



中华人民共和国国家标准

GB/T 40417—2021

电子特气 六氟丁二烯

Electronic specialty gas—1,3-Hexafluorobutadiene

2021-08-20 发布

2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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：浙江省化工研究院有限公司、中船重工(邯郸)派瑞特种气体有限公司、昊华气体有限公司、中化蓝天氟材料有限公司、衢州氟硅技术研究院、福建久策气体股份有限公司、广东华特气体股份有限公司、天津绿菱气体有限公司、江西华特电子化学品有限公司、苏州金宏气体股份有限公司、上海申南特种气体有限责任公司、上海华爱色谱分析技术有限公司、大连大特气体有限公司、上海凡伟仪器设备有限公司、联雄投资(上海)有限公司、沈阳中复科金压力容器有限公司、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、西南化工研究设计院有限公司武汉分公司、西南化工研究设计院有限公司双流分公司。

本文件主要起草人：史婉君、张建君、李翔宇、郭君、付梦月、侯玲玲、褚人财、李霞、谭慧、何经余、曹素英、傅铸红、陈艳珊、马建修、曹小林、杨俊豪、王新喜、孙猛、陈洁、吴靓、方华、于庆伟、何波、唐中伟、黄辉、宫兵、王大为、易达文、李阳、梁永强、梁成科、高静、吴克安、白占旗、高春利、谭依玲、徐龙、曹元洪、周鹏云、陈凯。

电子特气 六氟丁二烯

1 范围

本文件规定了六氟丁二烯的技术要求、检验规则、试验方法、标志、包装、运输及贮存的要求。
本文件适用于由工业六氟丁二烯提纯制备的电子级六氟丁二烯。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则
- GB/T 5100 钢质焊接气瓶
- GB/T 5832.1 气体分析 微量水分的测定 第1部分：电解法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7144 气瓶颜色标志
- 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 16804 气瓶警示标签
- GB/T 28726 气体分析 氦离子化气相色谱法
- 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

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

六氟丁二烯的技术要求应符合表1的规定。

表1 技术要求

项目	指标	
六氟丁二烯(C ₄ F ₆)纯度(质量分数)/10 ⁻²	≥99.99	≥99.9
(氧+氩)(O ₂ +Ar)含量(质量分数)/10 ⁻⁶	<1	<5

表 1 技术要求 (续)

项目	指标	
氮(N ₂)含量(质量分数)/10 ⁻⁶	<5	<10
二氧化碳(CO ₂)含量(质量分数)/10 ⁻⁶	<2	<5
异丙醇(C ₃ H ₈ O)含量(质量分数)/10 ⁻⁶	<2	<5
其他氟碳化合物含量(质量分数)/10 ⁻⁶	<100	<1 000
水(H ₂ O)含量(质量分数)/10 ⁻⁶	<5	<20
酸度(以 HF 计)(质量分数)/10 ⁻⁶	<2	<10
杂质总含量(质量分数)/10 ⁻⁶	≤100	≤1 000
颗粒	供需双方商定	

5 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。

5.1 一般规定

试验方法所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验方法所用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.2 六氟丁二烯纯度

5.2.1 杂质总含量

杂质总含量按式(1)计算：

$$\Phi_8 = \Phi_1 + \Phi_2 + \Phi_3 + \Phi_4 + \Phi_5 + \Phi_6 + \Phi_7 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- Φ_1 ——(氧+氩)含量(质量分数)，10⁻⁶；
- Φ_2 ——氮含量(质量分数)，10⁻⁶；
- Φ_3 ——二氧化碳含量(质量分数)，10⁻⁶；
- Φ_4 ——异丙醇含量(质量分数)，10⁻⁶；
- Φ_5 ——其他氟碳化合物含量(质量分数)，10⁻⁶；
- Φ_6 ——水含量(质量分数)，10⁻⁶；
- Φ_7 ——酸度(质量分数)，10⁻⁶；
- Φ_8 ——杂质总含量(质量分数)，10⁻⁶。

5.2.2 六氟丁二烯纯度

六氟丁二烯纯度按式(2)计算：

$$\Phi = 100 - \Phi_8 \times 10^{-4} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- Φ ——六氟丁二烯纯度(质量分数)，10⁻²。

