

# 中华人民共和国国家标准

## 电子工业用气体 磷化氢

GB/T 14851—93

Gas for electronic industry  
—Phosphine

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了磷化氢产品的技术要求、试验方法、检验规则、安全要求以及包装、标志、运输与贮存。

本标准适用于亚磷酸热分解、磷化物水解、单质磷与水或碱反应等方法获得并经精制得到的磷化氢产品。它主要用于半导体器件和集成电路生产的外延、离子注入和掺杂。

磷化氢是一种剧毒、可燃、具有腐鱼味的无色气体，在空气中高浓度时能自燃。

分子式： $\text{PH}_3$

相对分子质量：33.997 5(按 1989 年国际原子量)

### 2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 4845 氨气检验方法

GB 5099 钢质无缝气瓶

GB 5274 气体分析 校准用混合气体的制备 称量法

GB 5832.1 气体中微量水分的测定 电解法

GB 7144 气瓶颜色标志

GB 7445 氢气

GB 8980 高纯氮

GB 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

### 3 技术要求

磷化氢的质量应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	电子级	发光二极管级
磷化氢纯度, $10^{-2}$	$\geq$ 99.981 9	99.982 8
砷化氢含量, $10^{-6}$	$\leq$ 10	2
二氧化碳含量, $10^{-6}$	$\leq$ 10	10
氢含量, $10^{-6}$	$\leq$ 100	100
氮含量, $10^{-6}$	$\leq$ 50	50
氧含量, $10^{-6}$	$\leq$ 5	4
总烃含量, $10^{-6}$	$\leq$ 4	4
水含量, $10^{-6}$	$\leq$ 2	2

国家技术监督局 1993-12-30 批准

1994-10-01 实施

注：① 本标准不包括颗粒和重金属的技术要求。

② 纯度和含量均为体积分数。

③ 磷化氢的保质期为一年。

## 4 试验方法

### 4.1 纯度

磷化氢的纯度( $\varphi$ )用体积分数表示。按式(1)计算：

$$\varphi = 100 - (\varphi_1 + \varphi_2 + \varphi_3 + \varphi_4 + \varphi_5 + \varphi_6 + \varphi_7) \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： $\varphi_1$ ——砷化氢含量， $10^{-6}$ ，V/V；

$\varphi_2$ ——二氧化碳含量， $10^{-6}$ ，V/V；

$\varphi_3$ ——氢含量， $10^{-6}$ ，V/V；

$\varphi_4$ ——氮含量， $10^{-6}$ ，V/V；

$\varphi_5$ ——氧含量， $10^{-6}$ ，V/V；

$\varphi_6$ ——总烃含量， $10^{-6}$ ，V/V；

$\varphi_7$ ——水含量， $10^{-6}$ ，V/V。

### 4.2 砷化氢含量的测定

#### 4.2.1 方法和原理

使用次溴酸钾溶液将样品中的砷化氢和磷化氢氧化成砷酸和磷酸，以消除磷化氢的干扰。过量的次溴酸钾用盐酸羟胺分解除去。在酸性溶液中，砷酸经碘化钾和氯化亚锡还原为As(Ⅲ)，用锌粒与酸作用，产生新生态氢，使As(Ⅲ)进一步还原为砷化氢，砷化氢气体被二乙基二硫代氨基甲酸银·三氯甲烷溶液吸收，生成紫红色产物，用分光光度法测定。加三乙醇胺以增加产物颜色的稳定性。

#### 4.2.2 仪器和装置

一般实验室常备仪器，如天平、各种容量器等。

分光光度计应符合GB 9721之规定。

推荐的砷化氢气体吸收装置示意图如附录A(参考件)图A1、图A2所示。

#### 4.2.3 试剂、溶液及材料

4.2.3.1 氢氧化钾(GB 2306)：分析纯；

4.2.3.2 盐酸羟胺(GB 6685)：分析纯， $c(\text{H}_2\text{NOH} \cdot \text{HCl}) = 2 \text{ mol/L}$  溶液；

4.2.3.3 氯化亚锡(GB 638)：分析纯；

4.2.3.4 碘化钾(GB 1272)：分析纯， $c(\text{KI}) = 1 \text{ mol/L}$  溶液；

4.2.3.5 硫酸(GB 625)：分析纯；

4.2.3.6 氢氧化钠(GB 629)：分析纯， $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol/L}$  溶液；

