

ICS 71.060.20
G 13

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5736—2020

高纯工业品过氧化氢

High-purity hydrogen peroxide for industrial use

2020-12-09 发布

2021-04-01 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技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：杭州精欣化工有限公司、泰兴菱苏机能新材料有限公司、江阴江化微电子材料股份公司、索尔维（镇江）化学品有限公司、上海哈勃化学技术有限公司、深圳新宙邦科技股份有限公司、嘉善绿野环保材料厂、青岛海关技术中心、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：汪永超、吴鸣、顾玲燕、石焱、孙宏华、周达文、俞明华、崔鹤、白秀君、王彦、王莹。

高纯工业品过氧化氢

警告——按 GB 12268 第 6 章的规定，本产品属于第 5 类的 5.1 项氧化性物质和第 8 类腐蚀性物质。本标准的试验中使用的过氧化氢样品以及盐酸、硝酸和硫酸等化学品具有强氧化性、腐蚀性或毒性，操作者应佩戴橡胶手套和护目镜小心谨慎操作！使用者应小心操作，避免溅到皮肤上。一旦溅在皮肤上立即用大量水冲洗，严重者应立即治疗。

1 范围

本标准规定了高纯工业品过氧化氢的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于高纯工业品过氧化氢。该产品主要应用于太阳能光伏行业、液晶显示器件和半导体行业制程的清洗或刻蚀，以及其他对高纯过氧化氢有需求的行业。

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 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 1616—2014 工业过氧化氢

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定

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 9727—2007 化学试剂 磷酸盐测定通用方法

GB/T 9728—2007 化学试剂 硫酸盐测定通用方法

GB/T 9729—2007 化学试剂 氯化物测定通用方法

GB/T 11446.1—2013 电子级水

GB 12268 危险货物品名表

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB/T 14599 纯氧、高纯氧和超纯氧

GB 15603 常用危险化学品贮存通则

GB/T 23770—2009 液体无机化工产品色度测定通用方法

GB/T 35496—2017 化学试剂 硝酸盐测定通用方法

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： H_2O_2

相对分子质量：34.01（按 2018 年国际相对原子质量）

4 分型

高纯工业品过氧化氢分为两个型号：

——HP 型：主要用于太阳能光伏行业及液晶显示器件、中小规模集成电路、电子元件加工以及作为其他高纯化学生产的原料，HP 型分为 HP-1 级、HP-2 级；

——UP 型：主要用于集成电路的清洗，UP 型分为 UP-1 级、UP-2 级、UP-3 级、UP-4 级。

5 要求

5.1 外观：无色透明液体。

5.2 高纯工业品过氧化氢按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标					
	HP 型		UP 型			
	HP-1 级	HP-2 级	UP-1 级	UP-2 级	UP-3 级	UP-4 级
过氧化氢 (H ₂ O ₂), w/%	30~35	30~35	30~32	30~32	30~32	30~32
色度/Hazen	≤	—	—	10	10	10
游离酸 (以 H ₂ SO ₄ 计)/(mg/kg)	≤	30	30	30	30	10
总有机碳 (TOC)/(mg/kg)	≤	40	40	20	20	10
氯化物 (以 Cl 计)/(mg/kg)	≤	0.5	0.5	0.2	0.2	0.03
硝酸盐 (以 NO ₃ 计)/(mg/kg)	≤	4	2	0.4	0.4	0.03
磷酸盐 (以 PO ₄ 计)/(mg/kg)	≤	2	1	0.2	0.2	0.03
硫酸盐 (以 SO ₄ 计)/(mg/kg)	≤	2	2	0.2	0.2	0.03
铝 (Al)/(μg/kg)	≤	500	100	10	1	0.1
锑 (Sb)/(μg/kg)	≤	20	20	5	1	0.1
砷 (As)/(μg/kg)	≤	50	20	5	1	0.1
钡 (Ba)/(μg/kg)	≤	100	50	10	—	—
硼 (B)/(μg/kg)	≤	20	20	10	1	0.1
镉 (Cd)/(μg/kg)	≤	50	50	10	1	—
钙 (Ca)/(μg/kg)	≤	200	100	10	1	0.1
铬 (Cr)/(μg/kg)	≤	20	20	10	1	0.1
铜 (Cu)/(μg/kg)	≤	20	20	10	1	0.1
铁 (Fe)/(μg/kg)	≤	100	100	10	1	0.1
铅 (Pb)/(μg/kg)	≤	50	50	10	1	0.1
锂 (Li)/(μg/kg)	≤	20	20	10	1	—
镁 (Mg)/(μg/kg)	≤	100	50	10	1	0.1
锰 (Mn)/(μg/kg)	≤	50	20	10	1	0.1
镍 (Ni)/(μg/kg)	≤	50	50	10	1	0.1
钾 (K)/(μg/kg)	≤	200	100	10	1	0.1
钠 (Na)/(μg/kg)	≤	500	100	10	1	0.1
锡 (Sn)/(μg/kg)	≤	50	50	10	1	0.1
钛 (Ti)/(μg/kg)	≤	100	50	10	1	0.1
钒 (V)/(μg/kg)	≤	—	—	10	1	—
锌 (Zn)/(μg/kg)	≤	100	50	10	1	0.1
颗粒 (μm, pcs/mL)	≤	—	—	— ^a		

