

ICS 71.100.20
G 86



中华人民共和国国家标准

GB/T 18867—2014
代替 GB/T 18867—2002

电子工业用气体 六氟化硫

Gases for electronic industry—Sulphur hexafluoride

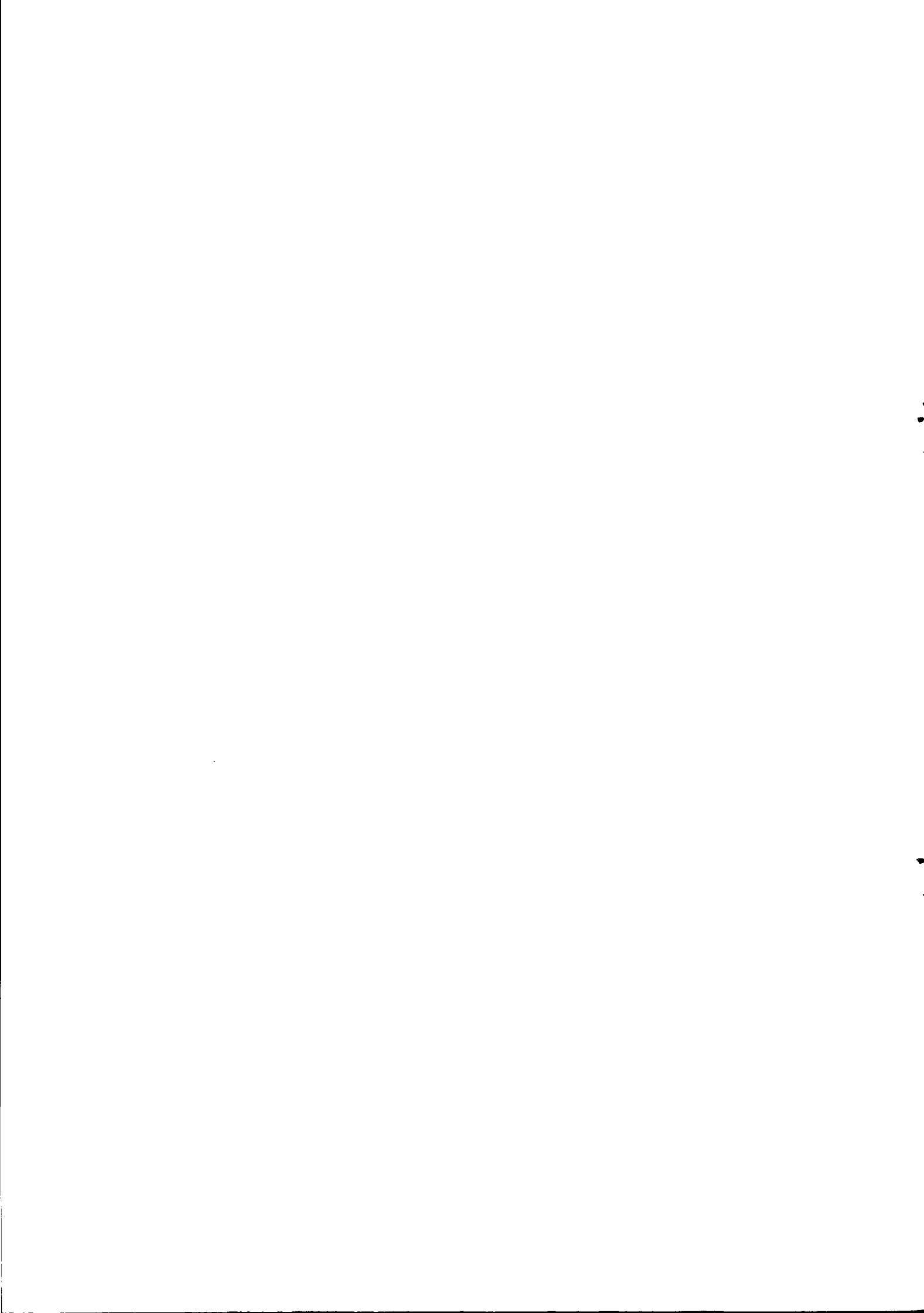
2014-12-22 发布

2015-07-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准代替 GB/T 18867—2002《电子工业用气体 六氟化硫》。与 GB/T 18867—2002 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了范围(见第 1 章,2002 年版的第 1 章);
