

超高纯气体储存钢瓶处理系统研究

曾庆腾（上海正帆科技股份有限公司，上海 200120）

摘要：砷化氢、磷化氢等超高纯气体在工业产业当中有着十分广泛的应用，由于此类气体其本身可能存在易燃、剧毒等特性，因此确保相应储存气体的钢瓶处理系统质量，避免泄漏等安全事故的发生，同时保障气体纯度以满足相应项目需求是十分有必要的。对此应结合实际项目情况，有针对性的对不同储存超高纯气体钢瓶处理系统展开研究，明确不同钢瓶处理系统设计难点以及相应处理解决方案，确保储存超高纯气体的钢瓶质量、纯度等相关指标情况满足实际需求。

关键词：超高纯气体；充装；储存；钢瓶处理系统

超高纯气体储存钢瓶处理系统包括多个结构，例如置换气源、减压器、真空计、压力计、阀门、充装系统等等，这些系统和相应结构的设计，对于超高纯气体的纯度、安全等都有着直接影响。但是在实际进行超高纯气体储存钢瓶处理系统的设计和优化的过程中，由于不同气体的特点和项目要求各不相同，所以相应钢瓶处理系统设计也存在一定差异。

1 安全气瓶充装钢瓶处理系统

1.1 项目概况

以某安全气瓶充装项目为例，探讨钢瓶处理系统设计。安全气瓶是当前半导体制造过程中，供应砷化氢、磷化氢、三氟化硼等气体常用储存钢瓶。在实际供应中，气体充装量精度要按克计量，充装后要求保持一定范围真空度，还要保证高纯度^[1]。很多企业实际应用安全气瓶时，为提高生产效率通常采用多个安全气瓶同时生产，并在通风橱内完成相应充装操作，使得相应工艺气路、管道应力及气流情况等都会对充装质量、效果和效率等产生一定影响，难以确保每个充装瓶重装量基本一致。此外，对于安全储存气瓶的控制精度、真空度、纯度及其本身发热情况也有一定要求。

1.2 钢瓶处理系统设计方案

针对安全气瓶充装钢瓶处理系统实际问题，采取相应解决措施，详细设计方案如下：①结合项目实际要求明确一次性充装气体瓶的数量、尺寸大小、每个安全气瓶充装量，按要求选择合适气源钢瓶；②结合相应充装需求设计安全气瓶摆放钢架，确保安全气瓶平稳、安全放置钢架上，并使用6mm 不锈钢管道，据实际情况制作成为汇流排，连接所有安全气瓶接口，并使用管道将汇流排与充装控制面板连接在一起，控制面板上游与气源钢瓶

相连，再根据实际充气要求，在控制面板上设置精确调压、调流量、气体置换和抽真空等相应功能；

③为确保充分发挥汇流排充气 and 均压作用，还应在汇流排上设置高精度真空计、压力计及相应阀门，使用毛细不锈钢管与计量安全气瓶连接，并设置高精度称对安全气瓶称重；④严格按超高纯气体实际需求，合理选用设备、管阀件等材料，保障相应安装施工和检测标准符合半导体级超高纯质量要求；⑤结合钢架、控制面板、气源钢瓶、计量称的尺寸大小、换气量等，合理设计通风橱及通风管口位置，并按橱内气流情况调整计量安全气瓶和称位置。确保气瓶实际运行中，通风气流满足钢瓶本身散热需求，带走充气过程中可能产生有毒有害气体，也不影响计量。

2 钢瓶处理系统的实施方案

2.1 方案描述

半导体产业中，使用的气体类型被称为电子气体，相关人员可按照门类将其分为纯气、高纯气和特殊材料气体三大类。其中特殊材料气体主要应用在蚀刻工艺中；而高纯气体则用于运载气和稀释气中。作为半导体气体的一种，电子气体又可分为电子级、LSI级、VLSI级、ULSI级。在具体应用环节，钢瓶主要用作存储电子气体，其自身质量与处理系统是否科学，直接影响电子气体纯度。因此，在具体设计环节，需要对钢瓶内部进行除杂，然后将电子气体储存其中。对钢瓶气体进行除杂时，应关注工艺气路、管道应力和气流等因素对气体纯度的影响，通过对处理系统的科学应用，确保气体真空度与纯度达标。

2.2 系统构成

置换气源的输出端与减压器的输出端相连接，而减压器输出端则与吸附器的输入端相连接。同

时, 保证减压器的输出端与分析装置的输入端连通。吸附器的输出端与过滤器组的输入端连通。系统中的钢瓶组包括多个钢瓶和总管, 将不同钢瓶与相应的总管结构相连接, 随后将钢瓶放置在加热烘箱中。钢瓶处理系统构成(图1):

