

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Wyroby z węgla uszlachetnionych Grafit do półprzewodników	6089-05
		Grupa katalogowa X 91 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest grafit o wysokiej czystości otrzymywany przez zgrafitowanie węgla prasowanego w postaci kształtek prostopadłościennych i wałków.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Grafit do półprzewodników stosowany jest do budowy urządzeń pomocniczych w procesie produkcji materiałów półprzewodnikowych, a także w innych gałęziach przemysłu elektronicznego.

1.3. Normy związane

PN-59/C-82050 Węgla uszlachetnione. Oznaczanie gęstości rzeczywistej, gęstości pozornej i porowatości bezwzględnej

PN-59/C-82051 Węgla uszlachetnione. Oznaczanie oporności właściwej

PN-69/H-04179 Materiały ogniotrwałe. Próba ściskania

PN-64/H-04185 Materiały ogniotrwałe. Oznaczanie gęstości pozornej, porowatości i nasiąkliwości

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od własności fizyko-mechanicznych rozróżnia się sześć rodzajów grafitu:

Grafit K — grafit przeznaczony głównie na kasety służące do stapiania izolatorów przepustowych przy produkcji półprzewodników (drobnoziarnisty),

Grafit T — grafit przeznaczony głównie na tygle, nagrzewniki, ekrany do operacji metalurgicznych z materiałami półprzewodnikowymi (drobnoziarnisty),

Grafit L — grafit stanowiący tworzywo do wykonania szeregu innych elementów grafitowych dla techniki półprzewodnikowej (gruboziarnisty),

Grafit S i D — grafity przeznaczone na detale o bardzo dokładnej obróbce mechanicznej (bardzo drobnoziarniste),

Grafit EGHN — grafit stosowany zastępczo do wyrobu szeregu elementów grafitowych dla techniki półprzewodnikowej, w tych przypadkach, w których poprzednie gatunki nie mogą być stosowane ze względu na ograniczone wymiary produkowanych kształtek (gruboziarnisty).

Klasy czystości. Wszystkie rodzaje tworzyw produkowane są w zależności od zawartości popiołu w trzech klasach czystości oznaczonych symbolami cyfrowymi rzymskimi I, II, III.

2.2. Przykład oznaczenia grafitu T o czystości I, średnicy 120 mm i długości 200 mm:

GRAFIT TI — 120×200 BN-72/6089-05
SWW 1248-149

¹⁾ Symbol wg SWW: 1248-149.

Zakłady Koksochemiczne „Hajduki”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia” dnia 15 kwietnia 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1973 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 4/1972 poz. 6)

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Powierzchnia kształtek grafitów K, T, S i D powinna być gładka, a dopuszczalne nierówności w postaci wgłębień i wypukłości nie powinny przekraczać wielkości 1 mm. Obicia naroży i krawędzi dopuszcza się o głębokości do 3 mm. Sumaryczna długość obicia na jednej krawędzi nie może przekraczać 30 mm.

Dla tworzyw L i EGHN dopuszczalne są następujące wady wykonania:

- wgłębienia o średnicy i głębokości do 5 mm,
- pęknięcia na powierzchni krawędzi o długości do 30 mm,
- obicia naroży o głębokości $\frac{1}{5}$ grubości kształtki,
- obicia krawędzi o głębokości do 5 mm i sumarycznej długości nie przekraczającej 50 mm,
- wykrzywienia do 4 mm na 1 m długości kształtki.

3.2. Wymiary. Typowe wymiary kształtek grafitu w mm — wg tabl. 1.

Tablica 1

Tworzywo	Średnica (szerokość)	Długość	Grubość
Grafit K	70	100	20÷50
	80	80	20÷50
	125	125	20÷40
Grafit T	100	100	—
	120÷120	100	—
	120÷130	200÷220	—
	150÷200	100	—
	150÷200	150÷210	—
Grafit L	150	250÷500	50
Grafit EGHN	120	200÷750	—
	150	200÷500	—
Grafit S i D	125	125	20÷60
	130	270	80

Dopuszcza się produkcję kształtek o innych wymiarach po uzgodnieniu między dostawcą i odbiorcą.

3.3. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 2.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kształtki grafitu o wysokiej czystości należy pakować w worki polietylenowe lub inne, chroniące produkt przed zawilgoceniem i zanieczyszczeniem.

Każde opakowanie należy zaopatrzyć w nalepki zawierające co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- znak KJ.

Worki z kształtkami grafitowymi należy pakować w skrzynie lub pojemniki, zabezpieczające produkt przed uszkodzeniem. Na każdej skrzyni lub pojemniku należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- liczbę sztuk,
- nalepki ostrzegawcze przed zawilgoceniem, wstrząsami i uderzeniami zgodnie z PN-67/O-79252.

