



# 电子化工新材料产业联盟

## 简 报

2017 年第 11 期

电子化工新材料产业联盟秘书处编印

地址:北京市朝阳区胜古中路 2 号院金基业大厦 716 室

电话:010-64476901/64498802

邮箱: [cem@c-e-m.com](mailto:cem@c-e-m.com)

传真: 010-64455623

联盟网站: [www.ecmr.org.cn](http://www.ecmr.org.cn)

微信公众号: 电子化工新材料产业联盟

---

### 目 录

#### 【行业要闻】

武汉华星第6代柔性项目 (T4) FAB2厂房 屋面钢结构首吊成功

科技部重点研发项目落地巨化

微电子蚀刻材料项目成功落户武义

京东方Q3大尺寸面板市场份额首超LG, 全球第一

华星光电G11项目主厂房及玻璃厂房提前封顶

#### 【最新专利】

一种清洗剂

电镀铜镀液

#### 【工艺方法】

一种高纯硅烷的制备方法

#### 【产业分析】

千亿元资金砸向柔性 AMOLED 中国面板厂商必须背水一战

## 【行业要闻】

### 武汉华星第 6 代柔性项目（T4）FAB2 厂房 屋面钢结构首吊成功

11 月 3 日上午，中建三局华星光电 t4 项目钢结构首吊仪式如期举行。武汉华星光电半导体显示技术有限公司总经理赵勇、环安总监谢彦波、世源科技工程有限公司项目党委书记苏钢民、中资工程建设监理公司武汉分公司经理吴卫国、中建三局一公司董事长吴红涛等人出席了本次仪式，共同见证项目钢结构首吊的历史性时刻。

据悉，该项目钢结构预计 12 月 20 日前完成全部钢构件吊装及 DECK 板铺设，实际施工工期仅为 48 天，面对工期紧、任务重的难题，项目部表示将整合多方施工所需各种资源力量，竭尽全力确保按时履约。

华星光电 t4 项目全称武汉华星第 6 代柔性 LTPS-AMOLED 显示面板生产线项目施工总承包 A 标段，建筑面积约 40.39 万平米。项目位于武汉东湖新技术开发区光谷智能制造产业园显示产业基地，项目投产后产值将超百亿，该项目的顺利实施将会为中建三局在中部地区打造电子洁净厂房标杆，继续开拓洁净厂房施工工程市场奠定坚实的基础。

### 科技部重点研发项目落地巨化

11 月 10 日，国家科技部重点研发专项——“微纳电子制造用超高纯电子气体”项目启动会在巨化召开。来自国家科技部高技术中心、集成电路材料和零部件产业技术创新战略联盟、上海交通大学、中科院半导体研究所等有关单位的专家及巨化集团领导参加了启动会。

“微纳电子制造用超高纯电子气体”是 2017 年国家重点研发计划“战略性先进电子材料”专项项目，由巨化下属的博瑞公司牵头，联合浙江师范大学、浙江氟硅技术研究院、凯圣公司、中芯国际集成电路制造（上海）有限公司、深圳市华星光电技术有限公司和工程设计公司等 6 家单位共同申报，并于今年 8 月获得国家科技部立项支持，用以解决  $\text{Cl}_2$ 、 $\text{HCl}$  和  $\text{HF}$  高纯制备中影响气体纯度与一致性的关键共性科学问题和技术瓶颈为研究目标，突破  $\text{Cl}_2$ 、 $\text{HCl}$  和  $\text{HF}$  的提纯除杂、检测、包装工艺，实现超高纯  $\text{Cl}_2$ 、 $\text{HCl}$  和  $\text{HF}$  电子气体的工业化制备和制程应用，促进微纳电子制造用战略性先进材料的国产化。

国家科技部高技术中心材料处专项主管杨斌向获得国家重点研发“微纳电子制造用超高纯电子气体”的项目团队表示祝贺。“国家重点研发计划实施以来，在管理上发生了很大的改革和变化，已从原来过程监控管理转变为目标管理、静态管理变为动态管理、阶段性管理变成全过程跟踪管理。”杨斌强调，巨化要发挥项目牵头承担单位法人的主体责任，与协作单位共同推动项目的发展。在新的研发体制下，科技人员、研发团队要全面贯彻落实党的十九大精神，把项目研发好、实施好，实现既定的目标。

