

ICS 71.100.20

CCS G 86

T

团体标准

T/CEATEC XXX—2026

电子级超纯氧化亚氮制备工艺规范

Specification for the preparation process of electronic-grade ultra-pure
nitrous oxide

(征求意见稿)

2026-X-XX 发布

2026-X-XX 实施

中国欧洲经济技术合作协会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 总体工艺	2
4.1 工艺路线选择	2
4.2 工艺环境要求	2
4.3 工艺运行原则	2
4.4 工艺记录要求	2
5 基本要求	2
5.1 原料气质量要求	2
5.2 辅助化工物料要求	3
5.3 公用工程介质要求	3
6 制备工艺	3
6.1 原料气精密过滤预处理工序	3
6.2 两级化学洗涤净化工序	3
6.3 一级复合吸附粗纯化工序	3
6.4 低温加压精馏核心提纯工序	4
6.5 二级深度吸附精制工序	4
6.6 选择性膜终端纯化工序	4
6.7 低温液化与密闭充装工序	4
7 工艺过程质量控制	4
7.1 过程抽检管控	5
7.2 成品质量指标管控	5
7.3 检测环境与仪器管控	5
7.4 批次质量判定规则	5
8 设备与管路系统管理	5
8.1 核心提纯设备管理	5
8.2 气体输送管路管理	6
8.3 仪表自控系统管理	6
9 工艺异常处置	6
9.1 原料气杂质超标异常	6
9.2 吸附工序工况异常	6
9.3 精馏工序工况异常	6
9.4 终端成品指标异常	6

9.5 紧急停机处置	6
10 职业健康、安全与环境保护	6
10.1 职业健康防护	6
10.2 生产安全管控	7
10.3 环境保护管控	7
附 录 A （规范性） 制备工艺关键运行参数限值表	8

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。

本文件由中国欧洲经济技术合作协会提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件为首次编制。

电子级超纯氧化亚氮制备工艺规范

1 范围

本文件规定了电子级超纯氧化亚氮的总体工艺、基本要求、制备工艺、工艺过程质量控制要求、设备与管路系统管理要求、工艺异常处置要求、职业健康、安全与环境保护要求。

本文件适用于以工业级氧化亚氮为原料，经化学净化、吸附纯化、低温精馏、膜分离等组合工艺制备的电子级超纯氧化亚氮。

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/T 5832.3 气体分析 气体中微量水分的测定 第3部分：光腔衰荡光谱法

GB/T 8984 气体分析 气体中微量一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物含量的测定 火焰离子化气相色谱法

GB/T 11640 铝合金无缝气瓶

GB 16297 大气污染物综合排放标准

GB/T 25915.1 洁净室及相关受控环境 第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度等级

GB/T 45001 职业健康安全管理体系 要求及使用指南

TSG 23 气瓶安全技术规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

电子级超纯氧化亚氮 electronic grade ultra-pure nitrous oxide

常温常压下为无色无味助燃性气体，经过多级深度提纯后，主体成分体积分数 $\geq 99.9999\%$ ，各类微量杂质控制在十亿分比级别，满足电子半导体行业高纯用气准入标准的一氧化二氮产品。

3.2

工业原料级氧化亚氮 industrial raw material grade nitrous oxide

由硝酸铵低温热分解工艺制备，或从己二酸工业生产副产尾气中分离粗制得到的初级气源，作为电子级产品提纯基础原料，自身含有氮气、氧气、水分、碳氧化物、氮氧化物、微量烃类等多种杂质。

3.3

化学净化 chemical purification

依托酸碱液相洗涤反应原理，脱除原料气源内酸性杂质气体、碱性杂质气体以及可溶性气溶胶杂质的前置提纯工序，宜设置两级串联洗涤结构。

3.4

吸附纯化 adsorption purification

利用多孔分子筛、专用活性炭、极性吸附填料等固相吸附材料的选择性吸附作用，脱除气体内微量水分、二氧化碳、低分子烃类杂质的纯化工序，可分为前置粗吸附与后置深度吸附两类使用形式。

3.5

低温精馏 low-temperature rectification

依据氧化亚氮与共存轻组分杂质、重组分杂质之间常压沸点存在明显差值的物理特性，在密闭低温高压精馏装置内完成气液两相分离，实现大批量脱除永久性气体杂质的核心提纯工序。

4 总体工艺

4.1 工艺路线选择

4.1.1 企业生产宜优先采用“原料气精密过滤—两级化学洗涤净化—一级复合吸附纯化—低温加压精馏—二级深度吸附精制—选择性膜深度纯化—低温液化—无尘密闭充装”一体化连续化制备工艺路线。

