

电子级正硅酸乙酯制备技术研究进展

张兴毅^{1,2} 赵雄^{1,2,3} 万焯^{1,2,3} 郭树虎^{1,2,3} 袁振军^{1,2} 刘见华^{1,2,3}

(1. 多晶硅制备技术国家工程实验室, 河南 洛阳 471023;

2. 洛阳中硅高科技有限公司, 河南 洛阳 471023; 3. 中国恩菲工程技术有限公司, 北京 100038)

[摘要] 正硅酸乙酯兼顾无机材料和有机材料的性能, 广泛应用于化工、电子电气等诸多领域。重点介绍了电子级正硅酸乙酯的应用领域, 比较了工业级正硅酸乙酯与电子级正硅酸乙酯的产品组分、颗粒度以及杂质含量。针对工业级正硅酸乙酯与电子级正硅酸乙酯质量上的差距, 综述了目前国内外电子级正硅酸乙酯制备工艺的研究进展, 包括络合分离、吸附和离子交换、组合精制等技术, 这些技术均以工业级正硅酸乙酯为原料, 通过有效去除正硅酸乙酯中的水分、氯离子、金属离子和其他杂质等, 获得电子级正硅酸乙酯产品。通过对比各种提纯方法, 展望了电子级正硅酸乙酯提纯技术的发展方向。

[关键词] 电子级; 正硅酸乙酯; 提纯; 吸附; 络合

[中图分类号] TQ264.1

[文献标志码] A

[文章编号] 1008-5122(2023)04-0055-06

DOI: 10.19610/j.cnki.cn10-1873/tf.2023.04.012

0 前言

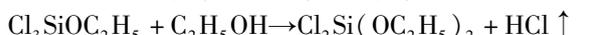
正硅酸乙酯即 TEOS, 是一种有机硅化合物, 是制备有机硅树脂材料的重要原料^[1-2]。工业级正硅酸乙酯可用于高性能涂料、有机硅溶解、有机物合成中间体、粘结剂、有机硅树脂、电子元件密封等诸多领域^[3-5], 近年来还应用于制备分子筛、二氧化硅增透膜、二氧化硅气凝胶、复合纤维膜等新兴产业^[6-8]。随着半导体行业的飞速发展, 各种电子特气的需求量也与日俱增, 正硅酸乙酯是一种稳定、无热量、无腐蚀性的液体, 是替代硅烷或二氯硅烷化合物的一个更好的产品。电子级正硅酸乙酯已广泛应用于集成电路中未掺杂层间介质、金属间介质、侧壁

垫片和沟槽填充材料^[9], 在晶圆制造过程中的化学气相沉积 (LPCVD、PECVD、APCVD) 制程工序生成二氧化硅和氮化硅薄膜, 是集成电路、分立器件、微机电系统 (MEMS) 制造所必需的电子化学品^[10-12]。目前工业级正硅酸乙酯已实现国产化, 但质量更为高端、技术壁垒和附加值更高的电子级正硅酸乙酯供应基本依赖进口, 国内年用量大约在 1 000 t^[13], 市场需求量较大。随着 5G 通讯的普及、人工智能领域的快速发展, 各种芯片的需求量也与日俱增, 国家对电子特气国产化的政策支持力度加大, 电子级正硅酸乙酯在国内的发展前景较好。本文综述了国内外几种常用的电子级正硅酸乙酯制备工艺, 进而展望电子级正硅酸乙酯产业的发展重点。

1 电子级正硅酸乙酯的质量要求

1.1 工业级正硅酸乙酯的制备和质量

目前真正实现工业化的工业级正硅酸乙酯制备方法有四氯化硅法和硅粉法^[14-15], 其中应用最广泛的是四氯化硅法。四氯化硅法制备正硅酸乙酯的反应方程式见式(1)~(4)^[16-17]。



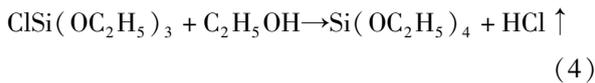
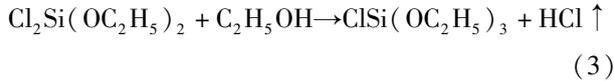
[收稿日期] 2023-03-02

[基金项目] 工业和信息化部工业强基工程项目(0714-EMTC02-5593/13); 郑洛新国家自主创新示范区创新引领型产业集群专项(18100212700)

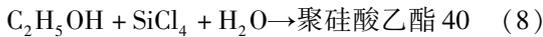
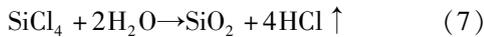
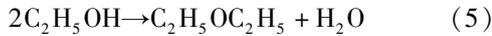
[作者简介] 张兴毅(1988—), 男, 本科, 工程师, 主要从事硅基电子特气的制备工作。

[通讯作者] 赵雄(1984—), 男, 博士, 高级工程师。

[引用格式] 张兴毅, 赵雄, 万焯, 等. 电子级正硅酸乙酯制备技术研究进展[J]. 绿色矿冶, 2023, 39(4): 55-60.



