

中华人民共和国国家标准

GB/T 17874—2010
代替 GB/T 17874—1999

电子工业用气体 三氯化硼

Gases for electronic industry—Boron trichloride

2011-01-14 发布

2011-05-01 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

本标准代替 GB/T 17874—1999《电子工业用气体 三氯化硼》。

本标准与 GB/T 17874—1999 相比主要变化如下：

- 修改范围(GB/T 17874—1999 的 1,本版的 1)；
- 修改规范性引用文件(GB/T 17874—1999 的 2,本版的 2)；
- 修改技术指标内容(GB/T 17874—1999 的 3,本版的 3)；
- 增加三氯化硼采样安全要求(本版的 4.1.2)；
- 增加三氯化硼尾气处理措施(本版的 4.3)；
- 修改氧、氮、一氧化碳、二氧化碳、甲烷组分的分析方法(GB/T 17874—1999 的 4.2、4.3,本版的 4.4、4.5)；
- 修改标志、包装、贮运及安全(GB/T 17874—1999 的 5,本版的 5)。

本标准的附录 A 为规范性附录。

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。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会气体分技术委员会(SAC/TC 203/SC 1)归口。

本标准起草单位：西南化工研究设计院、上海华爱色谱分析技术有限公司、光明化工研究设计院。

本标准主要起草人：孙福楠、方华、庄鸿涛、周鹏云。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17874—1999。



电子工业用气体 三氯化硼

1 范围

本标准规定了三氯化硼的技术要求、试验方法以及包装、标志、贮运及安全。

本标准适用于以粗制三氯化硼为原料,采用吸附、精馏等方法提纯制得的三氯化硼,主要用于半导体器件生产所用的扩散、离子注入、干法蚀刻等工艺。

分子式:BCl₃。

相对分子质量:117.1691(按2007年国际相对原子质量计算)。

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 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 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/T 26571 特种气体储存期规范

《气瓶安全监察规程》(国家质量监督检验检疫总局发布,2000年)

3 技术要求

三氯化硼的技术要求应符合表1的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
三氯化硼(BCl ₃)纯度(体积分数)/10 ⁻²	≥ 99.999 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	< 4
一氧化碳(CO)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	< 0.5
二氧化碳(CO ₂)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	< 0.2
甲烷(CH ₄)含量(体积分数)/10 ⁻⁶	< 0.5
总杂质含量(体积分数)/10 ⁻⁶	≤ 5
金属离子	供需双方商定
颗粒	供需双方商定

4 试验方法

4.1 检验规则

4.1.1 三氯化硼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。

4.1.2 三氯化硼采样安全应符合 GB/T 3723 的相关规定。

4.2 三氯化硼纯度

三氯化硼纯度按式(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 ——三氯化硼纯度(体积分数), 10^{-2} ;

Φ_1 ——氧+氩含量(体积分数), 10^{-6} ;

Φ_2 ——氮含量(体积分数), 10^{-6} ;

Φ_3 ——一氧化碳含量(体积分数), 10^{-6} ;

Φ_4 ——二氧化碳含量(体积分数), 10^{-6} ;

Φ_5 ——甲烷含量(体积分数), 10^{-6} 。

4.3 放空

测定三氯化硼中的杂质含量时,应有三氯化硼尾气处理措施。

4.4 氧+氩、氮的测定

4.4.1 氧+氩、氮的测定见附录 A。

4.4.2 允许采用其他等效的方法测定三氯化硼中的氧+氩、氮含量。当测定结果有异议时,以本标准 4.4.1 规定的方法为仲裁方法。

4.5 一氧化碳、二氧化碳、甲烷的测定

按 GB/T 8984 规定并采用预切割技术测定三氯化硼中的微量一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量。

预分离柱:长约 0.5 m、内径 2 mm 的不锈钢柱,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 6201 担体,担体涂敷 15% OV-210,或其他等效色谱柱。

允许采用其他等效的测定方法,当对测定结果有异议时,以 GB/T 8984 规定的方法为仲裁方法。

4.6 气体标准样品

组分含量的体积分数为 $1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-6}$,平衡气为氦。

4.7 金属离子含量的测定

采用等离子发射光谱-质谱检测仪(ICP-MS)测定。

4.8 颗粒的测定

采用光散射原理设计的颗粒计数器测定。

5 包装、标志、贮运及安全

5.1 包装、标志及贮运

5.1.1 三氯化硼的充装及贮运应符合《气瓶安全监察规程》的相关规定。

5.1.2 包装三氯化硼的气瓶应符合 GB 5099 的规定。

5.1.3 推荐使用经过内表面处理的气瓶。推荐使用 CGA660 瓶阀。

5.1.4 应防止瓶口被污染和泄漏。

5.1.5 三氯化硼的充装应符合 GB 14193 的相关规定。

5.1.6 气瓶颜色标志应符合 GB 7144 的规定。

5.1.7 运输时,三氯化硼气瓶上应附有 GB 190 中指定的标志。

5.1.8 包装容器上应标明“电子三氯化硼”字样。

5.1.9 瓶装三氯化硼的最大充装量按式(2)计算：

$$m = F_r \cdot V \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m ——气瓶内三氯化硼的质量,单位为千克(kg)；