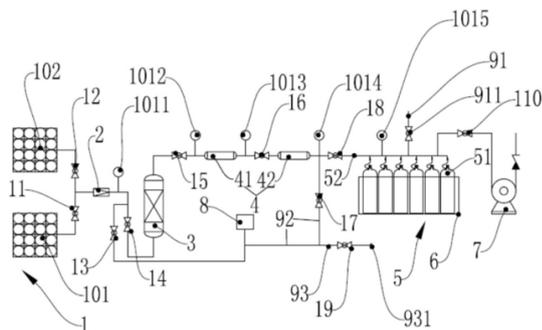


图1 钢瓶处理系统的具体构成情况

图中, 1表示置换气源、2为减压器、3为吸附器、4为过滤装置、5为钢瓶组; 101和102表示第一集装格和第二集装格; 11、12、13、14、15、16、17、18、19、110分别表示1号阀门、2号阀门、3号阀门、4号阀门、5号阀门、6号阀门、7号阀门、8号阀门、9号阀门与10号阀门; 51为钢瓶、52为总管、6为加热烘箱、7为真空泵, 8为分析装置; 91表示排空管、911为排空阀、92为气体检测管、93为分管、931为软管活接头。1011、1012、1013、1014、1015为第一压力表、第二压力表、第三压力表、第四压力表和第五压力表。

2.3 具体步骤

根据图1, 对钢瓶处理系统应用的具体步骤说明如下:

一是将置换气源中的置换气通入到减压器中, 对其进行初步减压处理; 随后将减压处理后的气体输送到分析装置中, 对气体参数进行分析, 了解其是否达到检测合格标准, 当气体合格后, 将其输送到吸附器中, 对其进行进一步吸附处理。

二是对吸附器中的气体进行过滤处理, 使用系统中的过滤装置完成这一任务, 将过滤完成置换气输送到分析装置中, 重点检查气体中的杂质, 当杂质含量满足要求后, 技术人员将电子气体送入到真空泵中。在此过程中, 需要完成的工作是对系统管道进行抽真空处理。当管道的真空度达到0.03Pa后, 关闭阀门装置, 随后打开钢瓶组内钢瓶阀门, 并对钢瓶内气体的压力进行判断, 当气体压力值 $>0.2\text{MPa}$ 时, 则需要首先打开排空阀门, 作排空处理。

在具体操作过程中, 需要对钢瓶内的气体压力进行检测, 当气体压力达到 0.05MPa 时, 则需要关

闭排空阀, 同时将加热烘箱的启动装置打开, 调整加热温度, 使其保持在 $80\sim 120^{\circ}\text{C}$ 。系统中的第一级过滤器精度值为 $0.01\mu\text{m}$, 第二级过滤器的精度值为 $0.003\mu\text{m}$, 通过上述两级过滤装置的使用, 能够对气体中的固体颗粒进行过滤, 并对其中的油污物质进行干预。

参考图1, 可知处理系统中的排空管91与总管52相连接, 并且在排空管中设计有排空阀911。对排空管与总管进行上述设计的主要原因是方便相关人员对钢瓶进行排空处理。需要特别指出的是, 在系统方案设计中, 将总管52与多个钢瓶连接, 并将置换气通入到这些钢瓶中, 会使得钢瓶51中的压力值增加。为确保整个处理过程连续可靠, 相关人员应对钢瓶中的压力值进行观察, 当压力值超过 0.2MPa 时, 需要立即打开系统中的排空阀门, 将钢瓶中的压力降低到 0.05MPa 以下。

系统中的气体检测管92的一端与过滤器组的输出端相连接, 而另一端则连接分析装置。处理系统采用这一设计思路主要考虑到置换气体在经过过滤器后, 需要再次进入到分析装置中, 对气体中的含杂进行分析, 使得气体的纯度获得进一步提升。当气体含杂分析合格后, 此时置换气体进入到总管通道中。为确保气体能够顺利进入到分析装置中, 需要打开7号阀门, 并确保8号阀门为关闭状。

根据图1, 气体检测管92的一端连接着过滤器组4的输出端, 其另一端与分析装置8的输入端连接。分管93则与检测管92连接, 其另一端设置有分管活接头931。实际上, 当处理系统中的钢瓶完成加热后, 便可对其通入置换气, 并对其进一步抽真空处理。在具体操作环节, 需要对气体的含杂情况进行分析, 当含杂合格后, 可对这个钢瓶进行处理; 而含杂不合格, 则需要对钢瓶进行充分加热, 上述步骤反复进行, 直到钢瓶组中所有钢瓶气体含杂合格为止。

三是将置换气源存储在集装格的气瓶中, 其中包括2个集装格, 分别是101与102(见图1)。本次项目中, 使用的置换气体为氮气、氩气与氦气, 根据处理系统对气体纯度和压力提出的具体要求, 选择合适种类的气体。在操作过程中, 需要保证集装格一个打开、另一个关闭。例如, 在本次钢瓶系统的置换气环节, 技术人员首先使用集装格101内的置换气, 此时应确保1号阀门11为开启状态, 2号阀门则为关闭状态。当第一集格内的钢瓶完成置换气, 并检测合格后, 需要立即关闭1

