

ICS 71.100.20
G 86



中华人民共和国国家标准

GB/T 21287—2007

电子工业用气体 三氟化氮

Gases for electronic industry—Nitrogen trifluoride

2007-12-14 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 要求	1
4 试验方法	2
5 包装、标志、贮运及安全	5
附录 A(资料性附录) 切割气路流程示意图	7
附录 B(资料性附录) 测定三氟化氮中一氧化碳的气路切换装置流程示意图	8
附录 C(规范性附录) 可水解氟化物和总酸度的测定	9
附录 D(资料性附录) 三氟化氮的化学性质和物理参数	12

前 言

本标准根据 SEMI(半导体材料和设备国际组织)的《三氟化氮》(SEMI C3.39—0304)2004 年版标准,并结合我国三氟化氮生产的实际情况制定。

本标准的附录 C 为规范性附录,附录 A、附录 B、附录 D 为资料性附录。

本标准由全国半导体材料和设备标准化技术委员会气体分会(SAC/TC 203/SC 1)提出并归口。

本标准由湖北沙隆达天门农化有限责任公司、中国船舶重工集团公司第七一八研究所负责起草。

本标准参加起草单位有:核工业理化研究院特气中心、中核红华特种气体有限公司、黎明化工研究院、国家标准物质研究中心、西南化工研究设计院等。

本标准主要起草人:余启富、宋再卿、刘新明、戴龙侠、方治文、牛学坤、金美兰、任清贵、王少楠。

本标准首次发布。

电子工业用气体 三氟化氮

1 范围

本标准规定了瓶装电子工业用气体——三氟化氮的技术要求、试验方法、检验规则及包装、标志、运输、储存和安全。

本标准适用于电子工业用三氟化氮。它主要用作电子工业中等离子体工艺等离子体刻蚀剂和化学气相沉积的清洗剂。

分子式： NF_3 。

分子量：71.001 9(按 2001 年国际相对原子量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, idt ISO 3165:1976)

GB 5099 钢质无缝气瓶(GB 5099—1985, neq ISO 1405:1983)

GB/T 5832.1 气体湿度的测定 第 1 部分:电解法

GB/T 6681 气体化工产品采样通则

GB 7144 气瓶颜色标志

GB 14194 永久气体充瓶充装规定

气瓶安全监察规程

危险化学品安全管理条例

特种设备安全监察条例

3 要求

电子工业用气体三氟化氮应符合表 1 的要求。

表 1 技术指标

项 目		指 标				
		99.5	99.9	99.98	99.99	99.996
三氟化氮(NF_3), 10^{-2} (体积分数)	\geq					
四氟化碳(CF_4), 10^{-6} (体积分数)	\leq	1500	500	100	50	20
氮(N_2), 10^{-6} (体积分数)	\leq	700	50	10	10	5
氧加氩($\text{O}_2 + \text{Ar}$), 10^{-6} (体积分数)	\leq	700	50	10	5	3
一氧化碳(CO), 10^{-6} (体积分数)	\leq	50	10	10	5	1
二氧化碳(CO_2), 10^{-6} (体积分数)	\leq	25	10	10	5	0.5
氧化亚氮(N_2O), 10^{-6} (体积分数)	\leq	50	10	10	5	1
六氟化硫(SF_6), 10^{-6} (体积分数)	\leq	50	50	10	5	2
可水解氟化物(以 HF 计)或总酸度, 10^{-6} (体积分数)	\leq	1	1	1	1	1
水(H_2O), 10^{-6} (体积分数)	\leq	1	1	1	1	1

4 试验方法

4.1 抽样、判定和复验

4.1.1 从同一来源稳定充装的电子工业用三氟化氮气体构成一批,每批产品的质量不超过 500 kg。三氟化氮抽样瓶数按表 2 规定从每批产品中随机抽样。每瓶三氟化氮构成单独的样品,进行除水分含量外的各项杂质含量的检验。