4.1.2 在产能规模较小工况下，可适当简化前置预处理工序，不得删减低温加压精馏与选择性膜深度纯化两道核心精制工序。

4.2 工艺环境要求

4.2.1 气体提纯主生产车间环境温度宜控制在 20℃ 至 30℃ 之间，环境相对湿度不宜大于 70%。

4.2.2 终端成品充装、成品取样检测区域，宜设置洁净管控区域，洁净等级宜不低于 GB/T 25915.1 规定 ISO 7 级洁净等级。

4.3 工艺运行原则

4.3.1 全流程压力、温度、流量等核心工艺参数应保持平稳连续运行，禁止出现大幅度瞬时波动，波动幅度超出本文件附录 A 限值时，应及时调整运行工况。

4.3.2 所有气体输送管路、纯化设备内部腔体在正式投产运行前，应完成脱脂处理、高纯惰性气体置换抽真空处理，管路内部不得残留油脂、水分、粉尘等外源杂质。

4.3.3 各工序之间气体输送流量宜匹配衔接，前道工序出气量不宜大于后道工序最大处理负荷，避免出现气体滞留、压力憋压等异常工况。

4.4 工艺记录要求

生产全过程应建立连续化工艺运行台账，对每班原料进气指标、各工序运行参数、中间气体抽检指标、成品出厂检测指标进行完整记录，工艺运行原始记录保存期限不宜少于 24 个月。

5 基本要求

5.1 原料气质量要求

用作提纯原料的工业级氧化亚氮气源，进厂入库前必须完成批次抽样检测，各项指标应符合表 1 规定，指标超出限值严禁投入生产使用。

表 1 工业原料级氧化亚氮进厂控制指标（体积分数）

检测项目	控制限值	常规检测方法
氧化亚氮主体纯度	≥95%	气相色谱法
氮气含量	≤3.0%	气相色谱脉冲放电检测器法
氧气含量	≤1.5%	气相色谱脉冲放电检测器法
游离水分含量	≤3000ppm	露点快速测定法

检测项目	控制限值	常规检测方法
二氧化碳含量	≤500ppm	气相色谱法
氮氧化物总量	≤200ppm	化学发光检测法
氨气杂质含量	≤100ppm	分光光度法
总烃类杂质（以计）	≤50ppm	氢火焰离子色谱法

5.2 辅助化工物料要求

5.2.1 化学洗涤工序所使用氢氧化钠洗涤药剂，工业品级纯度不宜低于 30%，药剂内部不可溶性固体杂质含量宜控制在较低水平，避免堵塞洗涤喷淋管路。

5.2.2 吸附剂选用应符合行业高纯气体专用标准，13X 分子筛、3A 分子筛、高硅型疏水分子筛、椰壳专用活性炭等物料，投入使用前宜完成预活化烘干处理。

5.2.3 设备再生工序所使用吹扫高纯氮气，体积分数纯度不宜低于 99.9999%，不应在再生过程引入新杂质。

5.3 公用工程介质要求

5.3.1 生产循环冷却水进水温度宜控制在 25℃ 以内，水质洁净无悬浮物，保障低温精馏装置制冷换热效率稳定。

5.3.2 生产供电系统应保持电压稳定，核心提纯设备宜配备稳压供电装置，避免电压波动造成温控、压控仪表数据偏差。

5.3.3 压缩空气系统经过干燥过滤处理后，方可用于现场气动阀门控制，压缩空气内部水分、油分含量应严格管控。

6 制备工艺

6.1 原料气精密过滤预处理工序

6.1.1 原料气进入主提纯系统前，依次串联设置两级精密过滤器，一级过滤器过滤精度宜设置为 5 μm，二级终端前置过滤器过滤精度宜设置为 0.1 μm。

6.1.2 本工序常规运行操作压力宜控制在 0.2MPa~0.3MPa 区间，全程常温运行，无需额外升温或者降温处理。

6.1.3 操作人员宜每周对过滤器滤芯进行完整性检查，滤芯出现堵塞压差超标、破损渗漏情况时，应及时更换同规格高纯气体专用滤芯。

6.1.4 经过本工序处理后，可脱除原料气内部固体粉尘、机械杂质、液态雾滴类杂质，为后续化学净化工序稳定运行奠定基础。

6.2 两级化学洗涤净化工序

6.2.1 第一级采用常温清水喷淋预洗涤模式，主要用于脱除原料气内夹带的微量氨类杂质、可溶性盐类气溶胶杂质，喷淋水循环量宜控制在 5m³/h~8m³/h，运行压力维持在 0.15MPa~0.25MPa。

