协会标准《改良西门子多晶硅副产品 六氯乙硅烷》

编制说明（送审稿）

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，同时也是生产硅酮和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。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。多晶硅生产企业通过工艺改进，大量的六氯乙硅烷被回收利用成为一种副产品，可以极大提高副产品的价值。目前国内还没有关于六氯乙硅烷的产品标准，标准的建立可以在光伏行业内规范该产品的技术指标以及对应的检测方法，有助于规范六氯乙硅烷的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《关于下达2018年第一批协会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品 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，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提出并归口，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负责组织编制，计划编号：2018-024-T-CNIA，要求于2019年完成，后因企业重组申请延期至2020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。

**4、主要工作过程**

接到协会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，内蒙古神舟硅业有限责任公司成立了《改良西门子法多晶硅副产品 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。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相关的实验工作，在多晶硅的氯硅烷残液中提取到了较高纯度的六氯乙硅烷。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5月，在上海市由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组织召开的标准工作会议上，对本标准进行了任务落实，确定了研究内容和进度安排等。编制组人员就该标准进行了深入的讨论，于2018年8月编制完成了《改良西门子法多晶硅副产品 六氯乙硅烷》讨论稿。

2018年8月23日，在浙江开化市由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组织召开了《改良西门子法多晶硅副产品 六氯乙硅烷》标准第一次工作会议（讨论会），共有洛阳中硅高科技有限公司、新特能源股份有限公司、亚洲硅业（青海）有限公司等10个单位的17位专家参加了本次会议。与会专家对标准资料从标准技术内容和文本质量等方面进行了充分的讨论，并提出了修改意见。根据标准工作会上的专家意见，编制组对标准文本的内容作了进一步的完善，形成了标准征求意见稿。

2018年11月，编制组将标准征求意见稿发给了相关行业检测部门、生产企业等单位广泛征求意见，具体意见及回函情况见意见汇总处理表。编制组根据相关单位反馈的意见，对标准征求意见稿进行了修改，并在公司内部工作组进行了讨论，形成了标准预审稿。

2019年3月22日，在江苏省江阴市由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召开的《改良西门子法多晶硅副产品 六氯乙硅烷》标准第二次工作会议（预审会），共有洛阳中硅高科技有限公司、新特能源股份有限公司、江苏中能硅业科技发展有限公司等17个单位的33位专家参加了本次会议。与会专家对标准资料从标准技术内容和文本质量等方面进行了充分的讨论，形成了修改意见，具体见意见汇总表（提出单位为预审会）。2019年下半年，时逢内蒙古神舟硅业有限责任公司重组故将该标准推迟至2020年完成。2020年3月，编制组根据前期的标准工作形成了送审稿。

**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的适用范围，以及关于产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存方面的要求。

1. **标准主要内容确定的依据**
	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，能够反映出标准的规定内容为多晶硅副产品六氯乙硅烷，标准旨在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品六氯乙硅烷的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、质量证明书和订货单（或合同）内容。

本标准适用于改良西门子多晶硅生产过程中产生的副产品六氯乙硅烷，该产品主要作为无定形硅薄膜沉积、光化纤维生产以及化工试剂工艺过程的原料。

2.3、技术要求

多晶硅副产品六氯乙硅烷在常温常压下为无色透明的液体。根据六氯乙硅烷的应用不同，包括普通的化工试剂，或用于生产高纯试剂、薄膜沉积或高纯电子气的原料，因此将技术指标分为四类。具体指标的制定为产品目前所能达到的要求，目前检测方法所能达到的检测指标。依据内蒙古神舟硅业公司以及洛阳中硅公司前期产品回收实验以及产品的生产与试用情况。确定了以下技术指标，见表1，如有特殊要求，由供需双方协商确定。

表1 技术指标

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 要求 |
| Ⅰ | Ⅱ | Ⅲ | Ⅳ |
| 组分含量(质量分数)% | 六氯乙硅烷含量 | ≥99.9 | ≥99.0 | ≥95.0 | ≥50.0 |
| 总金属杂质含量µg/g | Fe、Al、V、Mo、Cu、Ni、Cr、Mn、Co | ≤0.05 | ≤5 | - | - |
| Fe、Al | ≤0.04 | - | - | - |

2.4、试验方法

由于目前没有关于六氯乙硅烷的检测方法，因此主要参照现有相近的检测方法标准，再针对六氯乙硅烷的产品特性，改变测试前样品的处理方法。另外，六氯乙硅烷的组分测定以及杂质含量测定的标准已申报制定。

2.4.1、组分检测

 六氯乙硅烷的含量以及其他组分的含量用气相色谱法测定，也可按GB/T 28654-2018 《工业三氯氢硅》6.2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。

2.4.2、杂质元素检测

六氯乙硅烷的总金属杂质元素含量用电感耦合等离子体质谱法测定，也可按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、砷和锑量的测定 电感耦合等离子体质谱法规定的方法》测定。

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。

2.5、标志、包装、运输、贮存

由于六氯乙硅烷为危险化学品，该产品的标志、包装、运输、贮存过程中有一些特殊要求，具体如下。

2.5.1、标志

六氯乙硅烷的包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志，其内容至少包括产品名称、产品批号、净重以及GB 190中规定的相关标志。

2.5.2、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，由于GB 12463规定的范围较大，又增加了GB 18564.1 道路包装运输标准，作为补充。

2.5.3、运输

六氯乙硅烷的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、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，搬运时应轻装轻卸，防止包装及容器损坏。由于GB 12463规定的范围较大，又增加了GB 18564.1道路运输液体危险货物罐式车辆 第1部分 金属常压罐体技术要求，作为补充。

2.5.4、贮存

六氯乙硅烷贮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GB 15603的规定。

2.6、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。

2.6.1 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。

2.6.2 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。

2.6.3 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。

**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。本标准达到国内先进水平。

**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品六氯乙硅烷的产品标准，与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。

**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的产品标准，适用于该产品质量指标以及用作硅薄膜沉积、光化纤生产以及其它化工过程原料时的指标控制，建议本标准作为推荐性协会标准发布实施。

**七、贯彻标准的要求和措施建议**

无。

**八、废止现行有关标准的建议**

本标准为首次制定，无废止其他标准的建议。

**九、预期效果**

本标准与国外同类标准相比，预计可达到了国内先进水平。本产品标准可以满足不同行业对六氯乙硅烷的产品需求，替代国外进口产品，降低企业成本，增加企业效益。

 标准编制组

 2020年3月