



中华人民共和国国家标准

GB/T 30901—2014

高纯氟化铵溶液

High purity ammonium fluoride solution for industrial use

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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/TC 63/SC 1)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、巨化集团技术中心、山东兴氟新材料有限公司、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、万群平、林益兴、张红英、周鹏鹏、郭凤鑫、王芳。

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、标签、包装、运输、贮存和安全。

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/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 分子式和相对分子质量

分子式: NH_4F 。

相对分子质量:37.04(按 2011 年国际相对原子质量)。

4 分级

高纯氟化铵溶液按用途分为两个等级:

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

——UP-SS 级:主要用于线宽为 $0.09\ \mu\text{m}\sim 0.2\ \mu\text{m}$ 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 高纯氟化铵溶液按本标准规定的试验方法检测并应符合表 1 技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标	
		UP-S 级	UP-SS 级
氟化铵(NH ₄ F) $w/\%$		40.0±1.0	40.0±1.0
氟硅酸铵[(NH ₄) ₂ SiF ₆] $w/(\text{mg/kg})$	≤	10	10
色度/Hazen	≤	10	10
pH(10 g/L 溶液, 25 ℃)		6.0~7.5	6.0~7.5
氯化物(以 Cl 计) $w/(\text{mg/kg})$	≤	3	0.2
硝酸盐(以 NO ₃ 计) $w/(\text{mg/kg})$	≤	3	0.1
磷酸盐(以 PO ₄ 计) $w/(\text{mg/kg})$	≤	1	0.1
硫酸盐(以 SO ₄ 计) $w/(\text{mg/kg})$	≤	3	0.2
铝(Al) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
砷(As) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
硼(B) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
钡(Ba) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
钙(Ca) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
镉(Cd) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
铬(Cr) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
铜(Cu) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
铁(Fe) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
钾(K) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
锂(Li) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
镁(Mg) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
锰(Mn) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
钠(Na) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
镍(Ni) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
铅(Pb) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
锑(Sb) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
锡(Sn) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
钛(Ti) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
钒(V) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
锌(Zn) $w/(\mu\text{g/kg})$	≤	1	0.1
颗粒/(个/mL)	≥0.5 μm	≤	10
	≥0.2 μm	≤	—
		—	10

6 试验方法

警告:本试验方法中所使用的部分试剂具有腐蚀性,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。

6.1 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。

6.2 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。

6.3 氟化铵含量的测定

6.3.1 方法提要

试样中加甲醛与铵离子反应生成六次甲基四胺,并释放出酸,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

6.3.2 试剂

6.3.2.1 中性甲醛溶液:1+1,等体积的甲醛和水混合,加 2 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至淡粉色。

6.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) \approx 0.5 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

6.3.3 分析步骤

称取约 1.3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于塑料杯中,加 20 mL 水,加 40 mL 中性甲醛溶液,摇匀,放置 30 min。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 30 s 不褪色即为终点。

6.3.4 结果计算

氟化铵含量以氟化铵(NH_4F)的质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液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 ——氟化铵(NH_4F)摩尔质量的数值($M=37.04$),单位为克每摩尔(g/mol)。

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%。

6.4 氟硅酸铵含量的测定

6.4.1 方法提要

在试样溶液中加入硼酸与氟离子络合消除氟的干扰,再加入钼酸铵与硅酸定量反应,生成硅钼杂多酸(硅钼黄),在草酸存在下,加入氯化亚锡将硅钼黄还原为硅钼蓝,用分光光度计进行测定。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 硼酸溶液:40 g/L,用优级纯试剂配制。

6.4.2.2 硫酸溶液:1+3,用优级纯试剂配制。

6.4.2.3 钼酸铵溶液:100 g/L,当溶液出现沉淀时应重新配制。

6.4.2.4 草酸溶液:100 g/L。

6.4.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:20 g/L。

6.4.2.6 二氧化硅标准溶液:1 mL 溶液含二氧化硅(SiO_2)0.02 mg,用移液管移取 2 mL 按 HG/T 3696.2 配制的二氧化硅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.4.2.7 饱和 2,4-二硝基酚指示液。

6.4.3 仪器、设备

分光光度计:配有 1 cm 比色皿。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 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、5.00 mL 二氧化硅标准溶液,分别置于七个 50 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 795 nm 波长下,使用 1 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,以二氧化硅质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.4.4.2 测定

称取 2.5 g~5.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于塑料烧杯中,加 20 mL 硼酸溶液,摇匀放置 5 min。转移至 50 mL 容量瓶中,以下按 6.4.4.1 从“加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液……”开始,至“……测量其吸光度”为止。

取 20 mL 硼酸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,从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中二氧化硅的质量。

6.4.5 结果计算

氟硅酸铵含量以氟硅酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6]$ 的质量分数 w_3 计,数值以 mg/kg 表示,按式(2)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 2.965}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中二氧化硅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中二氧化硅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

