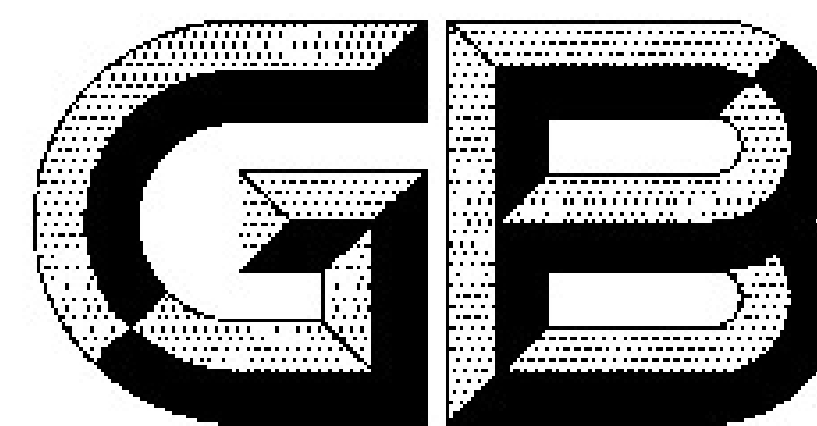




中华人民共和国国家标准

GB/T 42721—2023

电子特气 一氧化氮

Electronic specialty gas—Nitric oxide

2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)提出并归口。

本文件起草单位：大连科利德光电子材料有限公司、昊华气体有限公司、湖州市南浔区佰通标准化研究院、中船(邯郸)派瑞特种气体股份有限公司、广东华特气体股份有限公司、苏州金宏气体股份有限公司、江西华特电子化学品有限公司、华测检测认证集团股份有限公司、绿菱电子材料(天津)有限公司、北京高麦克仪器科技有限公司、三峡大学、湖北和远气体股份有限公司、湖北京瑞气体有限公司、兰州裕隆气体股份有限公司、玉门大洋天庆石化有限责任公司、昊华气体有限公司西南分公司、中昊光明化工研究设计院有限公司、上海申南特种气体有限公司、上海华爱色谱分析技术有限公司、大连大特气体有限公司、上海市计量测试技术研究院、中国计量科学研究院、杭州新世纪混合气体有限公司、宿州伊维特新材料有限公司、联雄投资(上海)有限公司、杭氧集团股份有限公司、衢州杭氧特种气体有限公司、上海凡伟仪器设备有限公司、浙江泓芯半导体有限公司、布鲁克(北京)科技有限公司、空气化工产品(中国)投资有限公司、浙江炬和科技有限公司、绍兴科艺标准技术咨询有限公司、沈阳中复科金压力容器有限公司、浙江西亚特电子材料有限公司、浙江东开半导体科技有限公司、和立气体(上海)有限公司、昆明广瑞达特种气体有限责任公司、西南化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：施旖旎、付梦月、陈辉、刘颖、焦培培、郭琼、张天泽、李翔宇、袁瑞玲、邵治平、傅铸红、陈艳珊、金向华、孙猛、廖恒易、茹高艺、曹雪枫、汤萍、牛艳东、李长健、马彬淇、杜大艳、曹小林、方强、袁有录、王小波、尹爱华、常侠、边鲁宁、阳辉、汪正宏、陈洁、吴靓、方华、王昭彬、于庆伟、高艳秋、郝萍、王德发、张体强、张金波、杨金山、秦远望、何波、杨康、黄辉、韩一松、毛玲玲、吴慧明、兰锋、尚柏羊、耿朝曦、王晶、李倩、董硕、顾大正、宫兵、王大为、杨利、钱叶超、吴乾康、梁永强、梁成科、高静、马昌宁、赵刚、赖晓峰、周鹏云。

电子特气 一氧化氮

1 范围

本文件规定了一氧化氮的技术要求、采样、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及安全信息的要求。

