



中华人民共和国国家标准

GB/T 16943—2009
代替 GB/T 16943—1997

电子工业用气体 氦

Gas for electronic industry—Helium

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 发布
中国国家标准化管理委员会



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
电子工业用气体 氮
GB/T 16943—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 12 千字
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-39320 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 16943—2009

前 言

本标准代替 GB/T 16943—1997《电子工业用气体 氮》。

本标准与 GB/T 16943—1997 相比主要变化如下：

- 修改氮的适用范围(GB/T 16943—1997 的第 1 章,本版的第 1 章);
- 修改规范性引用文件(GB/T 16943—1997 的第 2 章,本版的第 2 章);
- 修改技术指标内容:增加一类产品纯度和杂质含量(GB/T 16943—1997 的第 3 章,本版的第 3 章);
- 修改瓶装氮抽样方法(GB/T 16943—1997 的 4.1,本版的 4.1.1);
- 增加集装阁装、大容积钢质无缝气瓶装和杜瓦罐装氮产品并规定检验方法(见 4.1.1);
- 增加管道输送的氮产品并规定检验方法(见 4.1.2);
- 增加氮的采样安全要求(见 4.1.3);
- 增加新的分析方法:增加用氮放电离子化气相色谱法测定氮中的氧、一氧化碳和二氧化碳组分;增加其他方法测定总烃含量;当出现多种分析方法时,增加规定仲裁方法(见 4.3);
- 修改水分的测定方法(GB/T 16945—1997 的 4.5,本版的 4.5);
- 修改标志、包装、贮运及安全(GB/T 16943—1997 的第 5 章,本版的第 5 章);
- 增加安全要求(见 5.6);
- 增加规范性附录 A,并把采用氮离子化气相色谱法测定氮中的氧、氮、一氧化碳和二氧化碳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材料和设备标准化技术委员会提出。

本标准由全国半导体材料和设备标准化技术委员会气体分会归口。

本标准起草单位:西南油气田分公司成都天然气化工总厂、北京氮普北分气体工业有限公司、西南化工研究设计院。

本标准主要起草人:刘泽军、付永成、赵俊秀、周鹏云。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 16943—1997。

电子工业用气体 氮

1 范围

本标准规定了氮的技术要求,试验方法以及包装、标志、贮运及安全。

本标准适用于以深冷法从天然气、空气和工厂弛放气中提取的气态和液态氮,以及经纯化方法得到的氮。它们在半导体制造中用作清洗气、加压气,也用作载气和保护气等。

分子式:He。

相对分子质量:4.003(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 工业用化工产品采样安全通则

GB 5099 钢质无缝气瓶

GB/T 5832.1 气体中湿度的测定 电解法

GB/T 6285 气体中微量氧的测定 电化学法

GB 7144 气瓶颜色标志

GB/T 8984 气体中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物的测定 气相色谱法

GB 14194 永久气体气瓶充装规定

GB 16912 深度冷冻法生产氧气及相关气体安全技术规程

气瓶安全监察规程

压力容器安全监察规程

压力管道安全管理与监察规定

3 技术要求

3.1 氮的质量应符合表 1 的要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
氮气(He)纯度(体积分数)/10 ⁻² ≥	99.999 9 99.999 5
一氧化碳(CO)和二氧化碳(CO ₂)总含量(体积分数)/10 ⁻⁶ <	一氧化碳:0.1
	二氧化碳:0.1
氮(N ₂)含量(体积分数)/10 ⁻⁶ <	0.5 2
氧(O ₂)含量(体积分数)/10 ⁻⁶ <	0.2 0.5
总烃(以甲烷计)含量(体积分数)/10 ⁻⁶ <	0.1 0.5
水分(H ₂ O)含量(体积分数)/10 ⁻⁶ <	0.2 0.5
杂质总含量(体积分数)/10 ⁻⁶ ≤	1 5
颗粒	供需双方商定 供需双方商定

3.2 液态氮的水分应气化后测定。

4 试验方法

4.1 抽样、判定和复验

4.1.1 瓶装、集装罐装、大容积钢质无缝气瓶装和杜瓦罐装氮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氮产品符合本标准技术要求。

4.1.2 对稳定生产的管道输送的氮由供需双方确定抽样方案。企业应确保管道输送的氮产品符合本标准技术要求。

4.1.3 氮采样安全应符合 GB/T 3723 的相关规定。

4.2 氮纯度

氮纯度按式(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 ——氮纯度(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+二氧化碳含量(体积分数), 10^{-6} ;

