

T/CEC

中国电力企业联合会标准

T/CEC 636—2022

六氟化硫中氟化氢标准气体制备方法

Preparation of hydrogen fluoride standard gas in sulfur hexafluoride

2022-06-23 发布

2022-10-01 实施

中国电力企业联合会 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 方法原理	1
5 材料和设备	1
6 操作步骤	2
7 安全注意事项	3
8 标准气体浓度计算	3
9 不确定度计算	4
附录 A (资料性) 渗透管的渗透率测量方法	5



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。

本文件由中国电力企业联合会提出。

本文件由全国电气化学标准化技术委员会（SAC/TC 322）归口。

本文件起草单位：国网福建省电力有限公司电力科学研究院、国网重庆市电力公司电力科学研究院、国网湖南省电力有限公司电力科学研究院、国网安徽省电力有限公司电力科学研究院、国网浙江省电力有限公司电力科学研究院、广东电网有限责任公司电力科学研究院、厦门加华电力科技有限公司。

本文件主要起草人：郑东升、连鸿松、姚强、吴俊杰、祁炯、明菊兰、赖永华、黎晓淀、林芬、刘奕奕、刘慧鑫、林坦、郭元娟、陈然、林晓铭。

本文件为首次发布。

本文件在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

六氟化硫中氟化氢标准气体制备方法

1 范围

本文件规定了采用渗透原理动态制备六氟化硫气体中氟化氢标准气体的方法。

本文件适用于六氟化硫气体中氟化氢标准气体的制备，六氟化硫气体中其他组分标准气体(H_2S 、 SO_2)的制备可参照使用本方法。

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 5275.10—2009 气体分析 动态体积法制备校准用混合气体 第10部分：渗透法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

在恒定的温度和压力下，一定长度渗透管中氟化氢在单位时间内从渗透管壁向外渗透的量是定值，使用六氟化硫气体作为载气，以恒定流速流过恒定温度下的氟化氢渗透管外表面，携带走渗透出的氟化氢，通过控制不同的恒定温度和六氟化硫气体的流量，得到不同浓度的六氟化硫气体中氟化氢标准气体。

5 材料和设备

5.1 六氟化硫气体。纯度： $\geq 99.99\%$ （质量分数）。

5.2 氟化氢渗透管。封装有纯的液化氟化氢的聚四氟乙烯管，渗透管应提供不同温度条件下的气体渗透率(P_t)并在有效期内使用，渗透管的渗透率测量方法见附录 A。当渗透管中液体液位低于管长的 1/10 时应更换，如果渗透管渗透率的变化大于 10%，也应更换渗透管。典型的渗透管结构图见图 1。



图 1 典型的渗透管结构图

5.3 渗透法标准气体发生装置（以下简称发生装置）由稀释气、压力控制阀、流量计、恒温水浴、渗透室、渗透管架、管路和尾气处理装置等部件组成。要求控温精度为 $0.1\text{ }^\circ\text{C}$ ，流量计精度为 2 mL/min 。所有可能与氟化氢接触的气室、管路、阀门等内壁均应涂有特氟龙涂层或采用特氟龙管以防止氟化氢的腐蚀。典型的发生装置流程示意图见图 2。

