



中华人民共和国国家标准

GB/T 31986—2015

电子工业用气体 八氟丙烷

Gas for electronic industry—Perfluoropropane

2015-09-11 发布

2016-05-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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:国家化学工业气体产品质量监督检验中心(福建)、浙江省化工研究院有限公司、佛山市华特气体有限公司、苏州金宏气体股份有限公司、上海华爱色谱分析技术有限公司、中昊光明化工研究设计院有限公司、四川中测标物科技有限公司、天津长芦华信化工股份有限公司、西南化工研究设计院有限公司。

本标准主要起草人:林宇巍、陈熔、史婉君、方路、廖恒易、金向华、孙猛、方华、孙福楠、方正、崔学文、周鹏云。

电子工业用气体 八氟丙烷

1 范围

本标准规定了八氟丙烷的技术要求、试验方法、包装、标志、贮运和安全。

本标准适用于六氟丙烯或七氟丙烷氟化制备,并通过精馏、吸附、催化等工艺提纯的八氟丙烷产品,以及碳和氟直接反应法合成的八氟丙烷产品。它在电子工业等离子蚀刻工艺中作为蚀刻气体或清洗气体。

分子式: C_3F_8 。

相对分子质量:188.017(按 2011 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 5099 钢质无缝气瓶

GB/T 5832.3 气体中微量水分的测定 第 3 部分:光腔衰荡光谱法

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 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 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

气瓶安全监察规程(2000 版)

危险化学品安全管理条例(2011 版)

特种设备安全监察条例(2009 版)

3 技术要求

八氟丙烷的质量应符合表 1 的要求。

表 1 技术指标

项目	指标	
八氟丙烷(C_3F_8)纯度(体积分数)/ 10^{-2}	$\geq$	99.999
(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

表 1 (续)

项目		指标	
一氧化碳(CO)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	<	0.5	5
二氧化碳(CO ₂)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	<	0.5	5
其他碳氟化合物(四氟化碳、六氟乙烷、六氟丙烯、七氟丙烷、八氟环丁烷)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	<	1	50
其他有机物(以甲烷计)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	<	1	5
水(H ₂ O)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	<	1	5
酸度(以 HF 计)含量(质量分数)/10 ⁻⁶	<	0.1	0.1
总杂质含量(摩尔分数)/10 ⁻⁶	≤	10	100
颗粒	供需双方商定		

4 试验方法

4.1 抽样、判定和复检

- 4.1.1 八氟丙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。
- 4.1.2 八氟丙烷采样安全应符合 GB/T 3723 中的相关规定。

4.2 八氟丙烷纯度

4.2.1 总杂质含量按式(1)计算:

$$\varphi_8 = \varphi_1 + \varphi_2 + \varphi_3 + \varphi_4 + \varphi_5 + \varphi_6 + \varphi_7 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- φ_8 ——总杂质含量(体积分数)/10⁻⁶;
- φ_1 ——氧+氩的含量(体积分数)/10⁻⁶;
- φ_2 ——氮气的含量(体积分数)/10⁻⁶;
- φ_3 ——一氧化碳的含量(体积分数)/10⁻⁶;
- φ_4 ——二氧化碳的含量(体积分数)/10⁻⁶;
- φ_5 ——其他碳氟化合物的含量(体积分数)/10⁻⁶;
- φ_6 ——其他有机物(以甲烷计)含量(体积分数)/10⁻⁶;
- φ_7 ——水含量(体积分数)/10⁻⁶。

4.2.2 八氟丙烷纯度按式(2)计算:

$$\varphi = 100 - \varphi_8 \times 10^{-4} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

φ ——八氟丙烷纯度(体积分数)/10⁻²。

4.3 氧+氩、氮、一氧化碳、二氧化碳、四氟化碳、六氟乙烷、六氟丙烯、七氟丙烷、八氟环丁烷含量的测定

按 GB/T 28726 规定的切割进样的方法测定八氟丙烷中的氧+氩、氮、一氧化碳、二氧化碳、四氟化

碳、六氟乙烷、六氟丙烯、七氟丙烷、八氟环丁烷含量。

预分离柱:长约 3 m、内径约 2 mm 的不锈钢管,内装约粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 Porapak Q (一种高分子聚合物),或其他等效色谱柱。

色谱柱 I:长约 2 m、内径约 2 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 Porapak Q,或其他等效色谱柱。该柱用于分析二氧化碳、四氟化碳、六氟乙烷含量。

色谱柱 II:长约 2 m、内径约 3 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 5A 分子筛,或采用其他等效色谱柱。该柱用于分析氧+氩、氮气、一氧化碳含量。

色谱柱 III:长约 30 m、内径 0.53 mm,膜厚 10 μm 的三氧化二铝毛细柱,或采用其他等效色谱柱。该柱用于分析六氟丙烯、七氟丙烷、八氟环丁烷含量。