表 2 瓶装三氟化氮产品抽样表

每批气瓶数	最少抽样气瓶数
1	1
2~8	2
9~15	3
16~25	5
>25	7

4.1.2 集装格装三氟化氮产品按表 2 规定的批量随机抽样检验,成批验收。当检验结果有任何一项指标不符合本部分技术要求时,则判该批产品不合格。

4.1.3 槽车装

4.1.4 当检验结果有一项不符合本标准要求时,则应重新加倍随机抽样并进行复验,复验结果有一项不符合本标准要求时,则判该批产品不合格。

4.1.5 应逐瓶检验水分含量,如果水分含量不合格,则判该瓶产品不合格。

4.1.6 取样

根据样品瓶阀选取相应的取样阀进行取样。取样应当符合 GB/T 3723 以及 GB/T 6681 中的相关规定,确保所取得的样品具有代表性。

4.2 三氟化氮纯度

三氟化氮纯度按式(1)计算:

$$\Phi = 100 - (\Phi_1 + \Phi_2 + \Phi_3 + \Phi_4 + \Phi_5 + \Phi_6 + \Phi_7 + \Phi_8 + \Phi_9) \times 10^{-4} \quad \dots\dots(1)$$

式中:

Φ ——三氟化氮(NF₃)纯度的体积分数,10⁻²;

Φ_1 ——四氯化碳(CF₄)的体积分数,10⁻⁴;

Φ_2 ——氮(N₂)的体积分数,10⁻⁴;

Φ_3 ——氧加氩(O₂+Ar)的体积分数,10⁻⁴;

Φ_4 ——一氧化碳(CO)的体积分数,10⁻⁴;

Φ_5 ——二氧化碳(CO₂)的体积分数,10⁻⁴;

Φ_6 ——氧化亚氮(N₂O)的体积分数,10⁻⁴;

Φ_7 ——六氟化硫(SF₆)的体积分数,10⁻⁴;

Φ_8 ——可水解氟化物(以 HF 计)的体积分数,10⁻⁴;

Φ_9 ——水(H₂O)的体积分数,10⁻⁴。

4.3 氮、氧(氩)、四氯化碳、氧化亚氮、二氧化碳、六氟化硫含量的测定

4.3.1 仪器

采用配备氮离子化检测器的气相色谱仪测定三氟化氮中四氯化碳(允许采用热导气相色谱法)、氧化亚氮、二氧化碳、六氟化硫的含量。当三氟化氮纯度的体积分数不大于 99.99% 时,允许采用热导气相色谱仪测定三氟化氮中氮、氧(氩)、氧化亚氮、二氧化碳、六氟化硫的含量。

以上仪器均应当配备气路切割系统,用于切除样品气中绝大部分的三氟化氮。典型的气路切割示

意图请参考附录 A。

4.3.2 测定条件

4.3.2.1 仪器检测限

要求所采用的气相色谱仪对三氟化氮中氮、氧(氮)、四氟化碳、氧化亚氮、二氧化碳、六氟化硫的检测限分别不大于本标准表 1 所列相应杂质指标的 1/2。

4.3.2.2 色谱柱

切割柱:长 5.0 m,内径 2 mm,内装粒度为 0.18 mm~0.25 mm 的 Porapak Q 有机多孔聚合物的不锈钢柱。色谱柱在 180℃通载气活化 2 h 后备用,切割柱使用温度为 40℃。或采用其他等效色谱柱。

分析柱:长 3.0 m,内径 2 mm,内装粒度为 0.18 mm~0.25 mm 的 HayeSep DB 的气相色谱级多孔聚合物的不锈钢柱。色谱柱在 180℃通载气活化 2 h 后备用,分析柱柱温约 40℃。或采用其他等效色谱柱。

采用本标准推荐的切割柱和分析柱时,三氟化氮中的各种杂质组分的流出顺序为:氮、氧(氮)、四氟化碳、三氟化氮、二氧化碳、氧化亚氮、六氟化硫。

4.3.2.3 气体标准样品

当所测定的试样中三氟化氮纯度的体积分数不大于 99.99% 时,所采用的气体标准样品中氮、氧(氮)、四氟化碳、二氧化碳、氧化亚氮、六氟化硫的含量应当与被测试样中所对应的含量相近,气体标准样品的平衡气为氮气。

当所测定的试样中三氟化氮纯度的体积分数大于 99.99% 时,所采用的气体标准样品中四氟化碳的含量应当与被测试样中所对应的含量相近,气体标准样品中氮、氧(氮)、氧化亚氮、二氧化碳、六氟化硫的含量约为 5×10^{-4} (体积分数),气体标准样品定值的不确定度应当小于 10%。