### 微电子蚀刻材料项目成功落户武义

日前，浙江省金华市武义县举行了微电子蚀刻材料项目签约仪式。县委副书记、县长章旭升在仪式上致辞，副县长傅显平主持签约仪式。

据悉，微电子蚀刻材料项目总投资 8 亿元人民币，项目总用地面积约 8 万平方米，分为两期建设，项目全部建成投产，预计年销售 20 亿元人民币。本次与该县合作的日本森田化学工业株式会社创立已有 100 多年历史，是日本氟化物化学界的创始者和引领者，在国际化工领域享有较高的知名度。

章旭升代表县委、县政府对微电子蚀刻材料项目成功落户武义表示祝贺。他说，武义素有“萤石之乡”的美誉，作为全国最早开采和利用萤石的地区，从上世纪九十年代开始，以氟化物为主要产品的化工行业蓬勃发展，为武义工业经济发展作出了重要贡献。其中，三美化工股份有限公司已成为该县规模最大的企业，连续 10 多年位列“纳税百强”之首，荣获“全国化工 500 强企业”、“中国专业化学品制造业百强企业”等称号。蚀刻技术是半导体器件和集成电路的基本制造工艺。该项目的落地，将为该县微电子产业发展奠定更加坚实的基础，更将为全球化工市场输送一支优质的产业新军。章旭升希望浙江森田新材料有限公司以此为契机，加快项目建设，争取早日投产，推动武义化工品牌走向全球；也希望进一步深化与日本森田化学工业株式会社的交流合作，不断扩大合作领域和规模，在更高层次上实现互利共赢、共同发展，打造中日合作的典范。

日本森田化学工业株式会社社长森田康夫对成为此项目的合作方表示荣幸，同时，也表示将尽最大的努力将项目做到最好，争创世界一流，希望与武义携手合作，共赢发展。

### 京东方 Q3 大尺寸面板市场份额首超 LG，全球第一

IHS Markit 公司 27 日发布的数据显示，LG Display 第 3 季在大尺寸面板市场的市场份额降至 19.3%，为 2009 年第 4 季以来首度失去第一名的宝座，拱手让给中国面板大厂京东方，京东方市占率为 21.7%。

韩联社报导，第 2 季时 LG 显示器与京东方已上演肉搏战，份额分别为 20.7% 及 20%。大尺寸面板指大于 9 寸的面板，这些面板可用于电视机、笔记本电脑及平板计算机。其他竞争对手包括台湾群创光电、友达光电以及三星电子，份额分别为 16.1%、15.8% 及 8.9%。

产业观察家表示，先前南韩政府迟迟不愿批准 LGD 在中国设立 OLED 面板新厂的计划。首尔表示有技术外流的疑虑。另外，京东方的成都 OLED 生产线提前量产更是超出市场预期。

分析指出，当京东方八点五代厂完全量产，它和 LG 在大尺寸面板两者之间差距将持续扩大。

### 华星光电 G11 项目主厂房及玻璃厂房提前封顶

11 月 29 日上午，在光明新区华星光电 G11 产业园，华星光电第 11 代 TFT—LCD 及 AMOLED 新型显示器件生产线项目（简称 G11 项目）、旭硝子第 11 代线新型电子显示玻璃项目主厂房封顶仪式举行。深圳市经贸信息委副主任胡晓清，市发展和改革委员会副主任徐智东，光明新区党工委委员、管委会副主任胡汝林，TCL 集团董事长兼 CEO、华星光电董事长李东生，旭硝子株式会社执行役員、电子公司显示器事业本部长鹫之上正刚，华星光电半导体总经理金盱植等共同见证了华星光电 G11 项目主厂房及玻璃厂房封顶这一历史性时刻。

当天上午，随着现场 G11 主厂房混凝土浇灌和玻璃厂房安装天花板构件过程的完成，华星光电 G11 项目及玻璃厂房提前一个月完成主体厂房封顶，这标志着 G11 项目距离投产又迈出坚实的一步。G11 项目选址在深圳市光明新区凤凰社区红坳村，总投资 465 亿元，用地面积 99.2 万平方米，设计产能 9 万片/月，计划 2019 年 3 月量产，主要产品为 43"、65"、75"液晶显示屏，OLED 显示屏，超大型公共显示屏等。产品重点聚焦以 8K 为代表的超高清、超大尺寸、OLED 三大技术领域，为消费者带来极致的感官体验。G11 项目建成后，有望成为全球最高世代、投资金额最大的面板生产线，进一步扩大我国在 TFT-LCD 产业中的市场份额，完善不同尺寸产品的覆盖范围，弥补我国在大尺寸、高端显示产品的

