改良西门子多晶硅副产物 六氯乙硅烷（讨论稿）编制说明

一 **工作简况**

**1 项目背景和立项意义**

近年来六氯乙硅烷作为一种用于无定形硅薄膜、光化学纤维的原料，同时也是硅酮生产的原料、和生产优良的沉积气体乙硅烷的生产原料，在半导体、光电材料等领域应用越来越广泛。

目前随着国内多晶硅企业产能的不断扩大，多晶硅氯硅烷残液的回收利用对于降低生产成本也越来越关键，西门子法工艺过程中产生的氯硅烷残液中含有大约10%～20%的六氯乙硅烷。其中六氯二硅烷回收可以极大提高副产品的价值，多晶硅生产企业通过工艺改进大量的六氯二硅烷被回收利用成为一种副产品。

目前现在国内关于六氯二硅烷的产品标准还未形成。六氯乙硅烷产品标准的建立可以在半导体光伏行业内规范该产品的技术指标以及对应的检测方法。

虽然六氯乙硅烷早已作在半导体、光化纤等领域应用越来越广泛，但经过检索，发现成型的产品标准目前在国内还没有，因此六氯乙硅烷产品标准的建立与发展完善有助于规范其生产和满足市场交易需要，促进半导体、光伏行业的技术发展。

**2 任务来源**

根据《工业和信息化部办公厅关于印发2018年第一批行业标准制修订计划的通知》（中色协科字[2018] 23号）的要求，《改良西门子法多晶硅副产物六氯乙硅烷》由内蒙古神舟硅业有限责任公司牵头负责起草，计划编号：2018-024-T-CNIA，要求于2019年完成。

**3 标准项目编制单位简况**

内蒙古神舟硅业有限责任公司是中国航天科技集团公司第八研究院（上海航天工业（集团）有限公司）、上海航天汽车机电股份有限公司为主投资的专业从事硅材料研发、多晶硅及下游产品生产及销售为一体的高新技术企业。公司于2007年5月在内蒙古自治区呼和浩特市金桥开发区注册成立，注册资金达22亿元人民币。公司以打造万吨级多晶硅生产能力，并拥有核心技术和自主知识产权的一流新能源企业为目标，分两期建设多晶硅项目。经过几年试生产和技改，公司在稳定生产工艺、品质改善、节能降耗等方面都取得了突破，已形成年6000吨多晶硅产能，整个装置实现了连续、稳定、经济生产。公司于2011年顺利通过了国家工信部等三部委组织的多晶硅行业准入审核，2014年进入国家工信部公告的符合《光伏制造行业规范条件》企业名单之列。

公司实验室固定资产投资近亿元，配备了目前国内较为高端的诸多精密分析仪器，拥有电感耦合等离子体质谱仪、电感耦合等离子体光谱仪、原子吸收、离子色谱仪、气相色谱仪、气相色谱质谱联用仪、傅立叶变换红外光谱仪、傅立叶变换低温红外光谱仪、高频光电导少子寿命测试仪、微波寿命仪等多套设备。承担公司进厂原辅料、过程样品及成品的检测和质量保证工作，并在2015年8月获得中国合格评定国家认可委员会实验室认可证书。公司具备了本标准制定及相关实验条件和分析能力。先后完成行业及协会标准编制项目4项，地方标准5项目。

**4 主要工作过程**

接到行业标准制定计划任务后，在全国有色金属标准化技术委员会的组织下，内蒙古神舟硅业有限责任公司成立了《改良西门子副产物六氯乙硅烷》协会标准编制组，确定了编制组成员的任务分工和实验计划。编制组开展了相关国内外资料、标准的整理和研讨工作。同时组织相关技术人员前期进行了大量的实验工作，在多晶硅氯硅烷残夜中提取到了较高纯度的六氯乙硅烷。本讨论稿编制同时得到洛阳中硅的大力协助。结合实际应用情况和检测结果，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。初步确立了标准的技术要求。

