



中华人民共和国国家标准

GB/T 30901—XXXX

代替 GB/T 30901—2014

高纯氟化铵溶液

High purity ammonium fluoride solution

(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

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。

本文件代替 GB/T 30901—2014《高纯氟化铵溶液》，与 GB/T 30901—2014 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EL级、UP级和Up-SSS级产品规格和指标要求（见第5章和6.2）；
- b) 更改了UP-SS级氟硅酸铵含量指标要求（见6.2，2014年版的5.2）；
- c) 增加了银、金、铋等14个阳离子项目（见6.2）；
- d) 更改了氟化铵含量测定方法为电位滴定法（见7.3，2014年版的6.3）；
- e) 更改了氟硅酸铵含量测定方法中工作曲线的制备步骤（见7.4.4.1，2014年版的6.4.4.1）；
- f) 更改了氯化物等阴离子含量测定方法中工作曲线的制备步骤（见7.7.4.1，2014年版的6.7.4.1）；
- g) 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7.8.4.2，2014年版的6.8.4.2）；
- h) 更改了包装容器净含量要求，包装容器增加了槽罐（见10.1，2014年版的9.1）；
- i) 删除了安全条款（见2014年版的第10章）；
- j) 增加了ICP-MS法测定氟硅酸铵含量（见附录A）。

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（SAC/TC63）归口。

本标准起草单位：。

本标准主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2014年首次发布，本次为第一次修订。

高纯氟化铵溶液

1 范围

本标准规定了高纯氟化铵溶液的分级、要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输、贮存。

本标准适用于高纯氟化铵溶液。该产品主要应用于集成电路和超大规模集成电路芯片的清洗、蚀刻等行业。

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 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

GB/T 23769—2009 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

GB/T 23770—2009 液体无机化工产品 色度测定通用方法

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：NH₄F

相对分子质量：37.04（按 2022 年国际相对原子质量）

5 分级

高纯氟化铵溶液按用途分为 3 个等级：

- a) EL 级：主要用于太阳能光伏电池及液晶显示器件等的制造；
- b) UP 级：主要用于线宽为 0.8 μm~1.2 μm 集成电路的清洗与蚀刻；
- c) UP-S 级：主要用于线宽为 0.2 μm 以上集成电路的清洗与蚀刻；
- d) UP-SS 级：主要用于线宽为 0.09 μm~0.2 μm 集成电路的清洗与蚀刻；
- e) UP-SSS 级：主要用于线宽小于 0.09 μm 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 高纯氟化铵溶液按本标准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
氟化铵 (NH ₄ F) w/%	40.0±1.0				
氟硅酸铵[(NH ₄) ₂ SiF ₆] / (mg/kg) ≤	—	—	10	5	1
色度/ Hazen ≤	10	10	10	10	5
pH (10g/L 溶液, 25℃)	6.0~7.5				
氯化物 (以 Cl 计) / (mg/kg) ≤	5	5	0.2	0.05	0.01
硝酸盐 (以 NO ₃ 计) / (mg/kg) ≤	3	3	0.1	0.05	0.01
磷酸盐 (以 PO ₄ 计) / (mg/kg) ≤	1	1	0.1	0.05	0.01
硫酸盐 (以 SO ₄ 计) / (mg/kg) ≤	5	5	0.2	0.05	0.01
银 (Ag) / (μg/kg) ≤	—	10	1	0.1	0.02
铝 (Al) / (μg/kg) ≤	100	10	1	0.1	0.02
砷 (As) / (μg/kg) ≤	300	10	1	0.1	0.02
金 (Au) / (μg/kg) ≤	—	10	1	0.1	0.02
硼 (B) / (μg/kg) ≤	100	10	1	0.1	0.02
钡 (Ba) / (μg/kg) ≤	100	10	1	0.1	0.02
铍 (Be) / (μg/kg) ≤	—	—	1	0.1	0.02
铋 (Bi) / (μg/kg) ≤	—	10	1	0.1	0.02
钙 (Ca) / (μg/kg) ≤	100	10	1	0.1	0.02
镉 (Cd) / (μg/kg) ≤	50	10	1	0.1	0.02
钴 (Co) / (μg/kg) ≤	—	—	1	0.1	0.02