4.2.3.7 溴水(HG 3—900)：分析纯；

4.2.3.8 三氯甲烷(GB 682)：分析纯；

4.2.3.9 乙酸铅(HG 3—974)：分析纯， $c[\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2] = 1 \text{ mol/L}$  溶液；

4.2.3.10 三氧化二砷(GB 673)：分析纯；

4.2.3.11 无砷锌(GB 2304)：分析纯；

4.2.3.12 三乙醇胺：分析纯；

4.2.3.13 二乙基二硫代氨基甲酸银：分析纯；

4.2.3.14 高纯氮(GB 8980)：优级品；

4.2.3.15 盐酸(GB 622)：分析纯；

4.2.3.16 高锰酸钾：化学纯， $c(\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$  溶液；

- 4.2.3.17 蒸馏水:应符合 GB 6682 中二级水之规格;
- 4.2.3.18 次溴酸钾吸收液:称取 25 g 氢氧化钾溶于 100 mL 水中,再加入 10 mL 溴,搅拌均匀,密封保存;
- 4.2.3.19 氯化亚锡溶液:称取氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )40 g,溶于 100 mL 浓盐酸中;
- 4.2.3.20 DDC 银溶液:称取 0.25 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,用少许三氯甲烷调成糊状,加 2 mL 三乙醇胺,再用三氯甲烷稀释至 100 mL,用力振荡,使其尽量溶解,静置 24 h 后,用慢速滤纸过滤于棕色瓶中。即为 DDC 银溶液。放在冰箱中,一周内有效;
- 4.2.3.21 砷标准溶液:称取 0.127 0 g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷,温热溶于 2.0 mL 氢氧化钠溶液  $c(\text{NaOH})=2 \text{ mol/L}$  中,加 10 mL 硫酸  $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=2 \text{ mol/L}$ ,用水稀释至 100 mL。此溶液相当于 1 mg/mL 砷化氢。用时再用水稀释成 10  $\mu\text{g/mL}$ ;
- 4.2.3.22 乙酸铅棉球:将脱脂棉浸于乙酸铅  $c[\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2]=1 \text{ mol/L}$  溶液中,1 h 后取出,晾干备用。

#### 4.2.4 砷化氢标准曲线绘制

在 6 个 250 mL 锥形瓶中,按表 2 中的数量,分别依次加入 3 mL 次溴酸钾吸收液及 0, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40 和 0.50 mL 砷标准溶液,放置 1 h,加 7 mL 磷酸  $c(\frac{1}{2}\text{H}_3\text{PO}_4)=3 \text{ mol/L}$ ,加水补足至 80 mL,再加 0.5 mL 盐酸羟胺  $c(\text{H}_2\text{NOH} \cdot \text{HCl})=2 \text{ mol/L}$  溶液,放置 10 min,使溴的黄色退掉后,加(1+1)硫酸 7 mL 及 2 mL 碘化钾  $c(\text{KI})=1 \text{ mol/L}$  溶液,放置 10 min,再加 0.5 mL 氯化亚锡  $c(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=2 \text{ mol/L}$  溶液,放置 10 min,接着加入无砷锌粒各 5 g,立即按附录 A(参考件)图 A1 所示,装好附有乙酸铅棉球的导气管,并迅速将导气管另一端插入盛有 5.00 mL DDC 银溶液的小量筒内,待反应约 40 min 后,取下小量筒,加入三氯甲烷补至 5.00 mL 处,混匀后倒入 1 cm 吸收池内。

将吸收池放入分光光度计内,于波长 520 nm 处,用试剂空白(即 0 号吸收池)做参比,分别测定加入不同量砷化氢标准溶液的吸光化合物的吸光度值。

表 2 砷化氢标准曲线绘制参数

参 数 试 剂	吸 收 池 号					
	0	1	2	3	4	5
次溴酸钾吸收液, mL	3	3	3	3	3	3
10 $\mu\text{g/mL}$ 砷化氢标准液, mL	0	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50
$c(\frac{1}{2}\text{H}_3\text{PO}_4)=3 \text{ mol/L}$ 磷酸, mL	7	7	7	7	7	7
水, mL	60	60	60	60	60	60
$c(\text{H}_2\text{NOH} \cdot \text{HCl})=2 \text{ mol/L}$ 盐酸羟胺, mL	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
1+1 硫酸, mL	7	7	7	7	7	7
$c(\text{KI})=1 \text{ mol/L}$ 碘化钾, mL	2	2	2	2	2	2
$c(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=2 \text{ mol/L}$ 氯化亚锡, mL	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
无砷锌粒, g	5	5	5	5	5	5
相当砷化氢量, $\mu\text{g}$	0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0

