

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 597-1995

半导体用透明石英玻璃管

1996—05—01 实施

发布

项 次

项 次.....	2
1 主题内容与适用范围	4
2 引用标准	5
3 术语	6
4 产品分类	7
4.1 分类.....	7
4.2 等级.....	7
5 技术要求	8
5.1 规格尺寸	8
5.2 尺寸偏差	8
5.3 外观指标	9
5.4 杂质含量	10
5.5 物理性能	10
6 试验方法	11
6.1 规格尺寸	11
6.2 外观检验	11
6.3 理化性能检验	11
7 检验规则	13
7.1 检验分类	13
7.2 组批与抽样	13
7.3 判定规则	13
8 标志、包装、运输和贮存	14
附录 A 石英玻璃析晶性能试验方法（补充件）	15
A1 试验原理	15
A2 试样的制备	15
A3 试验设备	15
A4 试验步骤	15
A5 测量与计算	15
附录 B 石英玻璃高温变形性能试验方法（补充件）	17
B1 试验原理	17

B2 试样制备 17

B3 设备与材料..... 17

B4 试验步骤 17

B5 试验报告 17

附加说明： 19

1 主题内容与适用范围

本标准规定了半导体用透明石英玻璃管的分类、规格尺寸、技术要求、试验方法，检验规则及标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于天然水晶或天然高纯二氧化硅、硅卤化物作原料，应用于半导体工业的透明石英玻璃管（以下简称石英玻璃管）。冶金、化学工业用透明石英玻璃管也可参照本标准。

2 引用标准

GB / T3284 石英玻璃化学成分分析方法

GB59a9 透明石英玻璃气泡、气线检验方法

GB10701 石英玻璃热稳定性检验方法

GB / T 12442 石英玻璃中羟基含量试验方法

3 术语

- 3.1 气线：石英玻璃管壁内或表面的线状棱形空穴。
- 3.2 气线密度：每平方厘米中气线条数。
- 3.3 破皮气线：暴露在石英玻璃管内外表面的开口气线，其边缘锋利。
- 3.4 色线：石英玻璃管上带有颜色的线条。
- 3.5 沟棱：石英玻璃管表面在长度方向形成的凹凸不平的沟槽和凸棱。
- 3.6 晶纹：石英玻璃管上有明显可见的各种微小的炸裂纹。
- 3.7 麻点：石英玻璃管壁上的小斑点。它是粘附在管壁上的粒状杂质经清除后残留的痕迹。
- 3.8 杂质：石英玻璃组成中二氧化硅（ SiO_2 ）以外的组分。
- 3.9 生料颗粒：透明石英玻璃管的内、外壁上在熔制过程中所粘附的未熔化的石英质颗粒。
- 3.10 透明颗粒：石英玻璃管中完全熔化的透明石英质颗粒。
- 3.11 波纹：石英玻璃管的内、外壁圆周呈现轴向的波浪形凹凸不平。
- 3.12 色斑：在石英玻璃管壁上的黑、白、褐色等任意形状的色点。
- 3.13 气泡群：透明石英玻璃管壁中，由微小气泡（小于标准中气泡的下限尺寸）密集而成的群集气泡。
- 3.14 揪痕：排除石英玻璃管壁上较大杂质点、气泡等弊病后留下的痕迹。
- 3.15 暗疤：透明石英玻璃管壁内呈现的一种斜状、透明、有明显界面的玻璃态（俗称雪花，破皮或梅花）。在高温熔烧中发橙色亮光。
- 3.16 炸裂：石英玻璃管经急冷急热而产生的裂纹或碎裂。
- 3.17 析晶：透明石英玻璃在特定温度下析出晶体，造成失透。
- 3.18 桔皮：透明石英玻璃管外观呈现的象桔子皮似的影像。
- 3.19 云雾：石英玻璃管烧制加工中，所产生的二氧化硅（ SiO_2 ）挥发物，冷凝后附着在表壁上的白色不透明物。
- 3.20 偏壁度：石英玻璃管同一横截面上最大、最小壁厚之差。
- 3.21 椭圆度：石英玻璃管同一横截面上最大、最小直径之差。
- 3.22 弯曲度：石英玻璃管在长度方向的平直程度。

4 产品分类

4.1 分类

按生产工艺分以下 5 类：

- a. 真空常压法管（常压管）；
- b. 真空加压法管（加压管）；
- c. 电熔二步法管；
- d. 气炼、电熔二步法管（气炼二步法管）；
- e. 气炼一步法管（气炼管）。