号阀门,并打开2号阀门,开始对第二集装格中的钢瓶进行置换气操作。上述处理系统应用后,能够保证钢瓶置换气操作稳定性,相关人员无需对原料进行更换,便可完成置换气操作,使得工作效率提升,减少了系统操作流程,有利于对钢瓶整体质量进行把控。

四是打开系统中的10号阀门,对系统进行抽真空处理,当系统管道的真空度满足0.03Pa这一标准值后,相关人员应立即关闭10号阀门。上述步骤完成后,操作人员应立即打开8号阀门,将过滤组处理完成的置换气送入到钢瓶中,此时应再次对钢瓶中的气体压力进行测量,保持其压力值在0.2MPa,当气体在钢瓶内静置20~30min后,再次打开10号阀门,并对其进行抽真空处理,使得管道真空度恢复到0.03Pa。

五是将电子气体通入到靠近总管的输入端,在此过程中,技术人员通过调整系统参数,将钢瓶中的气体压力值控制在0.8~1MPa之间,并确保钢瓶内其他阀门处于真空关闭状态,同时将所有钢瓶自加热烘箱中拆除。此时需要关注压力表的工作状态,处理系统中共包括五个压力表,分别是图1中的1011、1012、1013、1014与1015。第一压力表1011与减压器的输入端相连接,第二压力表1012则与5号阀门的输出端与6号阀门的输入端相连接。第四压力表1014则连接第二过滤器的输出端与8号阀门的输入端,而第五压力表1015则与总管52相连接。

六是对钢瓶的具体温度进行测量与记录,当温度降低到与室内温度一致时,将完成置换电子气体的钢瓶连接起来,使用软管活接头,将上述钢瓶连接。随后打开9号阀门,对这组钢瓶中的气体含杂量进行分析,倘若含杂量合格,则对钢瓶进行抽真空处理,倘若含杂分析报告不合格,相关人员需要将钢瓶拆下,重新对其进行置换气操作。

3 钢瓶处理系统的应用效果和注意事项

3.1 处理标准

处理系统使用后,使得钢瓶内部洁净度达到了电子气体的使用标准,为半导体制造行业的发展奠定了基础。本次分析装置检测的置换气纯度标准为99.999%,超过了4N5标准。项目按照预期计划完工,钢瓶组经过多次置换气操作后,其参数指标达到了要求,使用效果十分显著,气体充装质量良好、真空度与纯度等指标均达到最新标准。钢瓶充装处理效果也通过半导体客户测试,获得业主方一致好

评。

3.2 注意事项

需要特别说明的是,相关人员在钢瓶进行置换气操作时,使用的置换气源共计包括3种,分别是氦气、氩气和氮气。在置换过程中,首先需要将置换气源与减压装置相连,保证减压器处理后的换气压在0.8~2MPa之间,并确保气体在管道内的压力处于稳定状态。

项目使用的分析装置包括色谱仪、颗粒尘埃测试仪和水分仪。在置换气检测合格后,需要将置换气源中的气体进行减压处理,随后将其通入到吸附器中。吸附器的类型主要是3A吸附剂、4A吸附剂、5A吸附剂和13X吸附剂,或将上述类型吸附剂混合,以实现吸附效果最大化。吸附剂的主要作用是吸附水分和氧气,使得置换气的纯度达到合格标准^[2]。

经过吸附器处理后的电子气体需要与过滤装置连接,将气体中的固体颗粒物过滤出去,使得气体的纯度进一步提高。当这一步骤完成后,需要使用分析装置对气体中的杂质进行判断,当杂质检测合格后,方可将其通入到总管中。为确保检测与输送环节稳定高效,在钢瓶处理系统中使用的管道均为EP级316不锈钢管,并使用与系统相匹配的加热烘箱,对其进行加热处理,使得钢瓶内壁多余的水分以蒸汽的状态排出。在上述操作过程中,相关人员需要反复执行抽真空,并对置换气进行处理,确保置换气与钢瓶内的杂质被一并抽空,确保电子气体的纯净度满足半导体制造要求。

4 结束语

综上,研究促使安全气瓶中储存气体纯度提高的处理系统,对项目实际情况和设计方案进行分析,在此基础上,说明系统的构成和具体实现步骤。处理系统使用后,钢瓶充装效率明显提升,降低了工艺气路、管道应力和气流等因素对实际充装工作产生的影响,使得各气瓶的充装量能够保持一致。

参考文献:

- [1] 杨毅坤,王建让.高纯气体自动充装系统的研究与应用[J].深冷技术,2021(3):2.
- [2] 张琼.固体物料气力输送中给料设备的选型及应用[J].科技创新与应用,2021(10):3.

作者简介:

曾庆腾(1960-),男,汉族,上海浦东人,本科,注册一级建造师,研究方向:超高纯气体的钢瓶处理系统研究。