以砷化氢含量对吸光度值绘制标准曲线。

#### 4.2.5 样品测定

将 500 mL(其体积以标定值为准)定体积取样管接到磷化氢样品气瓶上,用真空泵抽空至真空度达  $-0.1 \text{ MPa}$ ,开启气瓶,将样品气以 100 mL/min 的流速通入取样管约 5 min,出口接入盛有高锰酸钾溶

液的吸收瓶内。取样完毕,先关入口,后关出口。

按附录 A(参考件)图 A2 所示,将取样管 4 与各装有 40 mL 次溴酸钾吸收液的吸收管 6、7 及装有高锰酸钾溶液的尾气吸收瓶 8 串联,用高纯氮气以 50 mL/min 的流量吹洗 2 h,然后提高氮气流量达 100 mL/min,再吹 10 min,将样品气全部吹入吸收管内,把两级吸收液合并,移入 250 mL 锥形瓶中,放置 1 h,除不加砷化氢标准溶液、磷酸及水外,其余步骤按 4.2.4 进行,测定吸光度。

#### 4.2.6 结果计算

由测得的吸光度值,从砷化氢标准曲线中查得砷化氢的量,待测磷化氢中砷化氢的含量按式(2)计算:

$$\rho_1 = \frac{w}{V} \times \frac{22.4}{77.95} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $\rho_1$ ——磷化氢中砷化氢的含量,  $10^{-6}$ ;

$w$ ——从标准曲线中查出的砷化氢的量,  $\mu\text{g}$ ;

$V$ ——所取磷化氢样品的体积, mL;

77.95——砷化氢的摩尔质量, g/mol。

以两次平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。平行测定的相对偏差不大于 20%。

### 4.3 二氧化碳、总烃含量的测定

#### 4.3.1 方法原理

用气相色谱法测定二氧化碳及总烃含量。将主组分磷化氢预先切割分离,二氧化碳及总烃经色谱柱分离后,从色谱柱流出的二氧化碳,经甲烷化炉转化成甲烷,用氢火焰离子化检测器气相色谱法检测。

#### 4.3.2 仪器

采用对甲烷的最低检测浓度不大于  $0.4 \times 10^{-6}$  的氢火焰离子化检测器气相色谱仪。色谱仪的气路流程如附录 A(参考件)图 A3 所示。色谱仪的安装和调试,按仪器说明书进行。

#### 4.3.3 测定参考条件

- a. 检测器:氢火焰离子化检测器;
- b. 载气:纯度不低于 99.999% 的高纯氢,应符合 GB 7445 要求;
- c. 载气流量:约 60 mL/min;
- d. 色谱柱:长约 8 m、内径 3 mm 的不锈钢柱,内装 porapak.Q,粒度 0.3~0.45 mm,柱温 60℃;
- e. 转化炉温度:约 360~380℃;
- f. 高纯氮流量:约 40 mL/min;
- g. 空气流量:约 400 mL/min;
- h. 进样量:约 0.15 mL。

#### 4.3.4 测定步骤〔见附录 A(参考件)图 A3〕

按气相色谱仪使用说明书启动仪器,开启载气、空气、氮气,点火后调至所需数值,并使仪器稳定。

采样系统(包括定量管)用高纯氮充分置换后,再用 20 倍以上管道体积的样品气充分置换,使所取样品具有代表性。

转动阀 8 进样,进入色谱柱 6 分离,流出的二氧化碳及烃类杂质,经阀 5、阀 8 及阻力柱 11 后,进入甲烷化炉 12,将二氧化碳及烃类杂质转化为甲烷后,进入氢焰检测器 13 检测。当甲烷、二氧化碳、乙烯、乙炔及乙烷先后从色谱柱 6 流出后,转动阀 5,用反吹气将磷化氢经阀 8、阻力柱 10 及流量计 9 带出放空,通过热导记录磷化氢保留时间;当磷化氢完全流出色谱柱 6 后,将丙烷经阀 8、阻力柱 11、转化炉 12,进入检测器 13 检测。从色谱图测得二氧化碳和烃类杂质的峰面积  $A_i$ 。

#### 4.3.5 定标

用称量法(见 GB 5274)或指数稀释法(见 GB 4845)配制以高纯氢为底气的标准气,所配标准气中

二氧化碳及烃类的含量,约为样品气中二氧化碳及烃类含量的 50%~200%。将标准气直接进样,实测二氧化碳及烃类的峰面积  $A_s$ 。

#### 4.3.6 结果计算

##### 4.3.6.1 磷化氢中二氧化碳及烃类的含量按式(3)计算:

$$\varphi_i = \varphi_s \times \frac{A_i}{A_s} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $\varphi_i$ ——样品气中被测组分的含量,  $10^{-6}, V/V$ ;

