



62



江苏淮河化工有限公司企业标准

Q/320801HH007-2020

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月25日 17点30分

超净高纯试剂 硝酸

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月25日 17点30分

2020-12-25 发布

2021-01-01 实施

江苏淮河化工有限公司 发布



前 言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第一部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由江苏淮河化工有限公司提出。

本文件起草单位：江苏淮河化工有限公司。

本文件主要起草人：夏珊珊、杨辉。

本文件为首次发布。

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月25日 17点30分



超净高纯试剂 硝酸

1 范围

本文件规定了超净高纯试剂 硝酸的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存及安全等。

本文件适用于超净高纯试剂 硝酸（EL级）。

用途：酸性清洗腐蚀剂，可与氢氟酸等配套使用，主要用于集成电路的生产。

分子式： HNO_3

相对分子量：63.01（按2014年国际相对原子量）

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本文件的引用而成为本文件的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本文件，然而，鼓励根据本文件达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本文件。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法

GB/T 6682 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 9727 化学试剂 磷酸盐测定通用方法

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法

GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法

GB/T 625 化学试剂 硫酸

GB/T 626 化学试剂 硝酸

GB 15346 化学试剂 包装及标志

GB 16483 化学品安全技术说明书编写规定

3 要求

3.1 外观：硝酸为无色或淡黄色透明液体。

3.2 硝酸技术要求应符合表1规定。

表1 技术要求

项目	技术指标
----	------

0801HH007—2020

项目	技术指标
色度, (黑增单位)	≤10
硝酸含量, (%)	68.0~69.0
亚硝酸含量, (%)	≤0.1%
灼烧残渣含量, (ug/L)	≤5000
氯化物(Cl)含量, (ug/L)	≤500
砷(As)含量, (ug/L)	≤10
铜(Cu)含量, (ug/L)	≤40
铁(Fe)含量, (ug/L)	≤200
铅(Pb)含量, (ug/L)	≤40
镍(Ni)含量, (ug/L)	≤80
钠(Na)含量, (ug/L)	≤400
注: 1 ug/L相当于1ppb。	

4 试验方法

4.1 警告

试验方法规定的一些试验过程及所用的样品、试剂可能导致危险, 操作者应采取适当的安全与防护措施。

4.2 一般规定

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682中规定的二级水。滴定分析用标准溶液、杂质测定用标准溶液和试验方法中所用制剂及制品, 在没有注明其它要求时, 均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 制备。

4.3 外观

量取50mL样品, 注入50mL具塞比色管中, 在自然光线下用目视法测定。

4.4 色度的测定

4.4.1 试剂和材料

标准储备液(市售): 500黑增单位, 保质期不得长于一年。

4.4.2 试验步骤

4.4.2.1 标准比色溶液的制备



准确量取10mL标准储备液于500mL容量瓶中，用水稀释至刻度。此标准比色溶液的色度为10黑增单位，保质期不得长于一个月。

4.4.2.2 样品测定

分别量取50mL样品和50mL标准比色溶液于两支50mL标准比色管中，在白色背景下，沿比色管轴线方向用目测法观察两支比色管颜色，样品颜色不得深于标准比色溶液的颜色。

4.5 硝酸含量的测定

4.5.1 试剂和材料

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

4.5.1.2 溴甲酚绿—甲基红混合指示液（3+1）。

4.5.2 仪器和设备

分析天平：分度值0.1mg。

4.5.3 试验步骤

将15mL水注入具塞锥形瓶中，称量（精确至0.1mg），快速加入约1.5mL样品（精确至0.1mL），立即盖好瓶塞轻轻摇动，冷却至室温，称量（精确至0.1mg）。加10滴溴甲酚绿—甲基红混合指示液（3+1），摇匀，用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) \approx 1.0\text{mol/L}$] 滴定至溶液呈绿色。

4.5.4 结果计算

硝酸的质量分数 X_1 (%) 按式(1)计算：

$$X_1(\%) = \frac{V \times c \times 0.06301}{m} \times 100 - 1.34X_2 \dots \dots \dots (1)$$

式中： V —氢氧化钠标准滴定溶液的用量，mL；

c —氢氧化钠标准滴定溶液之浓度，mol/L；

0.06301—与1.00mL氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) \approx 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的硝酸的质量；

m —试样质量，g；

X_2 —由4.6.1测得的亚硝酸的质量分数。

4.5.5 允许误差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，测定结果的绝对差值不大于0.2%。

4.6 杂质的测定

4.6.1 亚硝酸含量的测定

4.6.1.1 试剂和材料

a) 硫酸溶液：1+8；

b) 硫酸亚铁铵溶液：40g/L；

c) 高锰酸钾标准滴定溶液： $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1\text{mol/L}$ 。



0801HH007—2020

4.6.1.2 仪器和设备

锥形瓶：容量500mL，带磨口玻璃塞。

4.6.1.3 试验步骤

于500mL锥形瓶中，加入100mL低于25℃的水，20mL低于25℃的硫酸溶液，再用滴定管加入一定体积（ V_0 ）的高锰酸钾标准滴定溶液。该体积（ V_0 ）比测定试验消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积过量10mL。

