

T/EJCCCSE

团 体 标 准

T/EJCCCSE XXX—2025

CVD 硅基负极用硅烷气制备技术规范

Specification for preparation of silane gas for CVD silicon-based cathodes

（征求意见稿）

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 工艺流程 1

5 硅烷气的制备要求 2

 5.1 原料要求 2

 5.2 制备设备要求 2

 5.3 制备工艺 2

6 安全要求 3

 6.1 一般要求 3

 6.2 泄漏应急处理 3

 6.3 火灾扑救方法 3

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：

CVD 硅基负极用硅烷气制备技术规范

1 范围

本文件规定了CVD硅基负极材料用硅烷气的工艺流程、制备要求、安全要求。

本文件适用于在锂离子电池、固态电池等领域中，使用CVD技术将硅烷气转化为硅基负极材料的相关制备及检测过程。

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/T 150.1 压力容器 第1部分：通用要求
- GB/T 3864 工业氮
- GB/T 4842 氩

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

4 工艺流程

CVD硅基负极用硅烷气的工艺流程见图1。



图 1 CVD 硅基负极用硅烷气工艺流程

5 制备要求

5.1 原料要求

5.1.1 硅源原料应选用高纯度硅基化合物，硅粉的纯度不应小于 99.99%、三氯氢硅的纯度不应小于 99.9%或四氯化硅纯度不应小于 99.8%，禁止使用含 Fe、Ni、Cu 等重金属杂质含量超过 0.001%的原料。

5.1.2 氢气还原剂应符合 GB/T 3634.2 的规定，氢气的纯度不应小于 99.999%，水分的含量不应大于 5×10^{-6} ，氧含量不应大于 2×10^{-6} 。

5.1.3 氩气、氮气辅助气体应符合 GB/T 4842 和 GB/T 3864 的规定，纯度不应小于 99.999%，避免引入氧气、水分等杂质。

5.1.4 所有原料需提供出厂检测报告，包含纯度、 O_2 、 H_2O 、金属离子杂质含量等关键指标，经入厂复检合格后方可使用。

5.2 制备设备要求

5.2.1 反应器应选用耐腐蚀、耐高温材质（316 L 不锈钢或哈氏合金），设计压力不应小于 2.0 MPa，设计温度范围 $-50\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，满足硅烷气合成反应（ SiHCl_3 氢还原法、硅镁合金法）的工艺需求。

5.2.2 反应器需配置高精度温度、压力传感器（精度 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $\pm 0.01\text{ MPa}$ ）及自动控制系统，实时监控并调节反应参数。

5.2.3 气体输送管道应采用内壁抛光的不锈钢管，连接部位需采用双环密封或焊接工艺，泄漏率不应大于 $1 \times 10^{-6}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ ，防止硅烷气泄漏引发安全风险。

5.2.4 吸附塔、膜分离设备等纯化装置应具备去除 H_2O 、 O_2 、金属颗粒等杂质的能力，吸附剂（分子筛、活性氧化铝）需定期再生或更换。

5.2.5 储存容器应符合 GB/T 150.1 的规定。

5.3 制备工艺

5.3.1 预处理

原料使用前应进行干燥纯化处理：

- 硅粉：应在 $150\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下真空干燥 4 h 以上，直至水分含量不超过 10×10^{-6} ；
- 三氯氢硅或四氯化硅：应经过精馏提纯，去除高沸物和低沸物，提升纯度至大于 99.95%；
- 氢气、氩气、氮气等气体：应通过脱水、脱氧装置进行处理。

5.3.2 合成反应

以三氯氢硅氢还原法为例：

- 将预处理后的三氯氢硅（ SiHCl_3 ）与氢气按 1：3～1：5 的摩尔比通入反应器；
- 初始升温速率应控制为 $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ；
- 反应温度应维持在 $500\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，反应压力应维持在 0.8 MPa～1.2 MPa；
- 反应时间应根据反应器容积确定，控制空速在 $300\text{ h}^{-1} \sim 500\text{ h}^{-1}$ 范围内；
- 反应生成粗硅烷气，其主要成分为 SiH_4 、 HCl 、 H_2 及未反应的 SiHCl_3 。

5.3.3 粗气体净化

对合成反应产生的粗硅烷气进行净化处理：

- 冷凝分离：粗硅烷气首先通过 $-30\text{ }^{\circ}\text{C} \sim -40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的冷凝器，分离回收未反应的 SiHCl_3 ，回收率不应小于 95%；
- 酸洗：剩余气体进入水洗塔，控制洗涤水 pH 小于等于 2，以去除 HCl 。
- 深度吸附：酸洗后的气体进入吸附塔（装填 5A 分子筛等吸附剂），深度脱水和脱氧，使气体露点不超过 $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，氧含量不超过 0.5×10^{-6} 。经此步骤得到纯度大于 99.9%的粗硅烷气。

5.3.4 精纯化

对净化后的粗硅烷气进行精纯化：

- a) 采用低温精馏塔进行分离纯化；
- b) 精馏塔操作温度应控制在 $-112\text{ }^{\circ}\text{C}\sim-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，操作压力应控制在 $0.3\text{ MPa}\sim 0.5\text{ MPa}$ 。
- c) 通过精馏分离去除轻组分和重组分；
- d) 最终制得电子级硅烷气，其纯度不应小于99.999%，杂质总含量不应大于 10×10^{-6} 。

5.3.5 储存与充装

对精纯化后的电子级硅烷气进行储存：

- a) 压缩：硅烷气需经压缩至 $1.2\text{ MPa}\sim 1.5\text{ MPa}$ ；
- b) 容器预处理：储存容器在使用前应进行干燥处理，并用高纯氮气置换；
- c) 充装：将压缩后的硅烷气充入预处理合格的储存容器中；
- d) 充装控制：充装过程中应监测气体温度，温度不应大于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。充装量不应超过容器容积的80%。
- e) 泄漏检测：充装完成后，应采用氦质谱检漏仪进行泄漏检测，泄漏率不应大于 $1\times 10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 。
- f) 标识与储存：经泄漏检测合格后，应贴附清晰标识，注明气体名称、纯度、充装日期、批号等信息，方可入库储存。

6 安全要求

6.1 一般要求

- 6.1.1 操作人员须经过专业安全培训，熟悉硅烷气的理化性质及潜在危害。
- 6.1.2 现场应配备合格的通风、吸附及监测系统，必要时可佩戴对口的防护用品。
- 6.1.3 严禁明火，加热设备、用电设备均需使用防爆型。

6.2 泄漏应急处理

- 6.2.1 立即切断气源，疏散人员至安全区并禁止点火。
- 6.2.2 使用防爆风机加速通风，排出泄漏气体。
- 6.2.3 必要时使用惰性气体进行稀释，消防部门人员进入时必须佩戴呼吸防护装置。
- 6.2.4 将泄漏容器转移至安全场所或进行妥善修补。

6.3 火灾扑救方法

硅烷气遇空气易燃易爆，应使用干粉灭火器或惰性气体灭火，禁止使用水或泡沫灭火器灭火，以免发生剧烈反应或扩大火势。