^a 可由供需双方协商确定。

6 试验方法

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。试验中所需标准滴定溶液、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

用烧杯盛少许样品，于自然光下用目视法判定外观。

6.3 过氧化氢含量的测定

按 GB/T 1616—2014 中 5.3 的相应试验方法进行测定。

6.4 色度的测定

量取 50 mL 试样，置于 50 mL 比色管中，在白色背景下沿比色管轴线方向观察。样品颜色不得深于 GB/T 23770—2009 规定的色度标准 10 Hazen 单位。

6.5 游离酸含量的测定

6.5.1 原理

以甲基红-亚甲基蓝为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样中的游离酸，从而测定试样中游离酸含量。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 无二氧化碳的水。

6.5.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

6.5.2.3 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

6.5.3 仪器设备

微量滴定管：分度值为 0.05 mL 或 0.02 mL。

6.5.4 试验步骤

称取约 40 g 试样，精确至 0.01 g。用 50 mL 无二氧化碳的水将试样全部移入锥形瓶中，加入 2 滴~3 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液所呈紫红色消失即为终点。

6.5.5 试验数据处理

游离酸含量以硫酸 (H_2SO_4) 的质量分数 w_1 计，数值以 mg/kg 表示，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{V_c M}{m / 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的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的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——硫酸 $\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$ 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=49.04$ ）；

m ——试料的质量的数值，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相对偏差不大于20%。

6.6 总有机碳（TOC）含量的测定

6.6.1 原理

注射样品到燃烧炉高温区，样品中总有机碳在催化剂和氧气氛围中被分解为二氧化碳，产生的二氧化碳通过干燥单元干燥后输送到非色散红外检测器检测。使用工作曲线法测定样品中的总碳含量和无机碳含量。总有机碳（TOC）等于总碳（TC）减去无机碳（IC）。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 总碳标准使用溶液：1 mL 溶液含碳（C）1.0 mg。

称取 2.125 g 在 $120\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 2 h 的基准邻苯二甲酸氢钾，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.2.2 无机碳标准储备溶液：1 mL 溶液含碳（C）1.0 mg。

称取 4.41 g 在 $280\text{ }^\circ\text{C}\sim 290\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 1 h 的基准碳酸钠，再称取 3.50 g 在硅胶干燥器中干燥 2 h 的碳酸氢钠，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.2.3 无机碳标准使用溶液：1 mL 溶液含碳（C）10 μg 。

用移液管移取 1 mL 无机碳标准储备溶液（见 6.6.2.2），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.2.4 水：应符合 GB/T 11446.1—2013 中 EW-IV 级的规定。