反应分四步完成,前三步为快速不可逆反应,第四步为可逆慢反应^[18]。由于上述反应副产大量HCl,在强酸环境下,通常还会发生诸多副反应^[19-21],见式(5)~(8)。



由上述反应可以看出,采用四氯化硅法制备正硅酸乙酯过程中发生较多副反应,造成工业级正硅酸乙酯含有较多的水分、氯离子、硼、颗粒等杂质成分^[22],目前国产正硅酸乙酯原料组分纯度为

99%(2N)左右。另外,受生产条件和生产工艺的影响,正硅酸乙酯中金属离子杂质水平也较高。表1至表3为某公司的工业级正硅酸乙酯产品的质量情况。

表1 某公司工业级正硅酸乙酯产品组分

参数	数值	分析方法
纯度/%	99	GC
	99.9	ICP-MS
氯化物/ng·g ⁻¹	550	—
颜色(白度)	10	—
水分/μg·g ⁻¹	50	KF

表2 某公司工业级正硅酸乙酯颗粒度

粒度/μm	规格/pcs·mL ⁻¹	分析方法
>0.2	120	PMS
>0.3	100	PMS
>0.5	45	PMS
>1.0	9	PMS

表3 某公司工业级正硅酸乙酯杂质含量

元素	ICP-MS 在线分析 (不大于)/ng·g ⁻¹						
Al	234	Cr	5	Li	25	Ag	3
Sb	27	Co	32	Mg	265	Na	869
As	5	Cu	145	Mn	36	Sr	98
Ba	12	Ga	74	Hg	3	Ta	4
Be	2	Ge	48	Mo	5	Sn	87
Bi	8	Au	7	Ni	7	Ti	64
B	50	In	2	Bb	1	W	24
Cd	68	Ir	2	Pd	1	V	2
Ca	578	Fe	357	Pt	1	Zn	63
Ce	76	Pb	53	K	745	Zr	35

1.2 电子级正硅酸乙酯的质量情况

电子级正硅酸乙酯对质量要求极高,组分纯度需达8N以上,除硼元素外,其余各项杂质含量均需小于1ng/g,尤其是金属离子杂质(Na、K、Mg、Fe、Ca、Al等)。金属离子是电活性杂质,会降低沉积在半导体器件的二氧化硅薄膜层的绝缘性能,导致微米级的电路互相联通,从而造成电路板短路报废。非电活性杂质,如水分、有机物等,会影响沉积膜层的均匀性和平整性^[23-24],直接关系到成品质量。表4至表6为某公司电子级正硅酸乙酯产品的质量标

准。基于半导体客户的实际需求,电子级正硅酸乙酯因其成熟产品在国内尚未实现规模化量产,故暂无国家或行业统一标准颁布。

表4 某公司电子级正硅酸乙酯产品组分

参数	数值	分析方法
纯度/%	99.99	GC
	99.9999999	ICP-MS
氯化物/ng·g ⁻¹	50	Typical
颜色(白度)	5	Typical
水分/μg·g ⁻¹	5	KF-Typical

表5 某公司电子级正硅酸乙酯产品颗粒度

粒度/ μm	规格/ $\text{pcs}\cdot\text{mL}^{-1}$	分析方法
> 0.2	10	PMS
> 0.3	7	PMS
> 0.5	5	PMS
> 1.0	1	PMS

由以上数据对比可以看出,工业级正硅酸乙酯在组分、杂质、颗粒度等方面与电子级正硅酸乙酯存在较大差距,所以需要通过一系列有效的提纯方法来实现正硅酸乙酯从工业级向电子级质的飞跃。