Φ_4 ——总烃(以甲烷计)含量(体积分数), 10^{-6} ;

Φ_5 ——水分含量(体积分数), 10^{-6} 。

4.3 氧、氮、一氧化碳和二氧化碳的测定

4.3.1 氧、氮、一氧化碳和二氧化碳的测定见附录 A。

4.3.2 允许按 GB/T 6285 规定的方法或其他等效的方法测定氮中的微量氧。当测定结果有异议时,以 4.3.1 规定的方法为仲裁方法。

4.3.3 允许按 GB/T 8984 规定的方法或其他等效的方法测定氮中的微量一氧化碳和二氧化碳。当以上测定结果有异议时,以 4.3.1 规定的方法为仲裁方法。

仪器检测限: 0.05×10^{-6} (体积分数)。

4.3.4 允许采用其他等效的方法测定电子工业用气体氮中氮含量。当测定结果有异议时,以 4.3.1 规定的方法为仲裁方法。

4.4 总烃(以甲烷计)的测定

按 GB/T 8984 规定的方法或其他等效的方法测定氮中的微量总烃含量。当以上测定结果有异议时,以 GB/T 8984 规定的方法为仲裁方法。

仪器检测限: 0.05×10^{-6} (体积分数)。

4.5 气体标准样品

气体标准样品中的组分含量为 $(1 \sim 5) \times 10^{-6}$ (体积分数),平衡气为氮。

4.6 水分含量的测定

按 GB/T 5832.1 执行。

仪器检测限: 0.05×10^{-6} (体积分数)。

允许采用其他等效的方法测定氮中水分含量。当测定结果有异议时,以 GB/T 5832.1 规定的方法为仲裁方法。

5 标志、包装、贮运及安全

5.1 氮气瓶应符合 GB 5099 的规定,气瓶颜色标记应符合 GB 7144 的规定。运输时,氮气瓶上应附有

GB 190—2009 中第 3 章指定的标志。

5.2 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。

5.3 包装容器上应标明“电子氮”字样。

5.4 充装、贮运

5.4.1 瓶装氮应符合 GB 14194 以及《气瓶安全监察规程》的相关规定。

5.4.2 管道输送的气态氮应符合《压力管道安全管理与监察规定》。

5.5 瓶装氮的成品压力在 20℃ 时不低于 13.5 MPa。用于测量的压力表精度不低于 2.5 级。

5.6 返厂氮气钢瓶的余压不应低于 0.2 MPa。余压不符合要求的气瓶,水压试验后的气瓶以及新气瓶等在充装前应按规定要求进行加热、抽空和置换。

5.7 氮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,成品压力或充装量,产品技术指标;
- 本标准标准号及产品等级,检验员号。

5.8 安全要求

5.8.1 氮的生产、使用以及贮运应符合 GB 16912、《气瓶安全监察规程》、《压力容器安全监察规程》等相关规定。

5.8.2 在氮气中,人有被窒息的危险。因此在氮有可能泄漏或氮含量有可能增加的地方应设置通风装置。液态氮属低温液体,操作不当可造成冻伤,应采取防冻措施。

5.8.3 电子工业用氮的生产企业应为顾客提供安全技术说明书。

6 氮气在 20℃、101.3 kPa 状态下的体积计算

6.1 瓶装氮气的体积计算

6.1.1 气瓶中氮气的体积按式(2)计算:

$$V = KV_1 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——20℃、101.3 kPa 状态下,氮气的体积,单位为立方米(m^3);

V_1 ——气瓶的水容积,单位为升(L);

K ——氮气体积换算系数,见表 2。

6.1.2 体积换算系数 K 值按式(3)计算:

$$K = \left(\frac{P}{0.1013} + 1 \right) \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{10^{-3}}{Z} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

P ——气瓶内气体压力,单位为兆帕(MPa);

t ——测量压力时,气瓶内气体温度,单位为摄氏度(℃);

Z ——温度为 t 时,氮气的压缩系数。

6.1.3 在不同压力、温度下氮气的体积换算系数 K 值列于表 2。

表 2 在不同压力、温度下氮气的体积换算系数 K

温度/℃	压力/MPa													
	9.8	10.3	10.8	11.3	11.8	12.3	12.7	13.2	13.7	14.2	14.7	15.2	15.7	16.2
-40	0.117	0.123	0.128	0.134	0.139	0.144	0.149	0.154	0.160	0.164	0.170	0.174	0.179	0.184
-35	0.115	0.120	0.126	0.131	0.136	0.141	0.146	0.151	0.156	0.161	0.166	0.171	0.176	0.181
-30	0.113	0.118	0.123	0.128	0.134	0.138	0.144	0.149	0.154	0.158	0.163	0.168	0.173	0.178