6.6.3 仪器设备

6.6.3.1 总有机碳（TOC）分析仪：使用的高纯氧符合 GB/T 14599 的要求。

6.6.3.2 移液枪及枪头：10 $\mu\text{L}\sim 100\text{ } \mu\text{L}$ 和 100 $\mu\text{L}\sim 1\text{ }000\text{ } \mu\text{L}$ 。

6.6.4 试验步骤

6.6.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 总碳标准使用溶液，置于 7 只 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积。从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标、对应的峰面积为纵坐标绘制总碳工作曲线。

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 无机碳标准使用溶液，置于 7 只 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积。从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标、对应的峰面积为纵坐标绘制无机碳工作曲线。

6.6.4.2 测定

按 GB/T 4472 的规定测定试样的密度。

将测定过密度的试样导入总有机碳 (TOC) 分析仪, 经仪器测定并运算得出试样的总有机碳的质量浓度 (mg/L)。

6.6.5 试验数据处理

总有机碳含量以碳 (C) 的质量分数 w_2 计, 数值以 mg/kg 表示, 按公式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{T_{\text{TOC}}}{\rho} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

T_{TOC} ——试样测定时总有机碳 (TOC) 分析仪给出的总有机碳含量的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

ρ ——按 GB/T 4472 的规定测得的试样的密度的数值, 单位为克每立方厘米 (g/cm^3)。

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相对偏差不大于 10%。

6.7 氯化物含量、硝酸根含量、磷酸盐含量、硫酸盐含量的测定

6.7.1 比色、比浊法

6.7.1.1 氯化物含量的测定

称取 $20 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ HP 型试样, 置于 25 mL 比色管中, 按 GB/T 9729—2007 第 5 章的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液: 用移液管移取 1.00 mL 氯化物 (Cl) 标准溶液 (0.01 mg/mL), 置于 25 mL 比色管中, 与试样同时同样处理。

6.7.1.2 硝酸盐含量的测定

称取 $5 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ HP 型试样, 置于 25 mL 比色管中, 用水稀释至 10 mL, 按 GB/T 35496—2017 中 4.3.1 的规定测定。溶液所呈蓝色不得大于标准比色溶液。

标准比色溶液: 用移液管移取 2.00 mL (HP-1 级) 或 1.00 mL (HP-2 级) 硝酸盐 (NO_3) 标准溶液 (0.01 mg/mL), 置于 25 mL 比色管中, 与试样同时同样处理。

6.7.1.3 磷酸盐含量的测定

称取 $2 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ HP 型试样, 置于铂皿中, 待样品分解完全后, 将所得溶液全部移至分液漏斗中, 加水至试验溶液体积约为 10 mL, 按 GB/T 9727—2007 中 6.1 的规定测定。溶液所呈蓝色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液: 用移液管移取 4.00 mL (HP-1 级) 或 2.00 mL (HP-2 级) 磷酸盐 (PO_4) 标准溶液 (1 $\mu\text{g}/\text{mL}$), 置于 25 mL 比色管中, 与试样同时同样处理。

6.7.1.4 硫酸盐含量的测定

称取 $10 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ HP 型试样, 置于 25 mL 比色管中, 用水稀释至 20 mL, 按 GB/T 9728—2007 第 5 章的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液: 用移液管移取 2.00 mL 硫酸盐 (SO_4) 标准溶液 (0.01 mg/mL), 置于 25 mL

比色管中，与试样同时同样处理。

6.7.2 离子色谱法（仲裁法）

6.7.2.1 原理

采用色谱柱分离技术使待测组分被离子交换浓缩柱富集，富集后的氯离子、硝酸根、磷酸根、硫酸根通过色谱柱分离，用检测器检测，以外标法计算出被测各种阴离子含量。

6.7.2.2 试剂或材料

6.7.2.2.1 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（枪）移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.2.2.2 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 天。

6.7.2.2.3 硝酸盐标准储备溶液：1 mL 溶液含硝酸盐（NO₃）0.10 mg。

用移液管（枪）移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硝酸盐标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.2.2.4 硝酸盐标准使用溶液：1 mL 溶液含硝酸盐（NO₃）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 天。

