

团 体 标 准

T/CCGA 30004—2019

电子级八氟环丁烷

Electronic grade perfluorocyclobutane

(征求意见稿)

2019-xx-xx 发布

2019-xx-xx 实施

中国工业气体工业协会

发 布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 技术要求	1
4 试验方法	2
5 标志、包装、贮运及安全	4

CCGA

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由中国工业气体工业协会提出并归口。

本标准起草单位：xxxxxx。

本标准主要起草人：xxx、xxx、xxx。

CCGA

电子级八氟环丁烷

1 范围

本标准规定了电子级八氟环丁烷产品的分类和型号，技术要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于工业八氟环丁烷通过吸附纯化、精馏提纯生产的电子级八氟环丁烷产品。该产品是电子行业蚀刻气体。

分子式： C_4F_8 。

相对分子量：200.031(按2005年国际相对原子质量)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 3723 工业用化学产品采样安全通则
- GB/T 5099 钢质无缝气瓶
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6681 气体化工产品采样通则
- GB/T 7144 气瓶颜色标志
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 11640 铝合金无缝气瓶
- GB/T 13004 钢质无缝气瓶定期检验与评定
- GB/T 14193 液化气体气瓶充装规定
- GB/T 14601-2009 电子工业用气体 氨
- TSG R0006 气瓶安全技术监察规程

3 技术要求

电子级八氟环丁烷产品的质量应符合表1的要求。

表1 电子级八氟环丁烷产品技术指标

项目	电子级八氟环丁烷	
	优等品	一等品
八氟环丁烷 (C_4F_8) 纯度 (体积分数) / 10^{-2}	≥ 99.999	99.9995
氧 (O_2) 含量 (体积分数) / 10^{-6}	< 1.0	0.5
氮 (N_2) 含量 (体积分数) / 10^{-6}	< 2.0	1.0
一氧化碳 (CO) 含量 (体积分数) / 10^{-6}	< 0.5	0.5
二氧化碳 (CO_2) 含量 (体积分数) / 10^{-6}	< 0.5	0.5
烃 ($C_1 \sim C_5$) 含量 (体积分数) / 10^{-6}	< 1.0	0.5
其他碳氟化合物含量 (CF_4/C_3F_6) (体积分数) / 10^{-6}	< 1.0	0.5

表 1 (续)

项目	电子级八氟环丁烷		
酸度 (以 HF 计) 含量 (质量分数) /10 ⁻⁶	<	0.5	0.1
水分(H ₂ O) 含量 (体积分数) /10 ⁻⁶	<	3.0	1.0
总杂质含量 (体积分数) /10 ⁻⁶	≤	10.0	5.0

4 试验方法

4.1 抽样、判定和复验

4.1.1 表 1 中所有要求应逐一检验并验收, 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。

4.1.2 八氟环丁烷采样安全应符合 GB/T 3723 的规定。

4.2 八氟环丁烷的纯度

产品纯度按式 (1) 计算:

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

式中:

- Φ ——八氟环丁烷纯度 (体积分数), 10⁻²;
- Φ_1 ——氢含量 (体积分数), 10⁻⁶;
- Φ_2 ——氮含量 (体积分数), 10⁻⁶;
- Φ_3 ——一氧化碳含量 (体积分数), 10⁻⁶;
- Φ_4 ——二氧化碳含量 (体积分数), 10⁻⁶;
- Φ_5 ——烃 (C₁~C₅) 含量 (体积分数), 10⁻⁶;
- Φ_6 ——酸度含量 (体积分数), 10⁻⁶;
- Φ_7 ——水分含量 (体积分数), 10⁻⁶;
- Φ_8 ——其他碳氟化合物含量 (体积分数), 10⁻⁶。

4.3 氢、氮、一氧化碳、二氧化碳、烃 (C₁~C₅) 和其他碳氟化合物含量的测定

按 GB/T 14601-2009 中 4.4 的规定执行, 允许采用其它等效方法测定。当测定结果有异议, 以 GB/T14601-2009 中 4.4 规定的方法为仲裁方法。

