



中华人民共和国国家标准

GB/T 34091—2017

电子工业用气体 六氟乙烷

Gas for electronic industry—Hexafluoroethane

2017-07-31 发布

2017-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)提出并归口。

本标准起草单位:浙江省化工研究院有限公司、广东华特气体股份有限公司、四川中测标物科技有限公司、高麦仪器公司、西南化工研究设计院有限公司、上海华爱色谱分析技术有限公司、东莞市联臣电子科技有限公司、国家化学工业气体产品质量监督检验中心(福建)、天津长芦华信化工股份有限公司、中昊光明化工研究设计院有限公司。

本标准主要起草人:史婉君、廖恒易、杜汉盛、白占旗、方正、潘义、牛艳东、方华、王鸿、陈熔、林宇巍、邓建平、李健、周鹏云。

电子工业用气体 六氟乙烷

1 范围

本标准规定了电子工业用六氟乙烷的技术要求、试验方法、包装、标志、贮运及安全。

本标准适用于工业用六氟乙烷经精制提纯而得的高纯六氟乙烷产品。主要在电子工业等离子蚀刻工艺中作为蚀刻气体或作为电子器元件清洗剂。

分子式： C_2F_6 。

相对分子质量：138.012 4(按 2013 年国际相对原子质量)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB 190 危险货物包装标志
- GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则
- GB/T 5099 钢质无缝气瓶
- GB/T 5832.1 气体分析 微量水分的测定 第 1 部分：电解法
- GB/T 7144 气瓶颜色标志
- GB/T 14193 液化气体气瓶充装规定
- GB 15258 化学品安全标签编写规定
- GB/T 16804 气瓶警示标签
- GB/T 26571 特种气体储存期规范
- GB/T 28726 气体分析 氦离子化气相色谱法
- TSG R0006 气瓶安全技术监察规程
- 危险化学品安全管理条例(2002 年版)
- 特种设备安全监察条例(2009 年版)

3 技术要求

六氟乙烷的质量应符合表 1 的要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
六氟乙烷(C_2F_6)纯度(体积分数)/ 10^{-2}	$\geq$ 99.999
氢(H_2)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 0.5
(氧+氩)(O_2+Ar)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 1
氮(N_2)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 5
一氧化碳(CO)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$<$ 0.5

表 1 (续)

项 目	指 标
二氧化碳(CO ₂)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	< 0.5
甲烷(CH ₄)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	< 1
卤代烃(二氟甲烷、二氟一氯甲烷、三氟甲烷、三氟一氯甲烷、四氟甲烷、五氟一氯甲烷、五氟乙烷、1,1,1-三氟乙烷)(体积分数)/10 ⁻⁶	< 5
水分(H ₂ O)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	< 2
酸度(以 HF 计)含量(质量分数)/10 ⁻⁶	< 0.1
杂质总含量(体积分数)/10 ⁻⁶	≤ 10
颗粒	供需双方商定

4 试验方法

4.1 抽样、判定和复验

4.1.1 六氟乙烷产品除酸度外的其他指标应逐一检验并验收,酸度每批次检一瓶。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六氟乙烷产品符合本标准技术要求。

4.1.2 六氟乙烷采样安全应符合 GB/T 3723 的相关规定。

4.2 六氟乙烷纯度

4.2.1 总杂质含量按式(1)计算:

$$\Phi_9 = \Phi_1 + \Phi_2 + \Phi_3 + \Phi_4 + \Phi_5 + \Phi_6 + \Phi_7 + \Phi_8 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

Φ_9 ——总杂质含量(体积分数),10⁻⁶;

Φ_1 ——氢含量(体积分数),10⁻⁶;

Φ_2 ——(氧+氩)含量(体积分数),10⁻⁶;

Φ_3 ——氮含量(体积分数),10⁻⁶;

Φ_4 ——一氧化碳含量(体积分数),10⁻⁶;

Φ_5 ——二氧化碳含量(体积分数),10⁻⁶;

Φ_6 ——甲烷含量(体积分数),10⁻⁶;

Φ_7 ——卤代烃含量(体积分数),10⁻⁶;