表 1（续）

项 目		指 标				
		EL 级	UP 级	UP-S 级	UP-SS 级	UP-SSS 级
铬（Cr） /（μg/kg）	≤	20	10	1	0.1	0.02
铜（Cu） /（μg/kg）	≤	20	10	1	0.1	0.02
铁（Fe） /（μg/kg）	≤	100	10	1	0.1	0.02
镓（Ga） /（μg/kg）	≤	—	—	1	0.1	0.02
锗（Ge） /（μg/kg）	≤	—	10	1	0.1	0.02
钾（K） /（μg/kg）	≤	100	10	1	0.1	0.02
锂（Li） /（μg/kg）	≤	20	10	1	0.1	0.02
镁（Mg） /（μg/kg）	≤	100	10	1	0.1	0.02
锰（Mn） /（μg/kg）	≤	50	10	1	0.1	0.02
钼（Mo） /（μg/kg）	≤	—	10	1	0.1	0.02
钠（Na） /（μg/kg）	≤	100	10	1	0.1	0.02
铌（Nb） /（μg/kg）	≤	—	—	1	0.1	0.02
镍（Ni） /（μg/kg）	≤	50	10	1	0.1	0.02
铅（Pb） /（μg/kg）	≤	50	10	1	0.1	0.02
钯（Pd） /（μg/kg）	≤	—	10	1	0.1	0.02
锑（Sb） /（μg/kg）	≤	50	10	1	0.1	0.02
锡（Sn） /（μg/kg）	≤	20	10	1	0.1	0.02
锶（Sr） /（μg/kg）	≤	—	10	1	0.1	0.02
钽（Ta） /（μg/kg）	≤	—	10	1	0.1	0.02
钛（Ti） /（μg/kg）	≤	100	10	1	0.1	0.02
铊（Tl） /（μg/kg）	≤	—	10	1	0.1	0.02
钒（V） /（μg/kg）	≤	—	—	1	0.1	0.02
锌（Zn） /（μg/kg）	≤	50	10	1	0.1	0.02
锆（Zr） /（μg/kg）	≤	—	10	1	0.1	0.02
颗粒	（≥1.0 μm） /（个/mL）	≤	25	—	—	—
	（≥0.5μm） /（个/mL）	≤	—	25	5	—
	（≥0.2μm） /（个/mL）	≤	—	—	—	10
	（≥0.1μm） /（个/mL）	≤	—	—	—	50

7 试验方法

警告:本试验方法中所使用的部分试剂或材料具有腐蚀性，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。

7.1 一般规定

本标准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。

7.2 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。

7.3 氟化铵含量的测定

7.3.1 原理

使用电位滴定法测定氟化铵含量，电极与试样溶液组成一个工作电池，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。在滴定终点附近，氢离子 (H^+) 浓度发生突变，引起电极电位的突跃，根据突跃确定滴定终点。

7.3.2 试剂和材料

氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 1.0 \text{ mol/L}$ 。

7.3.3 仪器设备

自动电位滴定仪：配有复合 pH 电极。

7.3.4 试验步骤

在带盖的 150 mL 塑料烧杯中加入约 60 mL 水，称量，用塑料管加入 2 g~3 g 试样，再称量，2 次称量均精确至 0.000 2 g，差减计算所称取试样的质量。用水冲洗烧杯壁加水至 70 mL~80 mL。将烧杯置于自动电位滴定仪的滴定台上，打开塑料烧杯盖子，将电极和滴定头下移浸入液面以下。按仪器操作要求将自动电位滴定仪调试至最佳工作状态，开启搅拌并用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定，记录每个滴定终点消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