称取15g试样，迅速加入锥形瓶中，立即塞紧瓶塞，用水冷却至室温，快速摇动至酸雾消失为止，用移液管加入20mL硫酸亚铁铵溶液，以高锰酸钾标准滴定溶液滴定，直至溶液呈现粉红色于30s内不消失为止，记录消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积（ V_1 ）。

为了确定在测定条件下两种溶液的相当值，用移液管加入20mL硫酸亚铁铵溶液，以高锰酸钾标准滴定溶液滴定，直至呈现粉红色于30s内不消失为止，记录消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积（ V_2 ）。

4.6.1.4 结果计算

亚硝酸的质量分数 X_2 (%)按式（2）计算：

$$X_2(\%) = \frac{[(V_0 + V_1) - V_2] \times c \times 0.0235}{m} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中： c —高锰酸钾标准滴定溶液的浓度，单位为mol/L；

V_0 —开始加入的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为mL；

V_1 —第一次滴定消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为mL；

V_2 —第二次滴定消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为mL；

m —试样质量，单位为g；

0.0235—与1.00mL高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1\text{mol/L}$] 相当的以克表示的亚硝酸的质量。

4.6.1.5 允许误差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，测定结果的绝对差值不大于0.01%。

4.6.2 灼烧残渣

4.6.2.1 试剂和材料

硫酸。

4.6.2.2 仪器和设备

- a) 石英蒸发皿：容量250mL；
- b) 高温炉：温度能控制在 $(650 \pm 50)^\circ\text{C}$ ；
- c) 水浴锅。

4.6.2.3 试验步骤

量取143mL样品（精确至0.1mL，约200g），置于已在 $(650 \pm 50)^\circ\text{C}$ 烘至恒重的石英蒸发皿中，加0.25mL硫酸，加热（勿使沸腾）至蒸汽逸尽，于 $(650 \pm 50)^\circ\text{C}$ 高温炉中灼烧至恒重。



4.6.2.4 结果计算

灼烧残渣含量 X_3 (ug/L)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{V} \times 10^9 \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 —蒸发皿的质量, g;
 m_2 —含有灼烧残渣的蒸发皿质量, g;
 V —样品体积, mL。

4.6.2.5 允许误差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 测定结果的相对误差不大于10%。

4.6.3 氯化物

4.6.3.1 试剂和材料

- a) 无水碳酸钠溶液: 50g/L;
- b) 氯化物标准溶液(市售): 0.01mg/mL;
- c) 硝酸溶液: 25%;
- d) 硝酸银溶液: 17g/L。

4.6.3.2 仪器和设备

- a) 石英蒸发皿: 50mL;
- b) 水浴锅。

4.6.3.3 试验步骤

量取14.3mL样品(精确至0.1mL, 约20g), 注入石英蒸发皿中, 加入0.4mL无水碳酸钠溶液(50g/L), 加热至蒸汽逸尽, 用热水溶解残渣, 转移至25mL标准比色管中并稀释至20mL, 加1mL硝酸溶液(25%)及1mL硝酸银溶液(17g/L), 摇匀, 于暗处放置10min, 所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

4.6.3.4 标准比浊溶液的制备

取含0.01mg Cl的氯化物标准溶液, 稀释至约20mL, 与同体积样品溶液同时同样处理。

4.6.4 砷、铜、铁、铅、镍、钠的测定

4.6.4.1 试剂和材料

- a) 硝酸: 优级纯;
- b) 标准储备溶液: 10mg/L;
- c) 载气: 氩气(纯度 $\geq 99.995\%$);
- d) 全氟丙基全氟乙氧基醚与聚四氟乙烯共聚物塑料瓶(PAF瓶)。

4.6.4.2 仪器和设备

- a) 电感耦合等离子发射光谱仪;



0801HH007—2020

b) 电子天平：分度值0.01g。

4.6.4.3 仪器参考条件

仪器参考条件见表2。

表2 操作条件

参数名称	参数	参数名称	参数
气源压力	≥2MPa	冷却循环水压	70PSI
输出压力	≥0.6MPa	环境湿度	20%~60%RH
仪器输入压力	0.6MPa	风速	≥10m/s
室温	15℃~30℃	RF功率	1150w
冷却循环水温	22℃	泵速	50rpm
辅助气体流量	0.5L/min	光室温度	38.0±0.1℃
雾化器气体流量	0.70L/min	CID温度等 (离子体关闭时)	>20℃
CID温度 (等离子体开启后)	<-40℃		

4.6.4.4 待测元素的分析谱线

待测元素的分析谱线见表3。

表3 待测元素分析谱线

元素名称	元素符号	分析谱线波长(nm)	元素名称	元素符号	分析谱线波长(nm)
砷	As	189.0	铅	Pb	220.3
铜	Cu	324.7	镍	Ni	221.6
铁	Fe	259.9	钠	Na	589.5