2018年05月上海市召开的标准工作讨论会上，确立任务落实开展。

编制组人员就该标准进行了深入的讨论对标准文本做了多次修改，2018年8月编制完成《改良西门子法副产物六氯乙硅烷》讨论稿。

**二 标准编制原则和确定标准主要内容**

1. **编制原则**

本标准按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》和GB/T 20001.10-2014《标准编写规则 第10部分： 产品标准》的要求进行编写。标准中确定了该标准适用范围，关于产品的技术要求、检测方法、、检验规则、以及标志包装、贮存、运输方面的要求。

1. **标准主要内容说明**
   1. 标准题目的确定

本标准的题目完全能够高度概括标准主旨和中心，能够反映出多晶硅副产物六氯乙硅烷的基本特性指标，为产品应用提供指导。

2.2 范围

本标准规定了改良西门子法多晶硅副产物六氯乙硅烷的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存要求。

本标准适用于改良西门子法多晶硅生产过程中产生的副产物六氯乙硅烷，该产品主要作为无定形硅薄膜沉积、光化纤维生产以及其它化工过程的试剂及原料。

2.3 技术要求

针对六氯乙硅烷副产品，应用方向的不同：普通的化工试剂或原料、高纯试剂、薄膜沉积或高纯电子气，将技术指标化为三类。具体指标的制定为产品所能达到的纯度，目前检测方法的所能达到的检测指标。依据我公司前期产品回收实验以及中硅产品生产与试用的情况。制定出如下指标以供讨论。

产品在常温常压下为无色透明的液体，其技术指标符合如下表1的规定，其它杂质与组分含量等技术要求由供需双方协商确定并在合同中注明。

表. 1 技术指标

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 项目 | 技术指标 | | | |
| Ⅰ | Ⅱ | Ⅲ | Ⅳ |
| 六氯乙硅烷(质量分数) ≥ | 99.99 | 99.5 | 95 | 50 |
| 其他组分 （质量分数） ＜ | 0.01 | 0.5 | 5 | 50 |
| Fe、Al、V、Mo、Cu、Ni、Cr、Mn、Co总量/(µg·g-1) ≤ | 0.005 | 5 | / | / |

3 检验方法

由于目前未查到关于六氯乙硅烷检测方法，因此主要参照现有的标准相近的检测方法，后期需要进一步检测实验确认。针对六氯乙硅烷的产品特性，改变测试前样品的处理方法。

3.1 组分检测

依据 GB/T 28654-2018 工业三氯氢硅其中6.2部分中“三氯氢硅、二氯二氢硅、四氯化硅、氯硅烷聚合物含量的测定方法进行。

3.2杂质元素检测

Ⅰ、Ⅱ级产品杂质元素依据GB/T 29056硅外延用三氯氢硅化学分析方法硼、铝、磷、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、钼、砷、锑量的测定 电感耦合等离子体质谱法检测。

由于六氯乙硅烷相对三氯氢硅沸点较高，很难通过氮气气流短时间内带走，在样品处理时，在上述标准要求的洁净环境与处理条件下，需要进行升温加热，用高纯氮气带出。

5检验规则

检验规则依据现有的化工行业产品规则GB 6680 液体化工产品采样通则要求，同时结合产品物化特性进行编制。

5.1检查和验收

5.1.1 产品应由供方质量监督部门进行检验，保证产品质量符合本标准及订货单（或合同）的规定，并填写质量证明书。

5.1.2 需方应对收到的产品进行检验，若检验结果与本标准及订货单（或合同）的规定不符时，需方应及时向供方提出，由供需双方协商解决。

5.2组批

产品应成批提交验收，每批产品由以同一等级的六氯乙硅烷组成,也可以按装储罐或生产周期组批。

5.3取样

5.3.1 样品采用洁净、干燥的器皿从生产装置或储运槽车或同一批桶装产品中采样。

5.3.2 取样按照GB6680的规定执行，特殊取样由供需双方协商确定。

5.4检验项目

每批产品应对六氯乙硅烷、高沸物、低沸物含量以及杂质元素含量进行检验。

5.5结果判定

如果批次产品中六氯乙硅烷、高沸物、低沸物含量以及杂质元素的含量有一项不合格时，则重新进行取样，对不合格的项目进行重新检测，对重复实验检测结果仍不合格的产品，判定该批产品不合格 。