2.965——二氧化硅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不大于 3 mg/kg。

6.5 色度的测定

6.5.1 方法提要

同 GB/T 23770—2009 第 4 章。

6.5.2 试剂

同 GB/T 23770—2009 第 7 章。

6.5.3 仪器、设备

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。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 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。

6.5.4.2 测定

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,沿比色管轴线方向用目测比较,试样溶液所产生的色度不应大于标准溶液所产生的色度。

6.6 pH 的测定

6.6.1 方法提要

同 GB/T 23769—2009 第 3 章。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 无二氧化碳的水。

6.6.2.2 其他试剂同 GB/T 23769—2009 第 6 章。

6.6.3 仪器、设备

6.6.3.1 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)。

6.6.3.2 其他仪器同 GB/T 23769—2009 第 7 章。

6.6.4 分析步骤

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。

6.7 氯化物含量、硝酸盐含量、磷酸盐含量、硫酸盐含量的测定

6.7.1 方法提要

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。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 氯化物标准溶液

6.7.2.1.1 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。

6.7.2.1.2 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。

6.7.2.2 硝酸盐标准溶液

6.7.2.2.1 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。

6.7.2.2.2 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。

6.7.2.3 磷酸盐标准溶液

6.7.2.3.1 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。

6.7.2.3.2 磷酸盐标准使用溶液:1 mL 溶液含磷酸盐(PO_4)1.0 μg ,用移液管移取 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。

6.7.2.4 硫酸盐标准溶液

6.7.2.4.1 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。

6.7.2.4.2 硫酸盐标准使用溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)1.0 μg ,用移液管移取 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。

6.7.2.5 水

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

6.7.3 仪器、设备

6.7.3.1 离子色谱仪:具有耐氟化物腐蚀的分析系统。应具备以下功能:

- 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他检测器也可使用;
- g) 抑制器:电化学自再生阴离子膜抑制器。

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

6.7.3.3 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)。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 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。工作曲线的浓度范围见表 3。

表 2 阴离子标准溶液移取量

标准溶液名称	移取阴离子标准溶液的体积/mL			
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

表 3 工作曲线浓度范围

工作曲线名称	工作曲线浓度范围/($\mu\text{g/L}$)			
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

6.7.4.2 测定

根据试样中所含阴离子的含量不同,称取 10 g~25 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于已加入 10 mL 水的 50 mL(V)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,在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。

6.7.5 结果计算

阴离子含量的质量分数以 w_4 计,数值以 mg/kg 表示,按式(3)计算:

$$w_4 = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times V \times 10^{-3}}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (3)$$

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($\mu\text{g/L}$);

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($\mu\text{g/L}$);

V ——6.7.4.2 中配制试验溶液的体积的数值,单位为升(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不大于 20%。

6.8 阳离子含量的测定

6.8.1 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。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 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。

6.8.2.2 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。

6.8.2.3 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、V),置于同一100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

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

6.8.3 仪器、设备

6.8.3.1 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。

6.8.3.2 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)。

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

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 试验溶液的制备

称取约20 g试样,精确至0.000 2 g,置于100 mL(V_3)容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.4.2 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 μg。

用移液管移取四份10 mL(V_2)试验溶液,分别置于四个100 mL(V_1)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。

6.8.4.3 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,以被测各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)。

6.8.5 结果计算

阳离子含量以质量分数 w_5 计,数值以μg/kg表示,按式(4)计算:

$$w_5 = \frac{\rho_x \times V_1}{m \times (V_2/V_3) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (4)$$

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($\mu\text{g/L}$)；

V_1 ——配制工作曲线溶液的体积的数值，单位为升(L)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)；

V_2 ——移取试验溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_3 ——6.8.4.1 中配制试验溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)。

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不大于 30%。

6.9 颗粒的测定

6.9.1 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。

6.9.2 试剂

水：电导率(25℃)不大于 0.005 5 mS/m 的去离子水。

6.9.3 仪器

液体粒子计数仪：具有耐氟化物腐蚀的分析系统。

6.9.4 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 要求中规定的所有指标项目均为出厂检验项目，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高纯氟化铵溶液为一批。槽罐灌装时，每槽罐为一批。每批产品不超过 40 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 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。

7.5 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。

8 标志、标签

8.1 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、“怕晒”标志。

8.2 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。

9 包装、运输和贮存

9.1 高纯氟化铵溶液采用塑料容器包装。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 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。

9.3 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。

10 安全

10.1 氟化铵溶液遇酸分解放出腐蚀性的氟化氢,遇碱放出有刺激性的氨,受热分解放出氨和氟化氢气体。生产过程宜密闭操作,加强通风。工作场所应配备安全淋浴和洗眼设备。

10.2 氟化铵溶液对皮肤、黏膜有刺激性。与皮肤接触会产生灼伤,吸入对呼吸道产生刺激。操作人员应穿戴好大小合适的防护用具。

10.3 氟化铵溶液在搬运时应轻装轻卸,防止包装及容器破损。不应与酸、碱接触。

10.4 氟化铵溶液不应直接接触皮肤。如果接触到皮肤,应立即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)