

中华人民共和国国家标准

GB/T 14600—93

电子工业用气体 氧化亚氮

Gases for electronic industry—Nitrous oxide

1 主题内容与适用范围

本标准规定了电子工业用气体——瓶装氧化亚氮的技术要求、试验方法、验收规则及包装、标志、贮存与运输要求。

本标准适用于硝酸铵热分解工艺制取的氧化亚氮。该产品主要用于电子工业中二氧化硅的化学气相淀积、等离子工艺。

分子式： N_2O

相对分子质量：44.01(按1989年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 3723 工业用化学产品采样通则

GB 5099 钢制无缝气瓶

GB 5832.1 气体中微量水分的测定 电解法

GB 5832.2 气体中微量水分的测定 露点法

GB 6680 液体化工产品采样通则

GB 7144 气瓶颜色标志

GB 7230 气体检测管装置

GB 7445 氢气

GB 8984 气体中一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量的测定 气相色谱法

GB 10624 高纯氩

GB/T 14606 气体中总烃的测定 火焰离子化检测法

3 技术条件

氧化亚氮产品的质量应符合表1要求。

表1

| 项 目 | 指 标 |
|-------------------|-----------------|
| 氧化亚氮纯度, 10^{-2} | \geq 99.997 4 |
| 氩含量, 10^{-6} | \leq 5 |
| 二氧化碳含量, 10^{-6} | \leq 2 |
| 一氧化碳含量, 10^{-6} | \leq 1 |

国家技术监督局1993-08-26批准

1994-07-01实施

续表 1

| 项 目 | | 指 标 |
|---|---|-----|
| 烃 C ₁ ~C ₅ (以甲烷计)含量, 10 ⁻⁶ | ≤ | 1 |
| 氮含量, 10 ⁻⁶ | ≤ | 10 |
| 氧含量, 10 ⁻⁶ | ≤ | 2 |
| 一氧化氮含量, 10 ⁻⁶ | ≤ | 1 |
| 二氧化氮含量, 10 ⁻⁶ | ≤ | 1 |
| 水含量, 10 ⁻⁶ | ≤ | 3 |

注: 纯度及杂质含量均以体积分数表示。

4 检验方法

4.1 采样方法

采样时将样品钢瓶倒置。采取液相样品, 液态样经气化后用导管与仪器直接连接。测定氧、氮、水、二氧化碳、一氧化碳和烃采用金属管, 测定氨、一氧化氮和二氧化氮采用聚四氟乙烯管作为采样导管。

4.2 纯度

氧化亚氮产品的纯度, 用体积分数表示, 按式(1)计算:

$$\varphi = 100 - (\varphi_1 + \varphi_2 + \varphi_3 + \varphi_4 + \varphi_5 + \varphi_6 + \varphi_7 + \varphi_8 + \varphi_9) \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: φ ——氧化亚氮纯度, 10⁻²;

φ_1 ——氨含量, 10⁻⁶;

φ_2 ——二氧化碳含量, 10⁻⁶;

φ_3 ——一氧化碳含量, 10⁻⁶;

φ_4 ——烃 C₁~C₅(以甲烷计)含量, 10⁻⁶;

φ_5 ——氮含量, 10⁻⁶;

φ_6 ——氧含量, 10⁻⁶;

φ_7 ——一氧化氮含量, 10⁻⁶;

φ_8 ——二氧化氮含量, 10⁻⁶;

φ_9 ——水含量, 10⁻⁶。

4.3 氨含量的测定

4.3.1 方法提要

采用填装有溴酚蓝(或其他等效)显色剂的检测管来测定氧化亚氮中的氨。

检测极限: 0.5 × 10⁻⁶ (V/V)。

4.3.2 设备及材料

- a. 不锈钢针形阀。
- b. 聚四氟乙烯管。
- c. 氨检测管: 测量范围 (2~30) × 10⁻⁶ (V/V)。
- d. 流量计: 测量范围 0~200 mL/min。

4.3.3 操作步骤

4.3.3.1 把不锈钢针形阀装在样品钢瓶出口处。

4.3.3.2 用导管将流量计与针形阀连接起来。

4.3.3.3 将预先倒置的样品钢瓶阀门打开, 用氧化亚氮气体充分置换系统, 待能取到代表样后, 将检测管连接在流量计出口处。

4.3.3.4 当氧化亚氮气体通过检测管时开始计量。进样量和进样流量的控制,按检测管操作说明书进行。

4.3.3.5 根据检测管颜色变化的长度,读出氮的含量。

4.4 一氧化碳和二氧化碳含量的测定

按 GB 8984 的规定进行测定。但本标准改变了以下条件:

- a. 载气:氢气。其纯度应大于 99.999×10^{-2} ,需符合 GB 7445 规定。流速约 30 mL/min。
- b. 尾吹气:氩气。将燃烧气气路改为氩作尾吹气。氩纯度应符合 GB 10624 规定。
- c. 色谱柱:长约 0.70 m、内径 4 mm 的不锈钢管,填充 TDX-01 碳分子筛,粒度为 200~250 μm 。
- d. 柱温:约 80℃。

4.4.1 标准混合气

4.4.1.1 标准混合气应符合国家的有关规定,并具有国家标准化行政主管部门批准的编号。

4.4.1.2 标准混合气中一氧化碳和二氧化碳的浓度,应与待测样品中一氧化碳和二氧化碳的浓度相近,通常不大于被测样品中一氧化碳和二氧化碳浓度的 200%,也不小于被测样品中一氧化碳和二氧化碳浓度的 50%。

4.4.1.3 标准混合气的底气采用氢气。

4.5 烃 $\text{C}_1 \sim \text{C}_5$ 含量的测定

按 GB/T 14606 的规定进行测定。

4.6 氮和氧含量的测定

4.6.1 仪器

采用带有氮离子或带有光离子检测器的气相色谱仪,测定氧化亚氮中的氮和氧含量。

检测极限:均不低于 $0.5 \times 10^{-6} (V/V)$ 。

4.6.2 仪器参数

4.6.2.1 仪器的操作参数,按仪器使用说明书和检测灵敏度要求选定。

4.6.2.2 色谱柱:长约 1.5 m,内径约 4 mm 的不锈钢管,内装 5A(或 13X)分子筛,粒度为 250~400 μm 。

4.6.2.3 样品体积:1~3 mL。

4.6.2.4 检测器及色谱柱温度:室温。

4.6.3 标准混合气

4.6.3.1 标准混合气应符合国家的有关规定,并具有国家标准化行政主管部门批准的编号。

4.6.3.2 标准混合气中氮和氧的浓度应与待测样品中氮和氧的浓度相近,通常不大于被测样品中氮和氧浓度的 200%,也不小于被测样品中氮和氧浓度的 50%。

4.6.3.3 标准混合气的底气采用氮气。

4.6.4 操作步骤

4.6.4.1 采样

- a. 采样中的安全事项应按 GB 3723 的规定。
- b. 液态氧化亚氮样品的采样,应符合 GB 6680 第 6 章的规定。
- c. 液态氧化亚氮的采样,必须使用死体积小、针形阀,用样品气以至少三次升、降压的方法充分置换后,经内径约 2~3 mm 的金属管,直接送入分析仪器。

4.6.4.2 定标

将符合本标准 4.6.3 规定的标准混合气,送入分析仪器,用该标准混合气充分置换系统。待取得代表样后,切换取样阀,令载气将标准混合气带入色谱柱和检测器。重复进样不少于二次,记录并测定氮、氧的保留时间及色谱峰面积(或峰高)。当二次测定的色谱峰面积(或峰高),相对平均偏差不超过 5% 时,取其平均值 A_s (或 h_s)作为标样中氮、氧的测量值。

4.6.4.3 测定

按 4.6.4.1 规定采取的样品,直接送入分析仪器的取样系统,待充分置换并取得代表样后,切换取样阀,令载气将样品带入色谱柱和检测器。重复进样也不少于二次,记录并测定氮、氧的保留时间及色谱峰面积(或峰高),相对平均偏差不超过 5%时,取其平均值 A_i (或 h_i)作为样品中氮、氧的测量值。

4.6.5 结果计算

$$\varphi_i = \frac{\varphi_s}{A_s} \cdot A_i \quad (\text{或 } \varphi_i = \frac{\varphi_s}{h_s} \cdot h_i) \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: φ_i ——样品气中 i 组分的含量, $10^{-6}(V/V)$;

φ_s ——标准混合气中 i 组分的含量, $10^{-6}(V/V)$;

A_i (或 h_i)——样品气中组分 i 的峰面积(或峰高), mm^2 (或 mm);