- 修改了规范性引用文件(见第 2 章,2002 年版的第 2 章);
- 修改了技术指标(见第 3 章,2002 年版的第 3 章);
- 修改了抽样、判定和复验(见 4.1, 2002 年版的第 5 章);
- 修改了氧+氩、氮、四氟化碳、二氧化碳含量的测定方法(见 4.3,2002 年版的 4.2、4.3);
- 删除了六氟乙烷、八氟丙烷含量的测定方法(见 2002 年版的 4.4);
- 增加了一氧化碳和甲烷含量的测定方法(见 4.3);
- 修改了水分含量的测定方法(见 4.4,2002 年版的 4.5);
- 修改了标志、包装、贮运及安全(见第 5 章,2002 年版的第 6 章)。

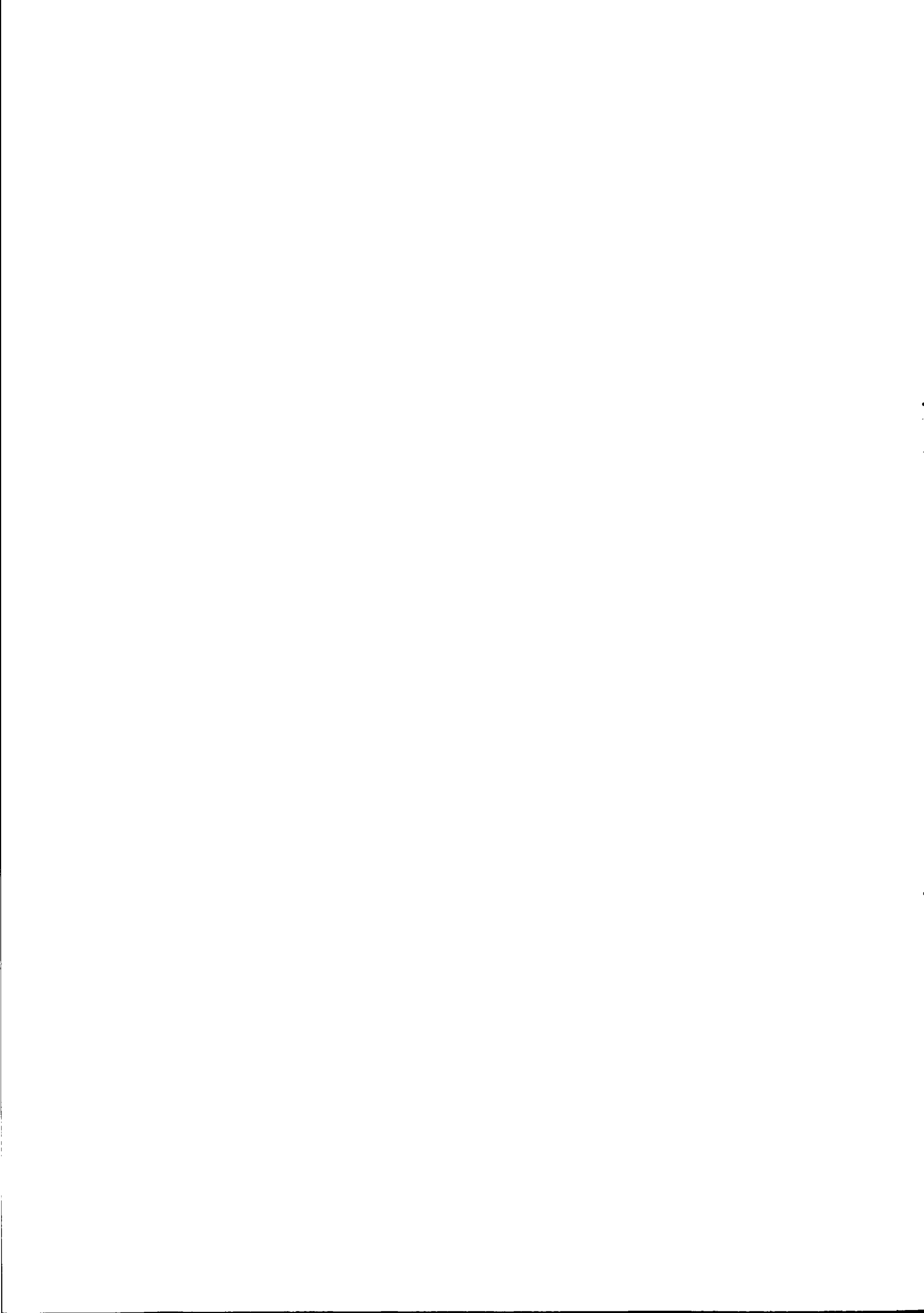
本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)提出并归口。

