

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

代替 HG/T 4509-2013

工业高纯氢氟酸

High purity hydrofluoric acid for industrial use

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

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。

本文件代替 HG/T 4509-2013《工业高纯氢氟酸》，与 HG/T 4509-2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了UP-SSS级产品规格及要求（见6.2）；
- b) 更改了氟硅酸含量测定方法中工作曲线的绘制步骤（见7.5.4.1，2013年版的6.5.4.1）；
- c) 更改了氯化物等阴离子含量测定方法中工作曲线的绘制步骤（见7.6.4.1，2013年版的6.6.4.1）；
- d) 更改了阳离子含量测定方法中工作曲线溶液的制备步骤（见7.7.4.2，2013年版的6.7.4.2）；
- e) 更改了包装容器净含量要求，包装容器增加了槽罐（见10.1，2013年版的9.1）；
- f) 删除了安全条款（见2013年版的第10章）。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件历次版本发布情况：

——2013 年首次发布，本次为第一次修订。

工业高纯氢氟酸

1 范围

本文件规定了工业高纯氢氟酸的分级、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本文件适用于工业高纯氢氟酸。该产品主要应用于太阳能光伏电池、液晶显示器件、集成电路和超大规模集成电路芯片的清洗、蚀刻，以及作为生产其他高纯氟化物的原料等。

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 191—2008 包装储运图示标志

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式：HF

相对分子质量：20.01（按2011年国际相对原子质量）。

5 分级

工业高纯氢氟酸按用途分为五个等级：

- a) EL 级：主要用于太阳能光伏电池及液晶显示器件的制造，以及作为生产其他高纯氟化物的原料；
- b) UP 级：主要用于线宽为 $0.8\ \mu\text{m}\sim 1.2\ \mu\text{m}$ 集成电路的清洗与蚀刻；
- c) UP-S 级：主要用于线宽为 $0.2\ \mu\text{m}\sim 0.6\ \mu\text{m}$ 集成电路的清洗与蚀刻；
- d) UP-SS 级：主要用于线宽为 $0.09\ \mu\text{m}\sim 0.2\ \mu\text{m}$ 集成电路的清洗与蚀刻；
- e) UP-SSS 级：主要用于线宽小于 $0.09\ \mu\text{m}$ 集成电路的清洗与蚀刻。

6 要求

6.1 外观：无色透明液体。

6.2 工业高纯氢氟酸按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的要求。

表 1

项 目	指 标				
	EL 级	UP 级	UP-S 级	UP-SS 级	UP-SSS 级
总酸度（以 HF 计） $w/\%$	49.0 ± 0.5 或 50.0 ± 0.5		49.0 ± 0.2 或 50.0 ± 0.2		
氟硅酸（ H_2SiF_6 ） $w/(\text{mg/kg})$	≤ 50	≤ 30	≤ 20	≤ 5	≤ 0.5
氯化物（以 Cl 计） $w/(\text{mg/kg})$	≤ 5	≤ 5	≤ 0.2	≤ 0.05	≤ 0.01
硝酸盐（以 NO_3 计） $w/(\text{mg/kg})$	≤ 3	≤ 3	≤ 0.1	≤ 0.05	≤ 0.01
磷酸盐（以 PO_4 计） $w/(\text{mg/kg})$	≤ 1	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.05	≤ 0.01
硫酸盐（以 SO_4 计） $w/(\text{mg/kg})$	≤ 5	≤ 5	≤ 0.2	≤ 0.05	≤ 0.01
铝（Al）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 100	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
砷（As）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 300	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
硼（B）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 100	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
钡（Ba）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 100	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
铍（Be）/ $(\mu\text{g/kg})$	\leq —	\leq —	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
钙（Ca）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 100	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
镉（Cd）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 50	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
铬（Cr）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 20	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
钴（Co）/ $(\mu\text{g/kg})$	\leq —	\leq —	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
铜（Cu）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 20	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
铁（Fe）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 100	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
镓（Ga）/ $(\mu\text{g/kg})$	\leq —	\leq —	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
钾（K）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 100	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
锂（Li）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 20	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01
镁（Mg）/ $(\mu\text{g/kg})$	≤ 100	≤ 10	≤ 1	≤ 0.1	≤ 0.01