表6 某公司电子级正硅酸乙酯产品杂质

元素	ICP-MS 在线分析 (不大于)/ $\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$						
Al	0.200	Cu	0.100	Hg	0.070	Sr	0.050
Sb	0.050	Ga	0.050	Mo	0.050	Ta	0.050
As	0.100	Ge	0.050	Ni	0.200	Tl	0.050
Ba	0.100	Au	0.100	Bb	0.050	Th	0.050
Be	0.050	Hf	0.100	Pd	0.050	Sn	0.050
Bi	0.050	In	0.050	Pt	0.050	Ti	0.050
B	10.00	Ir	0.050	K	0.500	W	0.050
Cd	0.050	Fe	0.200	Re	0.050	U	0.050
Ca	0.300	Pb	0.100	Rh	0.050	V	0.050
Ce	0.050	Li	0.050	Rb	0.050	Zn	0.100
Cr	0.100	Mg	0.200	Ag	0.200	Zr	0.700
Co	0.100	Mn	0.100	Na	0.200	—	—

2 电子级正硅酸乙酯的制备工艺

以工业级正硅酸乙酯为原料制备可应用于半导体行业的电子级正硅酸乙酯,目前的方法有络合分离、吸附和离子交换、组合精制等技术。

2.1 络合分离法

络合法即在物料中加入络合剂或螯合剂,使其中的金属原子或离子与络合剂或者螯合剂生成具有环状结构的络合物,该络合物的沸点与正硅酸乙酯的沸点差异明显,通过后续工艺更容易进行彻底分离。BAUM 等^[25]提出了一种利用由三乙醇胺、三甲醇胺及其混合物组成的 MCR(多功能螯合反应物)与硼杂质发生螯合去除正硅酸乙酯中硼杂质的方法:工业级正硅酸乙酯与 MCR 充分接触,生成有机硼酸盐螯合物,该螯合物沸点比正硅酸乙酯的沸点高约 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$,更容易与正硅酸乙酯分离,得到的正硅酸乙酯组分为 $99.999\ 99\%$ (ICP-MS),TEB(三乙基硼酸盐)含量 $<0.000\ 01\%$ 。该方法去除硼杂质效果较好,但除杂对象过于单一,对组分纯度无提升,对颗粒度无去除效果,整体还有较大的提升空间。

Laxman 等^[26]提出一种从正硅酸乙酯中去除 II-IA 族和 VA 族杂质元素的工艺:选用由醇类、羧基酸和胺类组成、 pKa 值为 $3.0\sim 19.7$ 的试剂,以化学计量比过量 10% 的量添加到正硅酸乙酯中,试剂与 IIIA 族和 VA 族元素形成沸点高于正硅酸乙酯的络合物,然后进行蒸馏提纯,产品正硅酸乙酯组分纯度 $>99.999\ 9\%$ (ICP-MS),IIIA 族和 VA 族杂质元素的含量低于 $<5\ \text{ng/g}$,杂质的去除率达到 99% 。该方法流程简单,对 IIIA 族和 VA 族杂质去除效果较好,但络合剂具有一定毒性,且对杂质的去除并不全面,应用范围狭窄,仍需持续改进。

2.2 吸附和离子交换提纯法

吸附和离子交换法利用不同物质极性及其吸附性质的差异,经过液相或气相的多级吸附和离子交换,将水分、氯离子和金属杂质截留在吸附剂内部,或吸附在气相色谱柱内,使正硅酸乙酯得以纯化。Mullee 等^[27]发明一种去除正硅酸乙酯中无机污染物的方法:将正硅酸乙酯液体流经离子交换树脂单元,将一种或多种大孔离子交换树脂床的钠型阳离子转化为氢型阳离子,氯化物转化为氢氧化物,去除大部分水。通过多次吸附,获得单种

金属污染物含量低于 1 ng/g, 硼含量低于 10 ng/g, 氯含量低于 1 ng/g 的产品。该方法形式简单, 对水分和氯离子去除效果较好, 但仅通过单一的吸附, 对各类金属杂质的去除效果目前还不太理想, 需继续优化。

金向华等^[28]发明了一种利用多级气相吸附制备电子级正硅酸乙酯的方法: 经过 4 A 或者 5 A 分子筛且外部有 2 000 V/m 电场的第一吸附装置, 通过吸附除去工业级气态正硅酸乙酯中的醇类及醚类杂质; 接着经 3A 分子筛干燥后, 进入以自负载金属氧化物改性的硅铝凝胶为吸附剂的第二吸附装置, 通过吸附除去金属离子, 每个吸附装置间增加材质为烧结聚四氟乙烯、过滤精度为 0.1 μm 的精密过滤器; 吸附后气相冷凝, 即得到可应用于半导体行业的电子级正硅酸乙酯, 其组分可达到 99.999 999 9% (9N), 氯化物含量小于 50 ng/g, 水分含量小于 5 μg/g, 颗粒度满足要求。该发明对水分和颗粒度去除能力较高, 但气相吸附能耗偏高, 多级吸附流程较为复杂, 仍需进一步改进。

