



中华人民共和国国家标准

GB/T 18867—2002

WEICHEM
The value of chemical performance

电子工业用气体 六氟化硫

Gases for electronic industry—Sulfur hexafluoride

上海众薏
TEL: 1951220347

2002-10-15 发布

2003-04-01 实施

中华人民共和国 发布
国家质量监督检验检疫总局
免费标准下载 WWW.PV265.COM

前 言

本标准对应于 SEMI C3.24:1995《钢瓶装六氟化硫》标准中的体积分数为 99.97% (SEMI 为半导体设备和材料国际组织), 与 SEMI C3.24 的一致性程度为非等效。

本标准与 SEMI C3.24:1995 的主要技术差异如下:

——根据我国半导体工业、集成电路对气体纯度的要求及我国高纯六氟化硫气体生产工艺水平, 本标准中的技术指标除水外均优于 SEMI C3.24。六氟化硫纯度定为大于或等于 99.99%, 优于 SEMI C3.24 中的 99.97%。

1 方法中修改采用 SEMI C3.24 中空气、四氟化碳及水分的测定; 同时由于目前国内主要采用氟气与硫反应生成六氟化硫的工艺路线, 该工艺可能产生微量可水解氟化物、其他氟碳化合物、其他氟硫化物, 这些杂质对使用有害, 因此增加了二氧化碳、六氟乙烷、八氟丙烷、硫酰氟、十氟一氧化二硫的测定。

2 其他氟硫化物的检测采用带有火焰光度检测器 (FPD) 的气相色谱仪, 综合考虑使用方便、设置等因素, 本标准采用热导检测器与火焰光度检测器串联的气相色谱仪进行检测空气、四氟化碳、硫酰氟、亚硫酰氟、十氟一氧化二硫并作为资料性附录 A。

3 带有火焰离子化检测器的气相色谱仪检测六氟乙烷、八氟丙烷并作为资料性附录 B。

4 附录 A 和附录 B 为资料性附录。

5 原国家石油和化学工业局提出。

6 全国气体标准化技术委员会 (CSBTS/TC 206) 归口。

7 起草单位: 中核红华特种气体股份有限公司、西南化工研究设计院起草, 光明化工研究设计

8 主要起草人: 杜伟华、张奎、贺国武、张军、何道善。

9 首次发布。

电子工业用气体 六氟化硫

分子式:SF₆。

分子量:146.05(按 1999 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了电子工业用气体六氟化硫产品的技术要求、分析方法、检验规则以及包装、标志、运

全要求。
适用于硫与氟反应生成并经精制和纯化制备的高纯度六氟化硫。该产品主要用作等离子蚀

用文件

标准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
(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
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。

危险货物包装标志

3 钢质无缝气瓶(neq ISO 4705)

832.1 气体中微量水分的测定 电解法

832.2 气体中微量水分的测定 露点法

1 气瓶颜色标记

984.1 碳氢化合物的测定 第一部分:气体中一氧化碳、二氧化碳和甲烷的测定 气相色谱

1640 铝合金无缝气瓶

22—1989 工业六氟化硫(neq IEC 376A:1973)

全监察规程》

业用气体六氟化硫应符合表 1 要求。

表 1 技术指标

项 目 名 称	指 标
空气的体积分数/ 10^{-2}	≤ 99.99
四氟化碳(CF ₄)的体积分数/ 10^{-6}	≤ 50.0
湿度(H ₂ O)的体积分数/ 10^{-6}	≤ 8.0
酸度(以 HF 计)的体积分数/ 10^{-6}	≤ 1.0
可水解氟化物(以 HF 计)的体积分数/ 10^{-6}	≤ 1.0
其他杂质(CO ₂ 、C ₂ F ₆ 、C ₃ F ₈ 、SO ₂ F ₂ 、S ₂ OF ₂ 、S ₂ OF ₁₀)的体积分数/ 10^{-6}	≤ 15.0
杂质总和的体积分数/ 10^{-6}	≤ 100
颗粒	由供需双方商定