本文件适用于集成电路等电子工业制造中使用的电子用一氧化氮。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 190 危险货物包装标志
GB/T 5099(所有部分) 钢质无缝气瓶
GB/T 5832.3 气体中微量水分的测定 第3部分：光腔衰荡光谱法
GB/T 7144 气瓶颜色标志
GB/T 8979 纯氮、高纯氮和超纯氮
GB/T 11640 铝合金无缝气瓶
GB/T 14194 压缩气体气瓶充装规定
GB 15258 化学品安全标签编写规定
GB/T 16804 气瓶警示标签
GB/T 28726 气体分析 氮离子化气相色谱法
TSG R0005 移动式压力容器安全技术监察规程
TSG 23 气瓶安全技术规程
ISO 19230 气体分析 采样导则(Gas analysis—Sampling guidelines)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

一氧化氮的技术要求应符合表1的规定。

表1 技术要求

项目	指标
一氧化氮(NO)纯度(摩尔分数)/10 ⁻²	≥99.9
(氧+氩)(O ₂ +Ar)含量(摩尔分数)/10 ⁻⁶	<5
氮(N ₂)含量(摩尔分数)/10 ⁻⁶	<500

表 1 技术要求（续）

项目	指标
甲烷(CH ₄)含量(摩尔分数)/10 ⁻⁶	<10
二氧化碳(CO ₂)含量(摩尔分数)/10 ⁻⁶	<100
氧化亚氮(N ₂ O)含量(摩尔分数)/10 ⁻⁶	<500
二氧化氮(NO ₂)含量(摩尔分数)/10 ⁻⁶	<100
水分(H ₂ O)含量(摩尔分数)/10 ⁻⁶	<5
杂质总含量(摩尔分数)/10 ⁻⁶	≤1 000

5 采样

一氧化氮的采样应符合 ISO 19230 的规定。

6 试验方法

警示：本文件规定的一些试验过程可能导致危险情况，使用者应采取适当的安全和健康防护措施。

6.1 一氧化氮纯度

6.1.1 杂质总含量

杂质总含量按公式(1)计算：

$$x_8 = x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + x_5 + x_6 + x_7 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- x_1 ——(氧+氩)含量(摩尔分数),10⁻⁶；
- x_2 ——氮含量(摩尔分数),10⁻⁶；
- x_3 ——甲烷含量(摩尔分数),10⁻⁶；
- x_4 ——二氧化碳含量(摩尔分数),10⁻⁶；
- x_5 ——氧化亚氮含量(摩尔分数),10⁻⁶；
- x_6 ——二氧化氮含量(摩尔分数),10⁻⁶；
- x_7 ——水分含量(摩尔分数),10⁻⁶；
- x_8 ——杂质总含量(摩尔分数),10⁻⁶。

6.1.2 一氧化氮纯度

一氧化氮纯度按公式(2)计算：

$$x = 100 - x_8 \times 10^{-4} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- x ——一氧化氮纯度(摩尔分数),10⁻²。

6.2 氧+氩、氮、甲烷、二氧化碳、氧化亚氮含量的测定

6.2.1 测定方法

按 GB/T 28726 规定的切割进样的方法测定一氧化氮中氧+氩、氮、甲烷、二氧化碳、氧化亚氮含

量。可采用其他等效的方法测定。当对测定结果有异议时,以本文件规定的方法为仲裁方法。

6.2.2 预分离柱

长约 1.6 m、内径约 2 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.15 mm~0.18 mm 的碳分子筛,或其他等效色谱柱。

6.2.3 色谱柱

色谱柱 I:长约 2 m、内径约 2 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.15 mm~0.18 mm 的 5A 分子筛,或其他等效色谱柱。该柱用于测定氧+氩、氮含量。

色谱柱 II:长约 2.5 m、内径约 2 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的高分子聚合物(乙基苯乙烯和二乙烯基苯的共聚物),或其他等效色谱柱。该柱用于测定甲烷含量。

色谱柱 III:长约 2 m、内径约 2 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的高分子聚合物(乙基苯乙烯和二乙烯基苯的共聚物),或其他等效色谱柱。该柱用于测定二氧化碳、氧化亚氮含量。

