

ICS 71.060.30
G 11
备案号:41827—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4509—2013

工业高纯氢氟酸

High purity hydrofluoric acid for industrial use

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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

本标准起草单位：浙江凯恒电子材料有限公司、福建省邵武市永飞化工有限公司、鹰鹏集团/宣城亨泰化工科技有限公司、浙江蓝苏氟化有限公司、贵州省产品质量监督检验院、巨化集团技术中心、山东兴氟新材料有限公司、上海哈勃化学技术有限公司、多氟多化工股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：田志扬、赵晓亚、杜宏军、林益兴、施卫寅、钟宏波、周晓红、周鹏鹏、孙宏华、刘海霞、郭凤鑫。

工业高纯氢氟酸

1 范围

本标准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、运输和贮存及安全。

本标准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,仅所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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

3 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)

4 分级

工业高纯氢氟酸按用途分为四个等级。

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;

UP级:主要用于线宽为 $0.8\mu\text{m}$ ~ $1.2\mu\text{m}$ 集成电路的清洗与蚀刻;

UP-S级:主要用于线宽为 $0.2\mu\text{m}$ ~ $0.6\mu\text{m}$ 集成电路的清洗与蚀刻;

UP-SS级:主要用于线宽为 $0.09\mu\text{m}$ ~ $0.2\mu\text{m}$ 集成电路的清洗与蚀刻。

5 要求

5.1 外观:无色透明液体。

5.2 工业高纯氢氟酸按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

| 项 目 | | 指 标 | | | |
|---|------------------|----------|----------|----------|----------|
| | | EL 级 | UP 级 | UP-S 级 | UP-SS 级 |
| 总酸度(以 HF 计)w/% | | 49.0±0.5 | 49.0±0.5 | 49.0±0.5 | 49.0±0.5 |
| 氟硅酸(H ₂ SiF ₆)w/(mg/kg) | ≤ | 50 | 50 | 30 | 30 |
| 氯化物(以 Cl 计)w/(mg/kg) | ≤ | 5 | 5 | 0.2 | 0.05 |
| 硝酸盐(以 NO ₃ ⁻ 计)w/(mg/kg) | ≤ | 3 | 3 | 0.1 | 0.05 |
| 磷酸盐(以 PO ₄ ³⁻ 计)w/(mg/kg) | ≤ | 1 | 1 | 0.1 | 0.05 |
| 硫酸盐(以 SO ₄ ²⁻ 计)w/(mg/kg) | ≤ | 5 | 5 | 0.2 | 0.05 |
| 铝(Al)w/(μg/kg) | ≤ | 100 | 10 | 1 | 0.1 |
| 砷(As)w/(μg/kg) | ≤ | 200 | 10 | 1 | 0.1 |
| 硼(B)w/(μg/kg) | ≤ | 100 | 10 | 1 | 0.1 |
| 钡(Ba)w/(μg/kg) | ≤ | 100 | 10 | 1 | 0.1 |
| 钙(Ca)w/(μg/kg) | ≤ | 100 | 10 | 1 | 0.1 |
| 镉(Cd)w/(μg/kg) | ≤ | 50 | 10 | 1 | 0.1 |
| 铬(Cr)w/(μg/kg) | ≤ | 20 | 10 | 1 | 0.1 |
| 铜(Cu)w/(μg/kg) | ≤ | 20 | 10 | 1 | 0.1 |
| 铁(Fe)w/(μg/kg) | ≤ | 100 | 10 | 1 | 0.1 |
| 钾(K)w/(μg/kg) | ≤ | 100 | 10 | 1 | 0.1 |
| 锂(Li)w/(μg/kg) | ≤ | 20 | 10 | 1 | 0.1 |
| 镁(Mg)w/(μg/kg) | ≤ | 100 | 10 | 1 | 0.1 |
| 锰(Mn)w/(μg/kg) | ≤ | 50 | 10 | 1 | 0.1 |
| 钠(Na)w/(μg/kg) | ≤ | 100 | 10 | 1 | 0.1 |
| 镍(Ni)w/(μg/kg) | ≤ | 50 | 10 | 1 | 0.1 |
| 铅(Pb)w/(μg/kg) | ≤ | 50 | 10 | 1 | 0.1 |
| 钛(Ti)w/(μg/kg) | ≤ | 100 | 10 | 1 | 0.1 |
| 锑(Sb)w/(μg/kg) | ≤ | 50 | 10 | 1 | 0.1 |
| 锡(Sn)w/(μg/kg) | ≤ | 20 | 10 | 1 | 0.1 |
| 锌(Zn)w/(μg/kg) | ≤ | 50 | 10 | 1 | 0.1 |
| 颗粒 | (≥1.0 μm)/(个/mL) | ≤ | 25 | — | — |
| | (≥0.5 μm)/(个/mL) | ≤ | — | 25 | 5 |
| | (≥0.2 μm)/(个/mL) | ≤ | — | — | 20 |