4.4 水分含量的测定

4.4.1 方法原理

八氟环丁烷中水分的测定方法采用电容法。电容法水分分析仪的检测原理是以铝和能渗透水的黄金膜为极板, 两极间填充氧化铝微孔介质。当气体样品通过检测器时, 样品中的水分子透过黄金膜进入氧化铝微孔, 从而引起介质介电系数的改变, 相应地电容敏感元件的电容量也会改变, 而且其变化与介质的含水量有一定的线性关系。因此, 测得电容量的变化即可测出样品气中的水分含量。

4.4.2 仪器

4.4.2.1 采用本安型气体中微量水份分析仪。量程范围为 $0\sim 50\times 10^{-6}$ （体积分数），最低检测限为 0.1×10^{-6} （体积分数）。

4.4.2.2 连接采样管路的管线选用 EP 级 316L 不锈钢管。连接方式采用 VCR 或卡套连接，选用金属膜片和没有死角的减压器。从气源到分析仪入口采用最短的管线连接。

4.4.2.3 测定步骤包括以下内容：

——连接采样气体管线至吹扫气源（高纯氮气），通过减压器将压力调至40psi。保证管线正压正流量。用扳手紧固接头，保证接头处用VCR和新金属垫片拧紧，连接到水分分析仪之前吹扫至少15分钟。

——保证正压正流量，拿掉采样入口上的堵头，迅速用新的VCR垫片连接吹扫过的采样管线至采样入口确保吹扫起源正流量，拿掉采样出口的堵头，调整仪器测试流量至规定值。

——打开仪器电源，仪器显示至稳定值时，关闭吹扫气源，待压力降至微正压时开启采样气源八氟环丁烷，压力调至40psi。调整仪器测试流量至规定值，仪器显示值稳定后，记录测试结果。

4.5 酸度（以 HF 计）的测定

4.5.1 方法提要

试样中的酸和酸性物质与过量的氢氧化钠标准溶液发生中和反应，以甲基红-溴甲酚绿为指示剂，用硫酸标准溶液滴定过量的碱，从而测定出试样的酸度。

4.5.2 试剂、溶液

4.5.2.1 氢氧化钠标准溶液： $c(\text{NaOH})$ 约 0.01mol/L 标准溶液稀释制取；

4.5.2.2 硫酸标准滴定溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$ 约 0.01mol/L 标准溶液稀释制取；

4.5.2.3 混合指示剂：甲基红乙醇溶液与溴甲酚绿乙醇溶液按 1:3 体积比混合。

4.5.3 仪器、设备

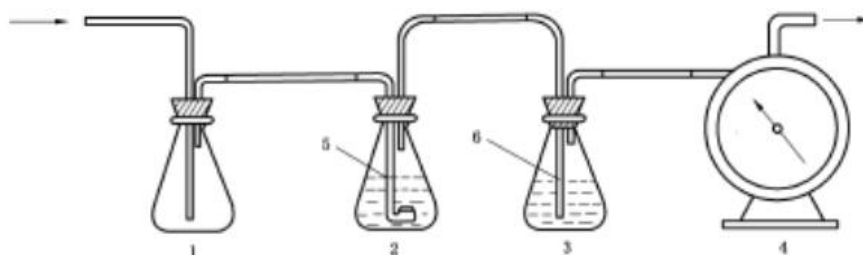
4.5.3.1 微量滴定管：5ml，分度值为 0.02ml，或 0.01ml；

4.5.3.2 孔气体分布管：空度为 2 号；

4.5.3.3 湿式气体流量计。

4.5.4 测定步骤

酸度测定的吸收装置参见图1。缓冲瓶、吸收瓶均为300ml锥形瓶，吸收瓶内各装入100ml新煮沸过的蒸馏水和4.00ml氢氧化钠标准溶液。气体分布气管口距瓶底8mm，试样气体流速500ml/min，通气量约15L，由湿式气体流量计计量。通气完毕，从系统中取下吸收瓶，分别加入（4~5）滴混合指示剂，用硫酸标准溶液滴定，溶液由蓝绿色变为红色为终点。