表 1（续）

项 目		指 标				
		EL 级	UP 级	UP-S 级	UP-SS 级	UP-SSS 级
锰（Mn）/（ $\mu\text{g/kg}$ ）		≤ 50	10	1	0.1	0.01
钠（Na）/（ $\mu\text{g/kg}$ ）		≤ 100	10	1	0.1	0.01
镍（Ni）/（ $\mu\text{g/kg}$ ）		≤ 50	10	1	0.1	0.01
铅（Pb）/（ $\mu\text{g/kg}$ ）		≤ 50	10	1	0.1	0.01
钛（Ti）/（ $\mu\text{g/kg}$ ）		≤ 100	10	1	0.1	0.01
锑（Sb）/（ $\mu\text{g/kg}$ ）		≤ 50	10	1	0.1	0.01
锡（Sn）/（ $\mu\text{g/kg}$ ）		≤ 20	10	1	0.1	0.01
钒（V）/（ $\mu\text{g/kg}$ ）		—	—	1	0.1	0.01
锌（Zn）/（ $\mu\text{g/kg}$ ）		≤ 50	10	1	0.1	0.01
颗粒	$(\geq 1.0\mu\text{m}) / (\text{个/mL}) \leq$	25	—	—	—	—
	$(\geq 0.5\mu\text{m}) / (\text{个/mL}) \leq$	—	25	5	—	—
	$(\geq 0.2\mu\text{m}) / (\text{个/mL}) \leq$	—	—	—	20	—
	$(\geq 0.1\mu\text{m}) / (\text{个/mL}) \leq$	—	—	—	—	20

7 试验方法

7.1 警告

本试验方法中所使用的部分试剂或材料和样品具有腐蚀性，操作者应小心谨慎，避免与皮肤接触，如接触到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

7.2 一般规定

本文件所用试剂或材料和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂或材料和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水，试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

7.3 外观检验

在自然光下，将试样置于聚乙烯瓶中，用目视法判定外观。

7.4 总酸度的测定

7.4.1 原理

以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样的总酸度。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 1 \text{ mol/L}$ 。

7.4.2.2 酚酞指示液：10 g/L。

7.4.3 试验步骤

在带盖的聚乙烯塑料瓶中加入约 5 mL 水，称量，用塑料管加入约 1.5 g（约 1.3 mL）试样，再称量，两次称量均精确至 0.000 2 g，差减计算所称取试样的质量。用约 50 mL 水将试样转移至塑料杯中，加 2 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色并保持 15 s 不消失为终点。

7.4.4 试验数据处理

总酸度以氟化氢（HF）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V/1000)cM}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

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）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

M ——氟化氢（HF）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=20.01$ ）。

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绝对差值不大于 0.2 %。

7.5 氟硅酸含量的测定

7.5.1 原理

用氯化钠与试样中氟硅酸反应生成不挥发的盐，蒸发除去氟化氢。在弱酸性介质中，加适量硼酸抑制氟离子的干扰，加入钼酸铵与硅酸盐反应形成硅钼杂多酸（黄色），再加硫酸溶液和草酸溶液消除磷酸盐的干扰，将硅钼杂多酸选择还原为硅钼蓝，在波长 795nm 处测量蓝色络合物的吸光度。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 氯化钠溶液：10 g/L。

