

T/EJCCCSE

团 体 标 准

T/EJCCCSE XXX—2025

电子级硅烷气

Electron grade silane gas

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2025 – XX – XX 发布

2025 – XX – XX 实施

中国商业股份制企业经济联合会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 技术要求 1

5 试验方法 2

 5.1 总则 2

 5.2 硅烷纯度 2

 5.3 尾气处理措施 2

 5.4 氢、氧+氩、氮、甲烷、烃(C2~C4)、一氧化碳、二氧化碳、氯硅烷和乙硅烷含量的测定 ... 2

 5.5 水含量的测定 3

 5.6 金属及其他元素含量的测定 3

6 检验规则 4

 6.1 检验分类 4

 6.2 检验项目 4

 6.3 出厂检验 5

 6.4 型式检验 5

 6.5 判定规则 5

 6.6 复检规则 5

7 标志、包装、运输与贮存 5

 7.1 标志 5

 7.2 包装 6

 7.3 运输 6

 7.4 贮存 6

附录 A（资料性） 硅烷中金属及其他元素含量测定的吸收装置图 7

附录 B（资料性） 硅烷的基本物理化学数据 8

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由××××提出。

本文件由中国商业股份制企业经济联合会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

电子级硅烷气

1 范围

本文件规定了电子级硅烷气的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输与贮存。
本文件适用于电子工业中多晶硅和单晶硅外延沉积、二氧化硅低温化学气相沉积、非晶硅薄膜沉积等工艺所用的电子级硅烷气。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 190 危险货物包装标志
- GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则
- GB/T 5832.1 气体分析 微量水分的测定 第1部分：电解法
- GB/T 7144 气瓶颜色标志
- GB 11640 铝合金无缝气瓶
- GB/T 16804 气瓶警示标签
- GB/T 26571 特种气体储存期规范
- GB/T 28726 气体分析 氦离子化气相色谱法

3 术语和定义

请选择适当的引导语

4 技术要求

电子级硅烷气的技术指标应当符合表1和表2的要求。

表 1 技术指标

序号	项目	单位	技术指标
1	硅烷(SiH ₄)纯度	-	≥99.9999%
2	氢(H ₂)含量	ppm	<20
3	(氧+氩)(O ₂ +Ar)含量	ppm	<0.05
4	氮(N ₂)含量	ppm	<0.5
5	甲烷(CH ₄)含量	ppm	<0.05
6	烃(C ₂ ~C ₄)含量	ppm	<0.1
7	一氧化碳(CO)含量	ppm	<0.05
8	二氧化碳(CO ₂)含量	ppm	<0.05
9	氯硅烷(二氯二氢硅、三氯氢硅、四氯化硅)含量	ppm	<0.1
10	乙硅烷(Si ₂ H ₆)含量	ppm	<0.3
11	水(H ₂ O)含量	ppm	<0.5
12	杂质总含量	ppm	≤1
13	颗粒	供需双方商定	-
14	电性能规格	供需双方商定	-

表2 重金属及其它元素技术指标

序号	重金属及其他元素含量	单位	技术指标
1	铝(Al)	ppb	0.2
2	锑(Sb)	ppb	0.2
3	砷(As)	ppb	0.2
4	硼(B)	ppb	0.2
5	镓(Ga)	ppb	0.2
6	磷(P)	ppb	0.2
7	铬(Cr)+铜(Cu)+铁(Fe)+镍(Ni)+锌(Zn)	ppb	1.0

5 试验方法

5.1 总则

所有试验应在符合GB/T 3723的实验室环境中进行。取样系统须采用不锈钢材质(316L级),并经氦气吹扫和真空脱水处理,避免样品污染。分析人员需具备特种气体检测资质。

5.2 硅烷纯度

5.2.1 总杂质含量按式(1)计算:

$$\varphi_{10} = \varphi_1 + \varphi_2 + \varphi_3 + \varphi_4 + \varphi_5 + \varphi_6 + \varphi_7 + \varphi_8 + \varphi_9 \quad \cdots \cdots (1)$$

式中:

- φ_1 ——(氧+氩)含量(体积分数) 10^{-6} ;
- φ_2 ——氮含量(体积分数), 10^{-6} ;
- φ_3 ——甲烷含量(体积分数), 10^{-6} ;
- φ_4 ——烃($C_2 \sim C_4$)含量(体积分数), 10^{-6} ;
- φ_5 ——一氧化碳含量(体积分数), 10^{-6} ;
- φ_6 ——二氧化碳含量(体积分数), 10^{-6} ;
- φ_7 ——氯硅烷含量(体积分数), 10^{-6} ;
- φ_8 ——乙硅烷含量(体积分数), 10^{-6} ;
- φ_9 ——水含量(体积分数), 10^{-6} ;
- φ_{10} ——总杂质含量(体积分数), 10^{-6} ;

5.2.2 硅烷纯度按式(2)计算:

$$\varphi = 100 - \varphi_{10} \times 10^{-4} \quad \cdots \cdots (2)$$

式中:

- φ ——硅烷纯度(体积分数), 10^{-2} 。

5.3 尾气处理措施

测定硅烷中的杂质含量时,应有硅烷尾气处理措施,以防止硅烷对环境的污染。

5.4 氢、氧+氩、氮、甲烷、烃($C_2 \sim C_4$)、一氧化碳、二氧化碳、氯硅烷和乙硅烷含量的测定

5.4.1 按GB/T 28726规定的切割进样的方法测定硅烷中的氢、氧+氩、氮、甲烷、烃($C_2 \sim C_4$)、一氧化碳、二氧化碳、氯硅烷和乙硅烷含量。

5.4.2 检测样品前,可用高纯氦气充分吹扫管路系统的空气和水分,检测完成后可用高纯氦气(或氮气)充分吹扫系统中残留的硅烷。

5.4.3 预分离柱:长约5 m、内径约2 mm的316 L不锈钢管,内装粒径为0.18 mm~0.25 mm的Porapak Q(一种高分子聚合物),或其他等效色谱柱。

5.4.4 色谱柱:

- a) 色谱柱 I: 长约 3m、内径 2 mm 的不锈钢柱, 内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 5A 分子筛, 或其他等效色谱柱。该柱用于分析氢、氧+氩、氮、一氧化碳含量。
 - b) 色谱柱 II: 长约 2 m、内径约 2 mm 的不锈钢管, 内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 Porapak Q, 或其他等效色谱柱。该柱用于分析甲烷、烃 (C2~C4)、二氧化碳、乙硅烷含量。
 - c) 色谱柱 III: 长约 30 m、内径 0.53 mm、内涂 10 μ m 厚度的聚甲基硅氧烷毛细柱, 或其他等效色谱柱。该柱用于分析氯硅烷含量。
- 5.4.5 标准样品: 组分含量的体积分数为 $1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-6}$, 或与样品气中的组分含量相近, 平衡气为氮。
- 5.4.6 允许采用其他等效的方法测定硅烷中的氢、氧+氩、氮、甲烷、烃 (C2~C4)、一氧化碳、二氧化碳、氯硅烷和乙硅烷含量。

5.5 水含量的测定

按 GB/T 5832.1 的规定执行。在导入硅烷产品前, 可用干燥氮气完全吹除仪器系统中的空气。

5.6 金属及其他元素含量的测定

5.6.1 仪器

采用电感耦合等离子质谱法 (ICPMS) 测定硅烷中的铝、锑、砷、硼、镓、磷、铬、铜、铁、镍、锌等金属及其他元素的含量。

5.6.2 材料与试剂

- 5.6.2.1 硝酸: 金属及其他元素含量低于 0.01 μ g/L。
- 5.6.2.2 测定吸收液: 5%硝酸。
- 5.6.2.3 金属及其他元素离子的标准溶液: 标准溶液中金属及其他元素的含量应当与被测试样中所对应的含量相近。
- 5.6.2.4 碱吸收液: 10%~20% 的氢氧化钠水溶液。
- 5.6.2.5 试验用水: 符合 GB/T 11446.1 中 EW-I 级的要求。
- 5.6.2.6 聚四氟乙烯洗气瓶: 50 mL。
- 5.6.2.7 碱液吸收用锥形瓶: 2000 mL, 内装 1500 mL 的碱吸收液。
- 5.6.2.8 移液管。
- 5.6.2.9 转子流量计。

