**团体标准《硅多晶生产用无水氯化铜》**

**编制说明（预审稿）**

**一、工作简况**

**1、项目背景和立项意义**

在多晶硅生产工艺中，工业硅的氢氯化反应生产三氯硅烷(SiHCl3)，反应过程中会产生CH3SiHCl2等，该物质与三氯氢硅的沸点接近后续工艺难以去除，目前最有效、成本最低的方法是催化氯化法。对于催化剂，在工业生产过程中需满足基本要求：具有良好的活性、热稳定性和一定的机械强度。我国对于多晶硅中催化剂的类型、用量没有统一标准，行业仍有使用CuCl作为催化剂，但CuCl对水生生物有极高毒性，对水体环境产生长期不良影响，一旦处理不当，将会对人与环境造成极大影响，且这不符合无毒、节能降耗的长久规划。而CuCl2作为催化剂由于价格低廉，无毒，在多晶硅行业中已经成为主流催化剂。

国家现行标准GB/T 15901-2021《化学试剂 二水合氯化铜（氯化铜）》中规定了二水合氯化铜（氯化铜）的技术要求、试验、检验规则及包装等，但这仅是对CuCl2原料本身做出了规定性要求，而对多晶硅生产中作为催化剂的CuCl2的所涉及到的技术没有相关说明规定，也没有相关国标和行标来支撑，因此，急需相关标准对多晶硅行业中涉及到的CuCl2催化剂加以说明。

**2、任务来源**

根据2024年3月1日《关于召开半导体材料标准项目论证会暨标准制修订工作会议的通知》（半材标委[2024]8号）的要求，《硅多晶生产用无水氯化铜》由四川永祥新能源有限公司负责牵头起草，计划号为2023-036-T/CNIA，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负责组织。

**3、项目承担单位概况**

四川永祥股份有限公司成立于2002年11月，是通威集团控股的通威股份有限公司（股票代码：600438）旗下的一家大型民营科技型企业，注册资本14.21亿元。

永祥股份自2002年11月成立以来，一直致力于打造和完善化工及新能源产业链实现了从“盐卤、烧碱、聚氯乙烯到电石渣水泥”和从“氯化氢、三氯氢硅到多晶硅新能源”的新能源与化工完整结合的循环经济产业链。旗下拥有永祥多晶硅、永祥新能源、永祥能源科技、内蒙古通威、云南通威、永祥硅材料、永祥光伏科技、永祥新材料、通威绿能等分子公司，员工9000余名，产品涉及高纯晶硅硅料、单晶硅棒、烧碱、聚氯乙烯、电石渣综合利用水泥等。到2023年底，永祥高纯晶硅产能将达到35万吨，根据中期发展规划，预计2024年—2026年，公司高纯晶硅产能将达到80-100万吨，进一步夯实行业龙头地位。

公司拥有国际先进的技术人才团队和研发实力，成立了多晶硅工程技术研究中心、企业技术中心、高纯晶硅制备工程实验室、博士后创新实践基地，在冷氢化、反歧化、高效还原、大型精馏节能、尾气回收、热能梯级综合利用、氯氢元素闭路循环等技术领域拥有自主知识产权二百多项研究成果。高纯晶硅核心技术已迭代升级至“第七代永祥法”，N型单晶90%以上，达到电子级晶硅水平。产品质量、综合技术指标、生产成本行业领先，产品涵盖了电子级和太阳能级，公司与国内多家下游知名光伏电池与组件企业建立战略合作伙伴关系，产品品质获得市场高度认可和评价。电性能方面，产品关键性杂质元素纯度达99.999999999%，实现高纯晶硅“中国智造”。

多年来，公司荣获了“国家高新技术企业”、国家工信部“绿色工厂”、“国家知识产权优势企业”“中国专利优秀奖”“中国半导体材料专业十强”“点赞中国最具影响力绿色企业品牌”“四川省专利一等奖”“四川省专利创新创业奖”“四川省优秀民营企业”“四川省技术创新示范企业”“四川省成果转化示范企业”“绿色企业管理奖”“节能减排先锋企业”“践行社会责任优秀企业”等殊荣。

公司将秉持“诚信正一”的经营理念和“追求卓越，奉献社会”的企业宗旨及清洁生产的环保理念，坚持“可靠性是高纯晶硅行业的生命线”的理念，坚持绿色高质量发展，积极推动我国“碳中和”伟大进程，加快新能源产业布局和发展，以高纯晶硅为核心，以循环经济产业链为依托，朝着打造高纯晶硅的世界级龙头企业和世界级清洁能源公司的宏伟目标砥砺奋进。