7.5.2.2 硫酸溶液：1+3，用优级纯试剂或材料配制。

7.5.2.3 盐酸溶液：1+5。

7.5.2.4 硼酸溶液：40 g/L，用优级纯试剂或材料配制。

7.5.2.5 草酸溶液：100 g/L。

7.5.2.6 钼酸铵溶液：100 g/L，当溶液出现沉淀时应重新配制。

7.5.2.7 还原液，按下列方法配制：

a) 将 7 g 无水亚硫酸钠溶于 50 mL 水中，加入 1.5 g 1-氨基-2 萘酚-4-磺酸，搅拌至溶解；

b) 将 90 g 偏重亚硫酸钠溶于 900 mL 水中；

c) 混合 a) 和 b) 两种溶液，并稀释至 1 000 mL，必要时过滤，将此溶液置于阴凉避光处保存，使用期不超过 20 d。

7.5.2.8 氟硅酸标准储备溶液：1 mL 溶液含氟硅酸（ H_2SiF_6 ）1.000 mg。称取 0.417 g 于 1 000 °C 灼烧至质量恒定的二氧化硅，置于铂坩埚中，加 5 g 无水碳酸钠，充分搅匀。置于 1 000 °C 的高温炉中使其慢慢熔融，放置冷却。加入热水溶解，冷却后全部移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。使用期不超过 30 d。

7.5.2.9 氟硅酸标准使用溶液：1 mL 溶液含氟硅酸（ H_2SiF_6 ）0.020 mg。用移液管移取 2 mL 氟硅酸标准储备溶液（见 7.5.2.8），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.5.3 仪器设备

7.5.3.1 分光光度计：配有 5 cm 比色皿。

7.5.3.2 铂皿：容积约 100 mL。

7.5.4 试验步骤

7.5.4.1 工作曲线的绘制

在一系列 100 mL 容量瓶中，按表 2 分别加入氟硅酸标准使用溶液（见 7.5.2.9），加水至约 10 mL，加 5 mL 氯化钠溶液，加 4 mL 盐酸溶液、35 mL 硼酸溶液，放置 5 min。加 10 mL 钼酸铵溶液，摇匀，放置 15 min。加 5 mL 草酸溶液、20 mL 硫酸溶液，摇匀后再加 2 mL 还原液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 20 min。在分光光度计上，于 815 nm 波长处，使用 5 cm 比色皿，以水调零，测定每个标准溶液的吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去试剂或材料空白溶液的吸光度，以氟硅酸的质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

表 2

容量瓶编号	1	2	3	4	5	6
标准溶液移取量/mL	0	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0
工作曲线浓度/（mg/L）	0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8

7.5.4.2 试验

在铂皿中加入 5 mL 氯化钠溶液，称量，加入 1 g~30 g 试样，再次称量，两次称量均精确至 0.000 2 g，差减计算所称取试样的质量。置于水浴上蒸干，加 10 mL 水、35 mL 硼酸溶液，摇匀放置 5 min。加 4 mL 盐酸溶液、10 mL 钼酸铵溶液，摇匀，将溶液全部移入 100 mL 容量瓶中。以下按 7.5.4.1 条从“……放置 15 min”开始进行操作。

取 5 mL 水和 5 mL 氯化钠溶液作为空白试验溶液，与试样同时同样处理。

根据测得的吸光度，从工作曲线上查得试验溶液和空白试验溶液中氟硅酸的质量（mg）。

7.5.5 试验数据处理

氟硅酸含量以氟硅酸（ H_2SiF_6 ）的质量分数 w_2 计，数值以 mg/kg 表示，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中氟硅酸质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中氟硅酸质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

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绝对差值 EL 级和 UP 级不大于 10 mg/kg，UP-S 级不大于 5 mg/kg，UP-SS 级不大于 2 mg/kg，UP-SSS 级不大于 0.2 mg/kg。

7.6 氯化物含量、硝酸盐含量、磷酸盐含量、硫酸盐含量的测定

7.6.1 原理

采用离子排斥原理，将氢氟酸中强电离的氯离子、硝酸根、磷酸根和硫酸根与弱电离的氢氟酸分离，分离后的待测组分被离子交换浓缩柱富集，通过色谱柱分离，用检测器进行检测，以外标法计算出被测阴离子的含量。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 氯化物标准溶液，按下列方法配制。

a) 氯化物标准储备溶液：1 mL 溶液含氯化物（Cl）0.1 mg。用移液管（枪）移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

b) 氯化物标准使用溶液：1 mL 溶液含氯化物（Cl）10 μg 。用移液管（枪）移取 10 mL 氯化物标准储备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。于 4 $^{\circ}\text{C}$ 左右保存，有效期为 30 天。