$\varphi_s$ ——标准气中被测组分的含量,  $10^{-6}, V/V$ ;

$A_i$ ——样品气中被测组分的峰面积,  $\text{mm}^2$ ;

$A_s$ ——标准气中被测组分的峰面积,  $\text{mm}^2$ 。

##### 4.3.6.2 磷化氢中烃类总含量按式(4)计算:

$$\varphi_{\text{总烃}} = \sum_{i=1}^n \varphi_i \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $\varphi_i$ ——样品气中不同烃类的含量,按式(3)计算求得。

##### 4.3.6.3 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%。

#### 4.4 氢含量的测定

##### 4.4.1 方法原理

采用双气路、双色谱柱、切割反吹流程,以高纯氮为载体气,六通阀直接进样、热导检测器检测的气相色谱法。

##### 4.4.2 仪器

选用对氢的最低检测浓度不高于  $2 \times 10^{-6}$  的热导检测器气相色谱仪。色谱仪的气路流程见附录 A (参考件)图 A4。

##### 4.4.3 测定参考条件

- a. 检测器:热导池,冷阻值  $120\Omega$ ;
- b. 桥路电流:约 120 mA;
- c. 载气、反吹气:纯度不低于 99.999 6% 的高纯氮,应符合 GB 8980 的规定;
- d. 载气、反吹气流量:各约为 30 mL/min;
- e. 色谱柱:前柱长约 80 cm,内径 4 mm,内装 porapak Q,粒度 0.15~0.2 mm,柱温为室温;后柱长约 2 m,内径 4 mm,内装 5 A 分子筛,粒度 0.3~0.45 mm,柱温为室温;均为不锈钢柱;
- f. 色谱柱处理:前柱于  $250^\circ\text{C}$  下通高纯氮约 4 h,后柱于  $350^\circ\text{C}$  下抽空约 4 h;
- g. 进样量:约 4 mL。

##### 4.4.4 测定步骤[见附录 A(参考件)图 A4]

按色谱仪使用说明书启动仪器,开启载气,调整流速至选定值,接通热导池电源,调整仪器各部位达到测定条件,待仪器工作稳定。

先用高纯氮气,后用样品气,经阀 14 充分置换进样管线、定量管及阀体,使所取样品具有代表性。用于置换的样品气,都要经解毒罐解毒后放空。

置换后,转动阀 14 进样,记录氢的保留时间,待氢流出柱 20 后,同步转动阀 18、阀 19,将柱 20 中的气体切割,用氮气反吹,将色谱柱 20 中的磷化氢放空,从柱 20 流出的氢,经柱 21 由载气将其带入检测器 11 检测。

记录氢的色谱流出曲线,测量其峰面积  $A_s$ 。

##### 4.4.5 定标

用称量法或指数稀释法配制氢标准气。底气为高纯氮,标准气中氢的含量,约为样品气中氢含量的 50%~200%。将标准气直接进样,测量氢的色谱峰面积  $A_s$ 。

#### 4.4.6 结果计算

磷化氢中氢的含量按式(3)计算。

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5%。

#### 4.5 氮含量的测定

##### 4.5.1 方法原理

同4.4.1。载气为99.999%的高纯氢。应符合GB 7445规定。

##### 4.5.2 仪器

采用对氮的最低检测浓度不高于 $3 \times 10^{-6}$ 的带有热导检测器的气相色谱仪。色谱流程见附录A(参考件)图A4。

##### 4.5.3 测定参考条件

- a. 检测器:热导池,冷阻值 $120\Omega$ ;
- b. 桥路电流:约230 mA;
- c. 载气及反吹气纯度:不低于99.999%的高纯氢;
- d. 载气及反吹气流量:各约为50 mL/min;
- e. 色谱柱:前柱长约80 cm,内径4 mm,内装porapak Q,粒度0.15~0.2 mm,柱温 $50^\circ\text{C}$ ;后柱长约2 m,内径4 mm,内装13X分子筛,粒度0.3~0.45 mm,柱温为室温,均为不锈钢柱;
- f. 进样量:约4 mL。

