

ICS 71.100.20
CCS G 86

T/CCGA

中国工业气体工业协会团体标准

T/CCGA 30006—2021

电子级氟化氢

Electronic grade hydrogen fluoride

2021-09-28 发布

2021-10-28 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 术语和定义 | 1 |
| 4 技术要求 | 2 |
| 5 检验规则 | 2 |
| 6 试验方法 | 2 |
| 7 标志、包装、运输和储存 | 5 |
| 8 安全警示 | 6 |

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。

本文件由中国工业气体工业协会提出并归口。

本文件起草单位：中船重工（邯郸）派瑞特种气体有限公司、苏州金宏气体股份有限公司、北京高麦克仪器科技有限公司、福建久策气体股份有限公司

本文件主要起草人：郑秋艳、柳彤、殷越玲、王云飞、李帅楠、王蒙蒙、安园园、马茜茜、牛艳东、刘丽娜、孙猛、曹素英。

电子级氟化氢

1 范围

本文件规定了电子级氟化氢的技术要求、检验规则、试验方法、标志、包装、运输、储存及安全警示的要求。

本文件适用于以工业氟化氢为原料经净化制得的电子级氟化氢。

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 3723 工业用化学产品采样安全通则
- GB/T 5099.4 钢质无缝气瓶 第4部分：不锈钢无缝气瓶
- GB/T 6681 气体化工产品采样通则
- GB/T 7144 气瓶颜色标志
- GB/T 13004 钢质无缝气瓶定期检验与评定
- GB/T 13005 气瓶术语
- GB/T 14193 液化气体气瓶充装规定
- GB 15258 化学品安全标签编写规定
- GB/T 15382 气瓶阀通用技术条件
- GB/T 16483 化学品安全技术说明书 内容和项目顺序
- GB/T 16804 气瓶警示标签
- GB/T 26571 特种气体储存期规范
- GB/T 27550 气瓶充装站安全技术条件
- GB/T 28726 气体分析 氦离子化气相色谱法
- GB/T 34525 气瓶搬运、装卸、储存和使用安全规定
- GB/T 34972 电子工业用气体中金属含量的测定 电感耦合等离子体质谱法
- JT/T 617.3 危险货物道路运输规则 第3部分：品名及运输要求索引
- JT/T 617.4 危险货物道路运输规则 第4部分：运输包装使用要求
- JT/T 617.5 危险货物道路运输规则 第5部分：托运要求
- JT/T 617.6 危险货物道路运输规则 第6部分：装卸条件及作业要求
- JT/T 617.7 危险货物道路运输规则 第7部分：运输条件及作业要求
- TSG 23 气瓶安全技术规程

3 术语和定义

GB/T 13005界定的术语和定义适用于本文件。

4 技术要求

氟化氢的技术指标应符合表1的要求。

表1 氟化氢技术指标

| 项目 | 指标 |
|--|--------|
| 氟化氢 (HF) 纯度 (摩尔分数) /10 ⁻² ≥ | 99.999 |
| 氧+氩 (O ₂ +Ar) 含量 (摩尔分数) /10 ⁻⁶ ≤ | 2 |
| 氮 (N ₂) 含量 (摩尔分数) /10 ⁻⁶ ≤ | 4 |
| 一氧化碳 (CO) 含量 (摩尔分数) /10 ⁻⁶ ≤ | 1 |
| 二氧化碳 (CO ₂) 含量 (摩尔分数) /10 ⁻⁶ ≤ | 1 |
| 二氧化硫 (SO ₂) 含量 (摩尔分数) /10 ⁻⁶ ≤ | 1 |
| 水分 (H ₂ O) 含量 (摩尔分数) /10 ⁻⁶ ≤ | 1 |
| 钠 (Na) 含量 (质量分数) /10 ⁻⁹ ≤ | 50 |
| 钙 (Ca) 含量 (质量分数) /10 ⁻⁹ ≤ | 50 |
| 铁 (Fe) 含量 (质量分数) /10 ⁻⁹ ≤ | 50 |
| 镍 (Ni) 含量 (质量分数) /10 ⁻⁹ ≤ | 50 |
| 铬 (Cr) 含量 (质量分数) /10 ⁻⁹ ≤ | 50 |
| 铜 (Cu) 含量 (质量分数) /10 ⁻⁹ ≤ | 50 |
| 硅 (Si) 含量 (质量分数) /10 ⁻⁹ ≤ | 500 |
| 总杂质 /10 ⁻⁶ ≤ | 10 |

5 检验规则

5.1 抽样、判定和复验

5.1.1 从同一来源稳定充装的氟化氢产品构成一批，并建立批次的定义规则。

5.1.2 对于瓶装氟化氢，应逐瓶检验气相杂质氧+氩、氮、一氧化碳、二氧化碳、二氧化硫的含量，水分和金属离子杂质每批次抽检一瓶进行检测。

5.1.3 对于逐瓶检验的产品，当检验结果有一项不符合表1要求时，则判该瓶产品不合格；对于抽检的产品指标，当检验结果有一项不符合表1要求时，则自该产品中重新加倍抽样检验，若仍不符合要求，则判定该批产品不合格或者转为逐瓶检测筛选合格产品。

