



中华人民共和国国家标准

GB/T 17874—1999

电子工业用气体 三氯化硼

Gases for electronic industry—Boron trichloride



1999-09-16 发布



C200010310

2000-06-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
电 子 工 业 用 气 体
三 氯 化 硼
GB/T 17874—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 11 千字
2000 年 2 月第一版 2000 年 2 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066 · 1-16418 定价 8.00 元

*

标 目 400—50

前 言

本标准是根据我国三氯化硼的生产水平和实际使用情况而制定的,主要技术内容包括适用范围、技术要求、检验方法、检验规则、安全要求以及产品包装、标志、储存、运输等。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准于 1999 年 9 月 16 日首次发布。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由西南化工研究设计院归口。

本标准起草单位:光明化工研究设计院。

本标准参加起草单位:西南化工研究设计院、北京有色金属研究总院。

本标准主要起草人:张琳、赵敏、蔡体杰。

本标准参加起草人:朱心才、蒋文全、余中玉。



中华人民共和国国家标准

电子工业用气体 三氯化硼

GB/T 17874—1999

Gases for electronic industry—Boron trichloride

分子式: BCl_3

相对分子质量: 117.169 (按 1997 年国际相对原子质量)

101.3 kPa 下的沸点: 12.4℃

1 范围

本标准规定了电子工业用三氯化硼气体的要求、检验方法、检验规则以及包装、标志、运输、贮存和安全要求。

本标准适用于以粗制三氯化硼为原料,采用吸附、蒸馏的方法提纯制得的三氯化硼,主要用于电子工业硅半导体器件和集成电路生产所用的扩散、离子注入、干法蚀刻等工艺。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB 5099—1994 钢质无缝气瓶

GB/T 5274—1985 气体分析 校准用混合气体的制备 称量法

GB 7144—1986 气瓶颜色标记

GB/T 7445—1995 纯氢、高纯氢和超纯氢

GB/T 8980—1998 高纯氮

GB 11640—1989 铝合金无缝气瓶

3 要求

三氯化硼的技术指标应符合表 1 的要求,其中金属和颗粒的要求及其检验方法由供方和用户商定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
三氯化硼纯度, 10^{-2} (V/V) $\geq$	99.999
氧和氯(以氧计)含量, 10^{-6} (V/V) $\leq$	2
氮含量, 10^{-6} (V/V) $\leq$	4
一氧化碳含量, 10^{-6} (V/V) $\leq$	0.2
二氧化碳含量, 10^{-6} (V/V) $\leq$	0.5
甲烷含量, 10^{-6} (V/V) $\leq$	0.5

4 检验方法

4.1 三氯化硼的纯度

三氯化硼的纯度按式(1)计算:

$$\phi = 100 - (\phi_1 + \phi_2 + \phi_3 + \phi_4 + \phi_5) \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: ϕ ——三氯化硼纯度, $10^{-2}(V/V)$;

ϕ_1 ——氧(氩)含量, $10^{-6}(V/V)$;

ϕ_2 ——氮含量, $10^{-6}(V/V)$;

ϕ_3 ——一氧化碳含量, $10^{-6}(V/V)$;

ϕ_4 ——二氧化碳含量, $10^{-6}(V/V)$;

ϕ_5 ——甲烷含量, $10^{-6}(V/V)$ 。

4.2 氧(氩)和氮含量的测定

4.2.1 方法与仪器

采用配有热导(或氦离子化)检测器的气相色谱仪,辅助配有低温捕集分离装置及切割反吹气路。气相色谱流程示意图见附录A(提示的附录)的图A1。

4.2.2 测定参考条件

a) 检测限:氧小于或等于 $0.5 \times 10^{-6}(V/V)$;氮小于或等于 $1 \times 10^{-6}(V/V)$;

b) 色谱柱:柱1为长0.5 m、内径3 mm的不锈钢柱,内装0.17~0.25 mm的6201担体;柱2为长2 m、内径3 mm的不锈钢柱,内装0.17~0.25 mm的13x分子筛;

c) 载气:高纯氢,符合GB/T 7445的规定,并经过纯化后,其中氧、氮杂质含量应比待测样品低约一个数量级;

d) 载气流量:约35 mL/min;

e) 反吹气:与载气要求相同;

f) 反吹气流量:约70 mL/min;

g) 进样体积:3~5 mL;

h) 色谱柱温度:柱1,约-40℃;柱2,室温。

4.2.3 测定步骤

4.2.3.1 测定

按色谱仪使用说明书开启仪器,调整各项操作条件至选定值。仪器工作稳定后,在常温下,将样品气瓶经针型减压阀及金属连接管与分析系统相联。采用升、降压方法充分置换取样系统并取得代表样后,向色谱仪进样。此时图A1中四通阀10处于分析状态。测量并记录氧、氮峰的保留时间和峰面积 A_i (或峰高 h_i)。为防止柱1饱和,一般进样20次后,用切割反吹法吹除其中的 BCl_3 ,此时四通阀10处于切割状态。