##### 4.5.4 测定步骤[见附录A(参考件)图A4]

4.5.4.1 按仪器使用说明书启动仪器。载气为高纯氢,流量约50 mL/min。

4.5.4.2 空白试验:用高纯氢充分置换进样管线及定量管,转动阀14进样,经阀18、柱20、阀19及柱21后,进入检测器11检测,检查进样系统的密封性,以记录仪上无色谱峰出现为正常。

4.5.4.3 测定:先用氢气,后用样品气,经阀14充分置换进样管线、定量管及阀体,使所取样品具有代表性。置换用的样品气要经装有高锰酸钾溶液的解毒罐24解毒后放空。

置换后,转动阀14进样,记录氧、氮的保留时间,待氧、氮流出柱20后,同步转动阀18、阀19,将柱20中的气体切割,用氢气反吹,将磷化氢放空。从柱20流出的氧、氮,经色谱柱21分离,由载气将氮带入检测器11检测。

记录氮的色谱流出曲线,测量其峰面积 $A_i$ 。

##### 4.5.5 定标

底气为高纯氢。标准气中氮的含量,约为样品气中氮含量的50%~200%。将标准气直接进样,测量氮的色谱峰面积 $A_s$ 。

##### 4.5.6 结果计算

磷化氢中氮的含量按式(3)计算。

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5%。

#### 4.6 氧含量的测定

##### 4.6.1 方法原理

采用双气路、双色谱柱、切割反吹流程,高纯氮为载气,六通阀直接进样、电子捕获检测器检测的气相色谱法。

##### 4.6.2 仪器

采用对氧的最低检测浓度不高于 $1 \times 10^{-6}$ 的带有电子捕获检测器的气相色谱仪。色谱流程见附录A(参考件)图A4。

##### 4.6.3 测定参考条件

- a. 检测器:电子捕获检测器:脉冲周期 $150\ \mu\text{s}$ ;
- b. 载气、吹洗气:纯度不低于99.9996%的高纯氮,再经除水脱氧处理;

- c. 载气、吹洗气流量:各约为 50 mL/min;
- d. 色谱柱:前柱长约 80 cm,内径 4 mm,内装 porapak Q,粒度 0.15~0.2 mm,柱温为室温;后柱长约 2 m,内径 4 mm,内装 5A 分子筛,粒度 0.3~0.45 mm,柱温为室温;均为不锈钢柱;
- e. 进样量:约 4 mL。

#### 4.6.4 测定步骤〔见附录 A(参考件)图 A4〕

4.6.4.1 按色谱仪使用说明书启动仪器,用高纯氮充分置换气路系统,调整载气、吹洗气流量至选定值,接通检测器电源,调整仪器各部位达到测定条件,待仪器工作稳定。

##### 4.6.4.2 空白试验:

a. 稀释瓶空白试验:高纯氮由第 4 路经指数稀释瓶、阀 14 的定量管及阀 15 后放空。转动阀 14,将定量管中的气体带至阀 18、阀 19、柱 20 及柱 21,经三通去检测器,以记录仪上无色谱峰出现为正常。

b. 切割空白试验:第 2 路氮气经阀 19、调节阀 17、阻力柱 16 及阀 18 后放空,同步转动阀 18 及阀 19,通第 3 路载气,经阀 14、阀 18、阻力柱 16、调节阀 17、阀 19、柱 21 及三通 22,进入检测器,以记录仪上无色谱峰出现为正常。

4.6.4.3 保留时间测定:样品气瓶 30 中的样品气由阀 15 经解毒罐后放空,样品气再经阀 15、阀 14 及解毒罐后放空。转动阀 14,样品进入定量管,由第 3 路载气将样品气带至四通阀及色谱柱,再由三通阀经热导池,测得氧、氮、磷化氢的保留时间。

4.6.4.4 测定:置换时,先用高纯氮,后用样品气,经阀 15、阀 14、流量计 25 和解毒罐 24 处理后放空。转动阀 14 进样,载气将定量管中的样品气经阀 18 带入柱 20,记录氧的保留时间,待氧流出柱 20 后,同步转动阀 18、阀 19,将柱 20 中的气体切割,用氮气反吹,将柱中的气体吹除放空。氧经色谱柱 21,由载气将其带入检测器 23 检测。

记录氧的色谱流出曲线,测量其峰面积  $A_i$ 。

#### 4.6.5 定标

用称量法或指数稀释法配制的标准气定标。底气为高纯氮,标准气中氧的含量约为样品气中氧含量的 50%~200%。将标准气直接进样,测量氧的色谱峰面积  $A_s$ 。