标准样品:组分含量的体积分数为 $(1\sim5)\times 10^{-6}$,平衡气为氮。

允许采用其他等效的方法测定八氟丙烷中的氧+氩、氮、一氧化碳、二氧化碳、四氟化碳、六氟乙烷、六氟丙烯、七氟丙烷、八氟环丁烷含量。当以上测定结果有异议时,以 GB/T 28726 规定的方法为仲裁方法。

4.4 其他有机物(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八氟丙烷中的其他有机物(以甲烷计)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。

仪器检测限的体积分数: 0.05×10^{-6} 。

4.5 水含量的测定

按 GB/T 5832.3 规定的方法或其他等效的方法测定八氟丙烷的水含量。当以上测定结果有异议时,以 GB/T 5832.3 规定的方法为仲裁方法。

4.6 酸度(以 HF 计)的测定

4.6.1 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。

4.6.2 试剂、溶液

4.6.2.1 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。

4.6.2.2 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。

4.6.2.3 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。

4.6.3 仪器、设备

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

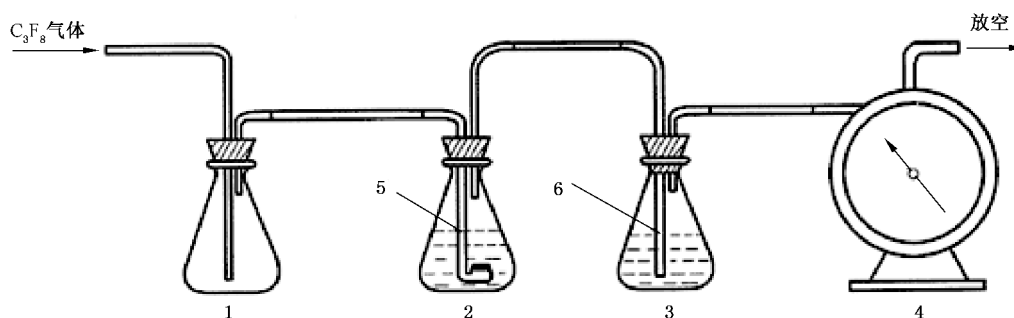
4.6.3.2 多孔气体分布管:孔度为 2 号。

4.6.3.3 湿式气体流量计。

4.6.4 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

4.6.5 试样体积的计算

试样体积按式(3)计算:

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

式中:

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

4.6.6 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:

$$w = \frac{[(V_0 - V_1) + (V_0 - V_2)] M \times c \times 10^{-3}}{7.93V} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (4)$$

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 —— 滴定第一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);
- V_2 —— 滴定第二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);
- M —— 氢氟酸(HF)的摩尔质量($M=20.0$),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);

V ——20℃, 101.3 kPa 时试样体积, 单位为升(L);

7.93——20℃, 101.3 kPa 时八氟丙烷的密度, 单位为克每升(g / 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%。

5 包装、标志、贮运及安全

5.1 包装、标志及贮运

5.1.1 八氟丙烷的充装及贮运应符合《气瓶安全监察规程》、《危险化学品安全管理条例》和《特种设备安全监察条例》的相关规定。

5.1.2 包装八氟丙烷的气瓶应符合 GB 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 CGA660。

5.1.4 应防止瓶口被污染和泄漏。

5.1.5 八氟丙烷的充装应符合 GB 14193 的相关规定。

5.1.6 八氟丙烷的包装标志应符合 GB 190 的相关规定, 颜色标志应符合 GB 7144 的规定, 标签应符合 GB 16804、GB 15258 规定的要求。

5.1.7 包装容器上应标明“电子八氟丙烷”字样。

5.1.8 瓶装八氟丙烷的最大充装量按式(5)计算:

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

式中:

m ——气瓶内八氟丙烷的质量, 单位为千克(kg);

V ——气瓶标明的内容积, 单位为升(L);

F_r ——八氟丙烷的充装系数($F_r = 1.07$), 单位为千克每升(kg/L)。

5.1.9 八氟丙烷的充装量按实际称量的质量计。

5.1.10 八氟丙烷的保存期限按 GB/T 26571 规定执行。

5.1.11 八氟丙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);

——本标准号及技术指标, 检验员号。

5.1.12 八氟丙烷产品应存放在阴凉、干燥、通风的库房内, 严禁暴晒, 远离热源。

5.2 安全警示

5.2.1 八氟丙烷在常温常压下是无色、无味、无毒和不可燃的惰性气体。其化学性质不活泼, 热稳定性能好, 但在高温能分解产生有毒的氟化物。

5.2.2 吸入高浓度八氟丙烷气体可引起窒息。高温下的分解产物氟化物在有水分时具有腐蚀作用, 能刺激人的皮肤、眼睛和呼吸道粘膜。液态时溅到皮肤上能引起冷灼伤。

5.2.3 若遇高热, 容器内压增大, 有开裂或爆炸危险。