6.7.2.2.5 磷酸盐标准储备溶液：1 mL 溶液含磷酸盐（PO₄）0.10 mg。

用移液管（枪）移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的磷酸盐标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.2.2.6 磷酸盐标准使用溶液：1 mL 溶液含磷酸盐（PO₄）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 天。

6.7.2.2.7 硫酸盐标准储备溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（SO₄）0.10 mg。

用移液管（枪）移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.2.2.8 硫酸盐标准使用溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（SO₄）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 天。

6.7.2.2.9 水：应符合 GB/T 11446.1—2013 中 EW-I 级的规定。

6.7.2.3 仪器设备

6.7.2.3.1 离子色谱仪：

- a) 离子色谱仪精密度的 RSD < 5%；
- b) 浓缩柱、大定量管或相应富集功能模块；

- c) 色谱柱：大容量阴离子交换柱；
- d) 检测器：电导检测器，能确认有同样功能的其他检测器也可使用；
- e) 抑制器：大容量阴离子抑制器或者电化学自再生阴离子膜抑制器。

6.7.2.3.2 移液枪及枪头：20 μL~200 μL，100 μL~1 000 μL，0.5 mL~5 mL。

6.7.2.3.3 容量瓶：容积为 100 mL。

6.7.2.4 试验步骤

6.7.2.4.1 工作曲线溶液的配制

用适宜的移液管（枪）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，置于一系列 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

表 2

标准溶液名称	移取阴离子标准使用溶液的体积/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	1.00	5.00	15.00	25.00
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/(μg/L)			
	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]
氯化物	5.0	10.0	50.0	100.0
硝酸盐	10.0	50.0	150.0	250.0
磷酸盐、硫酸盐	10.0	50.0	100.0	200.0

6.7.2.4.2 试验

根据试样中所含阴离子含量的不同，称取适当质量（1 g~50 g）的试样，精确至 0.000 2 g。缓慢置于已加入 20 mL 水的 100 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的质量浓度为横坐标、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质量浓度。

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并测定。

6.7.2.5 试验数据处理

各阴离子的质量分数以 w_3 计，数值以 mg/kg 表示，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 0.1}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- ρ_i ——从工作曲线上查得的试验溶液中各阴离子的质量浓度的数值，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质量浓度的数值，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；
 0.1 ——试验溶液和空白试验溶液定容体积的数值，单位为升 (L)；
 m ——试料的质量的数值，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相对偏差 UP-3 级和 UP-4 级不大于 20%、其他级别不大于 10%。

6.8 阳离子含量的测定

6.8.1 标准加入法（仲裁法）

6.8.1.1 原理

根据溶液中被测离子浓度选用电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 或电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES)，采用标准加入法测定试样中规定的各阳离子含量。

6.8.1.2 试剂或材料

6.8.1.2.1 混合标准溶液 I：1 mL 溶液含阳离子 10 μg 。

用移液管（枪）各移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的阳离子标准贮备溶液 (Cd, Ca, Cu, Pb, Mg, Zn)，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存期为 1 个月。

6.8.1.2.2 混合标准溶液 II：1 mL 溶液含阳离子 10 μg 。

用移液管（枪）各移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的阳离子标准贮备溶液 (Al, Sb, Ba, Fe, Li, Mn, Ni, Na, Sn, Ti)，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存期为 1 个月。

6.8.1.2.3 混合标准溶液 III：1 mL 溶液含阳离子 10 μg 。

用移液管（枪）各移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的阳离子标准贮备溶液 (As, B, Cr)，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存期为 1 个月。

6.8.1.2.4 混合标准溶液 IV：1 mL 溶液含阳离子 10 μg 。

用移液管（枪）各移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的阳离子标准贮备溶液 (K, V)，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存期为 1 个月。

6.8.1.2.5 混合标准使用溶液 A：1 mL 溶液含阳离子 1 μg 。

用移液管（枪）各移取 5 mL 混合标准溶液 I、混合标准溶液 II、混合标准溶液 III、混合标准溶液 IV，置于同一 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现用现配。