#### 4.6.6 结果计算

磷化氢中氧的含量,按式(3)计算。

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%。

#### 4.7 水含量的测定

按 GB 5832.1 执行。

### 5 检验规则

5.1 磷化氢由生产厂的质量监督部门检验,生产厂保证其产品质量符合本标准的要求。

5.2 磷化氢质量按逐瓶逐项指标检验。

5.3 当检验结果有一项指标不符合本标准的要求时,则该瓶产品不合格。

5.4 用户亦按照本标准规定检验。

5.5 用户和生产厂对产品质量发生意见分歧时,由双方共同检验或提请仲裁。

### 6 包装、标志、运输及贮存

6.1 磷化氢气瓶的包装及运输应符合《气瓶安全监察规程》以及运输部门的有关规定。

6.2 包装标志应符合 GB 190 的规定。

6.3 磷化氢气瓶的颜色标记应符合 GB 7144 之规定。气瓶应漆成白色,并标上大红色的“磷化氢”字样。

6.4 磷化氢气瓶及其阀门所用材质为碳钢或不锈钢。

- 6.5 磷化氢气瓶瓶阀不得带有安全阀。
- 6.6 磷化氢气瓶应在室温下贮存。贮存场所的出入口应设“剧毒”和“易燃”字样的警告牌。
- 6.7 磷化氢气瓶贮存场所 10 m 以内,严禁明火或放置易燃和可燃性物品,并备有有效和可靠的消防器材。
- 6.8 在贮存场所,应常备适用的防毒面具。
- 6.9 瓶装磷化氢的最大充装量按式(5)计算:

$$G = V \cdot C \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:  $G$  —— 气瓶内磷化氢的质量, kg;

$V$  —— 气瓶标明的内容积, L;

$C$  —— 磷化氢的充装系数, 0.2 kg/L。

磷化氢的充装量按实际称量的质量计。

- 6.10 瓶装磷化氢在出厂前应检查瓶嘴、瓶阀螺纹连接处以及瓶阀阀杆处无泄漏,并封好阀口;戴上瓶帽。
- 6.11 充装磷化氢的气瓶(包括返回的气瓶),在充装前必须用惰性气体吹洗,并经加温、抽空处理。
- 6.12 磷化氢出厂时应附有产品质量合格证,其内容应包括:
- a. 产品名称及规格;
  - b. 生产厂名称;
  - c. 生产日期、生产批号;
  - d. 气瓶号码及容积;
  - e. 磷化氢的质量(kg);
  - f. 本标准代号等。

## 7 安全要求

- 7.1 磷化氢是剧毒、可燃气体,在空气中的允许含量为  $0.3 \text{ mg/m}^3$ 。接触磷化氢,可致人体中毒,迅速出现的症状有恶心、呕吐、腹泻、强渴、呼吸困难、咳嗽带痰、痉挛、麻痹和昏迷等。因此,在生产、检验和使用过程中,要防止磷化氢外漏。工作场所应设排风装置。
- 7.2 分析系统要保证密闭。取样、置换过程的磷化氢尾气,都要经解毒处理后再放空。
- 7.3 磷化氢气瓶应离开热源和火源贮存。使用中的气瓶应放在遮阳的露天或强制通风室内。
- 7.4 设备、仪器在通磷化氢之前,要用干燥的惰性气体吹洗,管线要经过检漏。
- 7.5 磷化氢气瓶在运输时应避免冲击和跌落。



附录 A  
(参考件)