本标准起草单位:黎明化工研究设计院有限责任公司、成都科美特氟业塑胶有限公司、青海信禾高精化工有限公司、佛山市华特气体有限公司、四川众力氟业有限责任公司、上海华爱色谱分析技术有限公司、大连大特气体有限公司、四川中测标物科技有限公司、上海仪盟电子科技有限公司、光明化工研究设计院、上海基量标准气体有限公司、西南化工研究设计院有限公司、核工业理化工程研究院华核新技术开发公司。

本标准主要起草人:黄晓磊、牛学坤、赖明贵、傅涛、刘长庆、任清贵、史淑慧、方正、廖恒易、李晓明、曲庆、杨任、常侠、杨遂平、邓建平、方华、周鹏云。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 18867—2002。



电子工业用气体 六氟化硫

1 范围

本标准规定了六氟化硫的技术要求、试验方法、标志、包装、贮存及安全等。

本标准适用于硫与氟直接反应并经精制和纯化制备的六氟化硫。该产品主要用作电子工业中化学气相沉积室的清洗剂和等离子蚀刻剂等。

分子式： SF_6 。

相对分子质量：146.0564192(按 2007 年国际相对原子质量计算)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 工业用化学产品采样安全通则

GB 5099 钢质无缝气瓶

GB/T 5832.1 气体湿度的测定 第 1 部分:电解法

GB/T 5832.3 气体中微量水分的测定 第 3 部分:光腔衰荡光谱法

GB 7144 气瓶颜色标志

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12022 工业六氟化硫

GB 14193 液化气体气瓶充装规定

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 16804 气瓶警示标签

GB/T 26571 特种气体储存期规范

GB/T 28726—2012 气体分析 氦离子化气相色谱法

气瓶安全监察规程(2000 版)

危险化学品安全管理条例(2002 版)

3 要求

六氟化硫的技术指标应符合表 1 要求。

表 1 技术指标

| 项 目 名 称 | 指 标 |
|--|---------------|
| 六氟化硫(SF_6)纯度(体积分数)/ 10^{-2} | ≥ 99.999 |
| (氧+氩)($\text{O}_2 + \text{Ar}$)含量(体积分数)/ 10^{-6} | ≤ 2.0 |
| 氮(N_2)含量(体积分数)/ 10^{-6} | ≤ 2.0 |

表 1 (续)

| 项 目 名 称 | 指 标 |
|---|--------|
| 四氟化碳(CF ₄)含量(体积分数)/10 ⁻⁶ | ≤ 1.0 |
| 一氧化碳(CO)含量(体积分数)/10 ⁻⁶ | ≤ 0.5 |
| 二氧化碳(CO ₂)含量(体积分数)/10 ⁻⁶ | ≤ 0.5 |
| 甲烷(CH ₄)(体积分数)/10 ⁻⁶ | ≤ 0.5 |
| 水分(H ₂ O)含量(体积分数)/10 ⁻⁶ | ≤ 3.0 |
| 酸度(以 HF 计)(质量分数)/10 ⁻⁶ | ≤ 0.1 |
| 可水解氟化物(以 HF 计)含量(质量分数)/10 ⁻⁶ | ≤ 0.8 |
| 总杂质含量(体积分数)/10 ⁻⁶ | ≤ 10.0 |
| 颗粒 | 供需双方协商 |