**4、主要工作过程**

**4.1立项阶段**

2023年1月，四川永祥新能源有限公司向中国有色金属工业协会提交了《硅多晶生产用无水氯化铜》标准立项建议书、标准草案及标准立项报告等材料，委员会论证结果为同意标准申报立项，2023年8月14日，半导体设备和材料标准化技术委员会材料分技术委员会下达了制定《硅多晶生产用无水氯化铜》标准的任务，计划编号2023-036-T/CNIA。

**4.2起草阶段**

本项目任务下达后，四永祥新能源有限公司成立了标准编制小组，明确了工作指导思想，制定了工作原则、任务分工。标准编制组认真学习编制原则和需要注意的内容，收集查阅了国内外相关技术资料，为标准编写提供参考和支撑。在调研工作的基础上，经逐步修改完善，2023年12月形成了《硅多晶生产用无水氯化铜》讨论稿及编制说明。

2024年3月，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，在江苏省南京市召开半导体材料标准工作会议。与会专家对《硅多晶生产用无水氯化铜》讨论稿进行了逐字逐句的讨论，对本标准的技术要点内容和文本质量进行了充分讨论，对本标准的范围、规范性引用文件、性状、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和随行文件、订货单内容等提出了相应修改意见。会后，编制组人员根据与会专家意见对讨论稿进行了修改、补充、完善，于2024年3月完成征求意见稿及编制说明。

**二、标准编制原则和标准主要内容**

**1、编制依据**

本标准编制依据GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第10部分：产品标准》的要求进行编写。标准中确定了适用范围、等级划分及其杂质含量要求、检验规则、包装、运输、贮存等技术内容。

本标准主要根据硅多晶生产用无水氯化铜的实际使用需求，结合目前市场销售及相关厂家的合同指标进行制定。

**2、标准技术内容的确定**

**2.1项目和指标**

硅多晶生产用无水氯化铜的技术要求见表1。

**表1 无水氯化铜技术要求**

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 指标 |
| 含量（CuCl2），ω/% | ≥98.0 |
| 水不溶物，ω/% | ≤0.1 |
| pH(5%溶液，25℃) | 2.4-4.0 |
| 水分，ω/% | ≤0.75 |
| 总杂质含量(Mg、Al、Ca、Cr、Mn、Fe、Ni、Zn、As、Cd、Pb)，ω% | ≤0.1 |

从客户体验的角度增加了陶瓷制品的力学性能及外观质量要求，在中高端陶瓷制品领域对产品力学性能及表观的控制都有很严格的要求，因此在多晶硅还原炉用氮化硅制品的标准制定中增加力学性能及表观质量的控制要求，以满足终端市场的需

氯化铜含量参照英国标准BS 5532-1：1990《化学试剂中铜化合物的规范》中规定，无水氯化铜的相对分子质量（分子量）应在134.45~134.47之间，其CuCl2质量分数应在98.0%以上。同时，美国标准ASTM E1300-16《标准实施规范：化学品的标记、摘要和标志》中规定，无水氯化铜应为无色或绿色晶体，其CuCl2质量分数应在98.0%以上。

无水氯化铜作为硅粉与三氯氢硅、氢气高温高压反应的催化剂，从实际使用需求的角度增加了pH、水分、总杂质含量要求。无水氯化铜作为硅粉与三氯氢硅、氢气高温高压反应的催化剂，控制水分指标在于避免催化剂与硅粉接触结团，硅粉遇水易受潮，容易堵塞硅粉下料管道，导致吹进氢化炉中的原料硅粉不均匀，影响转化率及装置生产运行时长。无水氯化铜中总杂质含量不能超高，否则带入大量金属杂质进入氢化炉中，导致反应催化效果变差，影响转化率。

**2.2分析方法说明**

**2.2.1 外观检查**

在自然散射光下，用目视法检查外观。

**2.2.2 氯化铜含量的测定**

根据GB/T 15901-2021《化学试剂 二水合氯化铜（氯化铜）》6.2的方法测定。

**2.2.3 水不溶物**

根据GB/T 9738-2008《化学试剂 水不溶物测定通用方法》的方法测定。

**2.2.4 pH**

根据GB/T 23769-2009《无机化工产品 水溶液中pH值测定通用方法》的方法测定。

**2.2.5 水分**

根据GB/T 35924-2018《固体化工产品中水分含量的测定 热重法》的方法测定。

**2.2.6 总杂质含量**

Mg、Al、Ca、Cr、Mn、Fe、Ni、Zn、As、Cd、Pb元素根据GB/T 30902-2014《无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)》的方法测定。

**三、标准水平分析**

本标准为首次制定，标准指标同比国内及国际上知名的厂家的需求指标。

**四、与我国现有法律、法规和相关强制性标准的关系**

本标准与国家现行法律、法规和相关强制性标准不存在相违背和抵触的地方。

**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、标准性质的建议说明**

建议该标准为推荐性团体标准。

**八、代替或废止现行有关标准的建议**

无

**九、其他予以说明的事项**

无

标准编制组

2024年3月