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中所使用的部分试剂和样品具有腐蚀性,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。

6.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 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。

6.3 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。

6.4 总酸度的测定

6.4.1 方法提要

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。

6.4.2 试剂

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

6.4.2.2 酚酞指示液:10 g/L。

6.4.3 分析步骤

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。

6.4.4 结果计算

总酸度以氟化氢(HF)的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

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

式中:

V ——滴定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,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 ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——氟化氢(HF)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 %。

6.5 氟硅酸含量的测定

6.5.1 方法提要

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 795 nm 处测量蓝色络合物的吸光度。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 氯化钠溶液:10 g/L。

6.5.2.2 硫酸溶液:1+3,用优级纯试剂配制。

6.5.2.3 盐酸溶液:1+5。

6.5.2.4 硼酸溶液:40 g/L,用优级纯试剂配制。

6.5.2.5 草酸溶液:100 g/L。

6.5.2.6 钼酸铵溶液:100 g/L,当溶液出现沉淀时应重新配制。

6.5.2.7 还原液

6.5.2.7.1 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。

6.5.2.7.2 将 90 g 偏重亚硫酸钠溶于 900 mL 水中。

6.5.2.7.3 混合 6.5.2.7.1 和 6.5.2.7.2 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。

6.5.2.8 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 ℃ 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 ℃ 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。

6.5.2.9 氟硅酸标准使用溶液:1 mL 溶液含氟硅酸(H_2SiF_6)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 氟硅酸标准储备溶液(6.5.2.8),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.3 仪器、设备

6.5.3.1 分光光度计:配有 2 cm 比色皿。

6.5.3.2 铂皿:容积约 100 mL。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 工作曲线的绘制

在一系列 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 和 10.00 mL 氟硅酸标准使用溶液(6.5.2.9),加水至约 10 mL,加 10 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 795 nm 波长处,使用 2 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。

6.5.4.2 测定

在铂皿中加入 10 mL 氯化钠溶液,称量,加入 5 g~15 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 6.5.4.1 从“放置 15 min……”开始进行操作。

取 5 mL 水和 10 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)。

6.5.5 结果计算

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:

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

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不大于 10 mg/kg。

6.6 氯化物含量、硝酸盐含量、磷酸盐含量、硫酸盐含量的测定

6.6.1 方法提要

采用离子排斥原理,将氢氟酸中强电离的氟离子、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。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 氯化物标准溶液

6.6.2.1.1 氯化物标准储备溶液:1 mL 溶液含氯化物(Cl)0.10 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。

6.6.2.1.2 氯化物标准使用溶液:1 mL 溶液含氯化物(Cl)1.0 μg 。

用移液管(枪)移取 1 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 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期为 30 d。

6.6.2.2 硝酸盐标准溶液

6.6.2.2.1 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。

6.6.2.2.2 硝酸盐标准使用溶液:1 mL 溶液含硝酸盐(NO_3^-)1.0 μg 。

用移液管(枪)移取 1 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 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期为 30 d。

6.6.2.3 磷酸盐标准溶液

6.6.2.3.1 磷酸盐标准储备溶液:1 mL 溶液含磷酸盐(PO_4^{3-})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。

6.6.2.3.2 磷酸盐标准使用溶液:1 mL 溶液含磷酸盐(PO_4^{3-})1.0 μg 。

用移液管(枪)移取 1 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 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期为 30 d。

6.6.2.4 硫酸盐标准溶液

6.6.2.4.1 硫酸盐标准储备溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4^{2-})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。

6.6.2.4.2 硫酸盐标准使用溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4^{2-})1.0 μg 。

用移液管(枪)移取 1 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 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期为 30 d。

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

6.6.3 仪器、设备

6.6.3.1 离子色谱仪:具有耐氢氟酸腐蚀的分析系统。

6.6.3.1.1 离子色谱仪精密密度:RSD<3 %。

6.6.3.1.2 色谱柱:被检测阴离子的分离度 R 不能低于 1.3。

6.6.3.1.3 离子排斥柱。

6.6.3.1.4 离子捕获柱。

6.6.3.1.5 阴离子浓缩柱。

6.6.3.1.6 检测器:电导检测器,若能确认有同样功能的其他检测器也可使用。

6.6.3.1.7 抑制器:电化学自再生阴离子膜抑制器。

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

6.6.3.3 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)。

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 工作曲线溶液的制备

用适宜的移液管按表 2 的规定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,置于四个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