滴定终点的情况见图 1 所示，分为以下 2 种：

a) 如图 1 a)所示，出现 2 个滴定终点时，分别记录第 1 滴定终点消耗的体积 (V_1) 和第 2 滴定终点消耗的体积 (V_2)；

b) 如图 1 b)所示，只出现 1 个滴定终点时，记录这个滴定终点消耗的体积 (V)。

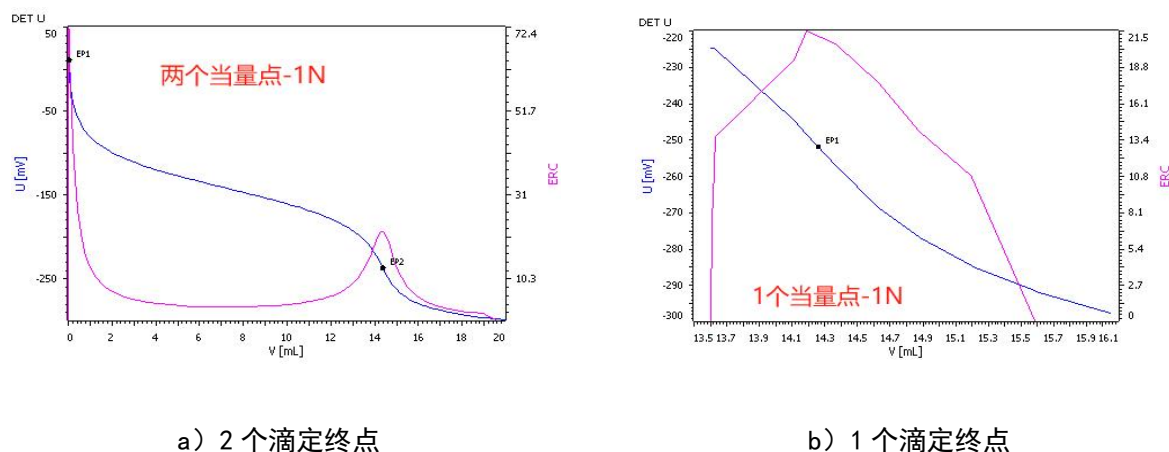


图1 滴定终点情况示意

7.3.5 试验数据处理

7.3.5.1 出现2个滴定终点时氟化铵含量的计算

氟化铵含量以氟化铵 (NH_4F) 的质量分数 w_1 计, 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{[(V_1 - V_2)/1000]cM}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

V_1 ——第1滴定终点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);

V_2 ——第2滴定终点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 ——氟化铵 (NH_4F) 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=37.04$)。

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 0.1%。

7.3.5.2 出现1个滴定终点时氟化铵含量的计算

氟化铵含量以氟化铵 (NH_4F) 的质量分数 w_1 计, 按公式 (2) 计算:

$$w_1 = \frac{(V/1000)cM}{m} \times 100\% \quad (2)$$

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 ——氟化铵 (NH_4F) 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=37.04$)。

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 0.1%。

7.4 氟硅酸铵含量的测定

7.4.1 原理

在弱酸性介质中，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 815 nm 处测量蓝色络合物的吸光度。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 硫酸溶液：1+3，用优级纯试剂或材料配制。

7.4.2.2 钼酸铵溶液：100 g/L，当溶液出现沉淀时应重新配制。

7.4.2.3 草酸溶液：100 g/L。

7.4.2.4 氯化亚锡盐酸溶液：20 g/L。

7.4.2.5 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。

7.4.2.6 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 7.4.2.7），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.4.2.7 水：符合 GB/T 6682 的一级水。

7.4.2.8 饱和 2,4-二硝基酚指示液。

7.4.3 仪器设备

分光光度计：配有 5 cm 比色皿。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 氟硅酸标准使用溶液，分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液，滴加硫酸溶液至溶液黄色刚刚消失，用水稀释至约 10 mL，加 4.5 mL 硫酸溶液。加 2 mL 钼酸铵溶液，放置 20 min。加 5 mL 草酸溶液，放置 5 min。加 0.2 mL 氯化亚锡盐酸溶液，摇匀。用水稀释至刻度，摇匀。使用分光光度计，于 815 nm 波长下，使用 5 cm 比色皿，以水调零，测量其吸光度。

