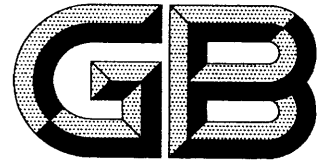


ICS 71.100.20
G 86



中华人民共和国国家标准

GB/T 14601—2009
代替 GB/T 14601—1993

电子工业用气体 氨

Gas for electronic industry—Ammonia

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准代替 GB/T 14601—1993《电子工业用气体 氨》。

本标准与 GB/T 14601—1993 相比主要变化如下：

- 修改标准的名称；
- 修改适用范围(GB/T 14601—1993 的第 1 章,本版的第 1 章)；
- 修改规范性引用文件(GB/T 14601—1993 的第 2 章,本版的第 2 章)；
- 修改技术指标内容(GB/T 14601—1993 的第 3 章,本版的第 3 章)；
- 增加对氨尾气处理的要求(见 4.3)；
- 删去按 GB 5831 规定的方法测定氧含量(GB/T 14601—1993 的 4.2.1)；
- 修改氧、氮、一氧化碳含量的测定(GB/T 14601—1993 的 4.2、4.3、4.4,本版的 4.4)；
- 增加氢、氩含量的测定(见 4.4)；
- 增加二氧化碳含量的测定(见 4.4)；
- 修改烃含量的测定(GB/T 14601—1993 的 4.5,本版的 4.4)；
- 修改水含量的测定方法(GB/T 14601—1993 的 4.6,本版的 4.5)；
- 增加金属离子的测定方法(见 4.6)；
- 修改标志、包装、贮运及安全(GB/T 14601—1993 的第 6 章、第 7 章,本版的第 5 章)；
- 增加规范性附录 A,并把采用氦放电离子化气相色谱法测定氨中的氢、氧(氩)、氮、一氧化碳、二氧化碳和烃($C_1 \sim C_3$)含量组分的方法写入该附录(见附录 A)。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会提出。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会气体分会归口。

本标准起草单位：大连光明化工研究院、中国西南油气田成都天然气化工总厂、武汉市鼎立化工有限责任公司、西南化工研究设计院。

本标准主要起草人：孙福楠、刘泽军、付永成、谢国清、周鹏云。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14601—1993。

电子工业用气体 氨

1 范围

本标准规定了氨的技术要求,试验方法,检验规则及产品的包装、标志、运输、贮存及安全要求。

本标准适用于半导体工业,氮化硅、氮化镓的化学气相淀积,也可用于硅或氧化硅的氮化。

分子式: NH_3 。

相对分子质量: 17.031(按 2005 年国际相对原子质量)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB 7144 气瓶颜色标志

GB 14193 液化气体气瓶充装规定

气瓶安全监察规程

压力容器安全技术监察规程

3 技术要求

3.1 氨电子级产品的质量应符合表 1 的要求。

表 1 电子级产品技术指标

项 目	电子级
氨(NH_3)纯度(体积分数)/ 10^{-2}	\geq 99.999 5
氧(O_2)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 1
氮(N_2)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 1
一氧化碳(CO)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 1
烃($\text{C}_1 \sim \text{C}_3$)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 1
水分(H_2O)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 3
总杂质含量(体积分数)/ 10^{-6}	\leq 5

3.2 氨光电子级产品应符合表 2 的要求,重金属含量应符合表 3 的规定。

表 2 光电子级产品技术指标

项 目	光电子级
氨(NH_3)纯度(体积分数)/ 10^{-2}	\geq 99.999 94
氧(O_2)(氨)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 0.1
氢(H_2)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 0.1
一氧化碳(CO)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 0.05

表 2 (续)

项 目		光电子级
二氧化碳(CO ₂)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	<	0.1
烃(C ₁ ~C ₃)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	<	0.05
水分(H ₂ O)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	<	0.2
总杂质含量(体积分数)/10 ⁻⁶	≤	0.6