7.6.2.2 硝酸盐标准溶液，按下列方法配制。

a) 硝酸盐标准储备溶液：1 mL 溶液含硝酸盐（ NO_3 ）0.10 mg。用移液管（枪）移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硝酸盐标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

b) 硝酸盐标准使用溶液：1 mL 溶液含硝酸盐（ NO_3 ）10 μg 。用移液管（枪）移取 10 mL 硝酸盐标准储备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。于 4 $^{\circ}\text{C}$ 左右保存，有效期为 30 天。

7.6.2.3 磷酸盐标准溶液，按下列方法配制。

a) 磷酸盐标准储备溶液：1 mL 溶液含磷酸盐（ PO_4 ）0.10 mg。用移液管（枪）移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的磷酸盐标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

b) 磷酸盐标准使用溶液：1 mL 溶液含磷酸盐（ PO_4 ）10 μg 。用移液管（枪）移取 10 mL 磷酸盐标准储备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。于 4 $^{\circ}\text{C}$ 左右保存，有效期为 30 天。

7.6.2.4 硫酸盐标准溶液，按下列方法配制。

a) 硫酸盐标准储备溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（ SO_4 ）0.10 mg。用移液管（枪）移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

b) 硫酸盐标准使用溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（ SO_4 ）10 μg 。用移液管（枪）移取 10 mL 硫酸盐标准储备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。于 4 $^{\circ}\text{C}$ 左右保存，有效期为 30 天。

7.6.2.5 水：电导率（25 $^{\circ}\text{C}$ ）不大于 0.005 5 mS/m 的去离子水。

7.6.3 仪器设备

7.6.3.1 离子色谱仪：具有耐氢氟酸腐蚀的分析系统。

7.6.3.1.1 离子色谱仪精密度的RSD<3 %。

7.6.3.1.2 色谱柱：被检测阴离子的分离度R不能低于1.3。

7.6.3.1.3 离子排斥柱。

7.6.3.1.4 离子捕获柱。

7.6.3.1.5 阴离子浓缩柱。

7.6.3.1.6 检测器：电导检测器，若能确认有同样功能的其它检测器也可使用。

7.6.3.1.7 抑制器：电化学自再生阴离子膜抑制器。

7.6.3.2 移液枪及枪头：10 μL~100 μL 和 100 μL ~1 000 μL。

7.6.3.3 容量瓶：容积为50 mL、100 mL，材质为四氟乙烯-全氟烷氧基乙烯基醚共聚物（PFA）。

7.6.4 试验步骤

7.6.4.1 工作曲线溶液的制备

根据试样中阴离子含量不同，按表3的规定选择合适的工作曲线，使用适宜的移液管（枪）分别移取氯化物标准使用溶液、硝酸盐标准使用溶液、磷酸盐标准使用溶液和硫酸盐标准使用溶液，置于6个100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

表3

工作曲线 编号	阴离子含量	移取阴离子标准使用溶液的体积					
		1	2	3	4	5	6
1	0.5 mg/kg~5 mg/kg	0.00 mL	0.10 mL	0.50 mL	1.00 mL	1.50 mL	2.00 mL
2	<0.5 mg/kg	0.00 μL	20.00 μL	40.00 μL	60.00 μL	80.00 μL	100.00 μL

7.6.4.2 试验

根据试样中所含阴离子含量不同，称取1.5 g~25 g试样，精确至0.000 2 g。缓慢置于已加入10 mL水的50 mL容量瓶中，摇动至试样与水混合均匀，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

将离子色谱仪调整至最佳工作状态（推荐的操作条件参见附录A），按仪器操作程序将工作曲线溶液和试验溶液等体积依次进样测定，以工作曲线溶液中被测阴离子浓度（μg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标绘制工作曲线。根据所测试验溶液的峰面积，从工作曲线上查得各阴离子的浓度（μg/L）。