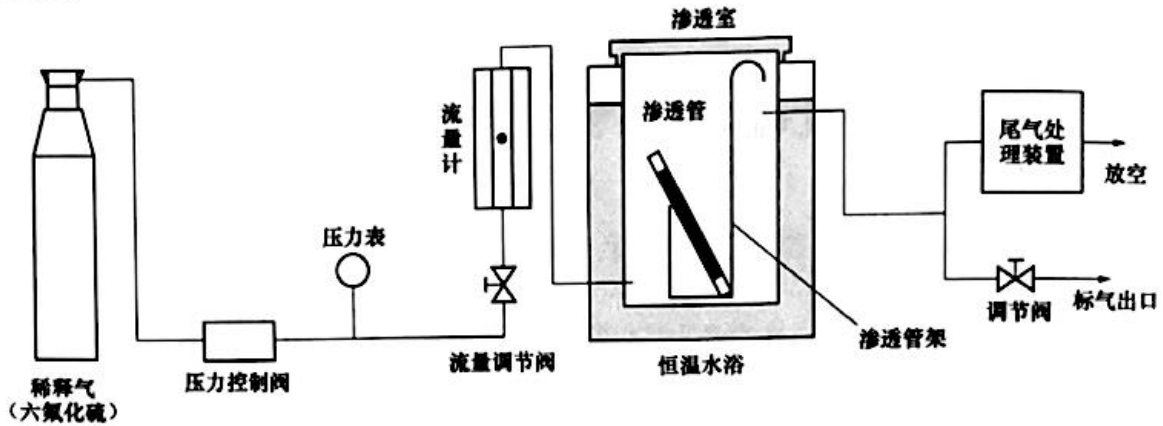


图2 典型的发生装置流程示意图

5.4 塑料镊子。

5.5 碱石灰。圆柱形条状颗粒，粒径为 3 mm~4 mm，长度为 4 mm~7 mm。

5.6 皂膜流量计。检定合格。

5.7 大气压力表。精度为 0.1 kPa。

6 操作步骤

6.1 准备工作

6.1.1 按所需配制标准气体的浓度选择合适规格的渗透管，并根据所选渗透管的不同温度下的气体渗透率 (P_r)，按照公式 (1) 确定制备标准气体时应设置的渗透管恒温浴温度、稀释气流量和使用的渗透管支数。

注：渗透室恒温浴温度宜高于环境温度 5℃ 以上，且不应超过渗透管使用温度上限，以防渗透管爆裂。

6.1.2 以六氟化硫气体为介质，用皂膜流量计对发生装置的流量计刻度进行标定，记录测试点所对应的标准状态下的流量。

6.1.3 戴好橡胶手套，旋开发生装置渗透室密封盖，取出渗透管架，在通风橱中打开氟化氢渗透管的密封包装盒，用塑料镊子小心夹取渗透管放入渗透管架中，再把装有渗透管的支架放回发生装置的渗透室中旋紧密封盖。开启发生装置电源，设定所需的恒温浴温度，使水温达到恒定温度，调节六氟化硫稀释气流量为 200 mL/min，对渗透管吹扫 48 h 以上使渗透管渗透率达到稳定。

注 1：氟化氢对身体有极强的腐蚀性，严禁手或皮肤直接接触氟化氢渗透管！

注 2：应对发生装置产生的尾气进行回收处理。

6.2 标准气体制备

6.2.1 根据所要制备的标准气体浓度，按照公式 (1) 计算出稀释气流量 F ，调节发生装置稀释气流量至所需值并通气 20 min。发生装置出气口应采用分流方式，保持一路余气通过碱石灰吸收装置排空，另一路流出的气体就是所要制备的氟化氢标准气体。

6.2.2 可以通过改变发生装置稀释气流量、渗透室温度、增减渗透管数量来制备不同浓度的氟化氢标准气体。

注：如需调整渗透室温度，渗透管要在该温度下通稀释气 48 h，渗透率才能达到稳定。

6.2.3 标准气体制备完成后，从发生装置渗透室取出渗透管，将渗透管装入包装盒中密封好放在冰箱中冷冻保存。

6.2.4 发生装置继续通入稀释气约 10 min，流量维持在 1 L/min，以便置换掉气路中的氟化氢气体，然后关闭稀释气阀和发生装置电源。

7 安全注意事项

- 7.1 操作者工作前应熟悉氟化氢渗透管制造商提供的安全技术文件。
- 7.2 操作环境应通风良好，戴橡胶手套在通风橱中打开氟化氢渗透管的密封包装盒，使用塑料镊子移取渗透管。
- 7.3 每根渗透管的氟化氢充装量应小于 3 g，实验室储存的氟化氢渗透管数量不宜超过 3 支。
- 7.4 渗透管不使用时应放回密封包装盒中，密封保存在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的冰箱中。
- 7.5 如果发生意外，出现氟化氢渗透管破裂有氟化氢溢出，人员应立即撤离现场，应急处理人员应佩戴自吸过滤式防毒面具(全面罩)或正压自给式呼吸器，穿橡胶耐酸碱服，戴橡胶耐酸碱手套，用石灰(CaO)或碳酸氢钠(NaHCO_3)中和溢出的氟化氢。
- 7.6 如果皮肤意外接触氟化氢，应立即脱去污染的衣着并用大量流动清水冲洗 20 min~30 min，如有不适感就医。
- 7.7 如果眼睛意外接触氟化氢，应立即提起眼睑，用大量流动清水或生理盐水彻底冲洗 10 min~15 min，如有不适感就医。
- 7.8 如果意外吸入氟化氢气体，应迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道通畅。如呼吸困难，应进行输氧；如呼吸、心跳停止，立即进行心肺复苏术并就医。

8 标准气体浓度计算

- 8.1 制备的六氟化硫气体中氟化氢的体积浓度 c ，按公式(1)计算：

$$c = \frac{K \times P_r}{F} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c ——标准气体浓度， $\mu\text{L/L}$ ；
 P_r ——渗透管渗透率， ng/min ；
 F ——稀释气流量， mL/min ；
 K ——气体的体积质量转换系数， L/g 。