4 分析方法

4.1 六氟化硫纯度的计算

六氟化硫纯度按(1)式计算:

$$\phi = 100 - (\phi_1 + \phi_2 + \phi_3 + \phi_4 + \phi_5 + \phi_6) \quad \cdots \cdots (1)$$

式中:

ϕ ——六氟化硫纯度的体积分数, 10^{-2} ;

ϕ_1 ——空气的体积分数, 10^{-6} ;

ϕ_2 ——四氯化碳的体积分数, 10^{-6} ;

ϕ_3 ——水分的体积分数, 10^{-6} ;

ϕ_4 ——酸度的体积分数, 10^{-6} ;

ϕ_5 ——可水解氟化物的体积分数, 10^{-6} ;

ϕ_6 ——质的体积分数, 10^{-6} 。

、碳、硫酰氟、亚硫酰氟、十氟一氧化二硫含量的测定

器(TCD)和火焰光度检测器(FPD)串联流程(参见附录 A)的气相色谱仪测定六氟化碳、硫酰氟(SO_2F_2)、亚硫酰氟(S_2OF_2)、十氟一氧化二硫(S_2OF_{10})含量。试样通过色谱。用热导检测器检测空气、四氯化碳;用火焰光度检测器检测 SO_2F_2 、 S_2OF_2 、 S_2OF_{10} 。

器和火焰光度检测器的气相色谱仪,要求该仪器检测限:TCD: 5.0×10^{-6} (体积分数) D: 0.5×10^{-6} (体积分数)(对 SO_2F_2 、 S_2OF_2 、 S_2OF_{10})。

10×10^{-6} (体积分数); CF_4 : $(10 \sim 20) \times 10^{-6}$ (体积分数); SO_2F_2 、 S_2OF_2 、 S_2OF_{10} 各组分 10^{-6} (体积分数)和 $(15 \sim 30) \times 10^{-6}$ (体积分数)两种含量;不确定度为 20%。平衡气与载

参见附录 A 中 A.4。

、

氟化碳含量的计算

含量的计算采用外标法,按(2)式计算:

$$\phi = \frac{A_i}{A_s} \times \phi_s \quad \cdots \cdots (2)$$

品和标样的体积分数;

样品和标样的峰面积。

其含量以二次平行测定结果之差 不大于 20%,取其算术平均值为测试结果。

4.2.5.2 硫酰氟、亚硫酰氟、十氟一氧化二硫含量的计算

SO_2F_2 、 S_2OF_2 、 S_2OF_{10} 的含量按(3)式计算:

$$\log R = \log \phi_s + \log K \quad \cdots \cdots (3)$$

式中:

R ——响应值;

ϕ_s —— SO_2F_2 、 S_2OF_2 、 S_2OF_{10} 的浓度;

K ——与仪器操作条件有关的常数。

4.3 二氧化碳含量的测定

应符合 GB/T 8984.1 的规定。

4.4 六氟乙烷(C₂F₆)、八氟丙烷(C₃F₈)含量的测定

4.4.1 原理

采用配有火焰离子化检测器的气相色谱仪测定六氟化硫中的六氟乙烷、八氟丙烷。

4.4.2 仪器要求

带有火焰离子化检测器的气相色谱仪,要求该仪器检测限:对每种杂质均为 0.5×10^{-6} (体积分数)。

4.4.3 标样

C₂F₆、C₃F₈ 均为 $(1 \sim 5) \times 10^{-6}$ (体积分数),不确定度为 20%。平衡气与载气相同。

4.4.4 测定方法

测试操作步骤参见附录 B。

1) 计算

4.2.5.1 的规定执行。

1) 定

;

3/T 5832.1 的规定。

;