V ——气瓶标明的内容积,单位为升(L)；

F_r ——三氯化硼的充装系数;1.1 kg/L。

5.1.10 三氯化硼的充装量按实际称量的质量计。

5.1.11 三氯化硼的保存期限按 GB/T 26571 执行。

5.1.12 三氯化硼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。



5.1.13 三氯化硼产品应存放在阴凉、干燥、通风的库房内,严禁暴晒,远离热源。环境温度应低于 60℃。

5.2 安全警示

5.2.1 三氯化硼是气体或无色发烟液体,有刺鼻气味;加热时,分解生成氯化氢烟雾;与水或潮湿空气激烈反应,生成氯化氢和硼酸;与苯胺、磷、醇类、氧和有机物(如油脂)激烈反应。

5.2.2 三氯化硼腐蚀眼睛、皮肤和呼吸道;吸入气体可能引起肺气肿;液体迅速蒸发可能引起冻伤;高浓度接触时,可能导致死亡。

5.2.3 冻伤时应用大量水冲洗,不应脱去衣物,应及时治疗。

5.2.4 泄漏时,人员撤离危险区域! 保持通风。

5.2.5 接触三氯化硼时,推荐使用带有隔绝式呼吸器的气密式化学防护服。

5.2.6 分析系统应保证密闭。取样、置换过程的三氯化硼尾气,都应经解毒处理后再放空。设备、仪器在通三氯化硼之前,应用干燥的载气吹洗,管线应经过检漏。

5.2.7 三氯化硼生产企业应为用户提供安全技术说明书。

附录 A

(规范性附录)

三氯化硼中氧+氫、氮的測定

A.1 仪器

采用配备氦离子化检测器的气相色谱仪测定三氯化硼中的氧+氟、氮。

检测限: 0.1×10^{-6} (体积分数)。

A.2 方法提要

以高纯氮经净化后作载气,采用配备氮离子化检测器的气相色谱仪,对样品应用主组分切割(除)等处理后采用气相色谱法定量、定性分析样品中的目标组分。

A.3 测定条件

A.3.1 载气:高纯氮,经纯化器纯化。其流量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:

预分离柱:长约 0.5 m、内径 2 mm 的不锈钢柱,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 6201 担体,担体涂敷 15% OV-210,色谱柱在 180 ℃通载气活化约 2 h。或其他等效色谱柱。该柱用于预分离。

分析柱:长约 2 m、内径 2 mm 的不锈钢柱,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 13X 分子筛,色谱柱在 280℃~300℃通载气活化约 4 h。或其他等效色谱柱。该柱用于分析氧+氩、氮组分。

A.3.4 气体标准样品:

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

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.3.6 参考的切割气路流程示意图请见图 A.1。

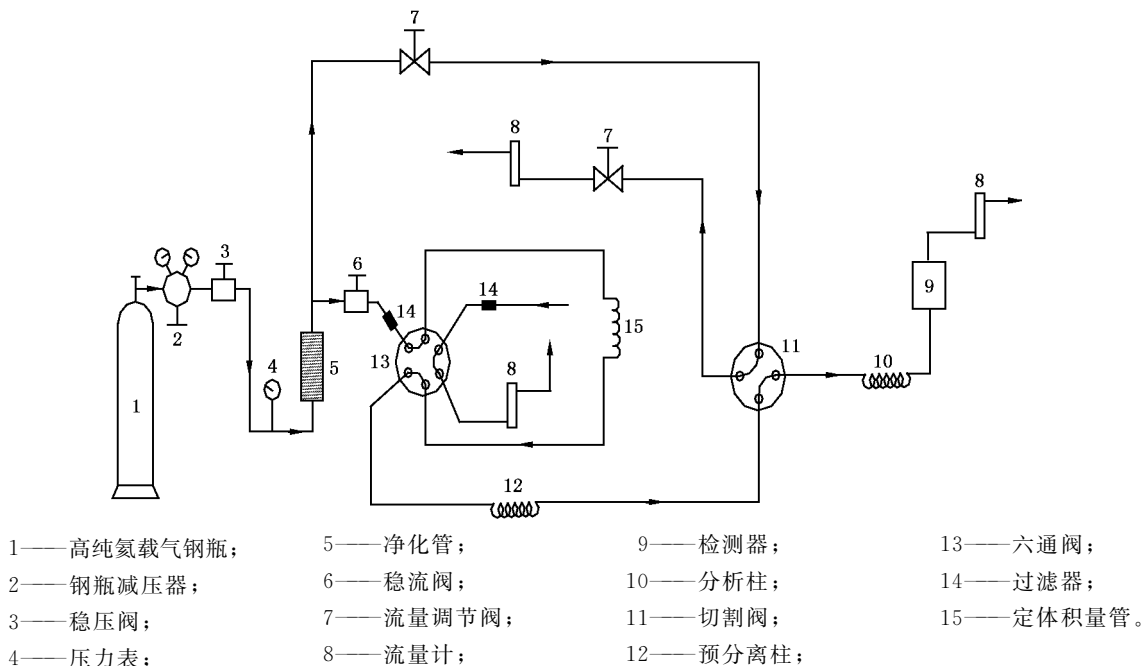


图 A.1 切割气路流程示意图

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

氧+氩、氮的含量按式(A.1)计算:

$$\Phi_i = \frac{A_i}{A_s} \times \Phi_s \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

Φ_i ——样品气中被测组分的含量(体积分数), 10^{-6} ;

A_i ——样品气中被测组分的响应值;

A_s ——气体标准样品中相应已知组分的响应值;

Φ_s ——气体标准样品中相应已知组分的含量(体积分数), 10^{-6} 。