4 试验方法

4.1 抽样、判定和复验

4.1.1 同一生产线连续稳定生产的六氟化硫构成一批,每批产品质量不超过 2 t。六氟化硫抽样瓶数按表 2 规定从每批产品中随机抽样。当检验结果有任何一项不符合表 1 要求时,应自该批产品中重新加倍抽样检验,若仍有一项指标不符合要求,则该批产品为不合格。

表 2 瓶装六氟化硫产品抽样表

| 每批产品瓶数 | 最少抽样瓶数 |
|--------|--------|
| 1~10 | 1 |
| 11~20 | 2 |
| 21~30 | 3 |
| 31~40 | 4 |
| >40 | 5 |

4.1.2 六氟化硫产品中氧+氩、氮、水分含量应逐一检验并验收。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。

4.1.3 六氟化硫采样安全应符合 GB/T 3723 的相关规定。

4.1.4 数值修约规则与极限数值的表示和判定按 GB/T 8170 的规定执行。

4.1.5 采样管线应采用不锈钢管或聚四氟乙烯管。

4.1.6 检验样品应为液相取样。

4.2 六氟化硫纯度

六氟化硫纯度按式(1)计算:

$$\Phi = 100 - (\Phi_1 + \Phi_2 + \Phi_3 + \Phi_4 + \Phi_5 + \Phi_6 + \Phi_7) \times 10^{-4} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- Φ ——六氟化硫纯度(体积分数), 10^{-2} ;
- 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 ——四氟化碳含量(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 ——甲烷含量(体积分数), 10^{-6} ;
- Φ_7 ——水分含量(体积分数), 10^{-6} 。

4.3 氧+氩、氮、四氟化碳、一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量的测定

按 GB/T 28726—2012 规定的切割进样的方法测定六氟化硫中的氧+氩、氮、四氟化碳、一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量。

测定条件和步骤见附录 A。

允许采用其他等效的方法测定六氟化硫中的氧+氩、氮、四氟化碳、一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量。当以上测定结果有异议时, GB/T 28726 规定的方法为仲裁方法。

4.4 水分含量的测定

按 GB/T 5832.3 的规定执行。取样时应防止出现冷凝。

允许采用 GB/T 5832.1 或其他等效的方法测定六氟化硫中的水含量。当测定结果有异议时, GB/T 5832.3 规定的方法为仲裁方法。

4.5 酸度含量的测定

按 GB/T 12022 中的规定执行。

4.6 可水解氟化物含量

按 GB/T 12022 中的规定执行。

5 标志、包装、贮运及安全

5.1 标志、包装及贮运

5.1.1 六氟化硫的包装、标志、贮运应符合国家《气瓶安全监察规程》和《危险化学品安全管理条例》的规定。

5.1.2 包装六氟化硫的气瓶应符合 GB 5099 的规定。

5.1.3 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。瓶阀推荐使用 CGA590 和 CGA716。

5.1.4 应防止瓶口被污染和泄漏。

5.1.5 六氟化硫的充装应符合 GB 14193 的相关规定。

5.1.6 六氟化硫的包装标志应符合 GB 190 的相关规定, 颜色标志应符合 GB 7144 的规定, 标签应符合 GB 16804、GB 15258 规定的要求。

5.1.7 包装容器上应标明“电子六氟化硫”字样。

5.1.8 瓶装六氟化硫的最大充装量按式(2)计算：

$$m = F_r \cdot V \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

m ——气瓶内六氟化硫的质量，单位为千克(kg)；

V ——气瓶标明的内容积，单位为升(L)；

F_r ——六氟化硫的充装系数，气瓶设计压力为 8 MPa 时，充装系数不大于 1.17 kg/L；气瓶设计压力为 12.5 MPa 时，充装系数不大于 1.33 kg/L。