6.2.2 第二级采用碱性溶液逆流喷淋洗涤模式，主要用于脱除二氧化碳、各类酸性氮氧化物等酸性气体杂质，洗涤系统运行温度宜控制在 40℃~50℃ 之间。

6.2.3 碱性洗涤溶液在长期循环使用过程中会持续消耗有效成分，当溶液内碳酸盐累积浓度达到 10% 及以上时，宜整体更换新鲜洗涤药液，废弃药液统一收集后合规处置。

6.2.4 气体完成两级洗涤后，宜设置气液分离缓冲罐，充分脱除气体内部夹带的液态洗涤液雾滴，防止液态药液进入后端吸附设备造成吸附填料失效。

6.3 一级复合吸附粗纯化工序

6.3.1 本工序采用三台吸附塔串联布置模式，不同塔体内装填不同功能吸附填料，实现分步脱除水分、碳氧化物、轻质烃类杂质。

- 6.3.2 第一塔装填硅胶与椰壳活性炭混合填料，第二塔装填 13X 分子筛填料，第三塔采用 3A 分子筛与 5A 分子筛等量混合填料装填。
- 6.3.3 工序运行工艺压力宜控制在 0.3MPa~0.5MPa，气体空速宜控制在 0.5h^{-1} ~ 1.0h^{-1} 区间，全程常温稳定运行。
- 6.3.4 当吸附塔出气端检测水分含量达到 1ppm 或者二氧化碳含量达到 0.5ppm 时，判定吸附填料达到饱和状态，应及时切换备用吸附塔，对饱和塔启动再生作业。
- 6.3.5 吸附塔再生作业宜采用高温高纯氮气吹扫模式，再生加热温度区间控制在 250°C ~ 380°C ，持续吹扫时长控制在 4h~6h，再生完成后自然降温至常温后方可重新投入使用。

6.4 低温加压精馏核心提纯工序

- 6.4.1 经过前置吸附粗提纯后的气体送入密闭低温精馏系统，依靠氧化亚氮与氮气、氧气等轻组分杂质沸点差异完成深度分离提纯。
- 6.4.2 精馏系统稳定运行工艺压力宜控制在 2.0MPa~2.5MPa，精馏塔釜温度控制在 -80°C ~ -75°C ，塔顶气相温度控制在 -90°C ~ -88°C 。
- 6.4.3 精馏系统内部气液回流比例宜控制在 3:1~5:1 之间，回流比例可根据原料气源杂质含量高低进行小幅合理调整。
- 6.4.4 精馏装置材质宜选用 316L 不锈钢材质，内壁实施电解抛光处理，塔内规整填料选用高纯气体专用填料，减少设备内壁对气体造成的二次污染。
- 6.4.5 精馏塔顶持续将富集氮气、氧气的轻组分混合废气平稳排出系统，送入废气集中处理装置统一处置，不应直接无组织放空。

6.5 二级深度吸附精制工序

- 6.5.1 精馏完成后的中高纯氧化亚氮气体送入深度吸附精制塔，本工序主要用于脱除精馏过程中残留的微量极性杂质与微量水分。
- 6.5.2 精制塔内部统一装填高硅疏水型专用分子筛填料，运行工况温度宜下调至 -40°C ~ -30°C ，运行压力维持在 1.8MPa~2.2MPa，气体空速降低至 0.3h^{-1} ~ 0.5h^{-1} 。
- 6.5.3 深度吸附填料再生温度不宜低于 350°C ，单次完整再生时长不宜少于 5h，保障填料内部吸附的微量杂质完全脱附排出。

6.6 选择性膜终端纯化工序

- 6.6.1 经过深度吸附精制后的气体通入特种复合纳米分离膜组件，依托膜材料分子筛分作用，完成终端超纯精制处理。
- 6.6.2 膜组件系统运行压力宜控制在 2.5MPa~2.8MPa，全程常温工况运行，单组膜组件气体处理通量宜稳定控制在 10L/min~12L/min。
- 6.6.3 正常稳定工况下，本工序对残留永久性微量杂质整体截留效率宜不低于 99.99%，确保终端气体各项微量杂质指标满足电子级使用标准。
- 6.6.4 膜组件宜定期进行密封性与分离效率检测，出现分离效率明显下降、膜组件渗漏等问题时，应及时检修或者更换全新膜组件。