5.3 氧+氩、氮、二氧化碳、异丙醇、其他氟碳化合物含量的测定

5.3.1 测定方法

按 GB/T 28726 规定的切割进样的方法测定六氟丁二烯中氧+氩、氮、二氧化碳、异丙醇、其他氟碳化合物含量。

允许采用其他等效的方法测定六氟丁二烯中氧+氩、氮、二氧化碳、异丙醇、其他氟碳化合物含量。当测定结果有异议时,以本文件规定的方法为仲裁方法。

5.3.2 预分离柱

长约 0.6 m,内径约 2 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 CST(一种改性碳分子筛),或其他等效色谱柱。

5.3.3 色谱柱

色谱柱 I:长约 2 m、内径 2 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 5A 分子筛,或其他等效色谱柱。该柱用于测定氧+氩含量、氮含量。

色谱柱 II:长约 4 m、内径约 2 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.18 mm~0.25 mm 的 Hayesep Q(一种高分子聚合物),或其他等效色谱柱。该柱用于测定二氧化碳含量。

色谱柱 III:长约 30 m、内径 0.32 mm、内涂聚乙二醇的毛细柱,或其他等效色谱柱。该柱用于测定异丙醇含量。

色谱柱 IV:长约 60 m、内径 0.32 mm、内涂键合硅胶的毛细柱,或其他等效色谱柱。该柱用于测定其他氟碳化合物含量。

5.3.4 标准样品

测定氧+氩、氮、二氧化碳、异丙醇时,标准样品组分含量(质量分数)为 $1 \times 10^{-6} \sim 20 \times 10^{-6}$,或与样品中相应组分的含量相近,平衡气为氦。

测定其他氟碳化合物时,标准样品组分为六氟丙烯,质量分数与样品中的其他氟碳化合物含量相近,平衡气为氦。

5.4 水含量的测定

按 GB/T 5832.1 的规定执行。

允许采用其他等效的方法测定六氟丁二烯中水含量。当以上测定结果有异议时,以 GB/T 5832.1 规定的方法为仲裁方法。

5.5 酸度(以 HF 计)的测定

5.5.1 方法原理

使试样气化,鼓泡进入盛有水的多孔式气体洗瓶中,吸收样品中的酸性物质,以溴甲酚绿为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,计算得到酸度(以 HF 计)。

5.5.2 试剂、溶液

5.5.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.2 溴甲酚绿指示液:5 g/L。

5.5.3 仪器、设备

5.5.3.1 取样钢瓶:316 L 不锈钢材质,500 mL 或 1 000 mL。

5.5.3.2 控制阀:316 L 不锈钢材质的两通阀。

5.5.3.3 多孔式气体洗瓶:250 mL。

5.5.3.4 微量滴定管:2 mL 或 5 mL,分刻度为 0.01 mL。

5.5.3.5 电子天平:最大称样量不小于 3 000 g,感量为 0.1 g。

5.5.4 测定步骤

5.5.4.1 酸度测定装置示意图见图 1。

5.5.4.2 在 4 个多孔式气体洗瓶(以下简称气体洗瓶)中各加入 100 mL 水。

5.5.4.3 准确称量装有六氟丁二烯样品的取样钢瓶和控制阀的初始质量 m_1 。

5.5.4.4 将六氟丁二烯样品于 15 min~20 min 内连续鼓泡通过 4 个气体洗瓶,放出约 100 g 试样,停止吸收。准确称量取样钢瓶和控制阀的终止质量 m_2 。

5.5.4.5 将第 3 个和第 4 个气体洗瓶中的溶液分别移入两个锥形瓶,各加入溴甲酚绿指示液 1 滴~2 滴,第 3 个气体洗瓶对应的锥形瓶中指示液的颜色不得浅于第 4 个气体洗瓶对应的锥形瓶中指示液的颜色,继续下述步骤,否则重做。

5.5.4.6 将第 1 个和第 2 个气体洗瓶的溶液合并到另一锥形瓶中,并加入溴甲酚绿指示液 2 滴~4 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至蓝色为终点,氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量为 V_1 (mL)。同时将第 3 个和第 4 个气体洗瓶对应的锥形瓶中的溶液合并,作为空白试验溶液,氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量为 V_0 (mL)。