市场空缺，对促进中国电视产业转型升级，具有重要的战略意义。

G11 新型电子显示玻璃项目位于华星光电第 11 代 TFT—LCD 及 AMOLED 新型显示器件生产线建设项目园区内，毗邻华星光电 G11 生产厂房。项目由日本旭硝子（AGC）与华星光电半导体共同投资，旭硝子占股 70%，华星光电半导体占股 30%。项目规划总投资金额约 59 亿元人民币，其中一期投资 30 亿元，预计 2019 年 2 月开始量产。项目建成后，将直接通过连廊，为 G11 项目配套供应玻璃基板，实现双方自动化设备的智能连接，以及数据的智能对接。此外，该项目还将先进的玻璃研磨厂房与国内建筑体系有机结合，集成创新，打造出首座二层结构的研磨工厂。

金盱植表示，华星光电刚刚庆祝完八周年生日，半个月后又迎来了 G11 项目主厂房及玻璃厂房封顶重要的历史时刻。他希望，华星光电团队能再接再厉，加快工程施工进度，确保明年 5 月仪器设备顺利搬入厂房，保证明年 12 月点灯投产，努力将 G11 项目打造成为全球最先进、运营效率最高的 11 代液晶面板生产线，为深圳市和光明新区做出更大的贡献。

鹭之上正刚表示，旭硝子作为华星光电最强有力的战略合作伙伴，将在 G11 项目配套玻璃厂投入全球最先进的技术，实现玻璃工厂与面板工厂之间的连廊搬运、无缝接轨，并尽快供应高质量的 G11 玻璃基板，为 G11 项目成功提供强有力的保障。同时，将切实担负起安全生产，稳定供应的重责大任。

### 【最新专利】

#### 一种清洗剂

在集成电路的双重镶嵌加工期间，光刻法用于将图案成像在装置晶片上。光刻技术包括涂覆、曝光和显影步骤。用正性或负性光刻胶物质涂覆晶片并随后用掩模覆盖，所述掩模在随后的工艺中限定待保持或去除的图案。将掩模适当放置后，掩模已将一束单色辐射，例如紫外(UV)光或深 UV(DUV)光( $\approx 250\text{nm}$  或  $193\text{nm}$ )导向通过掩模，以使暴露的光刻胶材料或多或少地可溶于选择的冲洗溶液中。然后去除或“显影”可溶性光刻胶材料，从而留下与掩模相同的图案。

随后，将气相等离子刻蚀用于将显影的光刻胶涂层的图案转印至下面的层，其可以包括硬掩膜(hardmask)、层间电介质和/或蚀刻停止层。等离子刻蚀后的残

余物通常沉积在后端布线的结构上,如果不去除就可能妨碍随后的硅化或接触形成。等离子刻蚀灰化后的残余物通常包括硬掩膜残留物、聚合物残留物、其它颗粒等各种残留物。在清洗这些等离子刻蚀灰化后的残余物时,需要清洗剂具有较高的选择性,例如,能够在对金属和低k介电材料影响较小的情况下高效率地移除硬掩膜残留物的氮化物。随着设备临界尺寸的持续缩小以及对于高生产效率与可靠设备性能的相应要求,需要此类改善的清洁组合物。

目前用于选择性移除含钛、含钨、含钽的蚀刻掩膜的清洗剂专利较多,这些专利中虽然公开了各种清洗选择性,但对于氮化钽这一蚀刻硬掩膜组分的清洗效果及移除选择性,这些专利均效果不佳。尤其E K C 科技股份有限公司的专利CN105874568A 的权利要求中明确指出其移除组合物可选择性移除氮化钽,但其说明书中没有给出氮化钽相关的蚀刻实验数据。本发明的发明人采用其保护范围内的多种配方进行实验,发现其组合物及清洗方法对于选择性移除含钛和含钨蚀刻掩膜效果较佳,但对于含钽蚀刻掩膜材料(如氮化钽)的效果不佳,氮化钽无法进行有效移除。这将严重影响清洗剂的清洗效果。

因此,亟需开发一种清洗剂,其能够高选择性移氮化物蚀刻掩膜,同时与铜,钴、钽、钨、钛及低k材料相容,而且必须有效同时移除灰化蚀刻残留物。

本发明所要解决的技术问题是为了克服现有的清洗剂对于含钽蚀刻掩膜材料(如氮化钽)的效果不佳,氮化钽无法进行有效移除等缺陷,而提供了一种清洗剂。本发明的清洗剂能够在对金属和低k介电材料影响较小的情况下高效率地移除硬掩膜残留物的氮化物,选择性好,具有非常广阔的市场应用前景。