3/T 5832.2 的规定。

1) 定

3 12022—1989 中 4.4 的规定。

1) 化物的测定

3 12022—1989 中 4.5 的规定。



上海众薏
TEL: 19512203447

同一生产线稳定生产的六氟化硫构成一批,每批产品不超过 40 瓶。

批产品均应随机抽取 1 个样品检测表 1 全部项目,按表 2 规定检测 CF₄、SO₂F₂、S₂OF₂、
2F₆、C₃F₈。

表 2 气瓶抽样检测规定

每批产品气瓶数	最少测试气瓶数
1	—
2~10	2
11~15	3
16~20	4
21~25	5
26~30	6
31~35	7
36~40	8

5.3 空气、水分实施全检,剔除不合格瓶。

5.4 电子工业用气体六氟化硫应由生产厂质量检验部门检验,确保产品符合本标准要求。

5.5 抽样检验结果除空气、水分外若有一项不符合本标准要求时,应加倍抽样检验,其复验结果只要有

GB/T 18867—2002

一项不符合本标准要求,则判整批产品不能验收。

6 包装、标志、运输、贮存

6.1 包装、标志

6.1.1 电子工业用气体六氟化硫应充装在经过特殊处理的洁净、干燥的气瓶中,气瓶技术条件须符合 GB 5099 或 GB 11640 的规定。

6.1.2 气瓶设计公称工作压力为 15.0 MPa 时,充装系数不大于 1.33 kg/L;气瓶设计公称工作压力为 8 MPa 时,充装系数不大于 1.17 kg/L;气瓶应带有安全帽和防震胶圈。

6.1.3 产品标志须注明下列内容:

- a) 企业名称和产品名称及商标;
- b) 产品批次、生产日期、主要成分及含量;
- c) 本标准编号。

有危险货物标志及等级并符合 GB 190 的规定。

其余应符合 GB 7144 的规定。

应符合《气瓶安全监察规程》中的有关规定。

应于阴凉、干燥、通风的库房内,严禁曝晒,远离热源、油污环境,定期用卤素检漏仪检查、



上海众勤
TEL: 19512203447

附录 A (资料性附录)

六氟化硫中空气、四氟化碳、硫酰氟、亚硫酰氟、十氟一氧化二硫含量的测定

A.1 总述

本附录给出了用气相色谱仪来测定六氟化硫中空气、四氟化碳、硫酰氟、亚硫酰氟、十氟一氧化二硫含量的气相色谱流程图、操作条件和操作步骤。

A.2 色谱仪

本标准推荐采用热导检测器(TCD)和火焰光度检测器(FPD)串联流程(见图 A.1)的气相色谱仪来测定有关组分的含量。

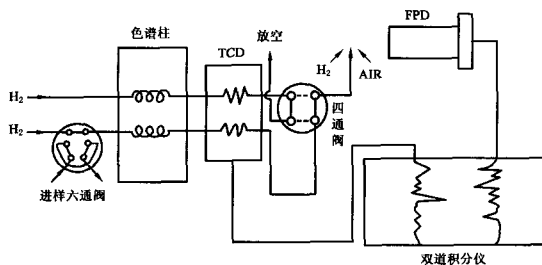


图 A.1 TCD 与 FPD 串联流程图

氢气,纯度的体积分数 $\geq 99.999\%$ 。

进样量

色谱柱:长 4 m、内径 3 mm~4 mm 的不锈钢管,内装颗粒度为 0.3 mm~0.6 mm 的硅胶或
 胶柱使用前,在 120℃ 左右老化 4 小时以上,以满足要求。

操作条件见表 A.1。

表 A.1

热导检测器(TCD)	火焰光度检测器(FPD)
温度: 45℃	火焰光度检测器温度: 220℃ ± 10℃
压力: 左右	FPD 高压: -700 V
进样量: 1 mL	补氢流速: 40 mL/min 左右
载气流速: 氢气 40 mL/min 或适合分离的载气流速	补空气流速: 50 mL/min 左右

