

GB/T 14601—1993 电子工业用气体 高纯氨

1 主题内容与适用范围

本标准规定了电子工业用气体高纯氨的技术要求，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。

本标准适用于瓶装高纯氨。该产品主要用于半导体工业，氮化硅的化学气相淀积，也可用于硅或氧化硅的氮化。

分子式：NH₃

相对分子质量：17.031（按 1989 年国际相对原子质量）

2 引用标准

- GB 190 危险货物包装标志
- GB 5099 钢质无缝气瓶
- GB 5831 气体中微量氧的测定 比色法
- GB 6285 气体中微量氧的测定 电化学法
- GB 7144 气瓶颜色标志
- GB 7445 氢气
- GB 8980 高纯氮
- GB 8984 气体中一氧化碳、二氧化碳和甲烷的测定 气相色谱法
- GB 10625 高纯氨中微量氮的测定 电子迁移气相色谱法
- GB 14606 气体中总烃的测定 火焰离子化检测法

3 技术要求

电子工业用气体高纯氨的质量应符合下表的技术要求。

项 目	指 标
氨的纯度，10 ⁻²	99.999
氧含量，10 ⁻⁶ <	2
氮含量，10 ⁻⁶ <	5
一氧化碳含量，10 ⁻⁶ <	1
烃（C ₁ ~C ₃ ）含量，10 ⁻⁶ <	1
水含量，10 ⁻⁶ <	5
总杂质含量，10 ⁻⁶ <	10

注：纯度及含量均以体积分数表示。

4 检验方法

4.1 氨纯度的测定

按式（1）计算氨的纯度。

$$\varphi = 100 - (\varphi_1 + \varphi_2 + \varphi_3 + \varphi_4 + \varphi_5) \times 10^{-4} \dots\dots\dots (1)$$

式中：φ——氨的纯度，10⁻²；

φ₁——氧含量，10⁻⁶；

- φ_2 —— 氮含量, 10^{-6} ;
 φ_3 —— 一氧化碳含量, 10^{-6} ;
 φ_4 —— 烃 ($C_1 \sim C_3$) 含量, 10^{-6} ;
 φ_5 —— 水含量, 10^{-6} ;

4.2 氧含量的测定

4.2.1 按 GB 5831 的规定进行测定。

4.2.2 按 GB 6285 的规定进行测定。

注: 4.2.1 及 4.2.2 两种方法具有同等效力。

4.3 氮含量的测定

按 GB 10625 的规定进行测定。在测定之前, 需要在检测器前串联一根长 30 cm、内径 3 mm 的 3A 分子筛 (0.25 ~ 0.20mm) 柱。

4.4 一氧化碳含量的测定

按 GB 8984 的规定进行测定。色谱柱改用串联柱: 长 20cm、内径 3mm 的 3A 分子筛 (0.25 ~ 0.20mm) 柱串联一根长 30cm、内径 3mm 的活性炭 (0.40 ~ 0.25mm) 柱。采用以氮为底气标准混合气。

4.5 烃 ($C_1 \sim C_3$) 含量的测定

按 GB 14606 的规定进行测定。色谱柱改用长 30cm、内径 3mm 的 3A 分子筛 (0.25 ~ 0.20mm) 柱。采用以氮为底气标准混合气。

4.6 水含量的测定

4.6.1 方法原理

氮气以恒定的流量通过碳化钙反应管, 在这里水与碳化钙反应生成乙炔, 随后进入带有氢焰离子化检测器的气相色谱仪测定乙炔的浓度, 并计算水的含量。反应式为:



4.6.2 仪器

带氢焰离子化检测器的气相色谱仪。仪器对乙炔的最低检测量应小于 0.2×10^{-6} (V/V)。色谱示意图见附录 A (参考件)。

4.6.3 碳化钙及反应管的准备

4.6.3.1 碳化钙的准备

在干燥的环境中将碳化钙粉碎过筛 (尽量避免与湿气接触), 筛取 0.80 ~ 0.25mm 的碳化钙贮于玻璃容器中, 用橡胶塞密封, 橡胶塞上打一个 6 mm 小孔, 并用短玻璃棒塞住备用。

4.6.3.2 反应管及其装填

反应管长 24cm、厚约 1mm 的玻璃管, 中间部分外径 8mm。一端外径 4mm、长 3cm, 另一端外径 6mm、长 3cm。

用少量玻璃纤维塞入反应管外径 4 mm 的一端, 另一端插入贮存碳化钙的玻璃容器的橡胶塞孔中, 倒转容器, 轻轻拍打反应管, 直到填满, 平放反应管, 小心取下容器, 重新塞好。反应管用玻璃纤维塞好, 两端用橡皮塞封住备用。