4.2 等级

石英玻璃管按外观分为优等品（A）、一等品（B）和合格品（C）3 个等级。

5 技术要求

5.1 规格尺寸

5.1.1 石英玻璃管的规格尺寸范围及外径、壁厚偏差应符合表 1、表 2 的规定。

5.1.2 石英玻璃管的标准长度为 1000mm。

表 1

外径范围, mm	外径偏差, %
10- 50	± 3.0
51- 70	± 3.0
71- 90	± 2.7
91- 100	± 2.7
101- 150	± 2.5
151- 250	± 2.2

表 2

壁厚范围, mm	壁厚偏差, %
1.5- 3.0	± 12
3.1- 4.0	± 14
4.1- 5.0	± 15

注：1.管子为两端开口亦可为一端开口，封口管其弧度部分不包括在长度内。

2.特殊规格或其它规格的管子，由供需双方商定。

5.1.3 矩形管、钟罩式石英管规格尺寸由供需双方商定。

5.2 尺寸偏差

5.2.1 外径偏差、壁厚偏差应符合表 1、表 2 的规定。

5.2.2 长度：偏差为管长的 ± 1%。

5.2.3 偏壁度：不得大于壁厚偏差的绝对值。

5.2.4 椭圆度：不得大于外径偏差的绝对值。

5.2.5 弯曲度：不得超过管长的 3‰。

注：管长在 1000mm 以上，其弯曲度不得超过管长的 2.5‰。

5.3 外观指标

5.3.1 常压管、加压管、电熔二步法、气炼二步法管的外观指标应不大于表 3 的规定。

表 3

外观名称 等级指标 等级	优等品	一等品	合格品
气线密度, 条/cm[2]	3	20	40
其中长度 > 5mm 的气线, 条	1	3	5
气线宽度, mm	0.2	0.3	0.5
气线长度, mm	20- 30	31- 80	81- 200
长气线条数 条/1000mm	10- 60mm 61- 120mm 121- 200mm	2 4 6	3 5 7
色 线	不允许	不允许	管径 80mm 允许有 1 条 管径 80mm 允许有 2 条
麻点 个/1000mm	20- 60mm 61- 120mm 121- 200mm	不允许 4 6	2 4 6
沟 棱		手摸感觉不明显	
晶纹、裂纹、内壁破皮气线		不允许	

注：长度小于 10mm 的色线不计。

色线的长度及宽度指标按各等级气线长度、宽度的指标规定。

5.3.2 气炼管的外观指标应不大于表 4 的规定。

表 4

外观指标 等级指标 等级	优等品	一等品	合格品
气 直径, mm	0.3	0.5	0.8
泡 数量, 个/cm[2]	4	6	10
气 长径, mm		5	10
泡 群 总数, 个/100cm[2]	不允许	7	9
暗 长径, mm	2	4	5
疤 数量, 个/100cm[2]	2	3	4
色 长径, mm	0.5	1.0	2.0
斑 数量, 个/100cm[2]	2	5	10
揪 10- 60mm 直径, mm		13	
数量, 个/1000mm		2	4
61- 120mm 直径, mm	不允许	13	15
数量, 个/1000mm		3	5
121- 200mm 直径, mm		15	25
痕 数量, 个/1000mm		5	8

生料颗粒, 个/100cm ²		不允许	
透明颗粒, 个/100cm ²		不允许	25 100
内壁波纹, mm	壁厚 5mm		0.2 0.4
	壁厚 5mm	不允许	0.3 0.5
桔皮		不允许	不明显
云雾		不允许	不明显

5.4 杂质含量

5.4.1 Al、Fe、Ca、Mg、Cu、Co、Ni、Mn、Ti、Na、K、Li、B 13 个杂质元素的总含量应不大于 50×10^{-6} 其中：

Fe 3×10^{-6} , Cu 0.8×10^{-6} , Na 2×10^{-6} ,

K 2×10^{-6} , Li 2×10^{-6} , B 0.3×10^{-6} 。

5.4.2 羟基含量

半导体用石英玻璃管的羟基含量应不大于 220×10^{-6} 。

5.5 物理性能

5.5.1 热稳定性

石英玻璃管在 1100 下恒温 15min ,置于 20 ± 5 水中急冷 ,不得出现裂纹、缺口(切、磨口处断面崩落不计)。

5.5.2 析晶性能

石英玻璃管在 1100 ± 5 下恒温 6h ,析晶层平均厚度不大于 $100 \mu\text{m}$ 。

5.5.3 高温变形

石英玻璃管在 1200 ± 10 下保温 24h ,其变形率：直径不大于 120mm 的管材变形率应不大于 4% ,直径大于 120mm 的管材 ,变形率应不大于 6% 。