A.3.3 标样:应符合 4.2.3 的规定。

A.4 操作步骤

A.4.1 按仪器使用说明书操作条件开启仪器直至稳定。

A.4.2 测定

GB/T 18867—2002

- A.4.2.1 用死体积小、针形取样阀通过金属管道将仪器进样口与钢瓶紧密相联，用待测气充分置换系统，用定量六通阀进样，记录保留时间和峰面积。重复测定，前后二次平行测定结果之差不大于20%。
- A.4.2.2 按分析标样相同的条件和方法进待测样品，记录保留时间和峰面积。根据标样相对保留值定性，用热导检测器检测时，出峰顺序为：空气、 CF_4 、 SF_6 ；待六氟化硫峰结束后用四通阀切换其余组分至火焰光度检测器检测，出峰顺序为： SO_2F_2 、 SOF_2 、 S_2OF_{10} 。其典型色谱图见图 A.2。

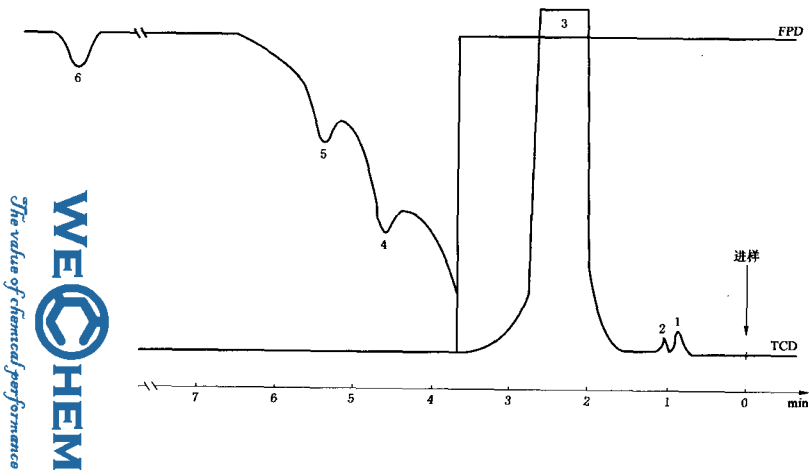


图 A.2 典型色谱图

[
5 的规定。

上海众薏
TEL: 19512203447

附 录 B

(资料性附录)

六氟化硫中六氟乙烷、八氟丙烷含量的测定

B.1 总述

本附录给出了用气相色谱仪测定六氟化硫中六氟乙烷(C_2F_6)、八氟丙烷(C_3F_8)含量的仪器、操作条件和操作步骤。

B.2 色谱仪

带有火焰离子化检测器,要求该仪器检测限:对每种杂质均为 0.5×10^{-6} (体积分数)。

柱:

在 Carboxen 100 0.15 mm ~ 0.25 mm 涂上 1% 的 SP-1000, 柱长 7.3 m、内径 3 mm ~ 3.2 mm, 或等效色谱柱。

流量: 氮气, 40 mL/min 左右。

气: 按仪器说明书规定调整流量。

条件: 温度: 检测器 150℃ 左右, 色谱柱 45℃ 左右。进样量: 1 mL。

应符合 4.4.3 的规定。

果

使用说明书操作条件开启仪器直至稳定。

用体积小、针形取样阀通过金属管道将仪器进样口与钢瓶紧密相联, 用待测气充分置换进样阀, 记录保留时间和峰面积。重复测定, 前后二次平行测定结果之差不大于 20%。

分析标样相同的条件和方法进待测样品, 记录保留时间和峰面积。根据标样相对保留值定性和定量检测器检测时, 出峰顺序为: C_2F_6 、 C_3F_8 , 其典型色谱图见图 B.1。

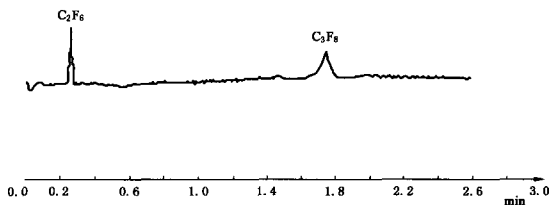


图 B.1 典型色谱图

B.5 结果的计算

应符合 4.2.5 的规定。