6.2.4 标准样品

标准样品中组分含量与被测组分含量相近,平衡气为氮。

6.2.5 气路切割流程及典型色谱图

参考的气路切割流程示意图及典型色谱图见附录 A。

6.3 二氧化氮含量的测定

6.3.1 仪器

采用配备相应气体池的傅里叶红外光谱仪测定一氧化氮中的二氧化氮含量。

检测限: 1×10^{-6} (摩尔分数)。

6.3.2 测定条件

6.3.2.1 参考的测定条件

参考的测定条件如下:

- 二氧化氮特征峰波数: $1\,578\text{ cm}^{-1}$ ~ $1\,615\text{ cm}^{-1}$ 或 $2\,840\text{ cm}^{-1}$ ~ $2\,940\text{ cm}^{-1}$;
- 分辨率: 0.5 cm^{-1} ~ 2 cm^{-1} ;
- 环境温度: $18\text{ }^{\circ}\text{C}$ ~ $25\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 环境相对湿度: $\leq 60\%$ 。

6.3.2.2 其他测定条件

其他测定条件按照仪器说明书执行。

6.3.3 试剂和材料

6.3.3.1 气体池:池体材质宜为石英或者不锈钢。

6.3.3.2 高纯氮:符合 GB/T 8979 的规定。

6.3.4 标准样品

至少应有 3 种不同组分含量的气体标准样品,二氧化氮的含量分别约为 10×10^{-6} (摩尔分数)、

50×10^{-6} (摩尔分数)、 100×10^{-6} (摩尔分数), 平衡气为氮。

测定大于 100×10^{-6} (摩尔分数) 的二氧化氮含量时, 应选择与待测样品中二氧化氮含量相近的标准样品。

6.3.5 测定步骤

6.3.5.1 启动仪器

按傅里叶红外光谱仪说明书开启仪器。调整仪器各部件达到测定条件, 待仪器稳定后即可测定。

6.3.5.2 吹扫

测定前, 宜用高纯氮吹扫光腔和气路系统, 参考的气路吹扫装置流程示意图见附录 B。

6.3.5.3 标准曲线的建立

将各标准样品通入仪器。分别记录标准样品中二氧化氮在 $1\,578\text{ cm}^{-1} \sim 1\,615\text{ cm}^{-1}$ 或 $2\,840\text{ cm}^{-1} \sim 2\,940\text{ cm}^{-1}$ 处的吸收响应值。每种标准样品至少重复进样两次, 直至两次响应值的相对偏差不大于 5%, 取其平均值, 制作以吸光度信号的响应值为纵坐标、以含量为横坐标的工作曲线。

6.3.5.4 样品的测定

以建立标准曲线同样的测定条件测定样品。重复进样至少两次, 直至两次平行测定的相对偏差不大于 5%, 取平均值。

当水分和甲烷的含量偏高时, 可能会干扰测定。当水分干扰测定时, 宜选用特征峰波数: $2\,840\text{ cm}^{-1} \sim 2\,940\text{ cm}^{-1}$ 。当甲烷干扰测定时, 宜选用特征峰波数: $1\,578\text{ cm}^{-1} \sim 1\,615\text{ cm}^{-1}$ 。

6.3.6 其他等效方法

可采用其他等效的方法测定一氧化氮中的二氧化氮含量。当对测定结果有异议时, 以 6.3 规定的傅里叶红外光谱分析方法为仲裁方法。

6.4 水分含量的测定

按 GB/T 5832.3 的规定执行。

可采用其他等效的方法测定一氧化氮中水分含量。当对测定结果有异议时, 以 GB/T 5832.3 规定的方法为仲裁方法。

6.5 尾气处理

测定时, 应有一氧化氮尾气处理措施, 以防止一氧化氮对室内环境的污染。

7 检验规则

一氧化氮产品应逐一检验并验收。当检验结果均符合表 1 的技术要求时, 判该产品合格。当检验结果有任何一项指标不符合表 1 的技术要求时, 则判该产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及安全信息

8.1 标志

8.1.1 一氧化氮出厂时应有产品质量合格证, 其内容至少应包括:

- 产品名称、生产厂名称、危险化学品生产许可证编号；
- 生产日期或批号，以及保质期；
- 充装压力(MPa)；
- 本文件编号及一氧化氮的纯度。

8.1.2 包装容器上应涂刷“电子一氧化氮”字样。

8.1.3 一氧化氮的包装标志应符合 GB 190 的相关规定，颜色标志应符合 GB/T 7144 的规定，标签应符合 GB 15258、GB/T 16804 规定的要求。