Potts 等^[29]提出了一种用气相色谱提纯正硅酸乙酯的工艺: 原料正硅酸乙酯经预热到 90 °C 后, 进入操作温度为 145 °C 的两个串联色谱塔中, 第一个色谱塔的最上端装填了 7.6 cm 的超纯 LiH 来去除水分, 内部装填 147 ~ 175 μm 涂有硅油的硅藻土来去除乙醇、金属杂质; 通过两个色谱塔后, 产品先空冷到 90 °C, 然后采用 -20 °C 的冷冻盐水继续冷却。纯化后的正硅酸乙酯组分纯度达到 99.999 999% (8N) (ICP-MS), 30 种金属杂质含量总和低于 1 ng/g; GC 检测结果 100% (GC 检测下限是 0.01%), 水分含量低于 2 μg/g, 颗粒检测结果为 0, 提纯后的正硅酸乙酯可用于半导体原件中的二氧化硅沉积工艺。气相色谱法提纯技术精度高、效果好, 但设备精密, 技术壁垒较高, 处理量小, 对原料质量要求高, 尚未规模化应用。

2.3 组合精制法

组合精制法是吸取各个除杂方法的优点, 将它们进行有机组合, 通过吸附、络合、精密过滤、亚沸蒸馏、精馏等方法的耦合, 提升整体的除杂效率。Xu 等^[30]提出了一种吸附-精密过滤-精馏相组合的电子级正硅酸乙酯精制方法: 首先正硅酸乙酯原料以液相或者气相进入可再生的热解碳质吸附材料, 液相吸附优选高度磺化的苯乙烯-二乙烯基苯大网状离子交换树脂热解形成的碳质吸附材料, 去除甲

苯、苯、四氢呋喃、2,2,3-三甲基癸烷、环戊酮和己基辛基醚等有机物; 气相吸附优选 Amborsorb® 600 吸附剂, 去除有机杂质和水分。经吸附后的物料再经过过滤精度 ≤ 0.5 μm 的精密过滤器去除颗粒物, 最后进入不锈钢或陶瓷、玻璃、石英等材质的填料精馏塔内进行精馏提纯, 去除非挥发性杂质和金属杂质。经 ICP-MS 检测, 原料中各金属杂质浓度为 1 μg/g, 甚至更高, 纯化后均低于 10 ng/g。此方法对杂质和颗粒度的去除效果明显, 但对组分纯度的提升和氯离子的去除效果一般, 需要加强。

赵顺等^[31]往工业级正硅酸乙酯中加入其重量 3% ~ 10% 的分析纯乙二胺四乙酸, 充分混合后搅拌 30 ~ 60 min, 络合原料中大部分金属杂质后, 用 0.1 μm 的微孔过滤器过滤; 通过阳离子交换塔、石英板式蒸馏塔 (全回流 7 ~ 16 h, 从塔顶采集 159 ~ 166 °C 馏分)、亚沸蒸馏器 (保持液面温度在 90 ~ 100 °C), 严格控制温度, 去除微量金属杂质、乙醇及其有机杂质和水分。将收集到的蒸馏品在整体洁净度不大于千级、局部洁净度不大于百级的洁净室, 用石英源瓶进行灌装, 得到电子级正硅酸乙酯产品。经过此组合精制方法的提纯, 得到的正硅酸乙酯产品纯度不低于 99.999 999% (8N), 有机杂质含量 < 1 μg/g, 水分含量 < 0.3 μg/g。该发明集合了多种除杂方法, 除杂全面且效果较好, 但步骤繁多, 对生产设备和环境要求苛刻, 成本较高, 暂未实现规模化生产。

通过对比以上三类电子级正硅酸乙酯的制备方法可以发现, 由于电子级正硅酸乙酯的质量要求比较苛刻, 虽然目前的制备方法较多, 但各种方法间交叉性不强, 互补性需要进一步提升, 且都存在一定的不足之处。企业结合实际生产情况, 取长补短, 融会贯通, 才是接下来的发展重点。