4.2. Przechowywanie. Kształtki grafitowe do półprzewodników należy przechowywać w pomieszczeniach suchych i niezapyłonych w specjalnych opakowaniach, gwarantujących zupełną izolację od wpływów zewnętrznych.

4.3. Transport. Transport kształtek grafitowych do półprzewodników może odbywać się dowolnymi środkami transportu w sposób zabezpieczający wyrób przed uszkodzeniami mechanicznymi i zawilgoceniem.

Tablica 2

Wymagania	Rodzaje					
	S	K	D	T	L	EGHN
a) Gęstość pozorna, g/cm ³ , nie mniej niż	1,80	1,75	1,75	1,70	1,65	1,60
b) Nasiąkliwość wodą, %, nie więcej niż	8	9	9	12	14	14
c) Wytrzymałość na zginanie, kG/cm ² , nie mniej niż	300	250	250	150	120	100
d) Wytrzymałość na ściskanie, kG/cm ² , nie mniej niż	600	500	500	350	250	200
e) Twardość metodą Shore'a, °Sh, nie mniej niż	50	40	40	35	nie normalizuje się	
f) Oporność właściwa, Ω · mm ² /m (μΩ · m)	12÷25	10÷20	10÷20	10÷20	6÷12	6÷12
g) Zawartość popiołu, %, nie więcej niż						
grafit o czystości I			0,003			
grafit o czystości II			0,02			
grafit o czystości III			0,1			

5. BADANIA

5.1. Program badań — wg tabl. 3.

Tablica 3

Rodzaje badań	Grupy badań		Wymagania
	pełne	niepełne	
a) Wygląd zewnętrzny	+	+	3.1
b) Wymiary	+	+	3.2
c) Oznaczanie gęstości pozornej	+	+	3.3a)
d) Oznaczanie nasiąkliwości wodą	+		3.3b)
e) Oznaczanie wytrzymałości na zginanie	+		3.3c)
f) Oznaczanie wytrzymałości na ściskanie	+		3.3d)
g) Oznaczanie twardości metodą Shore'a	+	+	3.3e)
h) Oznaczanie oporności właściwej	+		3.3f)
i) Oznaczanie zawartości popiołu	+	+	3.3g)
Znak + oznacza obowiązek przeprowadzenia badań.			

Badania niepełne należy przeprowadzić na każdej partii.

Badania pełne wykonuje się przy okresowej kontroli i po każdej zmianie receptury lub technologii.

5.2. Wielkość i skład partii. Partię produktu stanowi 5000 sztuk kształtek jednego rodzaju i tych samych wymiarów.

5.3. Pobieranie próbek. Do badań niepełnych należy pobrać z partii w sposób losowy liczbę kształtek wg tabl. 4.

Tablica 4

Liczba kształtek w partii	Liczba kształtek, którą należy pobrać do badań wg		Dopuszczalna liczba sztuk wadliwych pobranych do badań wg	
	5.1 a) i b)	5.1 c), g), i)	5.1 a) i b)	5.1 c), g), i)
do 630	15	3	1	0
631 ÷ 2500	40	5	2	0
2501 ÷ 5000	60	8	3	0

U wytwórcy dopuszcza się pobieranie próbek do badań niszczących przed obróbką mechaniczną.

Do badań pełnych należy pobrać 5 kształtek grafitu, które przeszły badania niepełne z wynikiem dodatnim.

Z każdej kształtki pobranej do badań należy przygotować następujące próbki:

a) jedną lub dwie próbki o łącznej masie około 100 g w przypadku grafitów o czystości I i II lub

50 g w przypadku grafitów o czystości III do oznaczania zawartości popiołu; próbki nie należy rozdrabniać; próbki należy przechowywać w opakowaniach zabezpieczających je przed zawilgoceciem i zanieczyszczeniem,

b) w przypadku grafitu T jedną próbkę o grubości 20 ± 2 mm i średnicy równej średnicy kształtki — do oznaczania twardości; twardość grafitu K, S i D oznacza się na całych kształtkach — płytkach,

c) dwie próbki o wymiarach $10 \pm 1 \times 10 \pm 1 \times 10 \pm 5$ mm do oznaczania oporności właściwej i wytrzymałości na zginanie; próbki powinny być wycięte prostopadłe do kierunku prasowania, zaś rodzaju L i EGHN równoległe do kierunku prasowania; w przypadku grafitu T próbki należy wykonać z materiału pozostałego po oznaczaniu twardości,

d) dwie próbki o wymiarach $10 \pm 1 \times 10 \pm 1 \times 20 \pm 1$ mm do oznaczania nasiąkliwości; próbki należy wykonać z materiału pozostałego po oznaczaniu wytrzymałości na zginanie,

e) dwie próbki o wymiarach $10 \pm 1 \times 10 \pm 1 \times 10 \pm 1$ mm do oznaczania wytrzymałości na ściskanie; próbki należy wykonać z materiału pozostałego po wykonaniu próbek do oznaczania nasiąkliwości.