4.3.2.4 色谱仪的其他测定条件按照相应的仪器说明书执行。

4.3.3 测定步骤

4.3.3.1 启动仪器

在确保所采用色谱仪的每路气体气密性的前提下,按仪器说明书开启仪器,待仪器达到测定条件后即可进行测定。

4.3.3.2 测定

用气体标准样品进样。记录气体标准样品中组分的色谱信号。初次测定时,应当确定切割阀开启时间和关闭的适当时间。在切割阀开启的时间内,气路切除样品中的绝大部分乃至全部三氟化氮组分。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%,取其平均值。

将三氟化氮样气连接到仪器的进样系统,待仪器稳定后,以测定气体标准样品同样的测定条件进样,记录三氟化氮样品中组分的色谱信号,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%,取其平均值。

用气体标准样品进样。记录气体标准样品中组分的色谱信号。初次测定时,应当确定切割阀开启时间和关闭的适当时间。在切割阀开启的时间内,气路切除样品中的绝大部分乃至全部三氟化氮组分。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%,取其平均值。

将三氟化氮样气连接到仪器的进样系统,待仪器稳定后,以测定气体标准样品同样的测定条件进样,记录三氟化氮样品中组分的色谱信号,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%,取其平均值。

4.3.3.3 结果处理

以测得样品气中组分的峰面积,按式(2)分别计算三氟化氮中氮、氧(氮)、四氟化碳、二氧化碳、氧化亚氮、六氟化硫的含量。

$$\Phi_i = \Phi_s \times \frac{A_i}{A_s} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

Φ ——三氟化氮样品中组分的含量(体积分数);

Φ_0 ——气体标准样品中相应组分的含量(体积分数);

A_1 ——三氟化氮样品中相应组分的峰面积;

A_0 ——气体标准样品中相应组分的峰面积。

4.3.4 当两种方法的测定结果有异议时,以氮离子化气相色谱法为仲裁方法。

4.4 一氧化碳的测定

4.4.1 仪器

采用配备气路切割装置的氮离子化气相色谱仪直接测定三氟化氮中的一氧化碳,该气路装置请参考附录 A;也可采用配备甲烷转化器和火焰离子化检测器的气相色谱仪测定三氟化氮中的一氧化碳。

当采用甲烷转化器时,在高温下,三氟化氮通过甲烷转化催化剂会使催化剂失效。仪器应当在分离柱后,甲烷转化器前设置切换阀,以便在一氧化碳峰检出后,大量的三氟化氮从分离柱后流出放空。典型的气路切换示意图参见附录 B。

4.4.2 测定条件

4.4.2.1 启动仪器

在确保所采用色谱仪每路气体气密性的前提下,按仪器说明书开启仪器,待仪器达到测定条件后即可进行测定。

4.4.2.2 测定

长 1 m,内径 2 mm,内装粒度为 0.15 mm~0.18 mm 的 TDX-01 的不锈钢管。色谱柱在 160℃ 通载气活化 2 h 后备用,柱温约 60℃。或采用其他等效色谱柱。

4.4.2.3 气体标准样品

氮气中一氧化碳的含量约为 5×10^{-4} (体积分数),气体标准样品定值的不确定度应当小于 10%。

4.4.2.4 色谱仪的其他测定条件按照相应的仪器说明书执行。

4.4.3 测定步骤

4.4.3.1 启动仪器

在确保所采用色谱仪每路气体气密性的前提下,按仪器说明书开启仪器,待仪器达到测定条件后即可进行测定。

4.4.3.2 测定

用气体标准样品进样。记录气体标准样品中一氧化碳组分的色谱信号。初次测定时,应当确定一氧化碳色谱峰完全流出的时间,以便确定切割阀切除三氟化氮的时间。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%,取其平均值。

将三氟化氮气样连接到仪器的进样系统,待仪器稳定后,以测定气体标准样品同样的测定条件进样,记录三氟化氮样品中一氧化碳组分的色谱信号,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%,取其平均值。