本发明提供了一种清洗剂,其由下述原料制得,所述的原料包括下列质量分数的组分:0.5%-20%的含碘氧化剂、0.5%-20%的含硼蚀刻剂、1%-50%的吡咯烷酮类溶剂、1%-20%的腐蚀抑制剂、0.01%-5%的不含金属离子的表面活性剂和水,各组分质量分数之和为100%;所述清洗剂的pH值为7.5-13.5;所述的腐蚀抑制剂为苯并三氮唑类腐蚀抑制剂、胍类腐蚀抑制剂、卡巴胍类腐蚀抑制剂和硫代卡巴胍类腐蚀抑制剂中的一种或多种。

其中,所述的含碘氧化剂的质量分数优选为1%-10%,更优选为1.5%-5%。所述的含硼蚀刻剂的质量分数优选为1%-10%,更优选为1.5%-5%。所述的吡咯烷酮类溶剂的质量分数优选为5%-35%,更优选为10%-30%。所述的腐蚀抑

制剂的质量分数优选为 3%-15% , 更优选为 5%-10%。所述的表面活性剂的质量分数优选为 0.1%-4% , 更优选为 0.2%-3%。所述清洗剂的 pH 值优选为 8-12, 更优选为 9-11。

其中, 所述的清洗剂中, 各组分质量分数之和为 100%, 故水的用量优选以补足各组分质量分数之和为 100%计。

其中, 所述的含碘氧化剂优选为碘酸、碘酸盐、过碘酸和过碘酸盐中的一种或多种。所述的碘酸盐优选为碘酸铵和/或碘酸四甲铵。所述的过碘酸盐优选为过碘酸铵和/或过碘酸四甲铵。

其中, 所述的含硼蚀刻剂可为本领域常规的含硼蚀刻剂, 优选为四氟硼酸、四氟硼酸铵、四氟硼酸四甲铵、四氟硼酸四乙铵、四氟硼酸四丙铵和四氟硼酸四丁铵中的一种或多种。

其中, 所述的吡咯烷酮类溶剂为本领域常规的吡咯烷酮类溶剂, 优选为 N 上的氢被取代的吡咯烷酮类溶剂。所述的 N 上的氢被取代的吡咯烷酮类溶剂优选为 N-甲基吡咯烷酮、N-乙基吡咯烷酮、N-环己基吡咯烷酮和 N-羟乙基吡咯烷酮中的一种或多种。

其中, 所述苯并三氮唑类腐蚀抑制剂优选为苯并三氮唑、甲基苯并三氮唑和 5-羧基苯并三氮唑中的一种或多种。所述胂类腐蚀抑制剂优选为苯乙酮苯胂。所述硫代卡巴胂类腐蚀抑制剂优选为二苯基硫代卡巴胂。

其中, 所述的不含金属离子的表面活性剂为本领域常规的不含金属离子的表面活性剂, 优选为聚乙烯吡咯烷酮和/或十二烷基苯磺酸。

所述的 pH 值可根据清洗剂中各组分和含量的实际情况调节。例如可使用有机酸、无机酸、无机碱、强碱弱酸盐和缓冲溶液中的一种或多种。若避免去胶剂的 pH 值发生剧烈波动, 可使用本领域常规的缓冲溶液进行调节。所述的有机酸优选柠檬酸。所述的无机酸优选硼酸。所述的强碱弱酸盐优选氢氧化四甲铵。

其中, 所述水优选去离子水、蒸馏水、纯水和超纯水中的一种或多种。

本发明的申请人为上海新阳半导体材料股份有限公司, 公开日为 2017 年 11 月 17 日, 目前处于实质审查状态中。

## 电镀铜镀液

酸铜电镀在电子工业, 尤其是在印制线路板和半导体的制造中具有重要应用。

典型的酸性镀铜液含硫酸铜和硫酸，其作用是为电镀提供铜源和导电性。电镀液中还含有 Cl<sup>-</sup>、光亮剂、抑制剂和整平剂，以便使电镀能顺利进行，提高镀层质量和深镀能力。Cl<sup>-</sup>和光亮剂(也称促进剂)能促进铜在镀板上的沉积并使镀层表面光亮。抑制剂起着润湿镀板、抑制铜的沉积速度。整平剂在电镀中起着特别重要的作用，它使基材凹凸不平的表面平滑并能提高镀孔的深镀能力，以获得高质量的镀件。