Φ_8 ——水分含量(体积分数),10⁻⁶。

4.2.2 六氟乙烷纯度按式(2)计算:

$$\Phi = 100 - \Phi_9 \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

Φ ——六氟乙烷纯度(体积分数),10⁻²。

4.3 氢、氧+氩、氮、一氧化碳、二氧化碳、甲烷和卤代烃含量的测定

按 GB/T 28726 规定的切割进样的方法测定六氟乙烷中的氢、氧+氩、氮、一氧化碳、二氧化碳、甲

烷和卤代烃含量。

预分离柱:长约 2 m、内径 2 mm 的 316L 不锈钢柱,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 Porapak Q (高分子聚合物),或其他等效色谱柱。

色谱柱 I:长约 2 m、内径 2 mm 的 316L 不锈钢柱,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 5A 分子筛,或其他等效色谱柱,用于分析氢、氧+氩、氮、一氧化碳组分。

色谱柱 II:长约 2 m、内径 2 mm 的 316L 不锈钢柱,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 Porapak Q,或其他等效色谱柱,用于分析二氧化碳、甲烷组分。

色谱柱 III:长约 50 m、内径 0.53 mm、内涂 15 μm 厚度的 Al_2O_3 毛细柱,或其他等效色谱柱,用于分析卤代烃组分。

标准样品:组分含量的体积分数为 $1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-6}$,或与样品其中的组分含量相近,平衡气为氮。

允许采用其他等效的方法测定六氟乙烷中的氢、氧+氩、氮、一氧化碳、二氧化碳、甲烷和卤代烃含量。当以上测定结果有异议时,以本标准规定的方法为仲裁方法。

4.4 水分含量的测定

按 GB/T 5832.1 规定的方法或其他等效的方法测定六氟乙烷的水分含量。当以上测定结果有异议时,以 GB/T 5832.1 规定的方法为仲裁方法。

4.5 酸度(以 HF 计)的测定

4.5.1 方法提要

试样中的酸和酸性物质与过量的氢氧化钠标准溶液发生中和反应,以甲基红-溴甲酚绿为指示剂,用硫酸标准溶液滴定过量的碱,从而测定出试样的酸度。

4.5.2 试剂、溶液

4.5.2.1 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.01 mol/L。由 0.1 mol/L 标准溶液稀释制取。

4.5.2.2 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)$ 约 0.01 mol/L。由 0.1 mol/L 标准溶液稀释制取。

4.5.2.3 混合指示剂:甲基红乙醇溶液与溴甲酚绿乙醇溶液按 1:3 体积比混合。

4.5.3 仪器、设备

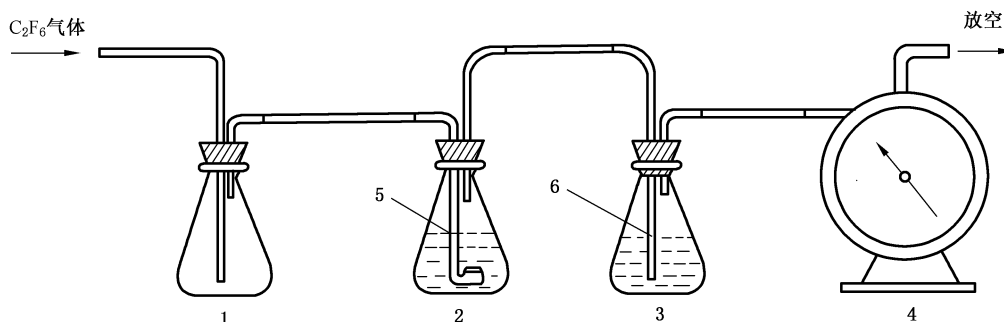
4.5.3.1 微量滴定管:5 mL,分度值为 0.02 mL,或 0.01 mL。

4.5.3.2 多孔气体分布管:孔度为 2 号。

4.5.3.3 湿式气体流量计:量程为 2 L。

4.5.4 测定步骤

酸度测定的吸收装置如图 1 所示。缓冲瓶、吸收瓶均为 300 mL 锥形瓶,吸收瓶内各装入 100 mL 新煮沸过的蒸馏水和 4.00 mL 氢氧化钠标准溶液。气体分布器管口距瓶底 8 mm,试样气体流速 500 mL/min,通气量约 15 L,由湿式气体流量计计量。通气完毕,从系统中取下吸收瓶,分别加入 4 滴~5 滴混合指示剂,用硫酸标准溶液滴定,溶液由蓝绿色变为红色为终点。



说明:

- 1 ——缓冲瓶;
 2、3——吸收瓶;
 4 ——湿式气体流量计;
 5 ——多孔气体分布管;
 6 ——开口气体分布管。

图 1 酸度吸收装置

4.5.5 试样体积的计算

试样体积按式(3)计算:

$$V = \frac{\frac{1}{2}(P_1 + P_2) \times 293.1}{101.3 \times \left[273.1 + \frac{1}{2}(t_1 + t_2) \right]} \times (V_2 - V_1) \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- V ——20 °C, 101.3 kPa 的试样体积的数值,单位为升(L);
 P_1 、 P_2 ——流量计始态与终态的大气压力的数值,单位为千帕(kPa);
 t_1 、 t_2 ——流量计始态与终态的温度的数值,单位为摄氏度(°C);
 V_1 、 V_2 ——流量计始态与终态的读数值,单位为升(L)。

4.5.6 结果计算

酸度(以 HF 计)的质量分数 w ,数值以 10^{-6} 表示,按式(4)计算:

$$w = \frac{[(V_0 - V_1) + (V_0 - V_2)] 20 \times c \times 10^{-3}}{5.74V} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- V_0 ——空白试验消耗硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 V_1 、 V_2 ——分别为滴定两个吸收瓶溶液消耗的硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 20 ——氢氟酸(HF)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
 c ——硫酸($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$)标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 5.74 ——20 °C, 101.3 kPa 时六氟乙烷的密度,单位为克每升(g/L);
 V ——20 °C, 101.3 kPa 时试样体积,单位为升(L)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的相对偏差应不大于 40%。

4.5.7 其他等效的方法

允许采用其他等效的方法测定六氟乙烷中的酸度含量。当以上测定结果有异议时,以本标准规定

的方法为仲裁方法。

5 包装、标志、贮运及安全

5.1 包装、标志及贮运

5.1.1 六氟乙烷的充装及贮运应符合 TSG R0006、《危险化学品安全管理条例》(2002 年版)和《特种设备安全监察条例》(2009 年版)的相关规定。

5.1.2 包装六氟乙烷的气瓶应符合 GB/T 5099 的规定。

5.1.3 推荐使用进行内表面处理的气瓶,处理后的气瓶应满足本标准的要求。瓶阀出气口连接方式推荐使用 CGA320。

5.1.4 应防止泄漏和瓶口被污染。

5.1.5 六氟乙烷的充装应符合 GB/T 14193 的相关规定。

5.1.6 六氟乙烷的包装标志应符合 GB 190 的相关规定,颜色标志应符合 GB/T 7144 的规定,标签应符合 GB/T 16804、GB 15258 规定的要求。

5.1.7 包装容器上应标明“电子级六氟乙烷”字样。

5.1.8 瓶装六氟乙烷的最大充装量按式(5)计算:

$$m = F_r \cdot V \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- m ——气瓶内六氟乙烷的质量,单位为千克(kg);
- F_r ——六氟乙烷的充装系数,12.5 MPa 时, $F_r=1.06$ kg/L;8 MPa 时, $F_r=0.83$ kg/L;
- V ——气瓶标明的内容积,单位为升(L)。

5.1.9 六氟乙烷的充装量按实际称量的质量计。

5.1.10 六氟乙烷的保存期限按 GB/T 26571 规定执行。

5.1.11 六氟乙烷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、充装质量(kg);
- 本标准编号及技术指标、检验员号。

5.1.12 六氟乙烷产品应存放在阴凉、干燥、通风的库房内,不应暴晒,远离热源。

5.2 安全警示

5.2.1 六氟乙烷在常温常压下是惰性的、无色、不燃和无毒气体。

5.2.2 装有六氟乙烷的钢瓶不应近火源或过度加热,若遇高热,容器内压力增大,有开裂和爆炸的危险。

5.2.3 接触六氟乙烷可致冻伤;吸入可能导致不适如恶心、头痛,以及麻醉如头昏眼花、晕厥、反应迟钝、失去知觉;高浓度(大于 20%)吸入可能导致心律不齐、心悸、供血不足;过多暴露可能导致原有的神经中枢系统疾病加剧。当出现上述症状时,应及时从现场撤离,就医。

5.2.4 当环境中六氟乙烷浓度较高时,现场人员应佩戴自吸过滤式防毒面具。