6.7 低温液化与密闭充装工序

- 6.7.1 终端精制完成的高纯气态氧化亚氮送入低温换热液化装置，液化工况压力控制在 2.0MPa~2.2MPa，液化温度维持在 -85°C ~ -80°C ，完成气态向液态转化。
- 6.7.2 成品充装所使用气瓶应符合 GB/T 11640 的要求，充装前全部气瓶完成内壁脱脂、高温烘干、高真空抽置处理，真空度不宜大于 1Pa。
- 6.7.3 25°C 环境温度条件下，气瓶内部成品充装压力不应大于 7.0MPa，液态氧化亚氮充装量按照气瓶有效容积 80%~85% 区间合理管控。
- 6.7.4 充装作业全程在洁净密闭区域内完成，充装完成后及时安装专用密封防护帽，做好气瓶端口防尘、防污染、防泄漏防护措施。

7 工艺过程质量控制

7.1 过程抽检管控

7.1.1 原料气每批次进厂必须全项目抽检；化学洗涤出口气体每班抽检水分、二氧化碳两项基础指标。

7.1.2 一级吸附出口气体每日开展常规杂质抽检；低温精馏出料气体每半日开展多组分杂质检测，及时调整精馏运行参数。

7.1.3 终端膜纯化后成品气体实行逐瓶抽样检测制度，检测合格后方可办理入库手续。

7.2 成品质量指标管控

经过全流程制备完成的电子级超纯氧化亚氮成品，所有体积分数杂质指标应符合表 2 规定，未达到指标限值严禁出厂销售及对外供货。

表 2 6N 级电子级超纯氧化亚氮成品质量控制指标

检测项目	指标限值	仲裁检测依据标准
氧化亚氮主体纯度	$\geq 99.9999\%$	差值计算法
氮气杂质含量	$\leq 5\text{ppb}$	气相色谱-脉冲放电氦离子化检测器法 (PDHID)
氧气杂质含量	$\leq 2\text{ppb}$	气相色谱-脉冲放电氦离子化检测器法 (PDHID)
游离水分含量	$\leq 0.1\text{ppb}$	GB/T 5832.3
二氧化碳杂质含量	$\leq 0.5\text{ppb}$	GB/T 8984
氮氧化物总含量	$\leq 0.1\text{ppb}$	化学发光测定法
氨气杂质含量	$\leq 0.1\text{ppb}$	离子色谱测定法
总烃类杂质含量	$\leq 0.1\text{ppb}$	气相色谱法
0.1 μm 以上固态颗粒	≤ 3 个/ m^3	激光粒子计数法
重金属离子总含量	$\leq 0.01\text{ppb}$	电感耦合等离子体质谱法

7.3 检测环境与仪器管控

7.3.1 成品及过程气体检测工作应在恒温恒湿洁净实验室内开展，实验室环境温度稳定控制在 $20^{\circ}\text{C} \sim 25^{\circ}\text{C}$ ，环境相对湿度控制在 $40\% \sim 60\%$ 。

7.3.2 所有用于微量杂质检测的色谱仪器、光谱仪器、质谱仪器，应按照计量管理规定定期完成计量校准，未经校准或者校准不合格仪器不得用于产品质量判定。

7.3.3 气体取样管路统一采用内壁抛光 316L 不锈钢管路，取样前使用待测高纯气体充分置换管路内部残留空气，规避取样过程带来的检测数据偏差。

7.4 批次质量判定规则

应按照以下规定进行：

- 同一生产班次、同一套制备装置、同一批次原料生产的产品划分为同一检验批次；
- 单批次产品抽检样品全部指标符合表 2 要求，判定该批次产品工艺制备合格；
- 若出现单项指标不合格，宜加倍抽取同批次样品复检，复检依旧不合格，则判定本批次产品工艺制备不合格，禁止作为电子级产品出厂，可降级作为工业普通级气体处置。