3 结束语及展望

随着我国制造业的转型升级, 高精尖制造业领域势必会得到长足的发展, 而种类繁多的以正硅酸乙酯为例的电子特气, 目前基本上都依靠从国外进口, 我国半导体和集成电路的进步和发展难免受制于人。电子级正硅酸乙酯生产制备在国内还停留在理论和实验阶段, 国产化和量产化还有很长的路要走。结合目前电子级正硅酸乙酯的发展情况, 未来电子级正硅酸乙酯的发展需要在以下几点进行加强。

1) 加强正硅酸乙酯中各类杂质的去除实验研究, 摸索出一条符合实际的高效、连续、节能的电子级正硅酸乙酯的制备方法, 提高除杂的全面性和效率。

2) 颗粒度对电子级产品优良率影响巨大, 故要求严格, 从原料到产品, 提高所有生产环节的洁净度, 并设置精密过滤装置。

3) 优化正硅酸乙酯等有机硅物料的检测方法, 更好地指导制备系统的调试、改进以及规模化应用。

4) 采用更加科学先进的分装系统, 避免充装过程的污染, 使产品可以稳定可靠地交付到下游生产环节。

5) 建立电子级正硅酸乙酯的行业标准, 促进行业规范、健康、快速发展。

[参考文献]

- [1] GOTO T, Tabei E, Yamamoto A. Curable silicone resin composition: US 7294682[P]. 2007-11-13.
- [2] 张伟. 有机硅化合物的制备及性能研究[D]. 大连工业大学, 2013.
- [3] LI Zhenghui, LI Liuqing, ZHU Haiping, et al. Pore size control of porous carbons using novel silica-based copolymer template and their application in supercapacitor[J]. Materials Letters, 2016, 172: 179-183.
- [4] LUO Yanbing, XIAO Lingzhi, ZHANG Xiujuan. Characterization of TEOS/PDMS/HA nanocomposites for application as consolidant/hydrophobic products on sandstones[J]. Journal of Cultural Heritage, 2015, 16(4): 470-478.
- [5] LIU Wang, LIU Yong, LU Houfang. Study on the Process and Mechanism of Coating Silica on Titanium Dioxide with Ethyl Orthosilicate[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2016, 037(003): 41-47.
- [6] CHEN JinJu, LI HuoJun, ZHOU XiaoHua, et al. Efficient synthesis of hollow silica microspheres useful for porous silica ceramics[J]. Ceramics International, 2017, 43(16): 13907-13912.
- [7] XIAO Xian, LU Shaorong, QI Bo, et al. Preparation of SiO₂-sisal fiber microcrystalline and the modification of epoxy resin[J]. Gaofenzi Cailiao Kexue Yu Gongcheng/polymeric Materials Science & Engineering, 2014, 30(6): 170-173, 177.
- [8] ZHAI P, DUAN X F, ZHANG Q L, et al. Characterization of SiO₂ Aerogel/SiO₂ Fiber Composites Prepared by Sol-Gel Method[J]. Key Engineering Materials, 2016, 697: 409-413.
- [9] SRIVASTAVA R, CHANDRA S. Ion Transport and Structural Studies on a TEOS-Precursor Derived Silica Al-cogel Doped with Acid H₃PO₄[J]. Physica Status Solidi A, 2002, 191(1): 202-216.
- [10] PILLOTE C L, SHEMANSKY F A, CALE T S, et al. Characterization of phosphosilicate glass films obtained using plasma-enhanced chemical vapor deposition from tetraethylorthosilicate and trimethylphosphite[J]. Thin Solid Films, 2015, 236(1-2): 287-293.
- [11] CHAE J, KIM E, JUNG Y, et al. Higher Reliability Tetraethylorthosilicate SiO₂ Gate Insulator in Polysilicon Thin Film Transistors Formed by Two-Step Deposition Method[J]. Japanese Journal of Applied Physics, 2004, 43(10): 6937-6942.
- [12] PECORA A, MAIOLOL, FORTUNATO G, et al. A comparative analysis of silicon dioxide films deposited by ECR-PECVD, TEOS-PECVD and Vapox-APCVD[J]. Journal of Non Crystalline Solids, 2006, 352(9-20): 1430-1433.
- [13] KAO C H, LAI C S. The TEOS CVD oxide deposited on phosphorus in situ doped polysilicon with rapid thermal annealing[J]. IEEE Electron Device Letters, 1997, 18(11): 526-528.
- [14] Fischer P, Groh R and Hans J. Method for the continuous preparation of alkoxy silanes: EP3236628 [P]. 1984-04-05.
- [15] MENDICINO F. D. Process for trialkoxysilane/tetraalkoxysilane mixtures from silicon metal and alcohol: US4762939[P]. 1994-01-01.
- [16] SOMMER L H. Stereochemistry, mechanism and silicon: an introduction to the dynamic stereochemistry and reaction mechanisms of silicon centers[M]. McGraw-Hill, 1965.
- [17] UKHTOMSKII V G, UTKIN O V, FROLOV A F, et al. Kinetic Investigation And A Mathematical-Model of Esterification of Tetrachlorosilane With Ethanol[J]. Journal of Applied Chemistry of the USSR, 1978, 51(5): 1072-1077.
- [18] ZHAO Yun, SHI Linxia, DAN Jianming, et al. Study on Preparation Technology of TEOS from Silicon Tetrachloride[J]. Journal of Shihezi University, 2014, 32(2): 218-222.
- [19] SNEH O, WISE M L, OTT A W, et al. Atomic layer growth of SiO₂ on Si(100) using SiCl₄ and H₂O in a binary reaction sequence[J]. Surface Science, 1995,