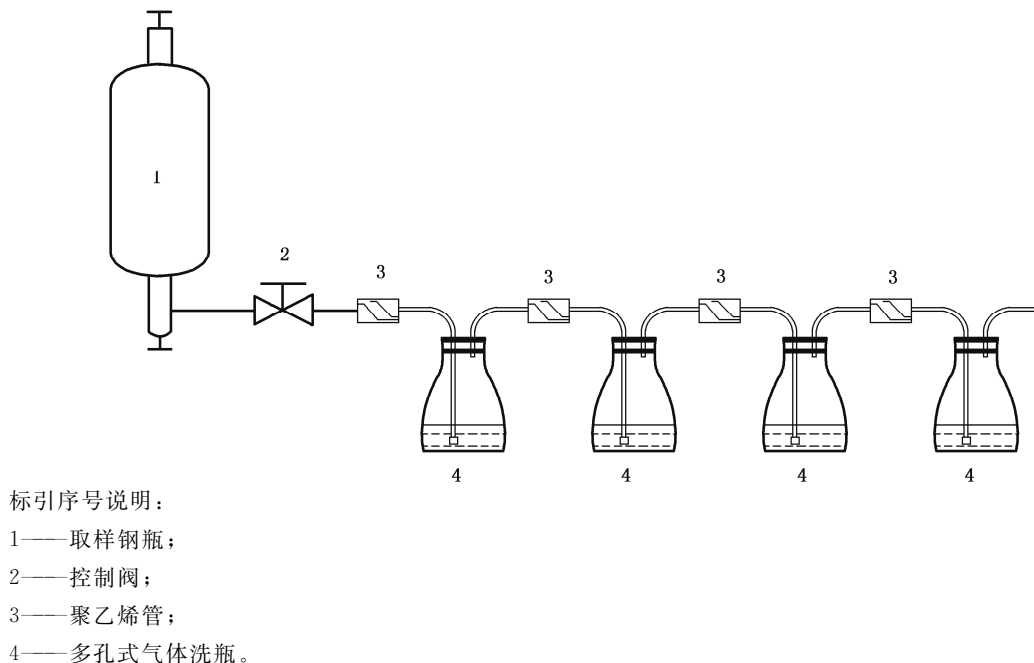


图 1 酸度测定装置示意图

5.5.5 结果计算

酸度(以 HF 计)的质量分数 ϕ_7 ,按式(3)计算:

$$\Phi_7 = \frac{c(V_1 - V_0)M}{(m_1 - m_2) \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：
c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；
V₁ ——试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；
V₀ ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；
M ——氟化氢的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)(M=20.01)。

5.5.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值与这两个测定值的算术平均值的相对值应符合表 2 要求。

表 2 两次平行测定结果的绝对差值与这两个测定值的算术平均值的相对值

酸度(以 HF 计)/10 ⁻⁶	两次平行测定结果的绝对差值与这两个测定值的算术平均值的相对值/%
<2	5
<10	1

5.5.7 其他等效的方法

允许采用其他等效的方法测定六氟丁二烯中酸度。当测定结果有异议时，以本文件规定的方法为仲裁方法。

6 检验规则

6.1 抽样、判定和复验

- 6.1.1 同一生产线连续稳定生产的钢瓶装六氟丁二烯产品为一批。或以一贮槽、一槽车装产品为一批。
- 6.1.2 钢瓶装六氟丁二烯产品除酸度外的指标应逐一检验并验收，酸度每批次检一瓶。当逐一检验的结果有任何一项指标不符合本文件技术要求时，则判该产品不合格。
- 6.1.3 对于钢瓶装六氟丁二烯，当酸度检验结果符合本文件技术要求时，则判该批产品合格。当酸度检验结果不符合本文件技术要求时，则应自同批产品中重新加倍随机抽样检验，若酸度检验结果符合本文件技术要求时，则判除不合格的那瓶产品外，该批产品合格；若酸度检验结果仍不符合本文件技术要求时，则判该批产品不合格。
- 6.1.4 对于贮槽、槽车装六氟丁二烯产品，应逐一检验并验收。当检验结果不符合本文件技术要求时，则判该产品不合格。

6.2 采样

六氟丁二烯的采样安全应符合 GB/T 3723 中的相关规定。

6.3 尾气处理

测定时，应有六氟丁二烯尾气处理措施，以防止六氟丁二烯对环境的污染。

7 标志、包装、运输及贮存

7.1 标志

7.1.1 六氟丁二烯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,以及安全使用期或失效日期;
- 充装质量(kg);
- 本文件号及六氟丁二烯的纯度。