酸性镀铜工艺中，电镀阳极一般都是采用可溶性的铜球，其含有 99.9% 以上的铜、0.03-0.06% 左右的磷以及其他金属。在电镀的过程中，铜阳极中的铜和磷会在阳极表面形成一层黑色的 Cu<sub>3</sub>P 膜，防止亚铜离子直接进入槽液中生成铜粉或者铜颗粒。在生产过程中，由于铜球逐渐被消耗，阳极泥逐渐增加，加上受槽液中冲刷的影响，这种黑色的 Cu<sub>3</sub>P 会逐渐脱落，沉积在钛篮的底部，造成阳极泥过多，从而影响电镀均匀性，造成电镀过程中板件上下的铜厚相差较大，因此，工厂一般 2 到 3 个月需要提出钛篮，进行阳极清洗。

因此需要开发一种能延缓阳极泥脱落，延长清洗阳极周期的电镀铜镀液。

基于此，本发明的目的是提供一种能延缓阳极泥脱落，延长清洗阳极周期的电镀铜镀液。

具体的技术方案如下：

一种电镀铜镀液，包含如下组分：

五水硫酸铜	20g/L-240g/L,
硫酸	20g/L-300g/L,
氯离子	25mg/L-120mg/L,
光亮剂	0.1mg/L-20mg/L,
抑制剂	100mg/L-2000mg/L,
过渡金属盐	50mg/L-1000mg/L,
去离子水	添加至 1L。

优选的，技术方案如下：

五水硫酸铜	40g/L-100g/L,
硫酸	180g/L-240g/L,
氯离子	40mg/L-90mg/L,



---

光亮剂	2mg/L-8mg/L,
抑制剂	200mg/L-1000mg/L,
过渡金属盐	50mg/L-1000mg/L,
去离子水	添加至 1L。

所述过渡金属盐的阳离子选自  $\text{VO}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 或  $\text{ZrO}^{2+}$ 中的一种或几种。

所述过渡金属盐的阴离子选自  $\text{SO}_4^{2-}$ 或  $\text{Cl}^-$ 。

所述光亮剂选自聚二硫二丙磺酸钠、苯基二硫代丙烷磺酸钠、N,N-二甲基硫代氨基甲酰基丙烷磺酸钠、咪唑啉基聚二硫丙烷磺酸钠、N,N-二乙基硫脲中一种或几种。

所述光亮剂选自聚二硫二丙磺酸钠、苯基二硫代丙烷磺酸钠中一种或两种。

所述抑制剂选自聚亚烷基二醇化合物、聚乙烯醇、羧甲基纤维素、聚乙二醇，硬脂酸聚乙二醇酯，烷氧基萘酚，油酸聚乙二醇酯，聚(乙二醇-丙二醇)无规共聚物，聚(聚乙二醇-聚丙二醇-聚乙二醇)嵌段共聚物，聚(聚丙二醇-聚乙二醇-聚丙二醇)嵌段共聚物中一种或几种。

所述抑制剂选自聚(聚丙二醇-聚乙二醇-聚丙二醇)嵌段共聚物、聚(乙二醇-丙二醇)无规共聚物或聚乙二醇中一种或几种。

上述电镀铜镀液中，加入和 50-1000mg/L(ppm)的过渡金属盐，该过渡金属盐能很好吸附在铜阳极表面，保护阳极上的  $\text{Cu}_3\text{P}$  的黑膜不易脱落，从而延缓铜阳极泥的脱落。该过渡金属盐在电镀铜生产过程中消耗极低或不消耗，不需要额外补充。

本发明的申请人为广东光华科技股份有限公司，公开日为 2017 年 7 月 28 日，目前处于实质审查状态中。

## 【工艺方法】

### 一种高纯硅烷的制备方法

硅烷是一种重要的化工产品，其经提纯后得到的超高纯电子气体，是硅产品产业链中的一个十分重要的中间产品，作为原料可应用于电子级多晶硅、非晶硅薄膜电池、硅片外延、覆膜玻璃、纳米硅材料等产品的制备中。硅烷作为世界范

国内大规模生产粒状高纯度硅的中间产物，对信息产业和新能源产业的发展有着举足轻重的作用。

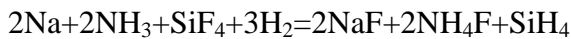
多氟多化工股份有限公司携手北京化工大学组织了课题组，研发了一种高纯硅烷的制备新方法，解决了现有技术中硅烷生产操作繁琐、能耗高、成本高、所得产品纯度较低等问题，为高纯硅烷的生产开辟了新路径。

1) 原料:

高纯氮气(99.999%，上海志望化工科技有限公司)、氢气(99.999%，天津市百思达气体有限公司)、氨气(99.999%，上海春雨特种气体有限公司)、四氟化硅气体(99.99%，自备)、金属钠(宜兴阿拉丁化工贸易有限公司)、金属基催化剂。

2) 反应原理:

首先将金属钠溶解于液氨溶液中，在搅拌条件下，连续均匀地通入  $\text{SiF}_4$  和  $\text{H}_2$ ，使气液充分反应。待反应完全后制得粗硅烷，利用粗硅烷中杂质沸点不同的性质，通过吸附、精馏等工序得到高纯硅烷。反应过程中副产的氟化钠和氟化铵直接用于其他无机氟化物的生产。反应主方程式：



3) 工艺路线

将一定质量的钠溶解在 600g 液氨中形成混合液，再将混合液置于带有搅拌和冷却装置的密闭反应釜中，釜内压力保持在 2.5MPa，温度保持在 30℃，通入惰性气体进行气体置换反应。釜内气体中  $\varphi$ （蒸气） $\leq 1 \times 10^{-7}$ 、 $\varphi$ （ $\text{O}_2$ ） $\leq 2 \times 10^{-7}$ ；在搅拌条件下，将  $\text{H}_2$  和 1000g 的  $\text{SiF}_4$  持续均匀通入反应釜内，与混合液反应 4h，制得粗硅烷。所得粗硅烷通过填料塔吸附，填料为 4A 分子筛。精馏过程采用二级精馏，其中一级精馏的精馏塔采用液氮作为制冷剂，主要除去粗硅烷中的轻组分杂质，如氢气、甲烷等；二级精馏主要除去硅烷中的重组分杂质，如乙硅烷、硅氧烷等。工艺流程如图 1 所示。

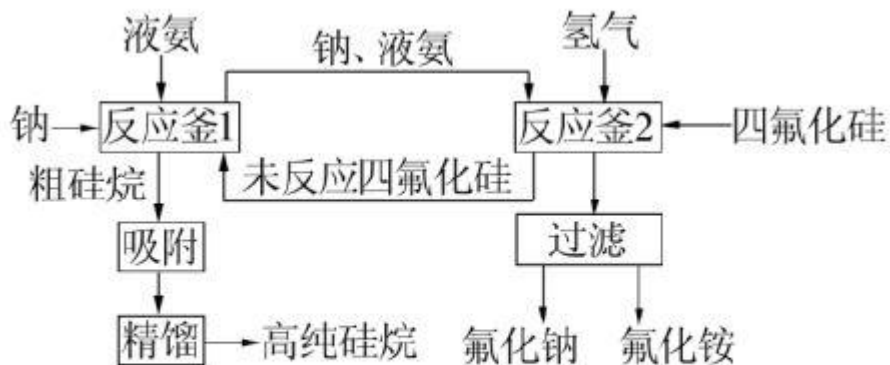


图 1 高纯硅烷的制备工艺流程示意图

### 4) 工艺关键点

液氨投加量。按反应方程式计算，金属钠与氨的物质的量比为 1:1，但实际操作过程中，钠与液氨的物质的量比为 1: (2.0~5.0)，本工艺优选钠与液氨的物质的量比为 1:2.8。此处，液氨除了参与反应之外，还充当反应溶剂，因此液氨的用量应适当增加。

金属基催化剂。金属基催化剂具有催化活性高、稳定性好和价格较低等优点，广泛应用于加氢、脱氢、氧化脱卤、脱硫等转化过程。本工艺加入金属基催化剂可提高反应速率，所使用催化剂为 Ni、Pt、Pd 等金属基催化剂，优选 Ni 基催化剂。

粗品提纯。按照上述方法制备出的粗硅烷，在纯度上无法满足下游产品生产的实际需求，还需对产品作进一步的吸附和精馏提纯。粗硅烷中含有百分之几的氨，而硅烷精馏一般在硅烷沸点附近进行，此时氨会发生凝固，从而影响正常的操作，所以在精馏之前必须除氨。有研究证明，4A 分子筛对氨具有良好的吸附效果，因此本工艺将 4A 分子筛应用在粗硅烷的吸附过程中。精馏过程采用二级精馏，其中一级精馏的精馏塔采用液氮作制冷剂，主要除去粗硅烷中的轻组分杂质，如氢气、甲烷等；二级精馏主要除去硅烷中的重组分杂质，如乙硅烷、硅氧烷等。经过提纯，产品集中于精馏器的上部，分析可知产品的主含量均达到 99.9999% 以上。