8.2 包装、运输及贮存

8.2.1 包装一氧化氮的气瓶应符合 GB/T 5099(所有部分)或者 GB/T 11640 的规定。

8.2.2 一氧化氮的充装及贮运应符合 TSG R0005、TSG 23、GB/T 14194 的规定，充装及贮运的安全管理要求见《危险化学品安全管理条例》《特种设备安全监察条例》。

8.2.3 20℃时充装压力不宜大于 3.5 MPa。

8.2.4 宜使用进行内表面处理的气瓶，处理后的气瓶应满足本文件的要求。瓶阀出气口连接方式宜使用 CGA 660。

8.2.5 应防止泄漏和瓶口被污染。

8.2.6 一氧化氮产品应存放在阴凉、干燥、通风的库房内，应远离热源，不应暴晒。

8.2.7 保质期为 6 个月。

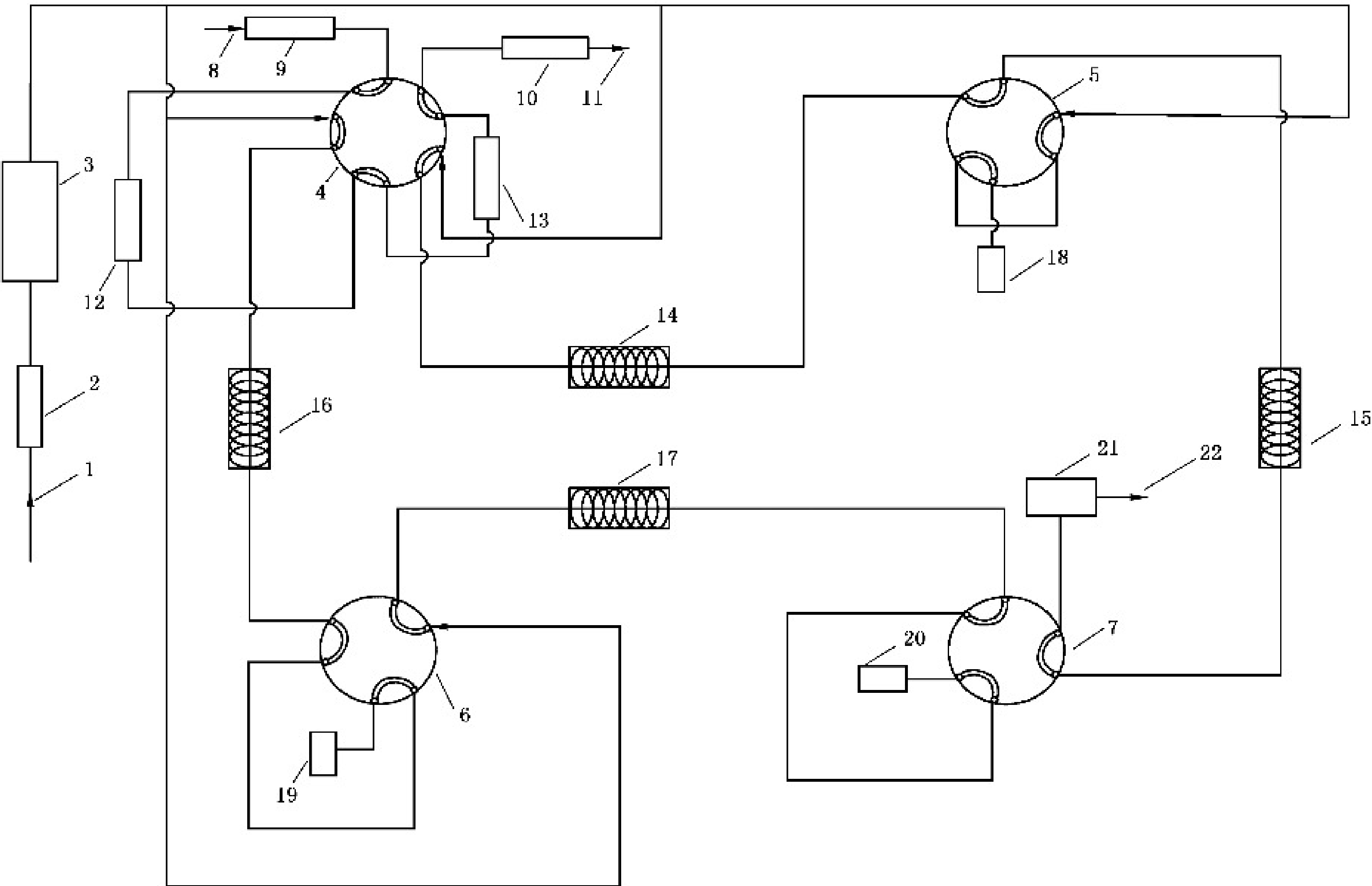
8.3 安全信息

一氧化氮的安全信息见附录 C。

附录 A
(资料性)
气路切割流程示意图及典型色谱图

A.1 气路切割流程示意图

测定一氧化氮中氧+氩、氮、甲烷、二氧化碳、氧化亚氮含量时，参考的气路切割流程示意图见图 A.1。



标引序号说明：

- | | | | |
|-------|----------|----------|------------|
| 1 | ——载气进口； | 12、13 | ——定量管； |
| 2 | ——载气过滤器； | 14 | ——预分离柱； |
| 3 | ——氮气纯化器； | 15 | ——色谱柱 I； |
| 4 | ——十通阀； | 16 | ——色谱柱 II； |
| 5、6、7 | ——六通阀； | 17 | ——色谱柱 III； |
| 8 | ——样品气进口； | 18、19、20 | ——放空口； |
| 9 | ——样品过滤器； | 21 | ——氮离子检测器； |
| 10 | ——流量计； | 22 | ——尾气出口。 |
| 11 | ——样品气出口； | | |