5.1.9 六氟化硫的充装量按实际称量的质量计。

5.1.10 六氟化硫的保存期限按 GB/T 26571 规定执行。

5.1.11 六氟化硫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；

——生产日期或批号、充装质量(kg)；

——本标准号及技术指标、检验员号等。

5.1.12 六氟化硫产品应存放在阴凉、干燥、通风的库房内，严禁曝晒，远离热源。

5.2 安全警示

5.2.1 六氟化硫在常温常压下为无色、无臭、无毒的非易燃气体。在火焰中释放出刺激性或有毒烟雾(或气体)。周围环境着火时，允许使用各种灭火剂。

5.2.2 六氟化硫的化学性质不活泼，热稳定性好，在 204 ℃下，对大多数材料仍能完全保持稳定。加热到 500 ℃以上时，该物质分解生成硫氧化物和氟化物等有毒腐蚀性烟雾。

5.2.3 着火时，应喷雾状水保持钢瓶冷却。

5.2.4 人体吸入六氟化硫时，会窒息。此时应保证空气新鲜、人体处于休息状态，必要时应进行人工呼吸，应及时治疗。

5.2.5 人体皮肤与六氟化硫液体接触，会发生冻伤，应佩戴保温手套。冻伤时应用大量水冲洗，不应脱去衣物，应及时治疗。

5.2.6 应佩戴安全护目镜、面罩。眼睛若溅入六氟化硫，先用大量水冲洗几分钟(应摘除隐性眼镜)，然后及时治疗。

5.2.7 发生泄漏时，应撤离危险区域！保持通风。转动泄漏钢瓶，使漏口朝上，防止液态气体溢出。不应直接将水喷洒在液体上。

5.2.8 个人防护用具：推荐使用带有隔绝式呼吸器的气密式化学防护服。

5.2.9 六氟化硫无毒，有窒息性。但在放电条件下，六氟化硫会分解出一系列含硫的氟化物，当含有这些杂质时便变成有毒物质。应避免吸入放电后的气体。

5.2.10 六氟化硫无腐蚀性。但在放电条件下，其分解产物具有腐蚀性。空气中高浓度引起缺氧，有神志不清和死亡危险。进入污染的工作区域前，检验氧含量。中毒浓度存在时，无气味报警。

附录 A

(规范性附录)

六氟化硫中的氧+氩、氮、四氟化碳、一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量的测定

A.1 仪器

采用配备氮放电离子化检测器的气相色谱仪测定六氟化硫中的氧+氩、氮、四氟化碳、一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量。

检测限： 0.05×10^{-6} (体积分数)。

A.2 原理

以纯化后高纯氮作载气,采用配备切割装置的氮离子化检测器的气相色谱仪,对样品主组分(六氟化硫)切割处理后,采用气相色谱法定性、定量分析样品中的目标组分。

A.3 测定条件

A.3.1 载气:高纯氮,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按仪器说明书使用辅助气。

A.3.3 预分离柱:长约 2 m、内径约 3 mm 的不锈钢柱,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 Porapak R (一种高分子聚合物),或其他等效色谱柱。

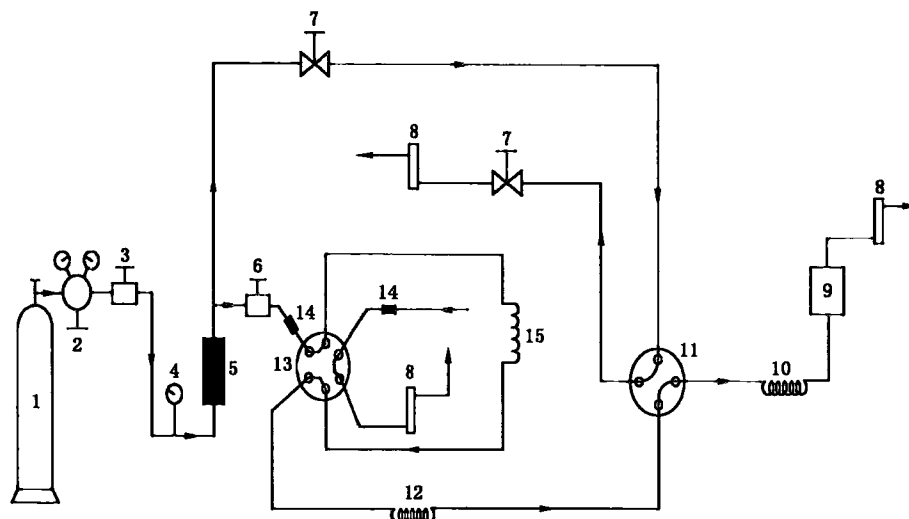
A.3.4 分析柱:色谱柱 I:长约 3 m、内径 3 mm 的不锈钢柱,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 5A 分子筛,或其他等效色谱柱。该柱用于分析氧+氩、氮、一氧化碳、甲烷含量。