### 5) 工艺特点

a、以钠、液氨、氢气和四氟化硅为原料制备高纯硅烷，原料廉价易得，成本优势明显。

b、反应条件温和，能耗低，安全系数高，操作简单，易于控制，便于实现自动化，适合大规模工业化生产。

c、反应过程中夹杂的杂质气体少，所得硅烷产品纯度高，简化了后续硅烷提纯的工艺，进一步降低设备投资与生产成本。

d、副产物纯度高，可直接用于生产无机氟化物，具有显著的经济效益和环境效益，属于清洁生产工艺，适合推广应用。

本工艺所得高纯硅烷产品质量优于美国、白俄罗斯等所用标准（超大规模及集成电路 VLSI 用硅烷指标）。

## 【产业分析】

### 千亿元资金砸向柔性 AMOLED 中国面板厂商必须背水一战

在过去的五年里，中国大陆显示产业发生了翻天覆地的变化，在液晶产业不断壮大的同时，中国大陆 OLED 产业掀起了新一轮的投资浪潮。这至少两三千亿元的产线投资都瞄向了柔性 AMOLED。维信诺公司代表张德强博士认为，中国大陆 OLED 产业面临更好的发展机遇，在技术研发水平上，中国大陆与国际同步；在产业化过程当中，中国大陆紧随韩国，冲在了日本的前头。

但是柔性 AMOLED 没有前人的经验，中国面板厂商需要靠自己摸索，面临巨大的挑战。中国光学光电子行业协会液晶分会副理事长兼秘书长梁新清指出，现在中国大陆面板企业已经投资建设这么多条柔性 AMOLED 生产线，没有退路了，必须背水一战。

柔性 AMOLED 有机会实现换道超车

在过去十几年的时间里，中国大陆液晶面板产业从零起步，依靠引进、消化、吸收、再创新的路径在产能上即将实现超越。与液晶相比，中国大陆 OLED 的技术基础更好，在 OLED 短短的 30 年历史当中，中国已经拥有像维信诺这样具有 21 年历史的 OLED 企业。在 OLED 技术研发上，中国大陆企业与韩国几乎是同步开始的。也正因为如此，维信诺主导制定国际柔性显示标准，在国际上拥有一定的技术话语权。

在 OLED 产业上，虽然中国大陆面板企业落后韩国企业，但是通过这两三年来的大量投资，中国大陆企业正紧跟韩国企业的步伐。维信诺、京东方、天马、和辉光电、华星光电、信利、柔宇都在紧锣密鼓的进行新产线的投资建设，希望抢先分到柔性 AMOLED 市场的一杯羹。像维信诺公司的柔性 AMOLED 面板已经实现量产并在终端厂商实现应用。

维信诺技术负责人黄秀颀博士认为，OLED 技术还没有定型，中国大陆 OLED 的机会比 LCD 的更大。当年中国大陆引进液晶产线的时候，LCD 的技术比较成熟，很难与竞争对手比拼。但是现在 OLED 技术还不是十分成熟，不同技术路线还在同步发展和相互竞争、淘汰当中，中国大陆企业有机会将 OLED 技术推向更加成熟的阶段。同时，正因为 OLED 技术不成熟，需要进步，领跑者会形

成一定的技术壁垒，但是需要更长的时间摸索，而后发者可能会有更大的优势，因为后发者有合作伙伴更多的支持，在研发速度和量产速度上会比领跑者更快一些。IHS 显示研究总经理谢勤益也指出，国内厂商有三星前例可循，学习曲线会更短。

对于柔性显示技术来说，现在还处于发展的早期。张德强认为，柔性显示技术发展可以分为三个阶段，第一个阶段是实现曲面屏、全面屏；第二个阶段，是实现折叠显示屏；到第三个阶段，是实现可自由卷曲的显示屏。黄秀颀指出，正因为柔性 AMOLED 不是停滞不前，还在不断更新变化当中，中国面板企业只要能够抓住机会点就有可能实现换道超车。

### 柔性 AMOLED 面临生态链挑战

中国柔性 AMOLED 机遇巨大，挑战同样巨大。黄秀颀通过对柔性 AMOLED 上游、中游、下游进行梳理发现，柔性 AMOLED 的挑战不只是来自面板厂商单一因素的挑战，柔性 AMOLED 有可能重塑终端供应链，所以柔性 AMOLED 更大的挑战是来自生态链的挑战。