图 A.1 参考的气路切割流程示意图

A.2 典型色谱图

典型的标准样品色谱图见图 A.2，典型的样品色谱图见图 A.3。

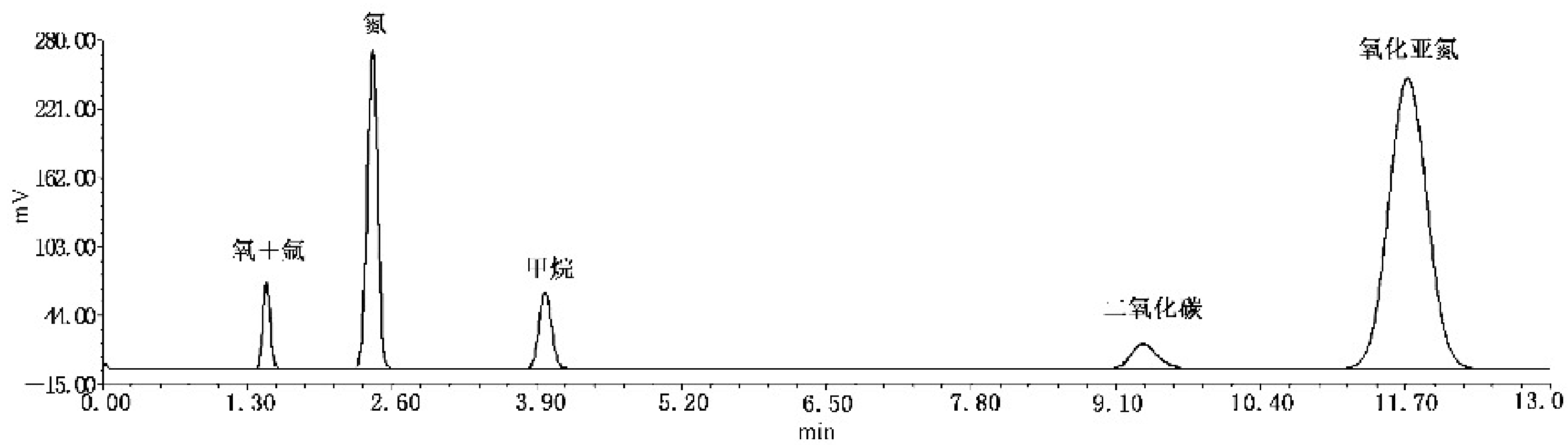