表 3 光电子级产品重金属技术指标

重金属含量/10 ⁻⁶ (质量分数)		气相	液相
铟(Sb)	<	0.01	0.01
镉(Cd)	<	0.01	0.01
钙(Ca)	<	0.01	0.05
铬(Cr)	<	0.01	0.05
钴(Co)	<	0.01	0.01
铜(Cu)	<	0.01	0.05
镓(Ga)	<	0.001	0.01
碲(Te)	<	0.05	0.1
铅(Pb)	<	0.01	0.01
锂(Li)	<	0.001	0.001
镁(Mg)	<	0.01	0.05
锰(Mn)	<	0.01	0.05
钼(Mo)	<	0.01	0.01
镍(Ni)	<	0.01	0.1
钾(K)	<	0.001	0.001
硅(Si)	<	0.01	0.05
钠(Na)	<	0.01	0.01
锡(Sn)	<	0.01	0.1
锌(Zn)	<	0.01	0.05

4 试验方法

4.1 抽样、判定和复验

4.1.1 氨产品应逐一检验并验收。当检验结果有任何一项指标不符合本标准技术要求时,则判该产品不合格。生产企业应确保每一包装氨产品符合本标准技术要求。

4.1.2 氨采样安全应符合 GB/T 3723 的相关规定。

4.2 氨纯度

4.2.1 电子级产品纯度按式(1)计算:

$$\Phi = 100 - (\Phi_1 + \Phi_2 + \Phi_3 + \Phi_4 + \Phi_5) \times 10^{-4} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

Φ ——氨纯度(体积分数),10⁻²;

- Φ_1 ——氧含量(体积分数), 10^{-6} ;
 Φ_2 ——氮含量(体积分数), 10^{-6} ;
 Φ_3 ——一氧化碳含量(体积分数), 10^{-6} ;
 Φ_4 ——烃($C_1 \sim C_3$)含量(体积分数), 10^{-6} ;
 Φ_5 ——水分含量(体积分数), 10^{-6} 。

4.2.2 光电子级产品纯度按式(2)计算:

$$\Phi = 100 - (\Phi_1 + \Phi_2 + \Phi_3 + \Phi_4 + \Phi_5 + \Phi_6 + \Phi_7) \times 10^{-4} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- Φ ——氨纯度(体积分数), 10^{-2} ;
 Φ_1 ——氧含量(体积分数), 10^{-6} ;
 Φ_2 ——氩含量(体积分数), 10^{-6} ;
 Φ_3 ——氢含量(体积分数), 10^{-6} ;
 Φ_4 ——一氧化碳含量(体积分数), 10^{-6} ;
 Φ_5 ——二氧化碳含量(体积分数), 10^{-6} ;
 Φ_6 ——烃($C_1 \sim C_3$)含量(体积分数), 10^{-6} ;
 Φ_7 ——水分含量(体积分数), 10^{-6} 。

4.3 测定氨中的杂质含量时,应有氨尾气处理措施,以防止氨对环境的污染。

4.4 氢、氧(氩)、氮、一氧化碳、二氧化碳、烃($C_1 \sim C_3$)含量的测定

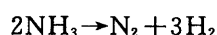
4.4.1 氢、氧(氩)、氮、一氧化碳、二氧化碳、烃($C_1 \sim C_3$)的测定见附录 A。

4.4.2 允许采用其他等效的方法测定氨中的微量氢、氧(氩)、氮、一氧化碳、二氧化碳和烃($C_1 \sim C_3$)含量。当以上测定结果有异议时,以 4.4.1 规定的方法为仲裁方法。

4.5 水分含量的测定

4.5.1 方法原理

氨中水分的测定方法是基于氨的分解反应,当氨通过 1 000 °C 的镍触媒时,此反应是完全的,不可逆的。而水通过触媒不发生变化。因此,氨中水分的含量可用测定氨分解后产生的氢、氮气流的露点而获得。反应式为:



4.5.2 仪器

4.5.2.1 露点仪。检测限: 0.02×10^{-6} (体积分数)。

4.5.2.2 反应管

反应管:铬镍铁合金反应管或其他等效反应管,长 0.6 m、外径 2.5 cm,内装镍催化剂。将反应管置于加热电炉内。

反应管出口用长约 1.2 m,外径 3.0 mm 的不锈钢管与露点仪连接。该连接管的长度应能使反应管流出气体得到充分冷却。

4.5.2.3 测定步骤

用金属连接管将氮气瓶与反应管入口相连接。开启氮气,吹洗取样系统和反应管系统。

开启加热炉,将反应管温度升至 950 °C 并使其达以恒定(约 1.5 h~2 h)。

调节氮气流量约 2 400 L/min。充分吹洗氨样品管道后,关闭氮气,拆下该样品管并将其与氨样气瓶相连接。

打开氨钢瓶瓶阀,调节针形阀以获得约 2 400 L/min 的流量。

逐渐升高炉温,定期用一块润湿的红色石蕊试纸置于排气管气流以检测气流中氨的存在。如果试纸不变蓝,表明催化剂已升至合适温度,氨已被完全分解。

按露点仪使用说明书,测定氨分解后的氮和氢混合气流中水含量。

4.5.2.4 结果处理

水含量按式(3)计算:

$$\Phi_7 = 2(\Phi_0 - 2\Phi_1) \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- Φ_7 ——水分含量(体积分数), 10^{-6} ;
- Φ_0 ——氮和氢混合气流中水含量(体积分数), 10^{-6} ;
- Φ_1 ——氧含量(体积分数), 10^{-6} 。

4.5.3 允许按其他等效的方法测定氨中的微量水。当以上测定结果有异议时,以本标准规定的方法为仲裁方法。

4.6 金属离子含量的测定

推荐使用等离子发射光谱-质谱检测仪。

检测方法与用户协商。

5 标志、包装、贮运及安全

5.1 充装氨的气瓶,公称工作压力不得低于 3 MPa,气瓶颜色标记应符合 GB 7144 的规定。气瓶的运输标志应符合 GB 190—2009 第 3 章规定。

5.2 气瓶瓶阀应为钢质,不得使用铜或铜合金瓶阀。

5.3 推荐使用进行内表面处理的气瓶,气瓶内表面应满足本标准对于水分和颗粒的要求。

5.4 电子级产品瓶阀推荐使用 CGA660,光电子级产品瓶阀推荐使用 DISS720。

5.5 包装容器上应标明“电子氨”字样。

5.6 充装、贮运

5.6.1 气瓶充装应符合 GB 14193 和《气瓶安全监察规程》(2000 年)、《压力容器安全监察规程》(1999 年)的相关规定。

5.6.2 瓶装氨以液态形式存在,以称重计量,充装系数为 0.53 kg/L。

5.7 返回生产厂的氨气瓶应留有余压。

5.8 氨气出厂时应附有质量合格证,其内容至少应包括:

- 产品名称,生产厂名称,危险化学品生产许可证编号;
- 生产日期或批号,成品充装量,产品技术指标;
- 本标准标准号及产品等级,检验员号。

5.9 安全要求

5.9.1 氨的生产、使用以及贮运应符合《气瓶安全监察规程》(2000 年)、《压力容器安全监察规程》(1999 年)等相关规定。

5.9.2 氨无色,有刺激臭味,能伤害人的眼睛和呼吸器官,在使用时应注意防护,防止人身与氨接触,以免烧伤。

5.9.3 氨的生产、使用,应有适当的尾气处理的措施,以防止氨对环境的污染。

5.9.4 由于氨易溶于水,应使用捕液器或止回阀防止倒吸。如发生倒吸,钢瓶内有可能爆发猛烈反应,除此之外,还有可能对钢瓶造成严重腐蚀。任何意外的倒吸都应及时报告供货商。

5.9.5 氨可燃、易爆,它与空气或氧气混合有发生爆炸的危险。对于干燥的氨-空气混合物,爆炸范围约为含氨 16%~25%。在下列三种情况下,爆炸范围将扩大:(1)混入其他可燃气体,例如氢;(2)用氧代替空气;(3)温度升高,压力高于大气压力。