表 2 阴离子标准溶液移取量及工作曲线浓度范围

| 标准溶液名称 | 容量瓶编号 | 移取阴离子标准溶液的体积/mL | | | |
|-----------|-------|-----------------|------|-------|-------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 |
| 氯化物标准使用溶液 | | 0.50 | 1.00 | 5.00 | 10.00 |
| 硝酸盐标准使用溶液 | | 0.50 | 1.00 | 5.00 | 10.00 |
| 磷酸盐标准使用溶液 | | 1.00 | 5.00 | 10.00 | 20.00 |
| 硫酸盐标准使用溶液 | | 1.00 | 5.00 | 10.00 | 20.00 |
| 工作曲线名称 | | 工作曲线浓度范围/(μg/L) | | | |
| 氯化物及硝酸盐 | | 5.0 | 10.0 | 50.0 | 100.0 |
| 磷酸盐及硫酸盐 | | 10.0 | 50.0 | 100.0 | 200.0 |

6.6.4.2 测定

根据试样中所含阴离子含量的不同,称取 1 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。

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

6.6.4.3 结果计算

阴离子含量的质量分数以 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与算术平均值之比 UP-SS 级不大于 20 %,其他级别不大于 10 %。

6.7 阳离子含量的测定

6.7.1 方法提要

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。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 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、Ca、Cd、Cr、Cu、Fe、K、Li、Mg、Mn、Na、Ni、Pb、Zn),置于同一 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.2.2 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。

6.7.2.3 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。

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

6.7.3 仪器、设备

6.7.3.1 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。

6.7.3.2 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)。

6.7.3.3 移液枪及枪头:10 μ L~100 μ L 和 100 μ L~1 000 μ L。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 试验溶液的制备

根据试样中所含阳离子浓度的不同,称取 0.3 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。

6.7.4.2 工作曲线溶液的制备

用移液管(枪)各移取 0.5 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,现用现配。1 mL 溶液中含阳离子 0.05 μ g。

用移液管移取四份 10 mL 试验溶液,分别置于四个 100 mL 容量瓶中,再用适合的移液管(枪)准确移取 0.00 mL、0.20 mL、0.60 mL、1.20 mL 混合标准使用溶液,分别置于上述容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.4.3 测定

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(μ g/L)。

6.7.5 结果计算

阳离子含量以质量分数 w_4 计,数值以 μ g/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(μ 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 级不大于 30 %,其他级别不大于 10 %。

6.8 颗粒的测定

6.8.1 方法提要

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。

6.8.2 试剂

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

6.8.3 仪器、设备

液体粒子计数仪:具有耐氢氟酸腐蚀的分析系统。

6.8.4 测定

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。

7 检验规则

7.1 本标准要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 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。

7.3 按照 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行采样。在洁净环境中使用专用的采样器进行采样,将采样器插至包装容器的底部提取样品,所取样品不应少于 500 mL,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。

7.4 使用单位按照本标准的规定对收到的工业高纯氢氟酸进行验收。验收应在货到之日算起的一个月内进行。

7.5 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,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标准要求时,则整批产品为不合格。

7.6 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。

8 标志、标签

8.1 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,本标准编号以及 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。

8.2 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,产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输和贮存

9.1 工业高纯氢氟酸采用塑料容器包装。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 200 kg,或根据用户要求协商确定净含量。

9.2 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。

9.3 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,切忌混贮。贮存区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

10 安全

10.1 氢氟酸是腐蚀性溶液,其蒸气有刺激性并有毒,对皮肤和眼睛有强烈腐蚀作用,能产生严重的灼伤。工作场所应配备安全淋浴和洗眼设备。

10.2 取用时必须在通风良好的场所或通风橱内进行。操作人员应穿戴好大小合适的防护用具。

10.3 氢氟酸不应直接接触皮肤,如果接触或怀疑接触了氢氟酸时,需用大量水冲洗并立即治疗。

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(用优级纯试剂配制) |

BZ002103208



中华人民共和国

化工行业标准

工业高纯氢氟酸

HG/T 4509 2013

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数21千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1618

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:12.00元

版权所有 违者必究