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

7.4.4.2 试验

称取 1.5 g~25 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 50 mL 容量瓶中（取消了硼酸溶液），以下按 7.4.4.1 从“加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液……”开始，至“……以水调零，测量其吸光度”为止。同时制备空白试验溶液，与试样同时同样处理。

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

当氟硅酸铵含量小于 0.05 mg/kg 时，由供需双方协商一致，可使用推荐的电感耦合等离子体质谱

法（ICP-MS 法）进行测定，测定方法见附录 A。

7.4.5 试验数据处理

氟硅酸铵含量以氟硅酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6]$ 的质量分数 w_2 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.236}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

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

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

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

1.236——氟硅酸换算为氟硅酸铵的系数。

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2 mg/kg，UP-SS级不大于1 mg/kg，UP-SSS级不大于0.2 mg/kg。

7.5 色度的测定

7.5.1 原理

同 GB/T 23770—2009 的第 4 章。

7.5.2 试剂或材料

同 GB/T 23770—2009 的第 7 章。

7.5.3 仪器设置

比色管：容积 50 mL，一套比色管的玻璃颜色和刻线高度应相同。

7.5.4 试验步骤

7.5.5 铂-钴标准溶液的制备

用移液管吸取 1 mL 500 黑曾单位铂-钴标准溶液，置于 50 mL 比色管中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为 10 黑曾单位铂-钴标准溶液。

用移液管吸取 0.5 mL 500 黑曾单位铂-钴标准溶液，置于 50 mL 比色管中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为 5 黑曾单位铂-钴标准溶液。

7.5.6 试验

将试样转移至比色管中至刻度，摇匀。试样溶液比色管与标准溶液比色管置于白色背景下，打开比色管塞，沿比色管轴线方向用目测比较。

如果试样所呈色度深于标准溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

7.6 pH 的测定

7.6.1 原理

同 GB/T 23769—2009 的第 3 章。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 无二氧化碳的水。

7.6.2.2 其他试剂或材料同 GB/T 23769—2009 的第 6 章。

7.6.3 仪器设备

7.6.3.1 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）。

7.6.3.2 其他仪器同 GB/T 23769—2009 的第 7 章。

7.6.4 试验步骤

称取 $2.50\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。将溶液转移到塑料烧杯中，把电极浸没到溶液中稳定 1 min~2 min 后读数。

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 0.1。

7.7 氯化物含量、硝酸盐含量、磷酸盐含量、硫酸盐含量的测定

7.7.1 原理

采用离子排斥原理，将氟化铵中氟离子与氯、硝酸根、磷酸根和硫酸根离子分离，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，用电导检测器进行检测，以外标法计算出被测阴离子的含量。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 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。

7.7.2.2 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。

7.7.2.3 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。

7.7.2.4 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。

7.7.2.5 阴离子混合标准使用溶液：1 mL 溶液含氯化物（以 Cl 计）、硝酸盐(NO_3)、磷酸盐(PO_4)和硫酸盐(SO_4)各 10 μg 。用移液管（枪）移取氯化物标准储备溶液、硝酸盐标准储备溶液、磷酸盐标准储备溶液和硫酸盐标准储备溶液各 10 mL，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.7.2.6 水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m（相当于不小于 18.2 MΩ·cm）的去离子水。

7.7.3 仪器设备

7.7.3.1 离子色谱仪：具有耐氟化物腐蚀的分析系统，并符合以下要求：

- a) 离子色谱仪精密度：RSD<3 %；
- b) 色谱柱：被检测阴离子的分离度 R 不能低于 1.3；
- c) 离子排斥柱；
- d) 离子捕获柱；
- e) 阴离子浓缩柱；
- f) 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；
- g) 抑制器：电化学自再生阴离子膜抑制器。

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

7.7.3.3 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）。

7.7.4 试验步骤

7.7.4.1 工作曲线溶液的制备

用适宜的移液管按表2的规定分别移取阴离子混合标准使用溶液（见7.7.2.5），置于4个100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