图 A.2 典型的标准样品色谱图

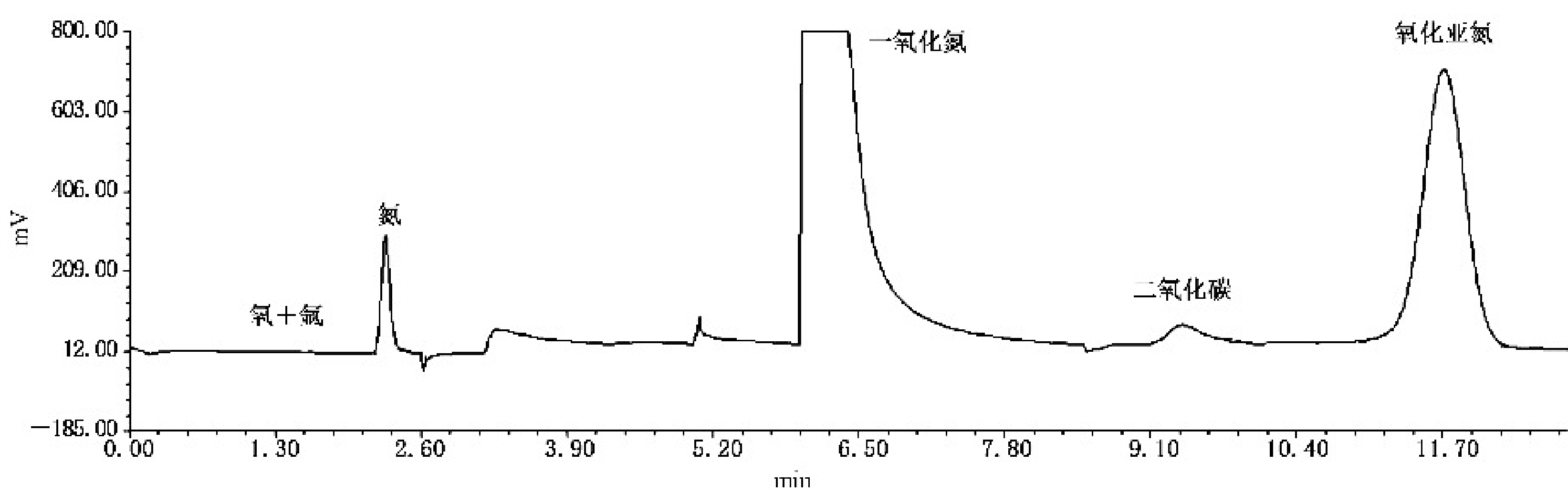
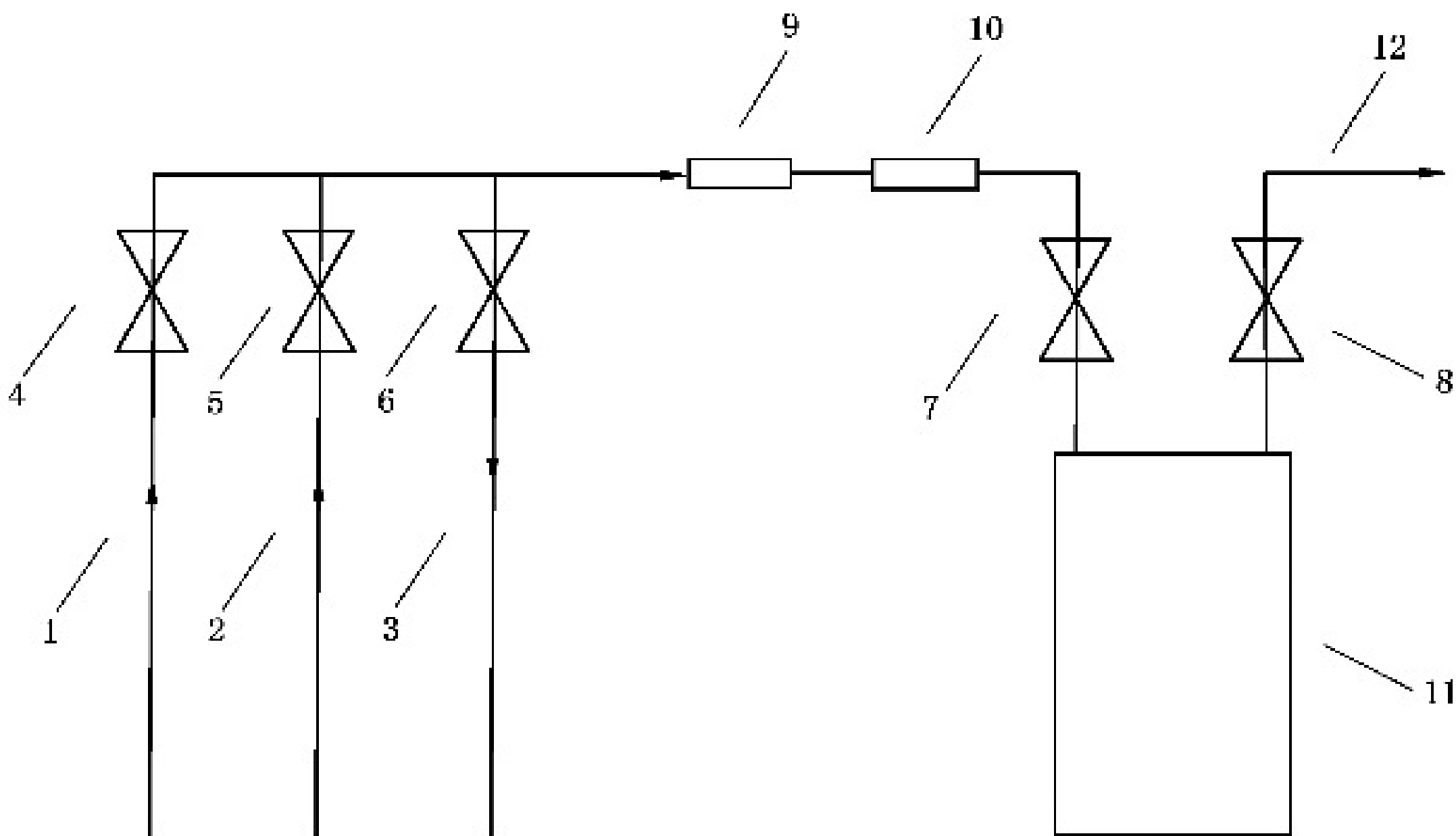