- 8.2 在制备标准气体状态下的气体体积质量转换系数 K ，按公式(2)计算：

$$K = \frac{22.4}{M} \times \frac{273.2 + t_2}{273.2} \times \frac{101.3}{p_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- M ——标准气体物质的摩尔质量，对于氟化氢为 20.00 g/mol ；
 t_2 ——制备标准气体时流量计中气体的温度， $^{\circ}\text{C}$ ；
 p_2 ——制备标准气体时流量计中气体的绝对压力， kPa 。

- 8.3 稀释气流量应进行温度和大气压修正，浮子流量计按公式(3)修正，质量流量计按公式(4)修正。

$$F = F_1 \sqrt{\frac{p_1 T_2}{p_2 T_1}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- F ——制备标准气体时的气体流量， mL/min ；
 F_1 ——浮子流量计在标定状态下的刻度读数值， mL/min ；
 T_1 ——标定浮子流量计时气体绝对温度， K ；
 T_2 ——制备标准气体时浮子流量计中的气体绝对温度， K ；
 p_1 ——标定浮子流量计时的气体绝对压力， kPa ；
 p_2 ——制备标准气体时浮子流量计中气体的绝对压力， kPa 。

$$F = F_1 \times \frac{T_2}{T_0} \times \frac{p_0}{p_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

F_1 ——质量流量计读数值，mL/min；

T_0 ——质量流量计在标准状态下的气体绝对温度，K；

p_0 ——质量流量计在标准状态下的气体绝对压力，kPa。

9 不确定度计算

制备的氟化氢标准气体的不确定度可按 GB/T 5275.10—2009 中 7.3 的规定进行计算。

例如，在渗透室温度为 30.0 ℃，六氟化硫气体流量为 0.97 L/min，环境温度为 25.5 ℃，大气压力为 100.7 kPa 的条件下，制备的六氟化硫中氟化氢体积浓度 $c=11.56\mu\text{L/L}$ 时，包含因子 $k=2$ ，氟化氢标准气体浓度的相对扩展不确定度 $U_r(c) = 6.62\%$ 。

附录 A
(资料性)
渗透管的渗透率测量方法

A.1 原理

在一定时间间隔内, 对处在恒温和稀释气体吹扫稳定状态下的渗透管用分析天平称量, 得到的渗透管减少的质量除以两次称重间隔时间, 求出该渗透管的渗透率。

A.2 材料和设备

A.2.1 分析天平: 感量为 0.1 mg。

A.2.2 其他材料和设备见本文件第 5 章。

A.3 操作步骤

A.3.1 将渗透管放入渗透室内, 通入流量不低于 200 mL/min 的稀释气并保持恒温, 约 48 h 后快速取出渗透管, 用分析天平称量称准至 0.1 mg, 并记录时间, 精确到分钟。

A.3.2 称量后迅速把渗透管放回渗透室内继续发生气体, 以渗透管减少质量在 15 mg 以上的时间作为称重间隔时间, 反复称量, 直到得到的稳定 (波动小于 3%) 的渗透率 P_r 值, 取最后两次称量结果按公式 (A.1) 计算得到渗透管的渗透率 P_r 值。

A.4 渗透管渗透率的计算

渗透管的渗透率 P_r 按公式 (A.1) 计算:

$$P_r = \frac{(m_1 t_2 + m_2 t_1) \times 10^6}{2t_1 t_2} \quad \text{----- (A.1)}$$

式中:

P_r —— 渗透管的渗透率, ng/min;

m_1 —— 倒数第 2 次间隔时间称量渗透管减少的质量, mg;

m_2 —— 最后 1 次间隔时间称量渗透管减少的质量, mg;

t_1 —— 倒数第 2 次称量的间隔时间, min;

t_2 —— 最后 1 次称量的间隔时间, min。

中国电力企业联合会标准
六氟化硫中氟化氢标准气体制备方法
T/CEC 636—2022

中国电力出版社出版、印刷、发行
(北京市东城区北京站西街19号 100005 <http://www.ccpp.sgcc.com.cn>)

2022年9月第一版 2022年9月北京第一次印刷
880毫米×1230毫米 16开本 0.5印张 18千字

统一书号 155198·4420 定价 20.00元

版权专有 侵权必究
本书如有印装质量问题，我社营销中心负责退换



中国电力出版社官方微信

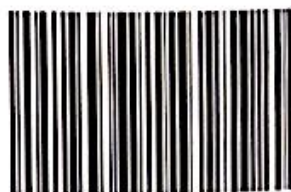


中国电力百科网网址



电力标准信息微信

为您提供最及时、最准确、最权威的电力标准信息



155198.4420