

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

工业用混合气体 硅烷/氮气

Mixed gas used for industry-Silane in nitrogen

(报批 2 稿)

(本稿完成日期：2021 年 11 月 20 日)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国气体标准化技术委员会混合气体分技术委员会（SAC/TC206/SC2）归口。

本文件起草单位：广东华特气体股份有限公司、昊华气体有限公司西南分公司、中昊光明化工研究院有限公司、杭州新世纪混合气体有限公司、大连大特气体有限公司、北京氮普北分气体工业有限公司、武汉钢铁集团气体有限责任公司、福建久策气体股份有限公司、上海申南特种气体有限公司、南通市金通气体有限公司。

本文件主要起草人：傅铸红、孙福楠、张金波、曲庆、赵俊秀、周亚兰、齐利兵、曹素英、陈艳珊、蒋宏达、赖晓峰、唐霞梅、吴靓、米陈阆。

# 工业用混合气体 硅烷/氮气

## 1 范围

本文件描述了工业用氮中硅烷混合气体（以下简称“混合气体”）的制备方法、试验方法，确立了检验规则，规定了混合气体的技术要求、标志、包装、储存及安全信息的要求。

本文件适用于由电子工业用硅烷和高纯氮（或超纯氮）为原料制备的混合气体。

## 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 4844 纯氮、高纯氮和超纯氮
- GB/T 5099（所有部分） 钢质无缝气瓶
- GB/T 5275.7 气体分析 动态体积法制备校准用混合气体 第7部分：热式质量流量控制器
- GB/T 5832.1 气体分析 微量水分的测定 第1部分：电解法
- GB/T 6285 气体中微量氧的测定 电化学法
- GB/T 7144 气瓶颜色标志
- GB/T 8979 纯氮、高纯氮和超纯氮
- GB/T 11640 铝合金无缝气瓶
- GB/T 14850 气体分析词汇
- GB 15258 化学品安全标签编写规定
- GB/T 15383 气瓶阀出气口连接型式和尺寸
- GB/T 15909 电子工业用气体 硅烷
- GB/T 16804 气瓶警示标签
- GB/T 28726 气体分析 氮离子气相色谱法
- GB/T 34525 气瓶搬运、装卸、储存和使用安全规定
- GB/T 34526 混合气体气瓶充装规定
- GB/T 34710.1 混合气体的分类 第1部分：有毒分类
- GB/T 34710.2 混合气体的分类 第2部分：腐蚀性分类
- GB/T 34710.3 混合气体的分类 第3部分：可燃性分类
- GB/T 38523 混合气体的制备 压力法
- GB/T 38527 校准混合气体技术通则
- GB 50646 特种气体系统工程技术标准
- ISO 19230 气体分析 采样导则（Gas analysis — Sampling guidelines）
- TSG 23 气瓶安全技术规程

### 3 术语和定义

GB/T 14850、GB/T 38523中界定的术语和定义适用于本文件。

### 4 技术要求

#### 4.1 原料气

##### 4.1.1 硅烷

应符合GB/T 15909的技术要求。

##### 4.1.2 高纯氮、超纯氮

应符合GB/T 8979中高纯氮、超纯氮的技术要求。

#### 4.2 混合气体

应符合表1的规定。

表1 技术要求

项目名称	技术指标	
	一级	二级
硅烷(SiH <sub>4</sub> )含量(摩尔分数)/10 <sup>-2</sup>	1.5~25.0	1.5~25.0
氮气(N <sub>2</sub> )含量(摩尔分数)/10 <sup>-2</sup>	98.5~75.0	98.5~75.0
(硅烷(SiH <sub>4</sub> )+氮气(N <sub>2</sub> ))含量(摩尔分数)/10 <sup>-2</sup>	≥99.5	≥99.5
氧气(O <sub>2</sub> )含量(摩尔分数)/10 <sup>-6</sup>	≤0.1	≤3
一氧化碳(CO)含量(摩尔分数)/10 <sup>-6</sup>	≤0.1	≤1
二氧化碳(CO <sub>2</sub> )含量(摩尔分数)/10 <sup>-6</sup>	≤0.1	≤1
甲烷(CH <sub>4</sub> )含量(摩尔分数)/10 <sup>-6</sup>	≤0.1	≤1
水分(H <sub>2</sub> O)含量(摩尔分数)/10 <sup>-6</sup>	≤0.2	≤3
注：制备相对偏差应在硅烷含量的±5%以内。		