5.6.3 样品吸收

- 5.6.3.1 吸收装置图参见附录 A。
- 5.6.3.2 取样前, 用高纯氮气充分吹扫气路及阀门。
- 5.6.3.3 吹扫完毕后用移液管准确移取 30 mL 吸收液加入到洗气瓶中, 用氮气吹扫约 30 min 后, 关闭氮气缓慢打开硅烷钢瓶并调节流量, 以 300 mL/min 的流量通入约 20 L 硅烷, 记录吸收硅烷样品量。记录大气压力和温度的数值。
- 5.6.3.4 吸收完毕后再用氮气吹扫气路约 30 min, 关闭氮气取下洗气瓶。
- 5.6.3.5 同时作氮气空白。

5.6.4 测定步骤

5.6.4.1 启动仪器

按电感耦合等离子质谱仪 (ICPMS) 说明书开启仪器, 调整仪器各部件达到测定条件, 待仪器稳定后即可测定。

5.6.4.2 测定

5.6.4.2.1 标准样品的测定

用金属及其他元素的标准溶液进样。记录标准溶液中金属及其他元素信号强度。每种标准溶液至少重复进样两次, 直至两次平行测定的相对偏差不大于 5%, 取平均值。

5.6.4.2.2 样品的测定

将吸收后的样品溶液以测定标准溶液同样的测定条件进样,记录不同金属及其他元素信号强度,重复进样至少两次,直至两次平行测定的相对偏差不大于15%,取平均值。

5.6.4.2.3 空白的测定

按测定样品的方法测定空白吸收液。

5.6.5 试样体积的计算

试样体积按式(3)计算:

$$V = \frac{P_1 \times 293.1}{101.3(273.1 + t_1)} \times V_1 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V——20℃, 101.3 kPa的试样体积的数值,单位为升(L);

P_1 ——吸收时的大气压力的数值,单位为千帕(kPa);

t_1 ——吸收时的温度的数值,单位为摄氏度(℃);

V_1 ——吸收的硅烷样品量,单位为升(L)。

5.6.6 结果计算

吸收液中金属及其他元素的含量按式(4)计算:

$$c_i = A_i / A_s \times c_s \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_i ——吸收液中金属元素的含量,单位为微克每升(ug/L);

A_i ——样品的信号强度;

A_s ——标样的信号强度;

c_s ——标样的含量,单位为微克每升(ug/L)。

硅烷中金属元素的含量 ϕ_{11} , 数值以 10^{-9} 表示,按式(5)计算:

$$\phi_{11} = \frac{(c_i - c_0) \times V_i \times M}{M_i \times 1.342 \times V} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ϕ_{11} ——空白溶液中金属元素的含量,单位为微克每升(ug/L);

V_i ——吸收液的体积,单位为毫升(mL);

M——硅烷的摩尔质量(M=32.117),单位为克每摩尔(g/mol);

M_i ——待测金属元素的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

1.342——20℃、101.3 kPa时硅烷的密度,单位为克每升(g/L)。

6 检验规则

6.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 检验项目

检验项目应符合表3的规定。

表3 检验项目

序号	项目	出厂检验	型式检验
1	硅烷纯度	√	√
2	氢含量	√	√
3	(氧+氟)含量	√	√
4	氮含量	√	√

序号	项目	出厂检验	型式检验
5	甲烷含量	√	√
6	烃(C ₂ ~C ₄)含量	√	√
7	一氧化碳含量	√	√
8	二氧化碳含量	√	√
9	氯硅烷含量	√	√
10	乙硅烷含量	√	√
11	水含量	√	√
12	杂质总含量	—	√
13	颗粒	—	√
14	电性能规格	—	√
15	金属及其他元素含量	√	√