8 设备与管路系统管理

8.1 核心提纯设备管理

8.1.1 低温精馏塔、吸附纯化塔、膜分离组件、低温液化器等核心工艺设备，建立一机一档设备运维台账，详细记录设备启停时间、运行工况、检修记录、填料更换记录。

8.1.2 所有承压类工艺设备严格遵守 TSG 23 的规定，按期完成耐压试验、密封性检测等法定检验工作。

8.2 气体输送管路管理

8.2.1 全厂高纯气体输送主管路、分支管路应统一采用 316L 不锈钢电解抛光管材，严禁混用普通碳钢管材、塑料管材，杜绝管路锈蚀析出杂质污染气体。

8.2.2 管路系统阀门宜优先选用高纯气体专用隔膜阀、波纹管阀，减少阀门内部腔体死角造成气体滞留污染。

8.2.3 管路系统应每年至少开展一次全面气密性检测，采用高纯氦气检漏方式排查漏点，发现渗漏点位及时停工整改。

8.3 仪表自控系统管理

8.3.1 工艺系统内温度变送器、压力变送器、流量控制器、在线水分检测仪等自控仪表，设置上下限安全报警数值，参数偏离正常区间自动发出报警提示。

8.3.2 在线监测仪表数据宜实现实时存储上传，便于生产管理人员复盘工艺运行状态，优化整体制备工艺参数。

9 工艺异常处置

9.1 原料气杂质超标异常

进厂原料气任意一项杂质指标超出表 1 控制限值时，宜直接退回气源供货单位，禁止兑入合格原料气稀释后投入生产，从源头规避提纯系统负荷超标问题。

9.2 吸附工序工况异常

吸附塔出现出气水分、碳氧化物指标快速升高，且未到预设再生周期时，宜立即切换备用塔运行，提前对异常吸附塔开展深度再生处理，排查是否存在前端气液分离不彻底带液问题。

9.3 精馏工序工况异常

精馏系统出现塔顶温度、塔釜温度大幅偏移设定区间，或者轻组分杂质脱除效率明显下降时，宜暂时调低系统气体处理流量，排查制冷换热系统、回流控制系统运行状态，故障排除恢复稳定后方可恢复正常产能。

9.4 终端成品指标异常

成品气体多项微量杂质指标出现持续性超标时，依次向前溯源排查膜组件分离性能、二级吸附填料活性、精馏分离效果三大核心环节，逐段排查确定异常工序，完成整改并连续三批次检测合格后，方可恢复正常规模化生产。

9.5 紧急停机处置

出现管路大量气体泄漏、装置超温超压、现场明火隐患等紧急危险工况时，操作人员按照现场应急作业流程紧急切断原料进气阀门，逐级关停后端提纯工序，开启现场通风排毒设施，有序撤离作业区域并上报管理人员。

10 职业健康、安全与环境保护

10.1 职业健康防护

10.1.1 现场一线生产作业人员在岗作业期间，宜按需佩戴防尘口罩、耐低温防护手套、护目护眼眼镜等基础劳动防护用品。

10.1.2 定期组织作业人员开展高纯气体理化特性、职业危害防控专项培训，每年统一组织职业健康体检，建立员工职业健康管理档案（符合 GB/T 45001 要求）。

10.2 生产安全管控

10.2.1 氧化亚氮属于助燃性高压液化气体，生产厂区全域严禁明火作业，严禁堆放易燃易爆危险物品，现场设置明显高压高纯气体警示标识。

10.2.2 气瓶储存区域、成品充装区域合理划分安全防火间距，配备干粉灭火器、惰性气体灭火装置等适配消防器材。

10.2.3 严禁携带油脂类物品接触气瓶阀门、工艺管路密封接口，杜绝油脂与高纯氧化亚氮接触引发安全隐患。

10.3 环境保护管控

10.3.1 化学洗涤工序产生的废弃碱性洗涤液，统一收集后进行酸碱中和处置，调节水体酸碱度至中性区间后，排入厂区合规污水管网，禁止直接就地倾倒。

10.3.2 达到使用年限无法再生利用的废弃吸附填料、报废分离膜组件，按照工业一般固体废物分类收集处置，不得随意丢弃。

10.3.3 工艺系统排出的轻组分废气经过无害化汇集处理后高空达标排放，严控生产过程无组织气体排放行为，符合 GB 16297 的要求。

附录 A

(规范性)

制备工艺关键运行参数限值表

本附录规定全生产流程各工序压力、温度、流量、空速等硬性管控上下限值，企业生产运行参数应控制在本表区间之内，不应长期超区间运行。

表 A.1 各工序关键工艺参数管控限值

生产工序	控制项目	最低限值	最高限值	常规最优运行区间
原料气过滤预处理	运行压力/MPa	0.20	0.30	0.25
一级清水洗涤	运行压力/MPa	0.15	0.25	0.20
碱性溶液洗涤	运行温度/℃	40	50	45
一级复合吸附	运行压力/MPa	0.30	0.50	0.40
一级复合吸附	气体空速/h ⁻¹	0.5	1.0	0.7
低温精馏系统	运行压力/MPa	2.0	2.5	2.2
低温精馏系统	塔釜温度/℃	-80	-75	-78
深度吸附精制	运行温度/℃	-40	-30	-35
膜纯化系统	运行压力/MPa	2.5	2.8	2.65
成品液化充装	充装压力(25℃)/MPa	—	7.0	≤6.5