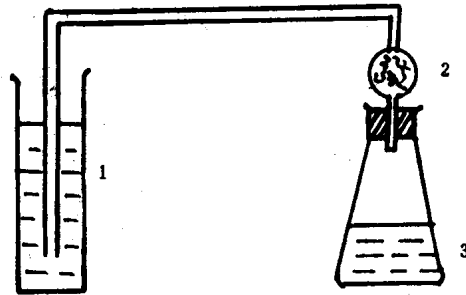


图 A1 砷化氢分析示意图

1—10 mL 量筒; 2—乙酸铅棉球; 3—250 mL 锥形瓶

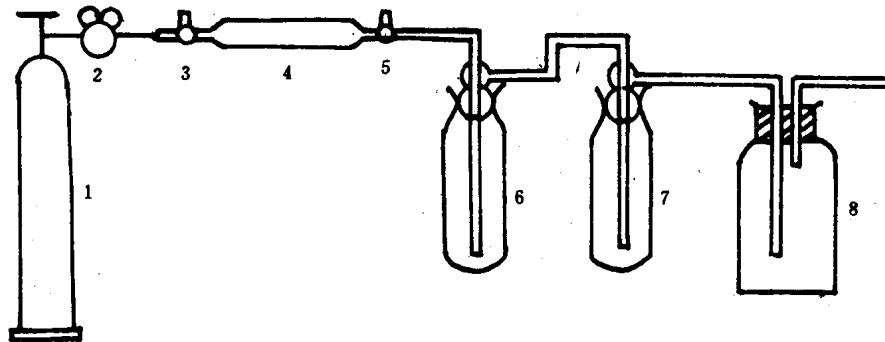


图 A2 砷化氢样品含量处理流程示意图

1—氮气钢瓶; 2—减压阀; 3、5—玻璃活塞; 4—取样管;  
6、7—吸收管; 8—尾气吸收瓶

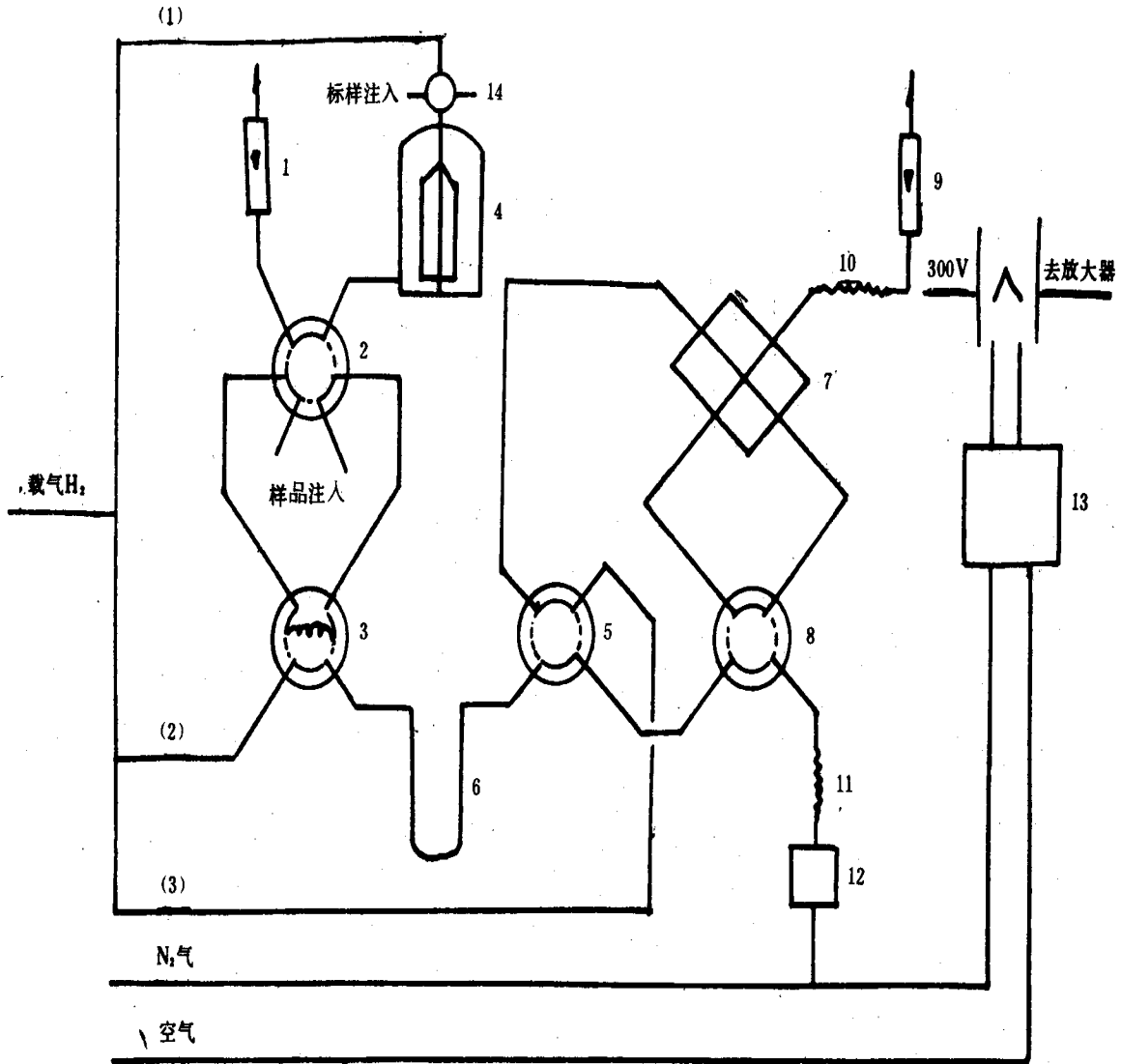


图 A3 磷化氢中 THC 及 CO<sub>2</sub> 分析气路流程示意图

1、9—流速计；2、3—六通阀；4—指数稀释瓶；5、8—四通阀；6—色谱柱；7—热导池；  
10、11—阻力柱；12—甲烷化炉；13—氢焰检测器；14—定体积旋塞

