

中华人民共和国国家标准

GB/T 14604—93

电子工业用气体 氧

Gases for electronic industry—Oxygen

1 主题内容与适用范围

本标准规定了电子工业用气体氧和散装液态氧的技术要求,检验方法,检验规则及产品的包装、标志、运输、贮存及安全要求。

电子工业用氧主要用于二氧化硅化学气相淀积,用作氧化源和生产高纯水的反应剂,用于等离子体蚀刻和剥离。也可用于光导纤维。

分子式:O₂

相对分子质量:31.999(1989年国际相对原子质量表)

2 引用标准

- GB 190 危险货物包装标志
- GB 3863 工业用气态氧
- GB 4844 氮气
- GB 5099 钢质无缝气瓶
- GB 5832.2 气体中微量水的测定 露点法
- GB 6680 液体化工产品采样通则
- GB 6681 气体化工产品采样通则
- GB 7144 气瓶颜色标记
- GB 7445 氢气
- 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 8991 气体中微量氢的测定 气相色谱法
- GB/T 14605 氧气中微量氢、氮和氦含量的测定气相色谱法
- GB/T 14606 气体中总烃的测定 火焰离子化检测法

3 技术要求

电子工业用气体氧的质量应符合下表的要求

项 目	指 标		
	超大规模集成电路级	半导体及集成电路级	电子级和散装液态氧
氧纯度,10 ⁻² ≥	99.985 3	99.5	99.5
氮含量,10 ⁻⁶ ≤	1	1	1
氩含量,10 ⁻⁶ ≤	100	—	—

国家技术监督局1993-08-26批准

1994-07-01实施

续表

项 目	指 标		
	超大规模集成电路级	半导体及集成电路级	电子级和散装液态氧
氮含量, 10^{-6} \leq	30	100	100
一氧化碳含量, 10^{-6} \leq	1	—	—
二氧化碳含量, 10^{-6} \leq	1	—	—
一氧化碳和二氧化碳含量, 10^{-6} \leq	—	5	5
总烃含量(以甲烷计), 10^{-6} \leq	1	5	25
氧化亚氮含量, 10^{-6} \leq	1	2	2
氩含量, 10^{-6} \leq	10	—	—
水含量, 10^{-6} \leq	2	2	2
总杂质含量(包括稀有气体), 10^{-6} \leq	147	5 000	5 000

注：① 本标准不包括对颗粒的技术要求，该技术要求由供需双方商定。

② 纯度及含量均以体积分数表示。

4 检验方法

4.1 采样

4.1.1 瓶装气态氧的采样应符合 GB 6681 的规定。采样应用针形阀和金属管直接从样品瓶中采样，不得转移。

4.1.2 管道输送的气体氧，采样时尽可能使用短的金属管将样品气直接送入分析仪。

4.1.3 液态氧的采样应符合 GB 6680 的规定。液态氧必须从液相取样并保证使液态氧完全气化后恢复到常温方能进样。

4.2 氧气纯度的测定

4.2.1 超大规模集成电路级氧纯度的测定

用扣除杂质含量的差减法，按式(1)计算氧的纯度(V/V)：

$$\varphi = 100 - (\varphi_1 + \varphi_2 + \varphi_3 + \varphi_4 + \varphi_5 + \varphi_6 + \varphi_7 + \varphi_8 + \varphi_9) \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： φ ——氧的纯度, 10^{-2} ；

φ_1 ——氢含量, 10^{-6} ；

φ_2 ——氩含量, 10^{-6} ；

φ_3 ——氮含量, 10^{-6} ；

φ_4 ——一氧化碳含量, 10^{-6} ；

φ_5 ——二氧化碳含量, 10^{-6} ；

φ_6 ——总烃含量, 10^{-6} ；

φ_7 ——氧化亚氮含量, 10^{-6} ；

φ_8 ——氩含量, 10^{-6} ；

φ_9 ——水含量, 10^{-6} 。

4.2.2 半导体及集成电路级, 电子级和散装液态级氧纯度的测定

按 GB 3863 中 3.1 规定的方法进行测定。

4.3 氢含量的测定

按 GB 8991 的规定进行测定。

4.4 氫、氮及氮含量的測定

按 GB/T 14605 中的規定進行測定。

4.5 一氧化碳和二氧化碳的測定

按 GB 8984 的規定進行測定。

4.5.1 測定一氧化碳時，吸附劑採用 0.25~0.20 mm 的 13X 分子篩，在 350℃ 下通氫氣活化 4 h；色譜柱溫度為 50℃；進樣量為 3 mL；最低檢測量為 0.5×10^{-6} (V/V)。

4.5.2 測定二氧化碳時，採用長 40 cm、內徑 2 mm 的不銹鋼管柱，內裝 0.20~0.15 mm 的 TDX，在 130℃ 下通氫氣活化 4 h；色譜柱溫度為 40℃；進樣量為 3 mL。

4.5.3 允許採用預切割除氧法測定一氧化碳和二氧化碳的含量。

4.6 總烴含量的測定

按 GB/T 14606 的規定進行測定。

4.7 水含量的測定

按 GB 5832.2 的規定進行測定。

4.8 氧化亞氮含量的測定

4.8.1 方法及原理

採用氮離子化氣相色譜法。

本方法基於潘寧效應原理。載氣氮進入檢測器時，在氚源輻射的 β 粒子作用下，部分氮原子被激發到亞穩態。樣品氣經色譜柱分離後隨載氣一起進入檢測器，當樣品中含有電離能比亞穩態氮原子的激發能低的組分時，該組分即與亞穩態氮原子發生碰撞而被電離，在外加電場作用下，形成離子流，在一定範圍內，輸出的離子流與該組分濃度成正比。

4.8.2 儀器

帶有氮離子化檢測器的氣相色譜儀。要求該儀器對氧化亞氮的最低檢測量為 0.5×10^{-6} 。

4.8.3 操作參考條件

4.8.3.1 載氣：氮氣，GB 4844 中的高純氮，流量為 30~40 mL/min。

4.8.3.2 操作氣：氮氣，GB 4844 中的純氮一級品，主機壓力表示值 0.3 MPa。

4.8.3.3 滲雜氣：氫氣，GB 7445 中的高純氫，主機壓力表示值 0.05 MPa。

4.8.3.4 色譜柱：長 4 m、內徑 3 mm 的不銹鋼管，內裝 0.20~0.15 mm 的 porapak R，在 180℃ 下通氫氣或氮氣活化 4 h。

4.8.3.5 色譜柱溫度：30℃。

4.8.3.6 極化電壓：500~600 V。

4.8.3.7 記錄儀：1~2.5 mV。

4.8.3.8 進樣量：1.5 mL。

4.8.4 標準混合氣的規定

標準混合氣以氧為底氣，組分含量應與待測組分含量接近。標準混合氣應具有國家標準化行政主管部門批准的編號。

4.8.5 操作步驟

4.8.5.1 按儀器使用說明書及操作條件開啟儀器直至穩定。

4.8.5.2 將樣品氣經針形閥及金屬管道與儀器緊密連接，開啟樣品氣瓶閥，用針形閥調節流量，充分置換取樣系統後切換六通閥進樣，測出峰面積 A_1 (或峰高 h_1)。

4.8.5.3 將符合 4.8.4 規定的標準混合氣經針形閥及金屬管道與儀器緊密連接，按 4.8.5.2 操作，測出峰面積 A_2 (或峰高 h_2)。

4.8.6 結果計算

4.8.6.1 氧化亞氮含量 (V/V) 按式 (2) 計算：