从中游厂商来看，如果 AMOLED 由刚性进入柔性阶段，面板厂商会面临应力管控的难题。应力管控就会牵扯到面板堆叠结构设计，而堆叠结构设计的难点在于要同时满足电学性能、光学性能和力学性能，而且要实现三者的平衡。如果柔性 AMOLED 进入卷曲屏阶段，可能中游其它类型的厂商也需要跟着突破，例如，需要柔性电路、柔性电池、柔性结构与柔性外观材料等。

从上游厂商来看，随着 AMOLED 变柔性之后，可能需要新的材料、部件、设备，例如，衬底 PI、封装材料、OCA 等材料，柔性盖板、超薄偏光片、支撑膜、柔性触控等部件，PI 涂布固化设备、ALD 与 TFE 设备、激光剥离设备、COP 设备、柔性贴合设备等。黄秀颀进一步指出，刚性 LCD 模组到刚性 AMOLED 模组转移时并不难，但是到柔性阶段之后就变得不那么容易了，到可折叠阶段甚至连材料都没有。过去偏光片很厚，但是柔性 AMOLED 需要更薄的偏光片，可能原来偏光片的材质就需要改变了。

从下游厂商来看，到折叠屏阶段，终端厂商需要考虑弯折部分铰链的设计，软件、操作系统层面也要跟着优化。黄秀颀强调，终端厂商还没有确定折叠屏手机的最终形态，这对上游、中游厂商影响很大，例如，如果没有确定折叠屏手机

是内折还是外折的话，上游厂商两种方案都要做，这等于要花两倍的时间、金钱、精力去研发，终端厂商的决定牵一发而动全身。AMOLED 进入柔性阶段之后，上游、中游和下游相互影响、相互制约。

梁新清也指出，国内 AMOLED 产业氛围和实际水平有一定差距，LCD 产业相对成熟，设备、材料和工艺稳定，比较容易，但是 OLED 不确定的地方太多了，韩国厂商的荫罩形状和像素排布一直在调整，这也说明 OLED 工艺和材料不稳定，设备也在改进当中，OLED 还处于研发和量产的相互推进的过程中。从蒸镀上说，OLED 蒸镀次数多、重复率高、控制精度要求准，曝光次数从 5 次变成 11 次，难度很大，现在还没有完全解决。

转变理念才有可能抓住柔性显示机遇

柔性 AMOLED 挑战和机遇并存，中国面板厂商该如何克服挑战、抓住机遇呢？

回顾一下国际 OLED 产业化的过程对于国内发展 OLED 有一定的启发意义。日本是最早推动 OLED 产业化的，至今日本也保留着大量的 OLED 技术专利，但是日本企业为何停止 OLED 产业化进程呢？梁新清认为，日本在面板技术上苦于技术钻研，但是没能做出合格品，只能放弃。也就是说“日本虽然配套能力很强，但是太保守了，对 OLED 兴奋不起来。”

我国台湾同样很早推进 OLED 产业化，而且中国台湾半导体和面板技术都不错，最后为何不得不放弃呢？甚至说 OLED 技术不行。梁新清指出，中国台湾遇到了迈不过去的坎，之前中国台湾在推动 OLED 产业化的过程中投资了不少资金，但是最终得出的结论就是 OLED 不行，因此只能放弃。

但是三星通过供应链垂直整合，建立属于自己的产业生态链，最终将柔性 AMOLED 推向了市场。这说明 OLED 产业需要上下游厂商共同配合，共同推动。梁新清指出，在 OLED 制造过程中无法保证没有坏点，可能生产出来就带 Mura，需要进行修正才能成为合格品。这和 LCD 不一样，当 LCD 出现 Mura 的时候，通常面板厂商会通过改进工艺来解决，所以如果用 LCD 的研发管理理念来做 OLED 可能行不通。

中国面板厂商在推进 OLED 的过程中必须转变理念，梁新清指出，中国面板厂商在做 OLED 的时候要非常重视与材料、设备、半导体等企业的配合，通

过团战的方式来提升 OLED 的品质。

黄秀颀也指出，现在中国大陆企业慢慢意识到，光面板厂商无法推动 OLED 产业化进程，需要联合上下游企业，组成生态链。这一点在柔性屏、折叠屏阶段上会体现得更加明显。

除了理念的上的转变之外，中国面板厂商还需要持续的技术创新、把握时势。三星之所以能够在 AMOLED 领域取得今天的成就，离不开长期的技术投入，三星为了能够量产柔性 AMOLED，光研发投入就达到 16 年之久。中国面板厂商如果不持续创新很难追上三星的步伐。此外，还要把握时势。时势造英雄。要抓住风口，这样才能追赶上竞争对手，甚至完成超越。