Na próbkach wymienionych w poz. c) ÷ e) należy zaznaczyć kierunek prasowania.

Do badania niepełnego należy przygotować jedynie próbki wymienione w poz. a) i b).

5.4. Opis badań

5.4.1. Oględziny zewnętrzne. Sprawdzenie stanu powierzchni kształtek należy przeprowadzić nieuzbrojonym okiem. Sprawdzenie wielkości spękań, obić krawędzi i naroży należy wykonać z dokładnością do 1 mm.

5.4.2. Sprawdzenie wymiarów należy wykonać przymiarem milimetrowym lub suwmiarką z dokładnością do 1 mm.

5.4.3. Oznaczanie gęstości pozornej — wg PN-59/C-82050 na całych kształtkach pobranych do badań wg 5.3.

5.4.4. Oznaczanie nasiąkliwości wodą — wg PN-64/H-04185 p. 2.3 stosując do oznaczania próbki przygotowane wg 5.3.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń.

5.4.5. Oznaczanie wytrzymałości na zginanie należy wykonać na próbkach przygotowanych wg 5.3. Przed oznaczaniem należy sprawdzić wymiary próbki z dokładnością do 0,1 mm, po czym próbkę umieścić na podporach aparatu pomiarowego tak, aby odległość między osiami podłużnymi podpór wynosiła 50 mm dla grafitu K, S i D i 30 mm dla grafitu T, L i EGHN. Miejsce przy-

łożenia siły powinno być położone symetrycznie pomiędzy podporami. Siła powinna być skierowana równolegle do kierunku prasowania w przypadku grafitów K, T, S i D a prostopadle w przypadku grafitów L i EGHN. Wzrost przyłożenia siły powinien być równomierny i wynosić około $1 \div 2$ kG/s aż do zgięcia.

Wytrzymałość na zginanie (R_g), w kilogramach na centymetr kwadratowy, obliczyć wg wzoru

$$R_g = \frac{3PL}{2bh^2}$$

w którym:

P — siła powodująca zgięcie próbki, kG,

L — rozstaw podpór, cm,

b — szerokość próbki, cm,

h — wysokość próbki, cm.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń.

5.4.6. Oznaczanie wytrzymałości na ściskanie — wg PN-69/H-04179. Do oznaczania należy użyć próbki przygotowane wg 5.3. Kierunek działania siły zgniatającej powinien być zgodny z kierunkiem prasowania.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń.

5.4.7. Oznaczanie twardości metodą Shore'a

5.4.7.1. Próbkę do oznaczania powinna być zgodna z 5.3 b). Powierzchnia pomiarowa nie może wykazać wyczuwalnych palcami nierówności, powinna być płaska i dokładnie prostopadła do kierunku działania młota pomiarowego.

5.4.7.2. Przyrząd pomiarowy powinien być zalegalizowany przez Okręgowy Urząd Jakości i Miar lub sprawdzony na płytkach wzorcowych.

5.4.7.3. Wykonanie oznaczania. Po sprawdzeniu, czy przyrząd jest ustawiony pionowo należy umieścić pod kolumną badaną próbkę i pomiar wykonać według instrukcji obsługi aparatu. Młot należy wyzwoić z górnego położenia, wykonując równocześnie odczyt wysokości jego odbicia. Pomiar należy wykonać wzdłuż jednej przekątnej (lub średnicy w przypadku próbek okrągłych) w jednakowych mniej więcej odstępach. Odstępy dwu sąsiednich punktów pomiarowych nie powinny być mniejsze niż 8 mm, a odstęp miejsca pomiaru od skraju próbki powinien wynosić co najmniej 3 mm. Liczba pojedynczych pomiarów na powierzchni próbki powinna wynosić około $5 \div 7$. W przypadku wystąpienia w jakimś miejscu pojedynczego wyniku pomiaru niższego o więcej niż 30% wyniku niższego od pozostałych wyników,

należy go odrzucić i pomiar obok tego miejsca powtórzyć.

5.4.8. Oznaczanie oporności właściwej — wg PN-59/C-82051 na próbkach przygotowanych wg 5.3 mierząc spadek potencjału na każdej ścianie próbki.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń.