4.4.3.3 结果处理

按照 4.3.3.3 中的方法计算样品中一氧化碳的含量。

4.4.4 当两种方法的测定结果有异议时,以氮离子化气相色谱法为仲裁方法。

4.5 可水解氟化物(如氟化氢)的测定

可水解氟化物的测定方法参见附录 C 进行。

4.6 水分含量的测定

4.6.1 仪器

采用压电水分仪测定三氟化氮中的微量水分。

4.6.2 检测限

仪器检测限不大于 0.1×10^{-4} (体积分数)。

4.6.3 测定步骤

4.6.3.1 采用经过钝化处理的 316 不锈钢管从气源处获取连续流动的样品气。316 管在空气中暴露后应经过吹洗干燥处理。

4.6.3.2 测试流量

按仪器说明书调节样品气压力和流量。

4.6.3.3 建立校正曲线

建立校正曲线,该曲线应当至少包含测量范围内的三个点。所使用的气体标准样品应当用另一种分析方法验证其水分含量。

4.6.3.4 采用水分含量不大于 0.5×10^{-4} (体积分数) 的气体吹洗取样系统后,让三氟化氮样品气流经取样系统和压电水分仪,直至压电水分仪读数稳定。

4.6.4 允许按 GB/T 5832.1 规定的方法进行测定。仪器气路系统应采用经过钝化处理的 316 不锈钢管,仪器的检测限应不大于 0.1×10^{-4} (体积分数)。

4.6.5 当测定结果有异议时,以电解法为仲裁法。

5 包装、标志、贮运及安全

5.1 三氟化氮的化学性质和部分物理参数参见附录 D。

5.2 三氟化氮气瓶应符合 GB 5099、《气瓶安全监察规程》、《危险化学品安全管理条例》以及《特种设备安全监察条例》的相关规定。

生产厂可根据用户需要选用相应容积的气瓶。但均应符合相应的安全规定。

由于电子工业用气体的特殊性,当三氟化氮的纯度大于 99.9% (体积分数) 时,充装气瓶还应满足以下条件:

- 气瓶阀门应选用专用阀门,阀门采用 316L 不锈钢或其他等效材料制造。阀门的泄漏率应不大于 1×10^{-7} Pa·L/s;
- 气瓶内表面粗糙度(Ra)应不大于 $0.8 \mu\text{m}$;
- 气瓶内颗粒的规定由供需双方商定;
- 钢瓶内水分含量应不大于 0.5×10^{-4} (体积分数)。

5.3 三氟化氮气瓶包装标志应符合 GB 190 的相关规定;气瓶漆色为银灰色,瓶身应标明“电子工业用气体三氟化氮”字样;气瓶的其他颜色标志及字样应符合 GB 7144 的相关规定。

5.4 三氟化氮气瓶的充装应符合 GB 14194 的相关规定。气瓶公称压力为 12.5 MPa 时,充装量应不大于 0.55 kg/L。气瓶在出厂前应在瓶阀出口加装带螺纹的不锈钢堵头,同时对阀门全部塑封,防止阀门的污染和泄漏。

返厂气瓶的余压不应低于 0.05 MPa。余压不符合要求的气瓶,水压试验后的气瓶以及新气瓶等在充装前应按规定要求进行加热、抽空和置换至符合 5.2 中的相关规定。

5.5 每批出厂的三氟化氮产品应附有产品质量合格证,其内容至少包括:

- 生产厂名称;
- 批号、气瓶编号、净重;
- 气瓶阀输出连接型号;
- 气瓶阀扭矩检验值;
- 气瓶泄漏检验:在压力为 0.41 MPa 时泄漏检验结果;
- 本标准号;
- 检验员及检验日期,产品保质期;
- 分析结果;
- 三氟化氮相关的安全数据。

GB/T 21287—2007

5.6 三氟化氮气瓶的装运、贮存应符合《气瓶安全监察规程》、《危险化学品安全管理条例》等中的有关规定。三氟化氮气瓶应储存在通风、阴凉的库房中并且远离可燃物质和热源。三氟化氮的保质期为三年，以检验结束日期起计算。