6 试验方法

6.1 规格尺寸

对管材的规格尺寸偏差的测量采用分度值不大于 0.05mm 的游标卡尺或量具进行检验。

6.1.1 长度

用分度值为 1mm 的直尺沿管长方向测量。

6.1.2 外径

测量管材两端及中间部位的直径，每 1000mm 管材测量点不得少于 5 个，取最大值与最小值，计算其偏差。

6.1.3 壁厚

测量管材两端的壁厚，每端测量点不得少于 3 个，取最大值与最小值，计算其偏差。

6.1.4 偏壁度

测量管材两端同一横截面上管壁厚度，取最大值与最小值，计算其差值。

6.1.5 椭圆度

测量管材两端同一横截面上外径取最大值与最小值，计算其差值。

6.1.6 弯曲度

将管材平放在平台上，使两端紧贴平面，转动管子用塞尺测量拱起部位与平面之间的最大间隙。

6.2 外观检验

外观缺陷用目测，尺寸用精度为 0.02mm 的卡尺检验，尺寸小于 1mm 的缺陷可用最小读数为 0.01mm 的显微镜测量。气泡、气线按 GB5949 规定检验。

6.3 理化性能检验

6.3.1 杂质含量按 GB / T3284 规定分析。

6.3.2 羟基含量按 GB / T12442 规定检验。

6.3.3 热稳定性按 GB10701 规定检验。取两组试件（每组 3 个），一组试验，一组备用。若有一个试样出现裂纹、缺口，应取另一组重新试验。若一组中有两个试样产生上述缺陷，则不允许重检。

6.3.4 析晶性能按附录 A 规定检验。

6.3.5 高温变形性能按附录 B 规定检验。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 出厂检验：检验项目包括外观指标、尺寸偏差和热稳定性。

7.1.2 型式检验：检验项目包括出厂检验各项目、杂质含量、析晶性能、羟基含量和高温变形。

有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a. 新产品试制定型鉴定；
- h. 原材料或工艺有较大改变时；
- c. 正常生产时，每年至少一次型式检验；
- d. 产品停产 3 个月后，恢复生产时；
- e. 国家质量监督机构提出进行质量抽检时。

7.2 组批与抽样

7.2.1 组批：同种原料、同种工艺生产的产品，以 100kg 为一批。小于 100kg 以一批计算。

7.2.2 抽样：采取随机取样，从每批管材中任意抽取 5 支进行外观与规格尺寸检验，从中取 1~2 支（直径不大于 70mm 取 2 支，直径大于 70mm 取 1 支）进行理化检验。

7.3 判定规则

7.3.1 5 项理化性能指标有一项不符合要求，判该批产品理化性能为不合格。

7.3.2 外观指标有 20% 以上不符合要求，判该批产品外观为不合格。

7.3.3 尺寸偏差有 20% 以上不符合要求，判该批产品尺寸偏差为不合格。

7.3.4 5 项理化性能指标、外观指标、尺寸偏差均符合要求，判该批产品为合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 每支管材应附有产品合格证，合格证上标明产品名称、制造厂名、商标、规格、等级、检验员编号、生产日期（或生产批号）和出厂日期（或编号）。

8.2 每批产品出厂时应附有产品使用说明书，写明该批产品的物理、化学含量分析报告及注意事项。

8.3 石英玻璃管应用塑料薄膜封装，然后装箱，必要时应填垫泡沫塑料。两支以上包装的必须避免运输中的碰撞。产品包装应随带产品合格证、装箱单、产品说明书。包装箱上应贴有储运图示标志如“小心轻放”、“请勿倒置”、“玻璃制品”、“防潮”等字样和图形。