### 5 制备

#### 5.1 制备设施

应符合GB/T 34526的规定。

#### 5.2 制备方法

##### 5.2.1 瓶装、集束装置装的混合气体的制备

###### 5.2.1.1 称量法

###### 5.2.1.1.1 制备方法概述

定量添加原料 $j$ 至气瓶中，通过称量，得到每一种添加组分的质量，按公式（1）计算混合气体中组分 $i$ 的含量（摩尔分数）。

$$x_i = \frac{m_i / M_i}{\sum_{j=1}^n (m_j / M_j)} \quad (1)$$

式中：

- $x_i$ ——混合气体中组分 $i$ 的含量（摩尔分数）， $10^{-2}$ ；  
 $m_i$ ——混合气体中组分 $i$ 的添加质量，单位为克（g）；  
 $M_i$ ——混合气体中组分 $i$ 的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；  
 $m_j$ ——组分原料 $j$ 的添加质量，单位为克（g）；  
 $M_j$ ——原料 $j$ 的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；  
 $n$ ——混合气体中组分的数量。

#### 5.2.1.1.2 制备实例

见 HG/T 4985-2016 中的附录 A。

#### 5.2.1.2 压力法

##### 5.2.1.2.1 原理

应符合 GB/T 38523 的规定。

##### 5.2.1.2.2 制备实例

见 HG/T 4985-2016 中的附录 B。

#### 5.2.2 管道输送的混合气体的制备

制备原理宜符合 GB/T 5275.7 的规定，也可以使用体积流量计代替质量流量计制备。

### 6 检验规则

#### 6.1 组批

制备混合气体时，一次充装过程制备的所有气体定义为一批。

注：组批只适用于瓶装混合气体，不适用于集束装置装混合气体和管道输送的混合气体。

#### 6.2 采样

按 ISO 19230 的规定执行。

#### 6.3 抽样

6.3.1 对于称量法和压力法制备的瓶装混合气体按表 2 规定随机抽样检查。

表 2 称量法和压力法制备的瓶装混合气体抽样检查表

产品批量/瓶	1~50	51~100	101~200
抽样瓶数/瓶	1	2	3

6.3.2 对于气瓶集束装置装的混合气体，应逐一检验。

6.3.3 对于稳定生产的管道输送的混合气体，每4 h 抽样检验一次或由供需双方商定抽样频次。

#### 6.4 检验、判定和复验

6.4.1 对于瓶装混合气体，当检验结果符合本文件表1的技术要求时，则判定该批产品合格。当检验结果有任何一项指标不符合本文件表1技术要求时，则应自同批产品中重新加倍随机抽样检验，若检验结果符合本文件表1技术要求，则判定除不合格的那瓶产品外，该批产品其余均合格；若仍有任何一项指标不符合本文件表1技术要求时，则判定该批产品不合格。

6.4.2 对于气瓶集束装置装、管道输送的混合气体，当检验结果符合本文件表1的技术要求时，则判定该产品合格。当检验结果不符合本文件表1技术要求时，则判定该产品不合格。