图 A.3 典型的样品色谱图

附录 B
(资料性)
气路吹扫装置流程示意图

测定一氧化氮中二氧化氮含量时，参考的气路吹扫装置流程示意图见图 B.1。



- 标引序号说明：
- 1 —— 吹扫气进口；
 - 2 —— 样品气进口；
 - 3 —— 真空出口；
 - 4、5、6、7、8 —— 调节阀；
 - 9 —— 过滤器；
 - 10 —— 数显压力表；
 - 11 —— 傅里叶红外光谱仪；
 - 12 —— 放空口。

图 B.1 气路吹扫装置流程示意图

附 录 C
(资料性)
安 全 信 息

C.1 基本信息

C.1.1 化学式: NO; 中文名: 一氧化氮; 英文名: Nitric Oxide。

C.1.2 相对分子质量: 30.006(按 2018 年国际相对原子质量计算)。

C.1.3 代码: CAS 号 10102-43-9; UN 号 1660。

C.1.4 物理性质: 沸点 $-151.8\text{ }^{\circ}\text{C}$, 熔点 $-163.6\text{ }^{\circ}\text{C}$, 相对密度(以水为 1 计, $-152\text{ }^{\circ}\text{C}$) 1.27, 相对蒸气密度(以空气为 1 计) 1.04, 临界温度 $-93\text{ }^{\circ}\text{C}$; 氧化性能(OP) 0.3。