- 334(1-3): 135-152.
- [20] 徐玮. 副产 SiCl_4 制备正硅酸乙酯新工艺的研究[D]. 武汉工程大学, 2013.
- [21] 谭周琴, 万珍珍, 王雯霞, 等. 一种用多晶硅副产四氯化硅制备正硅酸乙酯的方法: CN201110309698. 1 [P]. 2013-04-17.
- [22] ZHENG HuaiLi, Xiao-Hong H, QIANG H E. Study of Ferric Species Distribution in Polyferric Silicate Sulfate (PFSS) Prepared from Tetraethylorthosilicate (TEOS) [J]. Spectroscopy & Spectral Analysis, 2008(3): 543-546.
- [23] 张檀威. SiO_2 和 Si_3N_4 薄膜的 PECVD 沉积及在半导体光电子器件中的应用研究[D]. 北京邮电大学, 2010.
- [24] GRUNIGER A., ROHRP R V. Deposition of SiO_2 -like diffusion barriers on PET and paper by PECVD [J]. Surface & Coatings Technology, 2003, 174-175: 1043-1047.
- [25] BAUM T H, XU C, HEDGES F R, et al. Chemical method for removal and analysis of boron impurities in tetraethylorthosilicate (TEOS): US 6458984 [P]. 2002-10-1.
- [26] LAXMAN R K. Purification of organosilanes of group 13 (IIIA) and 15 (VA) impurities; EP98108806. 5 [P]. 2007-07-07.
- [27] MULLEE W H. Ion exchange purification of dielectric condensate precursor fluids and silicate esters such as tetraethylorthosilicate (TEOS): US 6660875 [P]. 2003-12-9.
- [28] 金向华, 孙猛, 夏致远, 等. 一种高纯正硅酸乙酯的生产方法及生产系统: CN201811148513. 1 [P]. 2019-03-01.
- [29] POTTS T M. Purified tetraethoxysilane and method of purifying: US 5840953 [P]. 1998-11-24.
- [30] XU Mindi, SAYASANE T, GIRARD J M. Purification of silicon-containing materials: US10879530 [P]. 2005-3-10.
- [31] 赵顺, 王天喜, 孙刚, 等. 一种电子级正硅酸四乙酯的制备方法: CN201310747619. 4 [P]. 2016-01-27.

Advances in the Preparation Technology of Electronic Grade Ethyl Orthosilicate

ZHANG Xingyi, ZHAO Xiong, WAN Ye, GUO Shuhu, YUAN Zhenjun, LIU Jianhua

Abstract: Ethyl orthosilicate, which has the properties of inorganic materials and organic materials, is widely used in many fields such as chemical industry, electronics and electrical industry. The application field of electronic grade ethyl orthosilicate was mainly introduced. The product composition, particle size and impurity content of industrial grade ethyl orthosilicate and electronic grade ethyl orthosilicate were compared. In view of the quality gap between industrial grade ethyl orthosilicate and electronic grade ethyl orthosilicate, the research progress of the preparation process of electronic grade ethyl orthosilicate at home and abroad was reviewed, including complexation separation, adsorption and ion exchange, combined refining and other technologies. These technologies use industrial grade ethyl orthosilicate as raw material to obtain electronic grade ethyl orthosilicate products by effectively removing water, chloride ions, metal ions and other impurities in ethyl orthosilicate. By comparing various purification methods, the development direction of electronic grade ethyl orthosilicate purification technology was prospected.

Key words: electronic grade; ethyl orthosilicate; purification; adsorption; complexation