A_s (或 h_s)——标准混合气中组分 i 的峰面积(或峰高), mm^2 (或 mm)。

4.7 一氧化氮含量的测定

4.7.1 方法及仪器要求

采用化学发光的方法来测定氧化亚氮中的一氧化氮。检测器装有一个可读出二氧化氮衰变发光的光电倍增管,检测器有可调的衰减器、零点和跨度调节器,并安装有一台臭氧发生器。

检测极限: $0.1 \times 10^{-6}(V/V)$ 。

4.7.2 仪器参数

4.7.2.1 流量要求:零气、标准混合气、样品气的流量,均应符合仪器操作说明书的要求。

4.7.3 标样

4.7.3.1 零气:氩气(纯度大于 99.99×10^{-2})含一氧化氮小于 $0.1 \times 10^{-6}(V/V)$ 。

4.7.3.2 标准混合气:采用氩气做底气(纯度大于 99.99×10^{-2})一氧化氮的浓度不大于技术指标的五倍。

4.7.3.3 送入臭氧发生器的氧气,其含一氧化氮应小于 $0.1 \times 10^{-6}(V/V)$ 。

4.7.4 操作步骤

4.7.4.1 通入零气,用零位调节旋钮调仪器至零点。

4.7.4.2 通入标准混合气,用跨度调节旋钮调节,使输出的读数与标准混合气浓度一致。

4.7.4.3 重复 4.7.4.1 和 4.7.4.2 的步骤,直至读数的重现性优于满刻度值的 1%。

4.7.4.4 通入氧化亚氮样品,读出一氧化氮的含量。其结果应符合规定。

注:本方法不测定氧化亚氮中的二氧化氮杂质。

4.8 二氧化氮含量的测定

4.8.1 方法提要

采用填装有邻联(二)茴香胺(或其他等效)显色剂的检测管,来测定氧化亚氮中的二氧化氮。

检测极限: $0.1 \times 10^{-6}(V/V)$ 。

4.8.2 设备及材料

- a. 针形调节阀。
- b. 聚四氟乙烯管。
- c. 二氧化氮检测管:测量范围 $0.2 \sim 6 \times 10^{-6}$ 。
- d. 流量计:测量范围 $0 \sim 200 \text{ mL/min}$ 。

4.8.3 操作步骤

4.8.3.1 把针形调节阀装在钢瓶出口处。

4.8.3.2 用聚四氟乙烯管将流量计和针形阀连接起来。

4.8.3.3 将预先倒置的样品钢瓶阀门打开,用调节阀调节气体流量并充分吹洗置换系统,待能取到代表样后,将检测管连接在流量计出口处。

4.8.3.4 氧化亚氮气体通过检测管时开始计量。进样量和进样流量的控制,按检测管操作说明书进行。

4.8.3.5 根据检测管颜色变化的长度,读出二氧化氮的含量。

4.9 水含量的测定

按 GB 5832.1 或 GB 5832.2 的规定进行测定。测定时可将样品钢瓶直立,从气相中取样。两种方法具有同等效力。

5 验收规则

5.1 氧化亚氮产品应由生产厂质量监督部门检查验收,并保证所有的出厂产品质量符合本标准要求。

5.2 氧化亚氮产品应逐瓶检验。

5.3 当被检样品中有任何一项指标不符合本标准规定时,判为不合格品。

5.4 用户有权照本标准规定验收。

5.5 当供、需双方对产品质量发生异议时,由供需双方共同验收或提交仲裁。

6 包装、标志、贮存及运输

6.1 包装、标志、贮存及运输应符合《气瓶安全监察规程》、《危险货物运输规则》以及运输部门的有关规定。

6.2 包装、标志应符合 GB 190 规定。

6.3 包装液态氧化亚氮的钢瓶颜色标志,应符合 GB 7144 的规定。

6.4 钢瓶装氧化亚氮充装的最大允许量,按式(3)计算:

$$m = V \cdot K \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m ——钢瓶内氧化亚氮的质量,kg;

V ——钢瓶标明的内容积,L;

K ——充装系数(见表 2),kg/L。

表 2

| 气瓶的公称压力 MPa | 充装系数 K kg/L 不大于 |
|----------------|----------------------|
| 15.0 | 0.62 |
| 12.5 | 0.52 |

6.5 瓶装氧化亚氮充装的实际量,以直接称量计。称重衡器应符合《气瓶安全监察规程》第七章第 56 条的规定。

6.6 返回生产厂再充装的氧化亚氮钢瓶应有余气。没有余气的钢瓶、新钢瓶和经水压试验的钢瓶,在充装前均应进行严格的加温、抽空处理,并用氧化亚氮气充分置换清洗。

6.7 瓶装氧化亚氮在出厂前应检查瓶嘴、瓶阀杆以及瓶阀与螺纹连接处无泄漏,并戴上瓶帽。

6.8 氧化亚氮产品出厂时,应附有产品质量合格证,其内容应包括:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名称;
- c. 生产日期和生产批号;
- d. 包装容器号码;
- e. 氧化亚氮充装系数和质量数;
- f. 分析结果;

g. 本标准代号。

7 安全要求

氧化亚氮(俗称笑气)是一种氧化性强的无色液态气体。具有微甜气味,是一种单纯的窒息剂。使用时需用导管引出室外排放。

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西南化工研究院负责起草,北京氧气厂、广州气体厂、机电部第十设计研究院参加。

本标准主要起草人段淑芳。