表2

工作曲线 编号	产品等级编号	移取阴离子混合标准使用溶液的体积			
		1	2	3	4
1	EL、UP	0.5 mL	1.0 mL	1.5 mL	2.0 mL
2	UP-S	0.1 mL	0.2 mL	0.4 mL	0.6 mL
3	UP-SS、UP-SSS	20.0 μL	40.0 μL	80.0 μL	100.0 μL

7.7.4.2 试验

根据试样中所含阴离子的含量不同，称取1.0 g~25 g试样，精确至0.000 2 g。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B），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的质量浓度（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，在工作曲线上查得各阴离子的质量浓度（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。

7.7.4.3 试验数据处理

阴离子含量的质量分数以 w_3 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times 0.05 \times 10^{-3}}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

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

ρ_0 ——从工作曲线上查得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 ——试样质量的数值，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 %。

7.8 银、铝等 35 项阳离子含量的测定

7.8.1 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各阳离子含量。

7.8.2 试剂或材料

7.8.2.1 混合标准溶液I：1 mL 溶液含阳离子 0.010 mg。将市售或按 HG/T 3696.2 配制的各阳离子标准溶液（Ag、Al、As、Ba、Be、Bi、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Ga、K、Li、Mg、Mn、Na、Ni、Pb、Sr、Tl、V、Zn）用水准确稀释进行配制。

7.8.2.2 混合标准溶液II：1 mL 溶液含阳离子 0.010 mg。将市售或按 HG/T 3696.2 配制的各阳离子标准溶液（Au、Pd、Sb、Sn）用水准确稀释进行配制。

7.8.2.3 混合标准溶液III：1 mL 溶液含阳离子 0.010 mg。将市售或按 HG/T 3696.2 配制的各阳离子标准溶液（B、Ge、Mo、Nb、Ta、Ti、Zr）用水准确稀释进行配制。

7.8.2.4 水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m（相当于不小于 18.2 M Ω ·cm）的去离子水。

7.8.3 仪器设备

7.8.3.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）：配有耐氟化物腐蚀的进样系统和铂锥。

7.8.3.2 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）。

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

7.8.4 试验步骤

7.8.4.1 试验溶液的制备

称取约 50 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.8.4.2 工作曲线溶液的制备

7.8.4.2.1 混合标准使用溶液 I 的制备

用移液管（枪）各移取 10.00 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 1 μg。

7.8.4.2.2 混合标准使用溶液Ⅱ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Ⅱ，现用现配。1 mL 溶液中含阳离子 0.10 μg。

7.8.4.2.3 混合标准使用溶液Ⅲ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Ⅲ，现用现配。1 mL 溶液中含阳离子 0.01 μg。

7.8.4.2.4 工作曲线溶液的制备

用移液管移取 4 份 10 mL 试验溶液，分别置于 4 个已预先加入约 50 mL 水的 100 mL 容量瓶中，按表 3 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、混合标准使用溶液Ⅲ），分别置于上述容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

表 3

工作曲线 编号	产品等级编号	混合标准 使用溶液编号	移取混合标准使用溶液的体积			
			1	2	3	4
1	EL	I	0 μL	50.0 μL	100.0 μL	200.0 μL
2	UP、UP-S	II	0 μL	50.0 μL	100.0 μL	200.0 μL
3	UP-SS	III	0 μL	50.0 μL	100.0 μL	200.0 μL

7.8.4.3 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，以被测各阳离子质量浓度（μg/L）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质量浓度（μg/L）。

7.8.5 试验数据处理

阳离子含量以质量分数 w_4 计，数值以微克每千克（μg/kg）表示，按公式（5）计算：

$$w_4 = \frac{\rho_x \times 0.1}{m \times (10/100) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (5)$$

式中：
 ρ_x ——由工作曲线上查得的所取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 4 的规定。

表 4

产品等级编号	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	银、铝等 30 个阳离子	≤ 2
UP-S 级	银、铝等 35 个阳离子	≤ 0.2
UP-SS 级	银、铝等 35 个阳离子	≤ 0.03
UP-SSS 级	银、铝等 35 个阳离子	≤ 0.005