4.2.3.2 标定

采用称重法配制的标准混合气定标。配制按GB/T 5274规定进行,氢为底气。其中氧和氮的含量为 $(5 \sim 10) \times 10^{-6}(V/V)$ 。按4.2.3.1步骤测定氧和氮的保留时间及峰面积 A_s (或峰高 h_s)。

4.2.4 结果计算

4.2.4.1 以两次平行测定的算术平均值为测定结果,平行测定的相对偏差不大于10%。

4.2.4.2 三氯化硼中氧(氩)、氮含量按式(2)计算:

$$\phi_i = \phi_{i,s} \cdot A_i / A_{i,s} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: ϕ_i ——样品气中被测组分 i 的含量, $10^{-6}(V/V)$;

$\phi_{i,s}$ ——标准气中被测组分 i 的含量, $10^{-6}(V/V)$;

A_i ——样品气中被测组分 i 的色谱峰面积, mm^2 (或峰高, mm);

A_i ：——标准气中被测组分 i 的色谱峰面积， mm^2 (或峰高， mm)。

4.3 一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量的测定

4.3.1 方法及仪器

采用配有甲烷化转化器和氢火焰离子化检测器的气相色谱仪，辅助配有切割反吹气路。气相色谱流程示意图见附录 A (提示的附录) 图 A2。

4.3.2 测定参考条件

- a) 检测限：一氧化碳小于或等于 $0.1 \times 10^{-6} (V/V)$ ，二氧化碳和甲烷小于或等于 $0.2 \times 10^{-6} (V/V)$ ；
- b) 载气：高纯氢，符合 GB/T 8980 的规定，并经纯化后，其中一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量均应不大于 $0.1 \times 10^{-6} (V/V)$ ；流量 $30 \sim 40 \text{ mL/min}$ ；
- c) 稀释气：高纯氮，符合 GB/T 8980 的规定，其中甲烷含量应不大于 $0.1 \times 10^{-6} (V/V)$ ，流量 $30 \sim 40 \text{ mL/min}$ ；
- d) 助燃气：空气，流量 $350 \sim 400 \text{ mL/min}$ ；
- e) 反吹气：纯度不低于 $99.999 \times 10^{-2} (V/V)$ 氢，流量 $40 \sim 60 \text{ mL/min}$ ；
- f) 色谱柱：长 2 m 、内径 3 mm 的不锈钢柱，内装 $0.25 \sim 0.40 \text{ mm}$ 的 GDX-401，柱温为常温；
- g) 转化柱：长 300 mm 、内径 3 mm 的不锈钢柱，内装 $0.25 \sim 0.40 \text{ mm}$ 的甲烷化镍催化剂。在使用温度下，转化率应不低于 95% 。柱温为 $370^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ ；
- h) 进样体积： $1 \sim 3 \text{ mL}$ 。

4.3.3 测定步骤

4.3.3.1 测定

按色谱仪使用说明书启动仪器，调整各项操作条件至选定值。待仪器工作稳定后进样。此时图 A2 中四通阀 6、7 处于分析状态。测量并记录各被测组分的保留时间和色谱峰面积 (或峰高)。待二氧化碳出峰完毕，使四通阀 6、7 处于切割状态，反吹掉 BCl_3 。

4.3.3.2 标定

采用称重法配制的标准混合气定标。配制按 GB/T 5274 的规定进行，氢为底气，其中一氧化碳、二氧化碳和甲烷的含量约为 $5 \times 10^{-6} (V/V)$ 。按 4.3.3.1 相同的方法进样并测量其保留时间和色谱峰面积 (或高峰)。

4.3.4 结果计算

测定结果按 4.2.4.2 条式 (2) 计算。

5 检验规则

5.1 三氯化硼的质量由生产厂的质量监督部门进行检验，保证出厂产品质量符合本标准要求。

5.2 瓶装三氯化硼的质量要逐瓶检验，当检验结果有一项指标不符合本标准要求时，则该瓶产品不合格。

5.3 用户有权按本标准规定进行验收。

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交仲裁。

6 包装、标志、运输及贮存

6.1 气瓶的使用、运输及贮存应符合《气瓶安全监察规程》和《危险货物运输规则》等有关规定。

6.2 包装标志应符合 GB 190 的规定。

6.3 充装三氯化硼的气瓶应符合 GB 11640 或 GB 5099 的规定。气瓶漆色标记应符合 GB 7144 的规定。

6.4 充装三氯化硼的气瓶瓶阀及瓶颈螺纹连接处不得泄漏。必须戴好安全帽。

6.5 气瓶 (含返回气瓶) 在充装前应进行加热、抽空处理。

6.6 气瓶中三氯化硼的充装量按实际称量计,充装系数不大于 1.1 kg/L。

6.7 装有三氯化硼的气瓶应贮存在带棚的库房内,并远离热源。环境温度始终保持低于 60℃。在用气瓶应放在强制通风的室内。贮存期为一年。

6.8 出厂产品必须附有质量分析结果报告单和产品合格证。合格证内容应包括:

- a) 生产厂厂名;
- b) 产品名称;
- c) 气瓶瓶号;
- d) 生产日期;
- e) 充装量(kg),压力(MPa);
- f) 本标准代号等。

7 安全要求

7.1 三氯化硼是一种无色气体,在潮气中冒白烟,遇水分解并有刺激性气味,不燃烧,有毒,湿气体有强烈的腐蚀性。使用时应戴皮手套、防护眼镜及脸部防护装置,防止身体与三氯化硼接触。

7.2 工作地点附近,应备有正压呼吸器或带空气管线的面部呼吸器。

7.3 不允许将三氯化硼气体从一个气瓶随意转移到另一气瓶中,不能任意将气瓶增压。

7.4 设备、仪器在通入三氯化硼之前,要用干燥的惰性气体吹洗,管线要经过检漏。

7.5 测定装置的减压器、阀门及管线应选用耐腐蚀的不锈钢制作。

7.6 排放的三氯化硼,必须用苛性钾等碱性水溶液进行吸收、中和处理,并确保吸收剂、中和剂有效、可靠。

附录 A
(提示的附录)
色谱分析流程示意图

A1 氧(氮)、氮色谱分析流程示意图

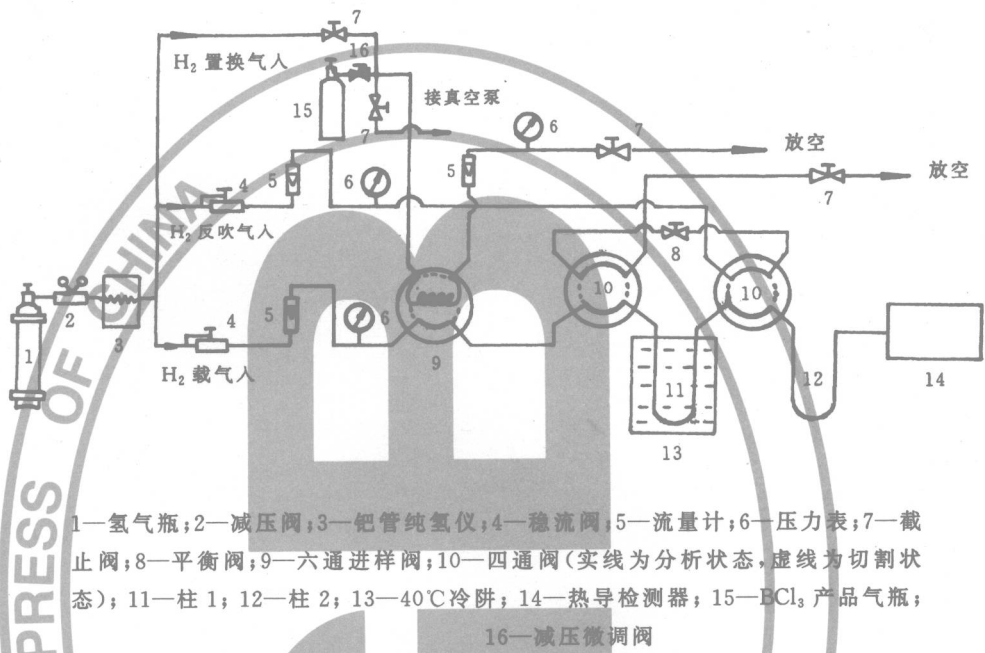


图 A1 三氯化硼分析系统低温捕集及反吹装置流程图

A2 一氧化碳、二氧化碳、甲烷色谱分析流程示意图

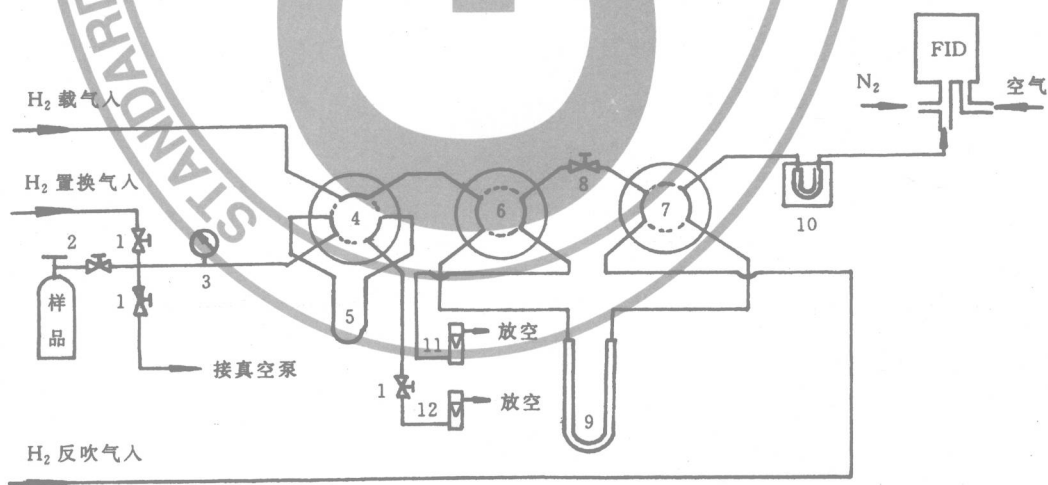


图 A2 三氯化硼分析系统保护进样及反吹装置流程图