5.7 安全警示

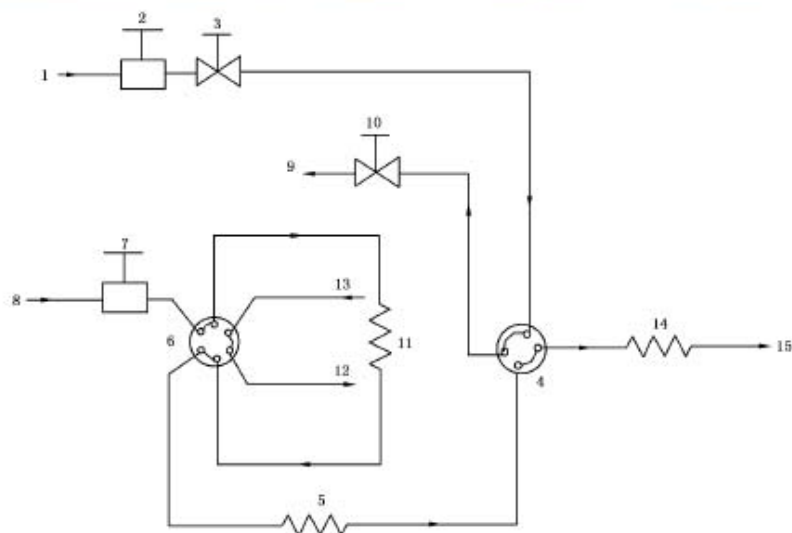
5.7.1 三氟化氮是一种有微弱气味、具有毒性的气体。人吸入一定量后能引起高铁血红蛋白症，造成肝、肾、脾肿大。在工作场所允许的最高浓度为 10×10^{-6} (体积分数)。因此，使用时应有防止环境污染的防护措施。

5.7.2 三氟化氮气体常温下较稳定，随着温度的增高其活性亦增加，当温度升至 $250^{\circ}\text{C} \sim 350^{\circ}\text{C}$ 时成为强氧化剂。因此，在使用场地应严禁有明火、热源及易燃易爆物品。

附录 A
(资料性附录)
切割气路流程示意图

A.1 测定三氟化氮中氮、氧(氩)、四氟化碳、二氧化碳、氧化亚氮、六氟化硫的气路切割装置流程示意图

图 A.1 给出了测定三氟化氮中氮、氧(氩)、四氟化碳、氧化亚氮、二氧化碳、六氟化硫时所采用的一种气路切割装置的参考气路流程示意图。该流程也可用于测定三氟化氮中的一氧化碳组分。



- 1——平衡路载气；
- 2——平衡路载气稳压阀；
- 3——平衡路载气针形调节阀；
- 4——自动四通切割阀；
- 5——切割柱；
- 6——自动六通进样阀；
- 7——进样路载气稳压阀；
- 8——进样路载气；
- 9——载气放空；
- 10——载气平衡调节阀；
- 11——定体积量管；
- 12——样气出口；
- 13——样气入口；
- 14——分析柱；
- 15——去热导池测量臂或氮离子化检测器的载气。

图 A.1 气路切割装置流程示意图

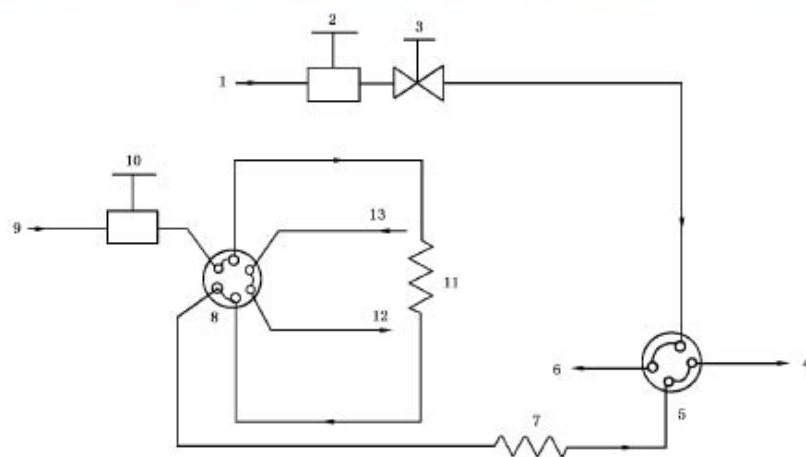
附录 B

(资料性附录)