同时做空白试验，除不加试样外，其他加入的试剂或材料量与试样完全相同，并与试样同时同样处理。

7.6.4.3 试验数据处理

阴离子含量以质量分数 w_3 计，数值以mg/kg表示，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times 0.05 \times 10^{-3}}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_x ——从工作曲线上查得的试验溶液中各阴离子的浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

ρ_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中各阴离子的浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

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绝对差值与算术平均值之比 UP-SS 级和 UP-SSS 级不大于 20%，其他级别不大于 10%。

7.7 阳离子含量的测定

7.7.1 原理

在电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）上采用标准加入法测定试样中的各阳离子含量。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 混合标准溶液 I：1 mL 溶液含阳离子 0.010 mg；

用移液管（枪）各移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的各阳离子标准溶液（Al、As、Ba、Be、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Ga、K、Li、Mg、Mn、Na、Ni、Pb、V、Zn），置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.7.2.2 混合标准溶液 II：1 mL 溶液含阳离子 0.010 mg；

用移液管（枪）各移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的各阳离子标准溶液（Sb、Sn），置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.7.2.3 混合标准溶液 III：1 mL 溶液含阳离子 0.010 mg；

用移液管（枪）各移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的各阳离子标准溶液（B、Ti），置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.7.2.4 水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m 的去离子水。

7.7.3 仪器设备

7.7.3.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）：配有耐氢氟酸的进样系统和铂锥。

7.7.3.2 容量瓶：容积为 100 mL，材质为四氟乙烯-全氟烷氧基乙烯基醚共聚物（PFA）。

7.7.3.3 移液枪及枪头：10 μL ~100 μL 和 100 μL ~1 000 μL 。

7.7.4 试验步骤

7.7.4.1 试验溶液的制备

根据试样中所含阳离子浓度的不同，称取 0.25 g~50 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 容量瓶中，加水至约 90 mL，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

7.7.4.2 工作曲线溶液的制备

7.7.4.2.1 混合标准使用溶液 I 的制备

用移液管（枪）各移取 1.00 mL 的混合标准溶液 I、混合标准溶液 II 和混合标准溶液 III，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液为混合标准使用溶液 I，现用现配。1 mL 溶液中含阳离子

0.10 μg。

7.7.4.2.2 混合标准使用溶液Ⅱ的制备

用移液管（枪）各移取 0.10 mL 的混合标准溶液Ⅰ、混合标准溶液Ⅱ和混合标准溶液Ⅲ，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液为混合标准使用溶液Ⅱ，现用现配。1 mL 溶液中含阳离子 0.01 μg。

7.7.4.2.3 工作曲线溶液的制备

用移液管移取 6 份 10 mL 试验溶液，分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，按表 4 的规定选择合适的工作曲线，再用适合的移液管（枪）准确移取规定量的混合标准使用溶液Ⅰ（或混合标准使用溶液Ⅱ），分别置于上述容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

表 4

工作曲线编号	阳离子含量	混合标准使用溶液编号	移取阳离子标准使用溶液的体积					
			1	2	3	4	5	6
1	10 μg/kg～ 300 μg/kg	I	0.00 mL	0.20 mL	0.40 mL	0.60 mL	0.80 mL	1.00 mL
2	<10 μg/kg	II	0.00 μL	25.00 μL	50.00 μL	100.0 μL	150.0 μL	200.0 μL

7.7.4.3 试验

按电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）操作规程打开仪器，待仪器处于稳定状态后，以水为空白，对工作曲线溶液进行测定，以各被测阳离子浓度为横坐标，对应的响应值为纵坐标绘制工作曲线。将曲线反向延长与横坐标相交，交点即为各被测阳离子的浓度（μg/L）。

7.7.5 试验数据处理

阳离子含量以质量分数 w_4 计，数值以μg/kg表示，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{\rho_x \times 0.1}{m \times (10/100) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ρ_x ——从工作曲线上查得的试验溶液中各被测阳离子浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

