Member Kohei Eguchi MEMC Japan Ltd.

MemberEiji UchidaOki Electric Industry Co., Ltd.MemberKenichi ShindoKURODA Precision Industries Ltd.MemberYasuhide NakaiKobelco Research Institute, Inc.MemberMitsuo KohnoKomatsu Electronic Metals Co., Ltd.

Member Noriaki Shinohe Siltronic Japan Co., Ltd.

Member Takao Takenaka Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.

Member Ritsuo Takizawa Sony Corp.

Member Seiji Fujino DENSO CORPORATION.

Member Moriya Miyashita Toshiba Corp.

Member Yoshiaki Matsushita Toshiba Ceramics Co., Ltd.

Member Hisashi Isozaki TOPCON CORPORATION.

Member Masanori Yoshise JAPAN ADE LTD.

Member Masaharu Watanabe SEZ Japan.

Member Sadao Nakajima Hitachi Kokusai Electric Inc. Member Yoshihiro Arimoto Fujitsu Laboratories Ltd.

Member Keiichi Yoshizumi Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
Member Hiroshi Ohishi Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.

Member Hisashi Katahama SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION.

Member Naoyuki Kawai Renesas Technology Corp.

Member Hideo Sakai RAYTEX CORPORATION.

Adviser Yasuo Tarui The Takeda Foundation.

Secretariat Makoto Nakase Japan Electronics and Information Technology Industries Association.

Secretariat Kenichi Takanashi Japan Electronics and Information Technology Industries Association.

#### Wafer Measurement Standard Technical Committee

Chairman Morimasa Miyazaki SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION.

Member Naohisa Inoue Osaka Prefecture University.

Member Noriaki Takenawa Accent Optical Technologies Co., Ltd.

Member Norio Nakamura MEMC Japan Ltd.

Member Shingo Sumie Kobelco Research Institute, Inc.

Member Kei Matsumoto Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.

Member Atsushi Ikari Siltronic Japan Co., Ltd.

Member Masaru Shinomiya Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.

Member Gen Sakoda Sony Corp.

Member Ryuji Takeda Toshiba Ceramics Co., Ltd.

Member Daisuke Goto JAPAN ADE LTD.

Member Masaharu Watanabe SEZ Japan.

Member Hiroshi Kaneta Fujutsu Laboratories Ltd.

Member Kenji Yoneda Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.

Member Shigeaki Saito Renesas Technoiory Corp.

Guest Member Hiroshi Koyama JEOL Ltd.

Guest Member Kenichi Kawai Kawai Standard Consulting.

Secretariat Kenichi Takanashi Japan Electronics and Information Technology Industries Association.

- (社)電子情報技術産業協会が発行している規格類は、工業所有権(特許、実用新案など)に関する抵触の有無に関係なく制定されています。
- (社)電子情報技術産業協会は、この規格類の内容に関する工業所有権に対して、一切の責任を負いません。

### JEITA EM-3601A

2004年9月発行

- 発 行 (社)電子情報技術産業協会 標準・技術部 〒101-0062 東京都千代田区神田駿河台 3-11 TEL 03-3518-6434 FAX 03-3295-8727
- 印 刷 (有)ウイード 〒162-0041 東京都新宿区早稲田鶴巻町 556 TEL 03-3513-5751 FAX 03-3513-5752

### 禁 無 断 転 載

この規格類の全部又は一部を転載しようとする場合は,発行者の許可を得て下さい。