测定三氟化氮中一氧化碳的气路切换装置流程示意图

B.1 测定三氟化氮中一氧化碳的气路切换装置流程示意图

图 B.1 给出了测定三氟化氮中一氧化碳时所采用的一种气路切换装置的参考气路流程示意图。



- 1——平衡路载气；
- 2——平衡路载气稳压阀；
- 3——平衡路载气针形调节阀；
- 4——去甲烷化转发器或氮离子化检测器的载气；
- 5——自动四通切换阀；
- 6——放空；
- 7——分析柱；
- 8——选样六通阀；
- 9——进样路载气；
- 10——进样路载气稳压阀；
- 11——定体积量管；
- 12——样气出口；
- 13——样气入口。

图 B.1 气路切换装置流程示意图

附录 C
(规范性附录)
可水解氟化物和总酸度的测定

C.1 可水解氟化物的测定**C.1.1 方法与仪器检测限**

采用氟离子选择性电极测定三氟化氮中水解氟化物(以 HF 计)。

当该方法采用任何一种新的仪器时,应当检查所采用仪器的检测限。采用该方法要求检测限低于 0.1×10^{-4} (体积分数)。增加进样体积可以改善仪器检测限。

C.1.2 设备与试剂

- 毫伏计(0.1 mV 挡);
- 参考电极(单连接型);
- 氟离子选择电极;
- 电磁搅拌器;
- 聚四氟乙烯、聚甲基苯或聚丙烯材质的塑料烧杯;
- 聚四氟乙烯管;
- 聚四氟乙烯、聚甲基苯或聚丙烯材质的 1 000 mL 和 100 mL 容量瓶;
- 0.1 mL、0.2 mL 和 1 mL 移液管;
- 流量控制器或流量计(0 mL/min~100 mL/min);
- 蒸馏水或去离子水;
- 10 mol/L 浓度的氢氧化钠溶液;
- 0.2 mol/L 浓度的氢氧化钠溶液;
- 冰醋酸,分析纯;
- 缓冲溶液:在 1 000 mL 容量瓶中加入 500 mL 蒸馏水或去离子水、57 mL 冰醋酸、58 g 氯化钠。用 10 mol/L 或以上浓度的氢氧化钠溶液调节 pH 值到 5.0~5.5 之间。冷却至室温后,用蒸馏水或去离子水稀释至 1 L。

C.1.3 标准样品

新配制的浓度为 1×10^{-3} mol/L 的氟化钠溶液。

C.1.4 操作步骤

- C.1.4.1 准备实验标准溶液:100 mL 缓冲溶液中加入 100 mL 1×10^{-3} mol/L 的氟化钠溶液。
- C.1.4.2 准备空白溶液:在塑料烧杯中加入 50.0 mL 0.2 mol/L 的氢氧化钠溶液和 50.0 mL 缓冲溶液混合而成。
- C.1.4.3 缓慢搅动空白液,当读数稳定后,记录空白溶液的毫伏读数。
- C.1.4.4 逐次向空白溶液中添加定量的标准溶液来建立校正曲线。记录每次添加后稳定的毫伏读数。表 C.1 给出了推荐的添加量以及添加后的浓度。

表 C.1 标准液浓度

添加标准溶液的体积/mL	总体积/mL	添加后 F^- 浓度/ $(\times 10^{-3}$ mol/L)
0.1	100.1	0.5
0.1	100.2	1

表 C.1(续)

添加标准溶液的体积/mL	总体积/mL	添加后 F ⁻ 浓度/(×10 ⁻³ mol/L)
0.2	100.4	2
0.2	100.6	3
0.4	101.0	5
0.8	101.8	9
1.0	102.8	14

C.1.4.5 把 50 mL 0.2 mol/L 的氢氧化钠溶液加入每只依次连接的洗气瓶中。

C.1.4.6 采用适当的流量控制器或流量计控制三氟化氮以约 20 mL/min 的流量通过洗气瓶。

C.1.4.7 通入大约 2.4 L 的三氟化氮样品气。记录样品气的流速和时间以确定总的样品体积。也可用湿式流量计来测量总体积。样品气的体积应当为标准状态下的体积。如果流量计或湿式流量计未在 0℃ 和 1.01×10⁵ Pa 状态下,则按式(C.1)校正样品气的体积。

$$V_0 = V \times \frac{P}{1.01 \times 10^5} \times \frac{273}{t+273} \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