5.4.9. Oznaczanie zawartości popiołu

5.4.9.1. Aparatura i przyrządy, materiały i odczynniki

a) Waga półmikroanalityczna (np. WP 11) ustawiona wg wymagań i zaleceń Okręgowego Urzędu Jakości i Miar.

b) Elektryczny piec muflowy zaopatrzony w termoregulator umożliwiający utrzymywanie temperatury $800 \pm 10^\circ\text{C}$ oraz w dwa wyloty do odprowadzania spalin.

c) Butla z tlenem — doprowadzenie tlenu przez płuczkę z wodą dwukrotnie destylowaną, wąż gumowy i rurkę ceramiczną wstawioną do otworu w drzwiczkach mufl.

d) Parownice kwarcowe pojemności 120 cm³.

e) Eksykator z pięciotlenkiem fosforu.

f) Szczypce.

g) Woda dwukrotnie destylowana.

5.4.9.2. Przygotowanie parownic kwarcowych.

Parownice kwarcowe należy dokładnie oczyścić i wymyć wodą dwukrotnie destylowaną, wysuszyć i wyprażyć w piecu muflowym o temperaturze $800 \pm 10^\circ\text{C}$ do stałej masy, a następnie przecho- wywać w eksykatorze. Parownice należy zważyć z dokładnością do 0,0001 g.

5.4.9.3. Wykonanie oznaczania. Z próbek pobra- nych zgodnie z 5.3a) należy zdjąć zewnętrzną warstwę grafitu długości około 5 mm przy pomo- cy narzędzia zabezpieczającego próbkę przed za- nieczyszczeniem. Następnie należy przygotować po dwie próbki o masie 40 g z grafitów o czystości I i II i około 10 g z grafitów o czystości III. Przy wykonywaniu tych czynności należy przestrzegać wyjątkowej czystości miejsca pracy. Probki nale- ży zawsze chronić przed atmosferą laboratoryjną opakowując je w folię polietylenową. Tak przy- gotowane próbki należy wysuszyć do stałej masy, po czym zważyć w parownicach kwarcowych z dokładnością do 0,1 g.

Parownice z odważonym grafitem należy usta- wić na brzegu pieca muflowego uprzednio nagrza- nego do temperatury 800°C i stopniowo przesu- wać do strefy właściwego żarzenia. Z kolei do mufl należy doprowadzić tlen przez odkręcenie zaworów butli. Szybkość przepływu tlenu powin- na wynosić 10 dm³/godz. Podczas spalania próbek należy kontrolować szybkość przepływu tlenu tak,

aby wzrost szybkości nie spowodował strat popiołu przez wydmuchanie. Po spaleniu próbek grafitowych (brak niespopielonych ziaren grafitu) należy parownicę wyjąć z pieca mufowego i ochłodzić na powietrzu przez 5 min, po czym włożyć do eksykatora. Po osiągnięciu temperatury pokojowej parownicy należy zważyć na wadze półmikroanalizycznej z dokładnością do 0,01 mg. Następnie przeprowadzić kontrolne wyprażanie w ciągu 30 min do uzyskania stałej masy poszczególnych próbek. Chłodzenie i prażenie należy prowadzić jak podano. W czasie ważenia popiołu, ze względu na małą odważkę wskazane jest kilkakrotne aretowanie wagi i ponowne sprawdzenie powtarzalności wychyleń wagi.

5.4.9.4. Obliczanie wyników. Zawartość popiołu (X) w procentach należy obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

m_1 — masa popiołu, g,

m — odważka grafitu, g.

5.4.9.5. Liczba oznaczeń i obliczanie wyniku średniego. Dla jednej kształtki grafitu należy

przeprowadzić dwa równoległe oznaczenia i obliczyć średnią arytmetyczną. Przy różnicach wyników przekraczających 30% wyniku niższego należy wykonać następne dwa równoległe oznaczenia i obliczyć średnią z trzech najbardziej zbliżonych wyników.

5.5. Ocena wyników badań. Wynik badania niepełnego należy uznać za dodatni, jeżeli liczba sztuk wadliwych z pobranych do badań wg 5.3 nie przekroczyła liczby podanej w tabl. 4. Wynik badania pełnego należy uznać za dodatni, jeżeli badania wymienione w 5.1 dały wynik zgodny z wymaganiami wg rodz. 3.

Partię należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań niepełnych i badań pełnych wymienionych w 5.1 są dodatnie. W przypadku gdy liczba kształtek wadliwych wg 5.1a) i b) przekroczyła liczbę podaną w tabl. 4, wytwórca przysługuje prawo przesortowania partii i przedstawienia jej do ponownego odbioru.

5.6. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Do każdej partii grafitu do półprzewodników producent powinien wystawić zaświadczenie stwierdzające zgodność partii z wymaganiami normy. W zaświadczeniu powinny być podane wyniki przeprowadzonych badań przewidzianych normą.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6089-05

Niniejsza norma zastępuje ZN-69/MPCh/ZPRN-28.