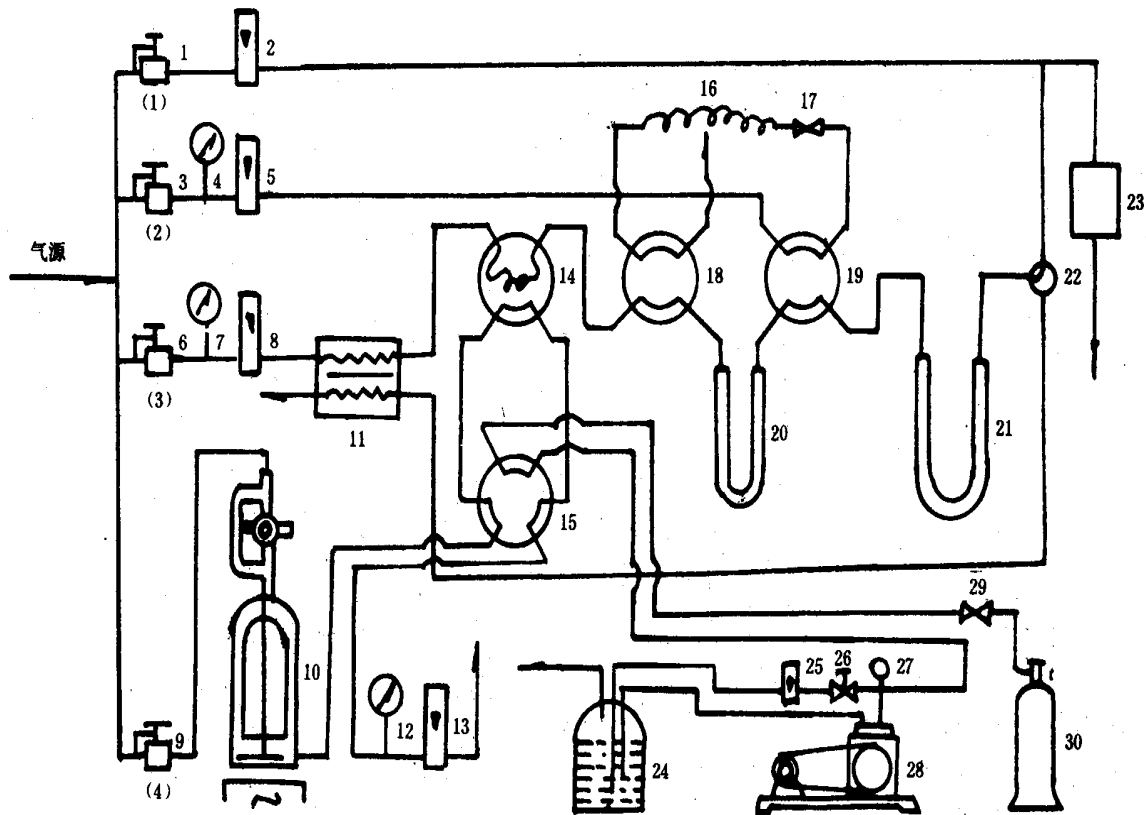


图 A4 磷化氢中氮、氧、氢分析气路示意流程图

1、3、6、9—微调阀；4、7、12、27—压力表；2、5、8、13、25—流量计；10—指数稀释瓶；11—热导池；  
14、15—六通阀；16—阻力柱；17、29—调节阀；18、19—四通阀；20、21—色谱柱；22—三通阀；  
23—电子捕获鉴定器；24—解毒罐；26—截止阀；28—真空泵；30—样品气钢瓶

**附加说明：**

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部西南化工研究院归口。

本标准由化学工业部光明化工研究所负责起草。

本标准主要起草人吕多俊。

本标准参照采用 SEMI 标准 C3 STD. 6—88《钢瓶装电子级磷化氢(暂定)》及 C3 STD. 7—88《钢瓶装发光二极管级磷化氢(暂定)》。