6.3 出厂检验

6.3.1 组批规则

同一生产周期、同一工艺条件、同一原材料来源的产品为一批，每批不超过500瓶。

6.3.2 抽样方法

6.3.2.1 抽样比例

每批随机抽取2瓶作为检验样品，1瓶作为备用样品。

6.3.2.2 抽样工具

使用不锈钢材质（316L级）取样系统，经氮气吹扫和真空脱水处理。

6.3.3 合格判定

所有检验项目均符合技术要求时，判定为合格。任一项目不合格，允许复检一次，复检仍不合格则整批判定为不合格。

6.4 型式检验

6.4.1 检验时机

型式检验项目应符合表3的规定，有下列情况之一时应进行型式检验：

- a) 新产品试制或定型鉴定时；
- b) 工艺或原材料发生重大改变时；
- c) 长期停产后恢复生产时；
- d) 正常生产周期每年至少进行一次。

6.4.2 抽样与判定

从出厂检验合格批中随机抽取不少于2瓶；所有项目合格则判定为型式检验合格，否则需加倍抽样复检。

6.5 判定规则

所有项目均合格时，判定该批产品合格；任一项目不合格，判定该批产品不合格。

6.6 复检规则

不合格批可申请复检，复检时对不合格项目加倍抽样或全检。

7 标志、包装、运输与贮存

7.1 标志

7.1.1 一般要求

包装容器应清晰标注以下内容：

- a) 产品名称：“电子级硅烷气”；
- b) 规格、等级、生产日期、批号；
- c) 生产厂家名称及危险化学品生产许可证编号；
- d) 危险品标志。
- e) 硅烷的包装标志应符合 GB 190, 颜色标志应符合 GB/T 7144 的规定, 标签应符合 GB/T 16804、GB 15258 规定的要求。

7.1.2 安全警示标志

包装容器应附加以下警示标识：

- a) “易燃气体”标志；
- b) “避免阳光直射”标志；
- c) “远离热源”标志。

7.2 包装

包装硅烷的气瓶应符合GB 11640的规定。

7.3 运输

7.3.1 运输条件

- 7.3.1.1 运输工具应符合 GB 190-2009 危险品运输规范，配备防爆电气设备及强制通风系统。
- 7.3.1.2 运输过程中环境温度应控制在-20℃～50℃，避免剧烈震动、撞击。
- 7.3.1.3 钢瓶应固定放置，禁止拖拉、滚动或滑动。

7.3.2 运输防护

- 7.3.2.1 钢瓶应保持阀门关闭状态，排气口密封完好。
- 7.3.2.2 运输车辆应悬挂“易燃气体”标志，并配备干粉灭火器。
- 7.3.2.3 夏季运输应采取遮阳措施，避免阳光直射。

7.4 贮存

- 7.4.1 贮存仓库应阴凉、干燥、通风良好，远离火源、热源及氧化剂。
- 7.4.2 钢瓶应直立固定存放，空瓶与满瓶分开放置
- 7.4.3 保存期限按 GB/T 26571 规定执行。

附录 A

(资料性)

硅烷中金属及其他元素含量测定的吸收装置图

硅烷中金属及其他元素含量测定的吸收装置图参见图A. 1。

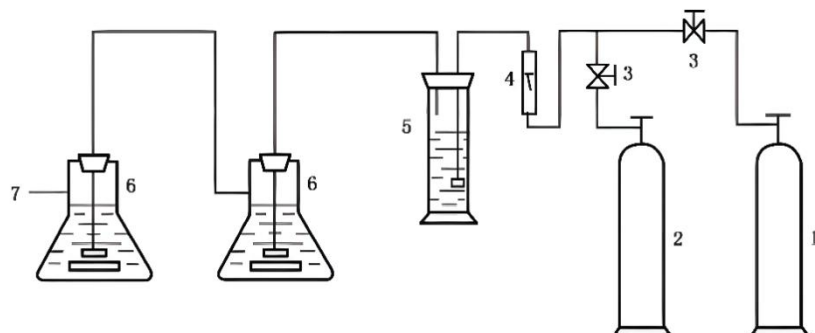


图 A. 1 硅烷中金属及其他元素含量测定的吸收装置图

说明：

- 1——氮气钢瓶；
- 2——硅烷钢瓶；
- 3——调压阀；
- 4——转子流量计；
- 5——聚四氟乙烯洗气瓶；
- 6——碱液吸收瓶；
- 7——氮气放空。

附 录 B
(资料性)
硅烷的基本物理化学数据

硅烷的基本物理化学数据见表B. 1。

表 B. 1 硅烷的基本物理化学数据

参数	单位	数据
相对分子质量	—	32. 118
沸点, 1. 01×10 ⁵ Pa(1 atm)	℃	—112
熔点, 1. 01×10 ⁵ Pa(1 atm)	℃	—184. 7
蒸发热(—111. 9℃)	J/g	394. 6057
融化热(—185. 0℃)	J/g	20. 9340
气体密度[0 ℃, 105 Pa(1 bar)]	g/L	1. 440
相对于空气的比重	—	1. 2
液体密度(—185. 0 ℃)	g/cm ³	0. 68
临界温度	℃	—3. 4
临界压力	kPa	4847
临界密度	g/ cm ³	0. 242
临界体积	cm ³ /mol	132. 7