说明：

1—— 缓冲瓶； 2、3—— 吸收瓶； 4—— 湿式气体流量计； 5—— 多孔气体分布管； 6—— 开口气体分布管。

图1 酸度测定的吸收装置

4.5.5 试样体积的计算

试样体积按公式（2）计算：

$$V = \frac{\frac{1}{2}(P_1+P_2) \times 293.1}{101.3 \times [273.1 + \frac{1}{2}(t_1+t_2)]} \times (V_2 - V_1) \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V ——20° C, 101.3kPa的试样体积的数值，单位为升（L）；

P_1 ——流量计始态的大气压力的数值，单位为千帕（kPa）；

P_2 ——流量计终态的大气压力的数值，单位为千帕（kPa）；

t_1 ——流量计始态的温度的数值，单位为摄氏度（°C）；

t_2 ——流量计终态的温度的数值，单位为摄氏度（°C）；

v_1 ——流量计始态的读数值，单位为升（L）；

v_2 ——流量计终态的读数值，单位为升（L）；

4.5.6 结果计算

酸度（以HF计）的质量分数 w ，数值以 10^{-6} 表示，按公式（3）计算：

$$\omega = \frac{[(V_0-V_1)+(V_0-V_2)]M \times c \times 10^{-3}}{8.28V} \times 10^6 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V_0 ——空白试验消耗硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——滴定第一个吸收瓶溶液消耗的硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——滴定第二个吸收瓶溶液消耗的硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M ——氢氟酸（HF）的摩尔质量（ $M=20.0$ ），单位为克每摩尔（g/mol）；

C ——硫酸（ $1/2H_2SO_4$ ）标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——20° C，101.3kPa时试样体积，单位为升（L）；

8.28——20° C，101.3kPa时三氟甲烷的密度，单位为克每升（g/L）；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的相对偏差应不大于40%。

5 标志、包装、贮运及安全

5.1 标志、包装及贮运

5.1.1 电子级八氟环丁烷气瓶应符合 GB/T 5099、GB/T 11640、TSG R0006 的规定，气瓶颜色标记应符合 GB/T 7144 的规定。运输时，电子级八氟环丁烷气瓶上的标志应符合 GB 190 的要求。

5.1.2 电子级八氟环丁烷气瓶瓶阀材质应为钢质，不得使用铜或铜合金瓶阀，瓶阀宜使用 DISS716。气瓶应经过内表面处理，且符合 TSG R0006 要求，气瓶内表面粗糙度（Ra）应不大于 $0.4\mu m$ 并满足本标准对水分的要求。依据 TSG R0006，电子级八氟环丁烷气瓶定期检验周期为 8 年。

5.1.3 电子级八氟环丁烷的充装应符合 GB/T 14193 以及 TSG R0006 的相关规定。

5.1.4 电子级八氟环丁烷出厂时应附有质量合格证，其内容至少应包括：

- 产品名称，生产厂名称；
- 生产日期或批号，充装质量，产品技术标准；
- 本标准号及产品等级，检验员号。

5.2 安全要求

5.2.1 八氟环丁烷在常温常压下是无色, 无味, 无毒, 不燃性气体, 易液化。在正常条件下不与其他物质反应, 在高温(600℃)时会分解成碳和四氟化碳以及某些有毒化合物。在温度升高时, 金属能使其催化分解。八氟环丁烷是无毒气体, 但将其置于火焰温度下, 能分解放出有毒物质。

5.2.2 电子级八氟环丁烷的生产企业应为顾客提供安全技术说明书。

CCGA