表 2 (续)

温度/℃	压力/MPa													
	9.8	10.3	10.8	11.3	11.8	12.3	12.7	13.2	13.7	14.2	14.7	15.2	15.7	16.2
—25	0.111	0.116	0.121	0.126	0.131	0.136	0.141	0.146	0.151	0.156	0.160	0.165	0.170	0.174
—20	0.108	0.114	0.119	0.124	0.128	0.134	0.138	0.143	0.148	0.153	0.157	0.162	0.167	0.171
—15	0.106	0.112	0.116	0.121	0.126	0.131	0.136	0.141	0.145	0.150	0.155	0.159	0.164	0.168
—10	0.105	0.110	0.114	0.119	0.124	0.129	0.133	0.138	0.143	0.147	0.152	0.156	0.161	0.166
—5	0.103	0.108	0.112	0.117	0.122	0.126	0.131	0.136	0.140	0.145	0.149	0.154	0.158	0.163
0	0.101	0.106	0.110	0.115	0.120	0.124	0.129	0.133	0.138	0.142	0.147	0.151	0.156	0.160
5	0.099	0.104	0.108	0.113	0.118	0.122	0.127	0.131	0.136	0.140	0.144	0.149	0.153	0.157
10	0.098	0.102	0.107	0.111	0.116	0.120	0.125	0.129	0.133	0.138	0.142	0.146	0.151	0.155
15	0.096	0.100	0.105	0.109	0.114	0.118	0.123	0.127	0.131	0.136	0.140	0.144	0.148	0.152
20	0.094	0.099	0.103	0.108	0.112	0.116	0.121	0.125	0.129	0.133	0.138	0.142	0.146	0.150
25	0.093	0.097	0.102	0.106	0.110	0.114	0.119	0.123	0.127	0.131	0.136	0.140	0.144	0.148
30	0.091	0.096	0.100	0.104	0.108	0.113	0.117	0.121	0.125	0.129	0.133	0.138	0.142	0.146
35	0.090	0.094	0.098	0.103	0.107	0.111	0.115	0.119	0.123	0.127	0.131	0.135	0.139	0.143
40	0.088	0.093	0.097	0.101	0.105	0.109	0.113	0.117	0.122	0.126	0.129	0.133	0.137	0.141
45	0.087	0.091	0.095	0.100	0.104	0.108	0.112	0.116	0.120	0.124	0.128	0.132	0.135	0.139
50	0.086	0.090	0.094	0.098	0.102	0.106	0.110	0.114	0.118	0.122	0.126	0.130	0.133	0.137

6.2 液氮体积计算

液氮的质量换算为 20 ℃、101.3 kPa 状态下氮气的体积按式(4)计算:

$$V = m/0.1664 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

V ——氮气的体积,单位为立方米(m^3);

m ——液氮的质量,单位为千克(kg);

0.1664——20 ℃、101.3 kPa 状态下氮气的密度,单位为千克每立方米(kg/m^3)。

附录 A

(规范性附录)

电子工业气体氮中氧、氮、一氧化碳和二氧化碳的测定

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氮中氧、氮、一氧化碳和二氧化碳。

检测限： 0.01×10^{-6} (体积分数)。

A.2 原理

基于潘宁效应(Penning effect),即电子与稀有气体碰撞形成亚稳态原子,该亚稳态原子的激发能传递到样品分子或原子;如果样品分子或原子的电离电位(IP)小于亚稳态原子的激发电位,样品将通过碰撞被电离,使离子流增大。

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 色谱柱:色谱柱 I: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 5A 分子筛,或其他等效色谱柱。色谱柱 I 用于分析氮中氧、氮、和一氧化碳组分。

色谱柱 II:长约 0.5 m,内径 3 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.25 mm~0.40 mm 的色谱硅胶;或其他等效色谱柱。色谱柱 II 用于分析氮中二氧化碳组分。

A.3.4 气体标准样品

气体标准样品中的组分含量为 $(1 \sim 5) \times 10^{-6}$ (体积分数),平衡气为氮。

A.3.5 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 10×10^{-2} ,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。

氧、氮、一氧化碳和二氧化碳含量的计算采用外标法,按式(A.4)计算:

$$\phi_i = \frac{A_i(h_i)}{A_s(h_s)} \times \phi_s \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

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)。