C.1.5 毒性: 半数致死浓度为大鼠吸入 $\text{LC}_{50(4\text{ h})} = 57.5\text{ mL/m}^3$; 时间加权平均容许浓度为 5 mg/m^3 ; 短时间接触容许浓度为 10 mg/m^3 。

C.2 危险性说明

C.2.1 一氧化氮无色无味具有氧化性, 可引起燃烧或加剧燃烧。

C.2.2 一氧化氮不稳定, 在空气中很快转变为二氧化氮并产生刺激作用。氮氧化物主要损害呼吸道, 人吸入初期仅有轻微的眼及呼吸道刺激症状, 如咽部不适、干咳等。常经数小时至十几小时或更长时间潜伏期后发生迟发性肺水肿。一氧化氮浓度高可致高铁血红蛋白血症。

C.2.3 眼和皮肤接触可引起灼伤。

C.3 操作注意事项

C.3.1 严加密闭, 提供充分的局部排风和全面排风。

C.3.2 操作人员需要经过专门培训, 严格遵守操作规程, 熟练掌握操作技能, 具备应急处置知识。

C.3.3 操作人员佩戴自吸过滤式防毒面具, 戴化学安全防护眼镜, 穿透气型防毒服, 戴防化学品手套。

C.3.4 远离热源、热表面、火花、明火和其他点火源。工作场所不吸烟。不使用易产生火花的机械设备和工具。

C.3.5 远离易燃、可燃物。

C.3.6 搬运时轻装轻卸, 防止气瓶及附件破损。配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。

C.4 紧急情况应对措施

C.4.1 发生火灾时, 切断气源。若不能切断气源, 则不熄灭泄漏处的火焰。消防人员穿全身防火、防毒服, 佩戴空气呼吸器。在上风向灭火。喷水冷却容器, 直至灭火结束。尽可能将容器从火场移至空旷处。

C.4.2 如果人员误吸入一氧化氮, 迅速脱离现场至空气新鲜处, 保持呼吸道通畅, 立即就医。如果呼吸困难, 输氧。如果呼吸、心跳停止, 立即进行心肺复苏, 就医。

C.4.3 如果皮肤接触, 立即脱去污染的衣着, 用大量流动清水冲洗至少 15 min, 就医。

C.4.4 如果眼睛接触, 立即分开眼睑, 用流动清水或生理盐水冲洗 5 min~10 min, 就医。

C.5 泄漏处理处置

C.5.1 根据气体的影响区域划定警戒区, 无关人员从侧风、上风向撤离至安全区。

C.5.2 应急处理人员佩戴自给式空气呼吸器,穿全封闭防护服。

C.5.3 不接触或跨越泄漏物。

C.5.4 不使泄漏物与可燃物接触。喷雾状水抑制蒸气或改变蒸气云流向,避免水流接触泄漏物,不用水直接冲击泄漏物或泄漏源。

C.5.5 尽可能切断泄漏源。

C.5.6 防止气体通过下水道、通风系统和有限空间扩散。

C.5.7 隔离泄漏区直至气体散尽,泄漏场所保持通风。

C.6 存储注意事项

C.6.1 储存于阴凉、通风的有毒气体专用库房。远离火种、热源。

C.6.2 库温不超过 30℃。

C.6.3 与易(可)燃物、卤素、食用化学品分开存放,不混储。

C.6.4 存储区备有泄漏应急处理设备。

C.7 废弃处置说明

C.7.1 废弃化学品

根据国家和地方有关法规的要求处置。或与制造商联系,确定处置方法。处置废弃的一氧化氮时,不直接排放。

C.7.2 污染包装物

将容器返还生产商或按照国家和地方法规处置。

C.7.3 废弃注意事项

将倒空的容器归还生产商或在规定场所掩埋。

参 考 文 献

[1] 危险化学品安全管理条例(2002 年 1 月 26 日中华人民共和国国务院令第 344 号公布,2011 年 2 月 16 日国务院第 144 次常务会议第一次修订,2013 年 12 月 7 日国务院令第 645 号第二次修订通过)

[2] 特种设备安全监察条例(2003 年 3 月 11 日中华人民共和国国务院令第 373 号公布,2009 年 1 月 14 日国务院第 46 次常务会议修订通过)