8.4 装、卸、运都要轻拿轻放，不能扔摔、碰撞。

8.5 产品应贮存在无有害气体、干燥清洁的室内，按等级、规格分类存放，尽可能不重叠，防压受损。

附录 A 石英玻璃析晶性能试验方法（补充件）

A1 试验原理

将试样在高温下保持一定时间，测定玻璃表面失透层的厚度。

A2 试样的制备

外径 25mm 以下的石英玻璃管，切取长度 15mm 整管试样 3 段。外径 25mm 以上的石英玻璃管，切取弦长 25mm，长度 15mm 的试样 3 块。

试样均为原壁厚，表面不另加工，试样切口处用金钢砂（W10）磨平，不能有崩口。

A3 试验设备

A3.1 电热干燥箱。

A3.2 立式高温二硅化钼电炉。

A3.2.1 电炉必须具有双层炉膛，内炉膛为高纯三氧化二铝材料制成，炉内样品上放有石英垫。

A3.2.2 电炉温度有 P.I.D 自动控制，精度为 ± 1 ，24h 内稳定在 ± 2.5 。炉温均匀，梯度不大于 ± 10 。

A3.3 测量显微镜：测量精度为 $5\mu\text{m}$ ，放大倍数为 100。

A4 试验步骤

A4.1 试样于 10% 浓度的化学纯氢氟酸溶液中浸泡 15min，取出用自来水冲洗 20s，然后再用去离子水冲洗 15s。把洗净的试样用夹子（非金属材料）取出放在垫有清洁纱布的干燥培养皿中（纱布和培养皿均用去离子水洗净、烘干）烘干。在整个操作过程中不得用手直接触摸试样。

A4.2 将处理干净的试样放入已恒温 1400 的高温炉中，在 1400 下恒温 6h（恒温期间电炉温度波动不得大于 ± 5 ）然后立即打开炉门用清洁的坩埚钳将试样取出，待稍冷后放入石蜡与松香混合溶液中（石蜡 松香 = 4 1）。

A4.3 将试样两端析晶层用金钢砂（W10）磨掉、抛光，再用汽油洗掉保护蜡。

A5 测量与计算

A5.1 将每块试样分别于测量显微镜下测量析晶厚度，间隔 2mm 取一点（每块试样最少要取 10 个点）同时测量出内层、中层、外层析晶层厚度。按下式计算：

$$\mu_i = \mu_{\text{内}} + \mu_{\text{中}} + \mu_{\text{外}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$\mu = \frac{\sum_{i=1}^l \mu_i}{l} \dots\dots\dots (A2)$$

式中： μ_i ——每一点的内、中、外析晶层厚度之和；

l ——测量点的数量；

—

μ ——每块试样析晶层的平均厚度。

每块试样析晶层厚度保留一位小数。

最终结果取 3 块试样析晶层厚度的平均值，精确到整数。

A5.23 块试样的析晶层厚度测量值偏差大于其中最大值的 30% 时应重新取样、试验。但重检次数不得超过 3 次。实验结果按所测各次的平均值计算。

附录 B 石英玻璃高温变形性能试验方法（补充件）

B1 试验原理

石英玻璃管在高温下，由于管体软化因自身的重力而产生形变，测量石英玻璃管在高温下保持一定时间的变形量。

B2 试样制备

从石英玻璃管上切取长 $20 \pm 0.5\text{mm}$ 的试样（环状）3 段。

B3 设备与材料

B3.1 高温电炉，炉温高于 1300 ，炉内温差不大于 ± 5 ，控制精度 ± 5 。

B3.2 游标卡尺：分度值为 0.05mm。

B3.3 无水乙醇：化学纯。

B3.4 试样支架：石英玻璃或氧化铝陶瓷质，宽度不大于 $20 \pm 0.5\text{mm}$ 。

B4 试验步骤

B4.1 将试样编号，用卡尺测量并记录试样的直径、厚度、长度。

B4.2 用无水乙醇将试样擦净待用。

B4.3 将试样径向垂直置于支架上，放入 1200 恒温的电炉中，保温 24h。

E4.4 取出试样，冷却后，测量每个试样的直径变化（长轴内，短轴 2）并记录。

B5 试验报告

按表 B1 试验记录表和表 B2 试验报告记录，计算其变形率并报告试验结果。

变形率结果取 3 个试样的平均值，保留一位小数。若 3 个试样中有一个试样的变形率大于 5.5.3 的规定时，应再取 3 段重检，最多只能试验 3 次。

表 B1 石英玻璃高温变形试验记录表

序号	试样 编号 名称	试验前尺寸			加热温度	保温时间 h	试验后直径 mm	备注
		直径	厚度	长度 L				

表 B2 石英玻璃高温变形试验报告表

序号	试样 名称	试验前直径	加热温度	保温时间 h	试验后直径变化		变形率 1 - 2 1 - 2 $\times 100$	备注
					1 - 2	1 - 2		

审核

检验人员

日期

附加说明：

本标准由中国建筑材料科学研究院石英玻璃所归口并负责解释。

本标准由中国建筑材料研究石英玻璃所负责起草。

本标准主要起草人朱明娣。

自本标准实施之日起，原国家标准 GB9657 - 88 《半导体用透明石英玻璃管》作废。