4.6.3.3 反应管装填时, 操作要迅速, 尽可能在干燥环境中进行。

4.6.3.4 反应管应在使用时装填。当反应管中有 1/3 的碳化钙变成白色粉末时, 应重新装填。

4.6.3.5 反应管与系统之间的联接采用聚四氟乙烯管。

4.6.3.6 根据不同情况，反应管的尺寸允许改变。

4.6.4 操作参考条件

4.6.4.1 载气：氮，GB 8980 中的合格品，流量为 35 mL/min；

4.6.4.2 燃烧气：氢，GB 7445 中的纯氢，流量为 35 mL/min；

4.6.4.3 助燃气：空气，无油和水，流量为 400 mL/min；

4.6.4.4 色谱柱：长 2 m，内径 3 mm 的不锈钢管，内装 0.25 ~ 0.20 mm 的 3A 分子筛，在 380 °C 下通氩气活化 4 h；

4.6.4.5 色谱柱温度：70 °C；

4.6.4.6 氢焰离子室温度：100 °C；

4.6.4.7 碳化钙反应管：见 4.6.3.2，反应管温度为室温；

4.6.4.8 取样流量：500 ~ 600 mL/min；

4.6.4.9 记录仪：1 ~ 5 mV。

4.6.5 标准混合气的规定

标准混合气以氮为底气，乙炔含量应与待测样中水转化成乙炔的含量接近。标准混合气应具有国家标准化行政主管部门批准的编号。

4.6.6 测定步骤

4.6.6.1 仪器准备

按仪器使用说明书及操作条件开启仪器，严格试漏，以保证气密性，直到仪器稳定。

4.6.6.2 定标

将标准混合气气瓶经针形阀及金属管道与仪器紧密连接，打开瓶阀及针形阀，充分置换取样系统，切换六通阀进样，测定并记录乙炔的峰面积 A_2 （或峰高 h_2 ）。

4.6.6.3 样品测定

将样品气经针形阀，聚四氟乙烯管接头与碳化钙反应管和仪器紧密连接，打开瓶阀及针形阀，调节流量至 500 ~ 600 mL/min，在恒定温度下吹洗 30 min 使反应管内建立平衡，然后切换六通阀进样，测定并记录乙炔的峰面积 A_1 （或峰高 h_1 ）。

4.6.7 结果计算

4.6.7.1 水含量按式（2）计算：

$$\varphi_1 = \frac{2A_1}{1.4A_2} \times \varphi_2 \text{ (或 } \varphi_1 = \frac{2h_1}{1.4h_2} \text{)} \times \varphi_2 \dots\dots\dots (2)$$

式中： φ_1 —— 样品气中水的含量， 10^{-6} (V/V)；

φ_2 —— 标准混合气中乙炔的含量， 10^{-6} (V/V)；

A_1 （或 h_1 ）—— 样品气中乙炔的峰面积（或峰高）， mm^2 （或 mm）；

A_2 （或 h_2 ）—— 标准混合气中乙炔的峰面积（或峰高）， mm^2 （或 mm）；

1.4—— 以氮为底气的标准混合气换算成以氦为底气的换算系数；

2—— 水含量等于所测得的乙炔含量的 2 倍。

4.6.7.2 三次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对偏差不得大于 20 %。

5 检验规则

5.1 出厂产品应由生产厂的质量监督部门按本标准的规定进行验收检验，保证出厂产品符合本标准规定的要求。

5.2 电子工业用气体高纯氨应逐瓶检验，检验结果若有一项指标不符合本标准要求时，则该瓶产品为不合格品。

5.3 用户有权按本标准规定的要求进行验收。

5.4 当供需双方对产品质量发生异议时，可由双方共同验收，或提请仲裁。

6 标志、包装、贮存和运输

6.1 气瓶的使用、贮存和运输应符合《气瓶安全监察规程》和《危险货物运输规则》等有关的规定。

6.2 气瓶的颜色和包装标志应符合 GB 7144 和 GB 190 的规定。气瓶上应标上“电子工业用气体高纯氨”的字样。

6.3 电子工业用气体高纯氨采用普通气瓶包装，气瓶瓶阀应为钢质，不允许使用铜或铜合金制成的阀门。气瓶的公称工作压力不得小于 3 MPa。

6.4 瓶装高纯氨以液态形式存在，称重计量，充装系数为 0.53 kg/l。

6.5 充装高纯氨的气瓶瓶阀及瓶颈螺纹连接处不得泄漏，并必须戴好安全帽。

6.6 返回生产厂的空瓶，应留有余压。

6.7 出厂产品必须附有合格证书，其内容包括：

- a. 生产厂名称；
- b. 产品名称；
- c. 气瓶瓶号；
- d. 生产日期；
- e. 产品净重 (kg)；
- f. 执行标准代号。

7 安全要求

7.1 氨是无色有刺激臭味，能伤害人的眼睛和呼吸器官的物质，在使用时应戴好口罩、橡胶手套及防护眼镜，防止人身与氨接触，以免烧伤。

7.2 氨是可燃易爆性物质，它与空气或氧气混合达到一定浓度，就有发生爆炸的危险。

7.3 在使用氨的环境中不能有明火。

7.4 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。

附录 A
 色谱示意图

(参考件)

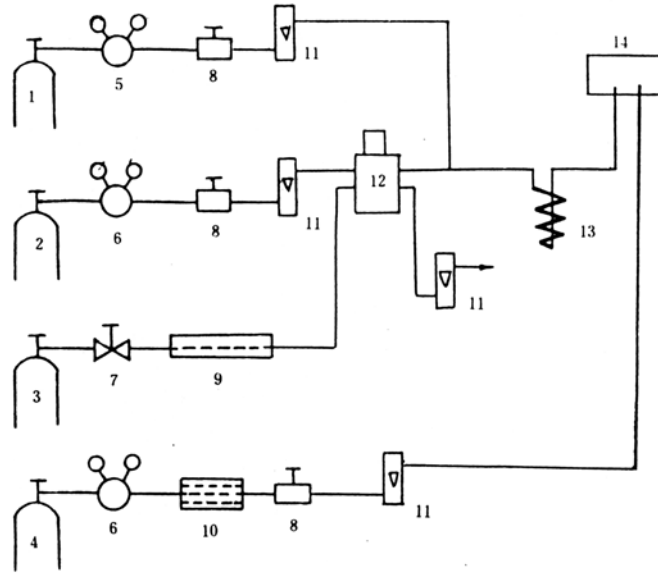


图 A1

- 1—氢气；2—氮气；3—样品气；4—空气；5—氢气表；6—氧气表；7—针形阀；
 8—稳压阀；9—碳化钙反应管；10—干燥净化管；11—流量计；12—六通阀；
 13—色谱柱；14—氢焰离子化检测器