V_0 ——标准状态下的体积,L;

V ——测量体积,L;

P ——样品气压力,Pa;

t ——样品气温度或参考流量控制器和湿式流量计的温度,℃。

C.1.4.8 把每只洗气瓶中的溶液分别加入两只 100 mL 的容量瓶中,并在每只容量瓶中加入 50 mL 的缓冲溶液。然后视其需要,加入蒸馏水或去离子水定容为 100 mL。

C.1.4.9 把溶液转移到塑料烧杯中。

C.1.4.10 一边搅拌,同时测量并记录每一个样品的毫伏读数。

C.1.5 结果处理

C.1.5.1 采用 C.1.4.4 中建立的校正曲线,计算出溶液中 F⁻ 的浓度。

C.1.5.2 按式(C.2)计算出气相可水解的氟化物的浓度。注意方程中可水解氟化物采用氟化氢表示。

$$\Phi_{HF} = C \times 0.1 \times \frac{22.4}{V_0} \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

Φ_{HF} ——三氟化氮中可水解氟化物(以 HF 计)的浓度(体积分数);

C ——C.1.5.1 中计算出的可水解氟化物浓度,mol/L;

V_0 ——校正后的测试时所用的样品体积,L。

C.1.5.3 第二个洗气瓶中的氟化氢浓度和第一个洗气瓶中的浓度相比并不重要。假如在第二个洗气瓶中检测出明显的氟化氢含量值,那么应当重新取样,采用更低的样品气流速进行测定。

C.2 总酸度(以 HF 计)的测定

C.2.1 原理

将试样气体通入吸收瓶中,其酸和酸性物质被水吸收。以溴甲酚紫为指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定被吸收的酸至终点,从而测定出试样的总酸度(以 HF 计)。

C.2.2 试剂和溶液

——0.01 mol/L 的氢氧化钠标准溶液,由 0.1 mol/L 标准溶液稀释制取;

——溴甲酚紫 0.1% 乙醇(20%)溶液;

——无水乙醇,分析纯。

C.2.3 仪器与设备

——微量滴定管 1 mL,分度值为 0.01 mL 或 0.005 mL;

——湿式流量计。

C.2.4 测定步骤

三氟化氮中酸分的吸收装置示意图请见图 C.1。吸收瓶均为 300 mL 磨口封盖的锥形瓶,吸收瓶内分别装入 100 mL 新煮沸过的蒸馏水,气体筛板分布管距瓶底 6 mm,试样气体流速 300 mL/min,通气量 20 L 左右,由湿式流量计计量。通气完毕,将前两个吸收瓶中的溶液集中到一起作为样品,后两个吸收瓶中的水集中在一起作为空白,分别加入 3~4 滴指示剂(溴甲酚紫 0.1%乙醇(20%)溶液),用 0.01 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定,溶液由黄色变为紫色为终点。

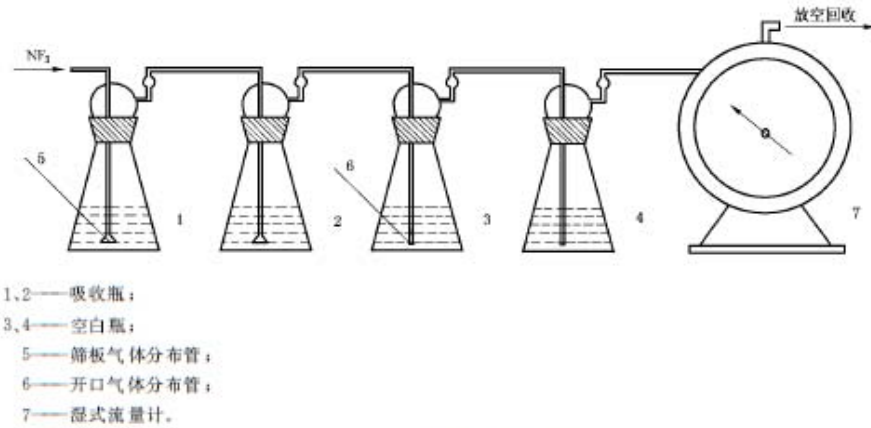


图 C.1 酸分吸收装置示意图

C.2.5 结果处理

按式(C.3)计算出样品中的总酸度:

$$\phi = \frac{22.4 \times 1.01 \times (V - V_0) \times (273 + t)}{20 \times 273P} \dots\dots\dots (C.3)$$