5.9.6 在使用氨的环境中不能有明火。

5.9.7 氨气瓶应贮存在不易起火的地方;运输及搬运时避免受冲击、跌落和阳光照射。

5.9.8 电子工业用氨的生产企业应为顾客提供安全技术说明书。

5.10 材料要求

对任何要和氨接触的设备,推荐使用铁和钢。不能使用铜、锡、锌及其合金,因它们会受潮湿氨的腐蚀。除短连接,比如钢瓶之间的连接外,应使用硬质钢材做连接管道。对于短连接,推荐使用钢加固的可塑氯丁橡胶管。

氨可和汞化合生成爆炸化合物。不得使用任何含有汞的仪器。

附录 A (规范性附录)

氨中氢、氧(氩)、氮、一氧化碳、二氧化碳和烃(C₁~C₃)含量的测定

A.1 仪器

采用配备氦放电离子化检测器的气相色谱仪测定氨中氢、氧(氩)、氮、一氧化碳、二氧化碳和烃(C₁~C₃)。

检测限:0.01×10⁻⁶(体积分数)。

A.2 原理

氦在外能作用下被激发到高能态亚稳态(He*)。当亚稳态氦与待测物的原子或分子发生非弹性碰撞时,如果其电离电位小于亚稳态氦的激发电位(19.8 eV),则该待测物的原子或分子将被电离。在一定范围内,离子化电流是待测物含量的函数。

A.3 测定条件

A.3.1 载气:高纯氦,经纯化器纯化。其流速参照相应的仪器说明书。

A.3.2 辅助气:需要采用辅助气的仪器,辅助气按仪器使用说明书要求。

A.3.3 切割柱:长约3 m,内径3 mm的不锈钢管,内装粒径为0.125 mm~0.15 mm的HaysepA,或其他等效色谱柱。

A.3.4 色谱柱

柱I:长约3 m,内径3 mm的不锈钢管,内装粒径为0.125 mm~0.15 mm的HaysepA,或其他等效色谱柱。柱I用于氨中氢、氧(氩)、氮和一氧化碳的测定。

柱II:长约2 m,内径3 mm的不锈钢管,内装粒径为0.25 mm~0.4 mm的HaysepB,或其他等效色谱柱。柱II用于氨中烃(C₁~C₃)的测定。

柱III:长约2 m,内径3 mm的不锈钢管,内装粒径为0.25 mm~0.4 mm的HaysepD,或其他等效色谱柱。柱III用于氨中二氧化碳的测定。

色谱柱、柱温以及载气流量的选择,应保证各待测组分的分离度R大于1。

A.3.5 气体标准样品

气体标准样品中的组分含量(体积分数)为(1~5)×10⁻⁶,平衡气为氦。

A.3.6 其他条件:载气净化器温度、色谱柱温度、检测器温度、样气流量等其他条件参考仪器说明书。

A.4 分析步骤

开启仪器至稳定后按仪器说明书的操作步骤完成样品分析。

平行测定气体标准样品和样品气至少两次,记录色谱响应值,直至相邻两次测定的相对偏差不大于10%,取其平均值。

A.5 结果处理

采用峰面积(或峰高)定量,用外标法计算结果。

氢、氧(氩)、氮、一氧化碳、二氧化碳和烃含量的计算采用外标法,按式(A.1)计算:

$$\Phi_i = \frac{A_i(h_i)}{A_s(h_s)} \times \Phi_s \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

Φ_i ——样品气中被测组分的含量(体积分数)；

$A_i(h_i)$ ——样品气中被测组分的峰面积或峰高,单位为平方毫米或毫米(mm^2 或 mm)；

$A_s(h_s)$ ——气体标准样品中相应已知组分的峰面积或峰高,单位为平方毫米或毫米(mm^2 或 mm)；

Φ_s ——气体标准样品中相应已知组分的含量(体积分数)。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
电 子 工 业 用 气 体 氮
GB/T 14601—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

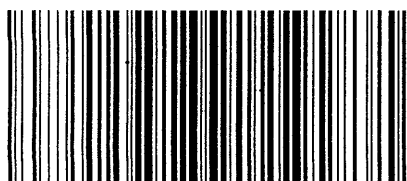
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-39318 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 14601—2009

打印日期: 2010年3月26日 F047