7.1.2 包装容器上应涂刷“电子级六氟丁二烯”字样。

7.1.3 六氟丁二烯的包装标志应符合 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。六氟丁二烯的安全信息见附录 A。

7.2 包装、运输及贮存

7.2.1 包装六氟丁二烯的气瓶应符合 GB/T 5100 的规定。

7.2.2 六氟丁二烯的充装及贮运应符合 TSG R0005、TSG 23、GB/T 14193 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》。

7.2.3 六氟丁二烯的最大充装量按式(4)计算:

$$m = F_r \times V \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- m ——气瓶内六氟丁二烯的质量,单位为千克(kg);
- F_r ——六氟丁二烯的充装系数, $F_r = 1.00$ kg/L;
- V ——气瓶标明的内容积,单位为升(L)。

7.2.4 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 DISS724、CGA350。

7.2.5 应防止泄漏和瓶口被污染。

7.2.6 六氟丁二烯产品应存放在阴凉、干燥、通风的库房内,不应暴晒,远离热源。

附录 A

(资料性)

安全信息

A.1 基本信息

A.1.1 名称:化学式: C_4F_6 ;

中文名:六氟丁二烯;

英文名:1,3-Hexafluorobutadiene。

A.1.2 相对分子质量:162.032(按 2018 年国际相对原子质量计算)。

A.1.3 代码:CAS 号:685-63-2、UN 号:3160。

A.1.4 物理性质:沸点 $6\text{ }^{\circ}\text{C}$,熔点 $-132\text{ }^{\circ}\text{C}$,蒸气密度($20\text{ }^{\circ}\text{C}$) 6.86 kg/m^3 ,相对密度(水=1)($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)1.44,饱和蒸气压($20\text{ }^{\circ}\text{C}$) 176.8 kPa ,临界温度 $139.6\text{ }^{\circ}\text{C}$,自燃温度 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.1.5 空气中爆炸极限: $7\%\sim 27\%$ 。

A.2 危险性说明

A.2.1 六氟丁二烯是一种易燃、毒性、无色、无味的低压液化气体。与空气混合后,浓度达到 7% 时,有燃烧和爆炸危险。

A.2.2 与液态六氟丁二烯接触会导致冻伤。

A.3 操作注意事项

A.3.1 操作人员应经过专门培训,严格遵守操作规程,熟练掌握操作技能,具备应急处置知识。

A.3.2 应远离热源、热表面、火花、明火和其他点火源。工作场所严禁吸烟。不应使用易产生火花的机械设备和工具。

A.3.3 所有管路系统及相关设备应接地。所有电气设备都应是防爆的。

A.4 紧急情况应对措施

A.4.1 发生火灾时,切断气源。若不能切断气源,则不应熄灭泄漏处的火焰。消防人员应穿全身防火、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。

A.4.2 灭火剂宜用雾状水、泡沫、干粉。

A.4.3 如果误吸入六氟丁二烯,迅速脱离现场至空气新鲜处,保持呼吸道通畅。如呼吸困难,给氧;如呼吸停止,立即进行人工呼吸,就医。

A.4.4 如果发生冻伤,将患部浸泡于保持在 $38\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 42\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温水中复温。不应涂擦。不应使用热水或辐射热。使用清洁、干燥的敷料包扎。如有不适感,就医。

A.5 泄漏处理处置

A.5.1 消除所有点火源。

A.5.2 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。

A.5.3 应急处理人员应穿内置正压自给式呼吸器,穿防静电服。

A.5.4 有液化气体泄漏,应注意防冻伤。

A.5.5 不应接触或跨越泄漏物。

A.5.6 尽可能切断泄漏源。

A.6 存储注意事项

A.6.1 储存于阴凉、干燥、通风良好的库房。远离火种、热源。

A.6.2 采用防爆型照明、通风设施。设施设备应做好防雷、防静电。

A.6.3 严加密闭,防止泄漏,工作场所提供充分的局部排风和全面通风。

A.6.4 存储区应备有泄漏应急处理设备。

A.7 废弃处置说明

A.7.1 处置前应参阅国家和地方有关法规,宜将剩余的和未回收的废弃物交给有资质的单位处理。

A.7.2 处置废弃的六氟丁二烯时,不应直接排放,应符合相关法规和标准。

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(2009 版, 中华人民共和国国务院令第 549 号)
-