#### 6.5 尾气处理

测定时，应有混合气体尾气处理措施，防止污染环境。

### 7 试验方法

#### 7.1 硅烷含量、氮气含量的测定

##### 7.1.1 方法提要

采用配备热导检测器的气相色谱仪，在选定的色谱条件下，试样通过色谱柱，使其中的各组分离，用外标法定量。

##### 7.1.2 仪器

配备热导检测器的气相色谱仪。仪器对硅烷含量的检出限： $0.05 \times 10^{-2}$ （摩尔分数）。

##### 7.1.3 测定条件

###### 7.1.3.1 载气

高纯氮，符合GB/T 4844的规定。

###### 7.1.3.2 色谱柱

长约5 m、内径2 mm的不锈钢柱，内装粒径为0.18 mm~0.25 mm的高分子聚合物（Porapak Q），或采用其他等效色谱柱。

###### 7.1.3.3 校准用混合气体

应按照GB/T 38527规定的方法制备校准用混合气体。校准用混合气体中的硅烷含量、氮气含量与待测气体中的硅烷含量、氮气含量相近。

###### 7.1.3.4 其他条件

参考仪器说明书。

##### 7.1.4 测定步骤

仪器稳定后按仪器说明书进行测定操作。

分别平行测定校准用混合气体和待测气体至少两次，记录色谱响应值，直至相邻两次色谱响应值的相对偏差不大于1%，取其平均值作为最终的测定结果。

### 7.1.5 结果计算

硅烷含量、氮气含量按式(2)计算：

$$\varphi_i = \frac{\bar{A}_i}{\bar{A}_s} \times \varphi_s \quad \text{..... (2)}$$

式中：

$\varphi_i$ ——待测气体中硅烷含量/氮气含量(摩尔分数)， $10^{-2}$ ；

$\bar{A}_i$ ——待测气体中硅烷/氮气的响应值的平均值；

$\bar{A}_s$ ——校准用混合气体中硅烷/氮气的响应值的平均值；

$\varphi_s$ ——校准用混合气体中硅烷含量/氮气含量(摩尔分数)， $10^{-2}$ 。

### 7.2 制备相对偏差的计算

制备相对偏差按公式(3)计算：

$$d = \frac{\varphi_1 - \varphi_n}{\varphi_n} \times 100\% \quad \text{..... (3)}$$

式中：

$d$ ——制备相对偏差，%；

$\varphi_1$ ——硅烷含量（摩尔分数）的测定值， $10^{-2}$ ；

$\varphi_n$ ——硅烷含量（摩尔分数）的制备目标值， $10^{-2}$ 。

### 7.3 氧气含量的测定

按GB/T 6285的规定执行，在测定混合气体产品前，宜用干燥氮气吹除仪器系统中的空气。允许采用其他等效方法测定氧气含量，当对测定结果有异议时，以本文件规定的方法为仲裁方法。

### 7.4 一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量的测定

#### 7.4.1 测定方法

按GB/T 28726规定的切割进样的方法测定混合气体中的一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量。

允许采用其他等效的方法测定混合气体中的一氧化碳、二氧化碳、甲烷含量。当对测定结果有异议时，以本文件规定的方法为仲裁方法。

#### 7.4.2 预分离柱

长约3m、内径约2mm的316L不锈钢柱，内装粒径为0.18mm~0.25mm的高分子聚合物(Porapak Q)，或其他等效色谱柱。

#### 7.4.3 色谱柱

色谱柱 I：长约3 m、内径约2 mm的316L不锈钢柱，内装粒径为0.18 mm~0.25 mm的5A分子筛，或其他等效色谱柱。该柱用于测定一氧化碳含量。

色谱柱 II：长约3m、内径约2mm的316L不锈钢柱，内装粒径为0.18mm~0.25mm的高分子聚合物（Porapak Q），或其他等效色谱柱。该柱用于测定二氧化碳、甲烷含量。

## 7.5 水分含量的测定

按GB/T 5832.1的规定执行，在测定混合气体产品前，可用于干燥氮气吹除仪器系统中的空气。允许采用其他等效方法测定水分含量，当对测定结果有异议时，以GB/T 5832.1规定的方法为仲裁方法。