5.2 采样

氟化氢采样应符合GB/T 3723及GB/T 6681的相关规定。采样前使用氦气等测试取样系统的密闭性，避免采样过程出现泄漏。

5.3 尾气处理

测定时，应有氟化氢尾气处理措施，如用水吸收，防止对环境的污染。

6 试验方法

6.1 氟化氢纯度

氟化氢纯度按式（1）计算：

$$\varphi = 100 - (\varphi_1 + \varphi_2 + \varphi_3 + \varphi_4 + \varphi_5 + \varphi_6) \dots \dots \dots (1)$$

式中：

φ ——氟化氢（HF）纯度（摩尔分数）， 10^{-2} 。

φ_1 ——氧+氩（O₂+Ar）含量（摩尔分数）， 10^{-6} ；

φ_2 ——氮（N₂）含量（摩尔分数）， 10^{-6} ；

φ_3 ——一氧化碳（CO）含量（摩尔分数）， 10^{-6} ；

φ_4 ——二氧化碳（CO₂）含量（摩尔分数）， 10^{-6} ；

φ_5 ——二氧化硫（SO₂）含量（摩尔分数）， 10^{-6} ；

φ_6 ——水分（H₂O）含量（摩尔分数）， 10^{-6} 。

6.2 氧+氩、氮、一氧化碳、二氧化碳含量的测定

按照GB/T 28726规定的切割进样的方法测定氟化氢中的氧+氩、氮、一氧化碳、二氧化碳的含量。

预分离柱I：长2.0 m，内径3.2 mm，内部装填预处理过的60~80目CarboblackB的色谱柱，或其他等效色谱柱。

色谱柱I：长2 m，内径3.2 mm，内部装填预处理过的60~80目13X填料的色谱柱，或其他等效色谱柱，该柱用于测定氧+氩、氮、一氧化碳的含量。

色谱柱II：长4 m，内径3.2 mm，内部装填预处理过的60~80目HAYESEP Q填料的色谱柱，或其他等效色谱柱，该柱用于测定二氧化碳的含量。

标准样品：组份含量的摩尔分数为 $1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-6}$ ，平衡气为氦气。

允许采用其他等效方法测定，当测定结果有异议时，以GB/T 28726规定的方法为仲裁方法。

6.3 二氧化硫含量的测定

6.3.1 仪器

采用配备相应气体池的傅立叶红外光谱仪测定氟化氢中二氧化硫的含量。

检测限： 0.01×10^{-6} （摩尔分数）。

6.3.2 测定条件

6.3.2.1 参考的测定条件

窗片：BaF₂；分辨率： 2 cm^{-1} ；气体池温度： 40°C 。SO₂特征峰波数： 1360 cm^{-1} 。

6.3.2.2 标准样品

至少应有3种不同二氧化硫含量的标准样品：约 1×10^{-6} （摩尔分数）、约 5×10^{-6} （摩尔分数）、约 10×10^{-6} （摩尔分数），平衡气为氦。

6.3.3 其他测定条件

其他测定条件按照相应的仪器说明书执行。

6.3.4 测定步骤

6.3.4.1 启动仪器

按傅立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。

6.3.4.2 测定

6.3.4.2.1 二氧化硫标准曲线的绘制

用气体标准样品进样。记录标准样品中二氧化硫在 1360cm^{-1} 处吸收峰的吸光度信号(峰面积或峰高)。每种标准样品至少重复进样两次,直至两次平行测定的相对偏差不大于5%,取其平均值,制作以二氧化硫吸光度(峰面积或峰高)为纵坐标,以二氧化硫浓度为横坐标的标准曲线,建议每月校准一次。

6.3.4.2.2 样品二氧化硫的测定

为防止气体池内残余的水分与氟化氢样品发生反应,首先将气体池升温到 110°C ,然后利用氦气对气体池进行抽空/吹洗(≥ 3 次),抽空完毕后,将气体降温至 40°C ,待用。

将待测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,记录样品中二氧化硫在 1360cm^{-1} 处吸收峰的吸光度信号(峰面积或峰高),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。

6.3.4.3 结果处理

用测得的样品中二氧化硫在 1360cm^{-1} 处吸收峰的吸光度信号(峰面积或峰高)在相应的标准曲线上查出氟化氢样品中二氧化硫的含量。

6.3.4.4 其他方法

允许按其他等效的方法测定氟化氢样品中二氧化硫的含量,当测定结果有异议时,以本文件规定的方法为仲裁方法。

6.4 水分含量的测定

6.4.1 仪器

采用配备相应气体池的傅立叶红外光谱仪测定氟化氢中水分的含量。

检测限: 0.01×10^{-6} (摩尔分数)。

6.4.2 测定条件

6.4.2.1 参考的测定条件

窗片: BaF_2 ;分辨率: 2cm^{-1} ;气体池温度: 40°C ,水分特征峰: 1540cm^{-1} 。

6.4.2.2 标准样品

用5N氮气按照GB/T 5832.3进行测定,至少重复进样两次,直至两次平行测定的相对偏差不大于5%,取其平均值,得到水分标准含量,作为水分的标准样品。结合实测产品水分含量,建议取3种不同浓度的水分含量,推荐以规格的0.5倍,1倍,1.5倍为宜,进行校准。