色谱柱 II:长约 2 m、内径约 3 mm 的不锈钢柱,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 Porapak R (一种高分子聚合物),或其他等效色谱柱。该柱用于分析二氧化碳、四氟化碳含量。

A.3.5 标准样品:组分含量的体积分数为 1×10^{-6} ~ 5×10^{-6} ,平衡气为氮。

A.3.6 其他条件:载气纯化器温度、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.3.7 参考的切割气路流程示意图参见图 A.1。



说明：

- | | |
|--------------|-------------|
| 1 ——高纯氮载气钢瓶； | 9 ——检测器； |
| 2 ——钢瓶减压器； | 10 ——分析柱； |
| 3 ——稳压阀； | 11 ——切割阀； |
| 4 ——压力表； | 12 ——预分离柱； |
| 5 ——净化管； | 13 ——六通阀； |
| 6 ——稳流阀； | 14 ——过滤器； |
| 7 ——流量调节阀； | 15 ——定体积量管。 |
| 8 ——流量计； | |

图 A.1 参考的切割气路流程示意图

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，直至相邻两次测定结果之差不大于指标值的 10%，取其平均值。

A.5 结果处理

氧+氩、氮、四氟化碳、一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量按式(A.1)计算：

$$\phi_i = \frac{A_i}{A_s} \times \phi_s \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- ϕ_i ——样品气中被测组分的含量(体积分数)；
- A_i ——样品气中被测组分的峰面积；
- A_s ——气体标准样品中相应已知组分的峰面积；
- ϕ_s ——气体标准样品中相应已知组分的含量(体积分数)。

典型色谱图见图 A.2。

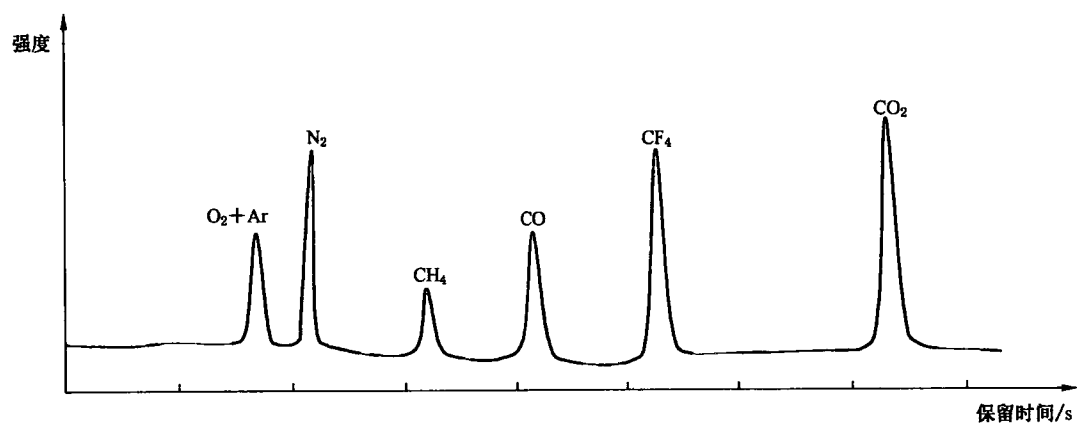


图 A.2 典型色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
电子工业用气体 六氟化硫
GB/T 18867—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

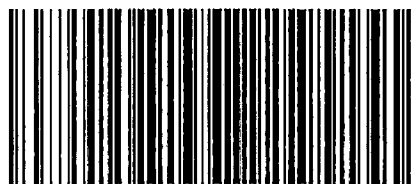
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2015年4月第一版 2015年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-51308 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)68510107



GB/T 18867-2014