式中:

ϕ ——样品中的总酸度(体积分数), 10^{-1} ;

V ——滴定 1,2 号吸收瓶消耗氢氧化钠标准溶液的体积,mL;

V_0 ——滴定 3,4 号吸收瓶空白水溶液消耗氢氧化钠标准溶液的体积,mL;

P ——大气压+湿式流量计显示压差-实验室温度下水的饱和蒸汽压,Pa;

t ——实验室温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

附录 D
(资料性附录)
三氟化氮的化学性质和物理参数

D.1 三氟化氮的化学性质

CAS 注册号:7783-54-2。

注:三氟化氮的化学性质稳定。它在133℃以下不与水发生化学反应;在100℃的稀碱液中可缓慢水解;约在350℃的高温下,可与多种金属(铜、铋、铈、铊、铋、铟和汞等)发生反应;在520℃时,与六氟丙烯在氟化钠上反应,主要生成 C_2 到 C_6 碳氟化合物,也生成碳氟亚胺;在320℃时,可与六氟丙烯在氟化铯上反应。虽然三氟化氮是强氧化剂,但在常温是惰性的。

D.2 三氟化氮的物理参数

表 D.1 给出了三氟化氮的部分物理参数。

表 D.1 三氟化氮物理参数表

序	项 目	参 数
1	熔点	66.36 K, -206.79℃, -340.22 ℉
2	沸点,101.325 kPa(1 atm)时	144.09 K, -129.06℃, -200.31 ℉
3	临界温度	233.85 K, -39.3℃, -38.74 ℉
4	临界压力	45.3 bar, 44.71 atm, 657.02 psia
5	临界体积	118.75 cm ³ /mol
6	临界密度	0.5979 g/cm ³
7	临界压缩系数	0.277
8	偏心因子	0.126
9	液体密度, -70℃时	1.204 g/cm ³
10	液体热膨胀系数, -70℃时	0.00664 1/℃
11	表面张力, -206℃时	29.69 dyn/cm
12	气体密度, 1 atm 和 21.1℃(70 ℉)时	2.941 kg/m ³ , 0.1836 lb/ft ³
13	气体相对密度, 1 atm 和 21.1℃(70 ℉)时(空气=1)	2.452
14	汽化热, 沸点下	161.26 kJ/kg, 69.34 BTU/lb
15	熔化热, 熔点下	5.61 kJ/kg, 2.41 BTU/lb
16	气体定压比热容 C_p , 25℃时	0.755 kJ/(kg·K), 0.18 BTU/(lb·R)
17	气体定容比热容 C_v , 25℃时	0.638 kJ/(kg·K), 0.152 BTU/(lb·R)
18	气体比热容之比, C_p/C_v	1.183
19	液体比热容, -83℃时	1.208 kJ/(kg·K), 0.289 BTU/(lb·R)
20	固体比热容, -223℃时	0.711 kJ/(kg·K), 0.17 BTU/(lb·R)
21	气体焓, 25℃时	260.73 J/(mol·K)
22	气体生成焓, 25℃时	-139.19 J/(mol·K)

表 D. 1(续)

序	项 目	参 数
23	气体生成焓,25℃时	-132.1 kJ/mol
24	气体吉布斯生成能,25℃时	-90.6 kJ/mol
25	溶解度参数	14.996 (J/cm ³) ^{0.5}
26	液体体积	45.599 cm ³ /mol
27	气体粘度,25℃时	1.918 2×10 ⁻⁵ Pa·s
28	液体粘度,-63℃时	5×10 ⁻⁵ Pa·s
29	气体热导率,25℃时	0.021 98 W/(m·K)
30	液体热导率,-100℃时	0.145 2 W/(m·K)
31	美国政府工业卫生工作者会议(ACGIH)阈值浓度	10×10 ⁻³ (体积分数)
32	美国职业安全与卫生管理局(OSHA)允许浓度值	10×10 ⁻³ (体积分数)
33	美国国立职业安全与卫生研究所(NIOSH)推荐浓度值	10×10 ⁻³ (体积分数)