4.6.4.5 方法概要

试样由进样器引入雾化器，并被载气带入焰炬时，试样中组分被原子化、电离、激发，以光的形式发射出能量。不同元素的原子在激发或电离时，发射不同波长的特征光谱，故根据特征光的波长可进行定性分析；元素的含量不同时，发射特征光的强弱也不同，据此可进行定量分析。



4.6.4.6 试验步骤

4.6.4.6.1 标准样品的制备和标准曲线的制作

以优级纯硝酸作基底，于4个已用超纯水清洗干净的PFA瓶中各加入10g基底硝酸（精确至0.1mg），再分别加超纯水至50g，用移液枪分别量取10mg/L的混标溶液0mL、0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL加入各瓶中，其浓度分别为0mg/L（空白）、0.05mg/L、0.1mg/L、0.2mg/L。将4个不同浓度的标准样品分别注入电感耦合等离子发射光谱仪，系统自动生成标准曲线（曲线斜率应大于0.999）。

4.6.4.6.2 试样的测定

于已用30%硝酸溶液浸泡后并用水的PFA瓶中称取10g左右硝酸（精确至0.01g），再加水至50g（精确至0.01g），并根据两次称量计算出稀释倍数。将稀释后的试样注入电感耦合等离子发射光谱仪，同样条件下用水做空白试验。根据标准曲线系统自动给出试样中待测元素的含量。

4.6.4.7 结果计算

试样中待测元素的含量 X 按式（4）计算：

$$X_4 = \frac{(\rho - \rho_0) \times m_1 \times 1000}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中： X —试样中待测元素的含量，单位为ug/L；

ρ — 试样溶液中被测元素的浓度，单位为mg/L；

ρ_0 — 空白溶液中被测元素的浓度，单位为mg/L；

m — 试样质量；单位为g

m_1 — 稀释后试样溶液质量，单位为g；

1000— 换算稀释。

4.6.4.8 允许误差

取两次平行测定结果的平均值为测定结果，测定结果的相对误差不大于10%。

5 检验规则

5.1 检验部门根据本文件规定进行检验。出厂产品应符合本文件第3章要求，并附有一定格式的质量证明书。

5.2 瓶装产品取样时从每批产品2个包装箱中随机各取2瓶，每瓶取样量不得少于500mL，其中各取一瓶作性能检验，另一瓶留样备查；桶（罐）装产品每次采取不少于1000mL的样品平均分装于2个试剂瓶中，一瓶作性能检验，一瓶留样备查。瓶装产品留样时间与产品保质期时间相同，桶（罐）装产品留样时间不少于七天。



0801HH007—2020

5.3 按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。检验结果指标不符合本文件规定时，应重新取两倍量的试样进行复检，复检结果即使只有一项不符合本文件要求，则判该批产品为不合格。

5.4 使用单位可按照本文件规定的检验规则和试验方法，对收到产品进行检验。如有质量异议，应在收到产品半个月內通知本公司。质量异议可协商解决或委请法定质量监督检验部门进行仲裁检验。仲裁机构由双方协商确定，仲裁时应按本文件规定的试验方法进行仲裁分析。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 包装上应有牢固清晰的标志，内容包括生产厂名称、产品名称、执行标准等以及符合 GB 190 规定的“腐蚀性物质”、“氧化性物质”的标签。

6.2 应用符合国家法律法规和标准的玻璃瓶、塑料瓶、塑料桶或槽、罐车包装，并留有不少于 5% 的容积空间，包装容器要求密封。内外包的包装形式按照 GB 15346 或按客户指定要求执行。

6.3 硝酸在运输过程中应防止烈日暴晒和猛烈撞击，并经常检查，确保容器不泄漏。

6.4 硝酸应贮存于阴凉、干燥、通风处，玻璃瓶装有效期为一年、塑料瓶(桶)装有效期半年。

7 安全、安全技术说明书

7.1 安全警告

硝酸具强腐蚀性和刺激性气味。

7.2 安全措施

7.2.1 急救措施

皮肤接触：立即用水冲洗至少15分钟。或用2%碳酸氢钠溶液冲洗。若有灼伤，就医治疗。

眼睛接触：立即提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗至少15分钟。就医。

吸入：迅速脱离现场至空气新鲜处。呼吸困难时给输氧。给予2~4%碳酸氢钠溶液雾化吸入。就医。

食入：误服者给牛奶、蛋清、植物油等口服，不可催吐。立即就医。

7.2.2 消防措施

可用砂土、二氧化碳、雾状水灭火。

7.3 安全技术说明书

按GB 16483化学品安全技术说明书编写规定，该产品出厂应提供详细的安全技术说明书。安全技术说明书应包括如下内容：

- a) 该产品的危险信息；
- b) 安全使用方法；
- c) 运输、贮存要求；
- d) 防护措施；



e) 应急处理措施等。

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月25日 17点30分

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月25日 17点30分