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绝对差值应符合表 5 的规定。

表 5

产品等级	阳离子名称	绝对差值/（μg/kg）
EL 级	砷	≤ 20
	铝、硼、钡、钙、铁、钾、镁、钠、钛	≤ 10
	镉、铬、铜、锂、锰、镍、铅、锑、锡、锌	≤ 5

UP 级	铝等 20 个阳离子	≤ 2
UP-S 级	铝等 24 个阳离子	≤ 0.2
UP-SS 级	铝等 24 个阳离子	≤ 0.03
UP-SSS 级	铝等 24 个阳离子	≤ 0.005

7.8 颗粒的测定

7.8.1 原理

试样溶液中的悬浮微粒（又称为尘埃粒子）通过液体粒子计数仪的光敏感区时，会产生光的散射现象，其散射光的强度与微粒粒径成一定比例关系，经分析、计算、比较后显示不同粒径和粒子的数量。

7.8.2 试剂或材料

水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m 的去离子水。

7.8.3 仪器设备

液体粒子计数仪：具有耐氢氟酸腐蚀的分析系统。

7.8.4 试验

量取一定量试样，静置 30 min 以上，按照颗粒计数仪的操作手册打开电源，测试时先用水清洗管路，再用试样清洗，然后抽取一定量的试样进入仪器分析，测出颗粒粒径和相对应的颗粒数。

8 检验规则

8.1 本文件要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一级别的工业高纯氢氟酸为一批。槽罐灌装时，每槽罐为一批。每批产品不超过 60 t。

8.3 采样应符合 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定。在洁净环境中使用专用的采样器进行采样，采样前先清洗采样器和采样瓶。将产品混匀后采取不少于 1000 mL 的样品，混合均匀，装入两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封保存。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名，产品名称，批号，等级、采样日期和采样者姓名，一瓶用于检验，另一瓶保存备查，保留时间由生产厂根据实际需要确定。

8.4 检验结果中如有指标不符合本文件要求时，应重新自包装物中采取两倍量样品进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品为不合格。

8.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

9 标志、标签

9.1 工业高纯氢氟酸包装物上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号以及 GB 190 规定的“毒性物质”标志、“腐蚀性物质”标志，和 GB/T 191—2008 规定的“向上”标志、“怕晒”标志。

9.2 每批出厂的工业高纯氢氟酸都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

10 包装、运输和贮存

10.1 工业高纯氢氟酸包装容器采用塑料容器或内衬塑料耐腐蚀材质的槽罐。塑料容器的壁厚应大于 3 mm，吹塑厚薄均匀，并应具有符合规定的防老化和抗冻性能及抗压、抗刺、抗磨功能。塑料容器不应以回收塑料作为制造原料。容器口应为小开口，螺纹口、盖、垫圈等封口件配套完好，容器盖应牢固旋紧、密封不漏。每件净含量为 4 L、20 L、200 L 和 1000 L，或根据用户要求协商确定净含量。

10.2 工业高纯氢氟酸在运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋。运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与碱类、活性金属粉末、玻璃制品等混装混运。运输时运输车辆应配备泄漏应急处理设备。

10.3 工业高纯氢氟酸应贮存于通风良好的库房里，防止日晒、雨淋。应与碱类、活性金属粉末、玻璃制品分开存放，切忌混储。贮存区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

附录A
(资料性附录)
推荐的离子色谱仪操作条件

推荐的离子色谱仪操作条件见表A.1。

表A.1 推荐的离子色谱仪操作条件

项 目	操作条件
抑制器电流/ mA	87
外加泵流速/ (mL/min)	0.55
进样体积/ μ L	1 000
柱温箱温度/ $^{\circ}$ C	30
淋洗液流速/ (mL/min)	1.0
流动相	30 mmol/L 氢氧化钾溶液 (用优级纯试剂或材料配制)
淋洗液	4.5 mmol/L 碳酸钠溶液和 1.4 mmol/L 碳酸氢钠溶液等体积混合 (用优级纯试剂或材料配制)