6 标志、包装、运输和储存及质量证书

依据相关现有标准，参照了YS/T 1195 多晶硅副产品 四氯化硅部分内容进行编制，同时根据参照六氯乙硅的特性，增加部分内容。

6.1标志

六氯乙硅烷包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志，其内容包括：产品名称、批号、净重以及GB190中规定的相关标志。

6.2包装

六氯乙硅烷采用干燥清洁的专用槽车灌装或根据产品的纯度等级以及用户要求包装，包装要求密封，不可与空气接触。罐装质量不应超过槽车要求的质量，充装压力不得超过容器的使用压力。槽罐车以及罐体应按照周期进行检定，GB12463的规定。

6.3运输。其他要求符合

运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与强碱、强氧化剂、醇类、水、食用化工物品等混装混运。运输应该按规定的路线行驶，途中应防高温、暴晒、雨淋，禁止在人口密集区域停留搬运时应轻装倾卸，防止包装及容器损坏。其他要求应符合GB12463的规定。

6.4贮存

六氯乙硅烷储存在阴凉干燥通风良好的区域，储罐应密闭并设置防静电接地装置和避雷装置，并远离火种、热源。其他要求符合GB12463的规定。

6.5 质量证明书

a) 供方名称

b) 产品名称

c) 商标

d) 生产批号

e) 产品净重

f) 本标准编号

e) 出厂日期

7 安全

关于产品标准GB/T 20001.10-2014《标准编写规则 第10部分： 产品标准》并没有要求安全方面的内容。如果需哎增加，则增加如下的内容。

主要根据了六氯乙硅的安全技术要求，参照危险化学品的相关标准进行编制。

7.1 六氯乙硅烷遇水强烈水解成二氧化硅和氯化氢酸雾以及部分氢气，水解物碰撞时同时会有明火产生。加热可能引起爆炸，接触液体可致使皮肤和黏膜灼伤。六氯乙硅烷对眼、上呼吸道黏膜有强烈的刺激作用，有严重损害的危险。

7.2 在进行六氯乙硅烷装卸和取样时应避免与空气接触，使用防爆型的通风系统和设备。操作人员应经过专门培训，严格遵守操作规程。防止泄漏到工作场所空气中，可能接触其液体或水解酸雾时，建议操作人员佩戴防毒面具、防护眼镜和橡胶手套。工作场所应配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。

7.3 六氯乙硅烷泄漏时，防止流入排水管道内。应采用干砂、二氧化碳、干粉、水泥灭火，禁止直接用水或泡沫扑救。

8订货单（或合同）内容

本标准所列产品的订单（或合同）内应包含下述内容：

a )产品名称

b)技术要求

c)重量

d)本标准编号

e)安全注意事项

f)其他

**三 标准水平分析**

目前国内没有查到关于六氯乙硅烷的专门标准，该标准的制定属于首次。

**四 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**

本标准属于改良西门子法多晶硅副产物，与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。本标准属于首次制定标准。

**五 重大分歧意见的处理经过和依据**

编制组根据起草前确定的编制原则进行了标准起草，标准起草小组前期进行了充分的准备和调研，并做了大量调查论证、信息分析和实验工作，在主要技术内容上，行业内取得了较为一致的意见，标准起草过程中未发生重大分歧意见。

**六 标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议**

本标准为改良西门子法多晶硅副产物六氯乙硅烷，适用于该产品质量指标以及硅薄膜沉、光化纤生产以及其它化工过程原料的指标的控制，建议本标准作为推荐性协会标准发布实施。

标准编制组

2018年08月05日