7.9 颗粒的测定

7.9.1 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。

7.9.2 试剂或材料

水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m（相当于不小于 18.2 MΩ·cm）的去离子水。

7.9.3 仪器

液体粒子计数仪：具有耐氟化物腐蚀的分析系统。

7.9.4 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 第 6 章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高纯氟化铵溶液为一批。每批产品的数量不超过成品槽的最大储存量。

8.3 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，采样前先清洗采样器和采样瓶。将产品混匀后采样，分装于清洁、干燥的塑料瓶中，密封保存。所取样品不少于 2 瓶，每瓶不少于 500 mL。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，一瓶保存备查，其他瓶用于检验，保留时间由生产厂根据实际需要确定。

8.4 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。

8.5 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。

9 标志和随行文件

9.1 高纯氟化铵溶液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、本标准编号和 GB/T 191—2008 规定的“向上”标志。

9.2 每批出厂的高纯氟化铵溶液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。

10 包装、运输和贮存

10.1 高纯氟化铵溶液采用塑料容器包装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。包装物规格为 4 L、20 L、200 L、1000 L 等，或根据用户要求协商确定净含量。

10.2 高纯氟化铵溶液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 高纯氟化铵溶液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)

ICP-MS法测定氟硅酸铵含量

A.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氟硅酸含量。

A.2 试剂或材料

A.2.1 硅标准溶液：1 mL溶液含硅 (Si) 0.010 mg。将市售或按HG/T 3696.2配制的硅 (Si) 标准溶液，用水准确稀释进行配制。

A.2.2 水：电导率 (25℃) 不大于0.005 5 mS/m (相当于不小于18.2 MΩ·cm) 的去离子水。

A.3 仪器设备

A.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。

A.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)。

A.3.3 移液枪及枪头：10 μL~100 μL和100 μL~1000 μL。

A.4 试验步骤

A.4.1 试验溶液的制备

称取约 50 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.4.2 硅标准使用溶液的制备

用移液管 (枪) 移取 10.0 mL 的硅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。1 mL 溶液中含硅 (Si) 0.001 mg。

A.4.3 工作曲线溶液的制备

用移液管移取 4 份 10 mL 试验溶液 (见 A.4.1)，分别置于 4 个 100 mL 容量瓶中，用适合的移液管 (枪) 准确移取 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL 硅标准使用溶液 (见 A.4.2)，置于上述容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.4.4 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，以硅的质量浓度为横坐标，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，交点即为硅的质量浓度 (mg/L)。

A.5 试验数据处理

氟硅酸铵含量以氟硅酸铵[(NH₄)₂SiF₆]的质量分数 w_2 计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按公式 (A.1) 计算：

$$w_2 = \frac{\rho \times 0.1 \times 6.343}{m \times (10/100) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

ρ ——从工作曲线上查得试验溶液中硅的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

6.343——硅换算为氟硅酸铵的系数；

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 0.01 mg/kg。

附录B
(资料性)
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B.1和表B.2。

表B. 1

项 目	参考操作条件一
抑制器电流	87 mA
外加泵流速	0.55 mL/min
进样量	1 000 μL
柱温	30 ℃
淋洗液流速	1.0 mL/min
淋洗液 I	30 mmol/L 氢氧化钾溶液（可根据分离度要求调整氢氧化钾浓度，或使用梯度洗脱）
淋洗液 II	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）

表B. 2

项 目		参考操作条件二
排斥柱	色谱柱填料	具有磺酸基团的聚苯乙烯/二乙烯基苯共聚物
	淋洗液	水
	淋洗液流速	0.7 mL/min
	柱温	室温
分离柱	色谱柱填料	具有季铵基官能团的聚乙烯醇
	淋洗液	3.2 mmol/L 碳酸钠+1.0 mmol/L 碳酸氢钠（用优级纯试剂配制）
	淋洗液流速	0.7 mL/min
	柱温	45 ℃
进样量		250 μL
抑制器		连续自动再生抑制器