## 8 合格证

混合气体出厂时应有产品质量合格证，其内容至少应包括：

- 产品名称、生产厂名称及地址；
- 生产日期、失效日期；
- 最低使用压力；
- 储存和使用温度；
- 充装压力（MPa，20℃）或充装体积（m<sup>3</sup>）；
- 硅烷含量、氮气含量、制备相对偏差；
- 本文件号、充装员编号、充装检查员编号和检验员编号等。

## 9 包装、标志、储存及安全信息

### 9.1 管道输送的混合气体的管道标识

应符合GB 50646的规定。

### 9.2 瓶装混合气体的包装、标志、充装、搬运、装卸、储存

#### 9.2.1 包装

包装混合气体的气瓶应符合 GB/T 5099（所有部分）、GB/T 11640、TSG 23 的规定，瓶阀出气口连接方式应符合 GB/T 15383 的规定，应防止气瓶泄漏和瓶口被污染。

#### 9.2.2 标志

混合气体的包装标志应符合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。

#### 9.2.3 充装

混合气体的充装应符合 GB/T 34526 的规定。20℃时，充装压力应不低于 10MPa，最高压力不应超过气瓶的公称工作压力。返厂气瓶的余压不应低于 0.2MPa。用于测量的压力表准确度等级应不低于 1.6 级或使用数字显示压力表。

#### 9.2.4 搬运、装卸、储存



混合气体的搬运、装卸、储存应符合 GB/T 34525、TSG 23 的规定，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》。混合气体产品应存放在阴凉、干燥、通风的库房内，应远离热源，不应暴晒。

### 9.3 安全信息

混合气体的安全信息见附录 A。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

附录 A  
(资料性)  
安全警示

A.1 基本信息

化学品名称：工业用混合气体 硅烷/氮气。

A.2 危险性说明

A.2.1 混合气体危险性分类按GB/T 34710.1、GB/T 34710.2、GB/T 34710.3规定的方法计算判定为无毒、无腐蚀性的可燃气体。

A.2.2 内装加压气体，遇热可能爆炸。

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。

A.3.2 操作人员在使用产品前，应阅读标签，知道并了解产品的危害和性质。

A.3.3 操作人员操作气瓶时应使用安全可靠的防护用品宜佩戴安全眼镜。

A.3.4 气瓶应直立存放且瓶身应予固定，防止倾倒。工作场所不应吸烟。

A.3.5 防止对气瓶造成物理损伤，不应拖、拉、滚、踢气瓶。

A.3.6 缓慢地打开 / 关闭阀门。如果操作阀门时有问题，应停止操作并咨询生产厂家。

A.3.7 使用防爆型的通风系统和设备。

A.3.8 配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。

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，则不允许熄灭泄漏处的火焰。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。尽可能将容器从火场移至空旷处。喷水保持火场容器冷却，直至灭火结束。

A.4.2 灭火剂：用水、雾状水、抗溶性泡沫、干粉、二氧化碳灭火。

A. 4.3 如果不慎吸入，迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道通畅。如果呼吸困难，给输氧。如果呼吸、心跳停止，立即进行心肺复苏。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 应急处理人员应佩戴正压自给式呼吸器，穿防静电服，戴橡胶手套。

A. 5.4 尽可能切断泄漏源。

A. 5.5 不应用水直接冲击泄漏物或泄漏源。

A. 5.6 防止气体通过下水道、通风系统和有限空间扩散。

A. 5.7 隔离泄漏区直至气体散尽。

#### A. 6 储存注意事项

储存在干燥、阴凉和通风处。远离火种、热源。避免光照。可燃的混合气体应与氧化性化学品分开存放，不应混储。采用防爆型照明、通风设施。不应使用易产生火花的机械设备和工具。储存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，宜将容器及剩余或未用的产品返回给供应商或交给有资质的单位处理。

A. 7.2 处置废弃的混合气体时，应安全排放。

参 考 文 献

- [1] HG/T 4985-2016 焊接用混合气体(氩/氦)
- [2] 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)
- [3] 特种设备安全监察条例(2003年3月11日中华人民共和国国务院令第373号公布,2009年1月14日国务院第46次常务会议修订通过)