6.4.3 其他测定条件

其他测定条件按照相应的仪器说明书执行。

6.4.4 测定步骤

6.4.4.1 启动仪器

按傅立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。

6.4.4.2 标准品水分的测定

将6.4.2.2中的标准样品，依次进行红外测定，对特征峰 1540cm^{-1} 进行标定，得到水分含量与峰面积或峰高的标准曲线，建议每月校准一次。

6.4.4.2.1 样品水分的测定

为防止气体池内残余的水分与氟化氢样品发生反应，首先将气体池升温到 110°C ，然后利用氦气对气体池进行抽空/吹洗（ ≥ 3 次），抽空完毕后，将气体降温至 40°C ，待用。

将氟化氢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，记录氟化氢样品中水分在 1540cm^{-1} 处吸收峰的吸光度信号（峰面积或峰高），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。

6.4.4.3 结果处理

用测得的氟化氢样品中水分在 1540cm^{-1} 处吸收峰的吸光度信号（峰面积或峰高），对应标准曲线得到氟化氢样品中水分的含量。

6.5 金属杂质含量的测定

按照GB/T34972规定的方法进行测定。

7 标志、包装、运输和储存

7.1 标志

7.1.1 电子级氟化氢的包装标志应符合 GB 190 的相关规定，气瓶颜色标志应符合 GB/T7144 的规定，标签应符合 GB 15258、GB/T16804 的要求。

7.1.2 每批出厂的电子级氟化氢产品应有质量合格证，其内容至少应包括以下内容：

- 产品名称；
- 生产厂家名称；
- 生产日期或批号、以及安全使用期或失效日期；
- 包装编号及充装重量（kg）；
- 本文件编号；
- 技术指标及分析结果。

7.1.3 电子级氟化氢的包装容器上应标明“电子级氟化氢”的字样。

7.2 包装

7.2.1 电子级氟化氢专用气瓶应符合 GB/T 5099.4、GB/T 13004 的规定，气瓶瓶阀应符合 TSG23、GB/T 15382 的规定，阀门接口规格宜为 CGA638。

7.2.2 电子级氟化氢气瓶的内壁处理应符合 TSG23 及相关要求，定期检验周期可按 TSG23 为 8 年。

7.2.3 返厂气瓶应留有的余压不宜低于 0.5MPa 。余压不符合要求的气瓶、水压试验后的气瓶以及新气瓶等应进行加热、抽空和置换，直至气瓶中水分符合相关要求，水分含量不宜大于 0.5×10^{-6} 。

7.2.4 电子级氟化氢的充装应符合 GB/T 27550、GB/T14193 及 TSG 23 的相关规定。

7.3 运输和储存

7.3.1 氟化氢气瓶的运输应符合 TSG 23 及 JT/T 617.3、JT/T 617.4、JT/T 617.5、JT/T 617.6、

JT/T 617.7 的相关要求。

7.3.2 氟化氢的保存期限应符合 GB/T 26571 的要求，宜为 18 个月。

7.3.3 氟化氢气瓶应储存于通风干燥处，垂直放置，关紧瓶阀，拧紧喷嘴保护帽，戴好瓶阀保护帽。

7.3.4 氟化氢气瓶的搬运应符合 GB/T 34525 的规定，搬运人员应按要求佩戴防护用品，防止倾倒砸伤。

8 安全警示

8.1 氟化氢对眼、呼吸道粘膜具有强刺激性。急性中毒会引发头痛、呼吸困难、肺水肿等症状，慢性中毒会引发慢性支气管炎、胃功能障碍、牙齿酸蚀等症状。

8.2 氟化氢为不可燃性气体，但与金属接触会发生反应生成氢气，有潜在的着火危险。瓶装氟化氢遇明火或高温，内压增高有爆裂危险，可用干粉灭火剂、二氧化碳灭火剂、常规泡沫灭火剂或水灭火。

8.3 皮肤接触氟化氢后应立即脱去被污染的衣着，用大量流动清水冲洗；眼睛接触应立即提起眼睑，用大量流动清水或生理盐水彻底冲洗；吸入时应迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道畅通，严重时应就医。

8.4 电子级氟化氢的生产企业应提供按 GB/T16483 要求编制的化学品安全技术说明书。



中国工业气体工业协会

CHINA INDUSTRIAL GASES INDUSTRY ASSOCIATION

北京市朝阳区惠新南里6号天建大厦202室

电话：010-87378841

010-67315044

传真：010-67315244

邮编：100029

邮箱：cgia@263.net

网址：www.cigia.org.cn



中国气体协会官网