6.8.1.2.6 混合标准使用溶液 B：1 mL 溶液含阳离子 0.01 μg 。

用移液管（枪）各移取 50 μL 混合标准溶液 I、混合标准溶液 II、混合标准溶液 III、混合标准溶液 IV，置于同一 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现用现配。

6.8.1.2.7 水：应符合 GB/T 11446.1—2013 中 EW-I 级的规定，测定 UP-3 级、UP-4 级样品时水中被测离子的质量浓度应小于 5 ng/L。

6.8.1.3 仪器设备

6.8.1.3.1 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 或电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES)。

6.8.1.3.2 移液枪：10 μL~100 μL，100 μL~1 000 μL。

6.8.1.3.3 容量瓶：50 mL、100 mL，材质为可溶性聚四氟乙烯（PFA）或其他氟树脂材质。

6.8.1.3.4 其他容器：材质为可溶性聚四氟乙烯（PFA）或其他氟树脂材质。

6.8.1.4 试验步骤

6.8.1.4.1 工作曲线溶液的配制

于4个50 mL容量瓶中，根据试样中所含阳离子的质量浓度的不同，用移液管或移液枪准确移取4份同样适当质量（0.2 g~40 g）的试样，精确至0.000 2 g。再分别准确移取0 μL、50 μL、100 μL、150 μL混合标准使用溶液A或混合标准使用溶液B，置于4个50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.1.4.2 测定

按电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）操作规程打开仪器（推荐的操作条件参见附录B），待仪器处于稳定状态后，对工作曲线溶液进行测定。分别以被测各阳离子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，交点即为待测阳离子的质量浓度（μg/L）。

注：HP型产品可使用电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）进行测定。

6.8.1.5 试验数据处理

各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：

$$w_4 = \frac{\rho_i \times 0.05}{m / 1\,000} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

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

0.05——试验溶液定容体积的数值，单位为升（L）；

m ——试料的质量的数值，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相对偏差UP-4级不大于50%、其他级别不大于20%。

6.8.2 工作曲线法

6.8.2.1 原理

根据溶液中被测离子的浓度选用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）或电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES），采用工作曲线法测定试样中规定的各阳离子含量。

6.8.2.2 试剂或材料

6.8.2.2.1 混合标准溶液Ⅰ：1 mL溶液含阳离子10 μg。

用移液管（枪）各移取1 mL按HG/T 3696.2配制的阳离子标准贮备溶液（Cd、Ca、Cu、Pb、Mg、Zn），置于同一100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存期为3个月。

6.8.2.2.2 混合标准溶液Ⅱ：1 mL溶液含阳离子10 μg。

用移液管（枪）各移取1 mL按HG/T 3696.2配制的阳离子标准贮备溶液（Al、Sb、Ba、Fe、Li、Mn、Ni、Na、Sn、Ti），置于同一100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存期为3个月。

6.8.2.2.3 混合标准溶液Ⅲ：1 mL 溶液含阳离子 10 μg。

用移液管（枪）各移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的阳离子标准贮备溶液（As, B, Cr），置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存期为 3 个月。

6.8.2.2.4 混合标准溶液Ⅳ：1 mL 溶液含阳离子 10 μg。

用移液管（枪）各移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的阳离子标准贮备溶液（K, V），置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存期为 3 个月。

6.8.2.2.5 混合标准使用溶液 A：1 mL 溶液含阳离子 1 μg。

用移液管（枪）各移取 5 mL 混合标准溶液Ⅰ、混合标准溶液Ⅱ、混合标准溶液Ⅲ、混合标准溶液Ⅳ，置于同一 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现用现配。

6.8.2.2.6 混合标准使用溶液 B：1 mL 溶液含阳离子 0.01 μg。

用移液管（枪）各移取 50 μL 混合标准溶液Ⅰ、混合标准溶液Ⅱ、混合标准溶液Ⅲ、混合标准溶液Ⅳ，置于同一 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现用现配。

6.8.2.2.7 水：应符合 GB/T 11446.1—2013 中 EW-I 级的规定，测定 UP-3 级、UP-4 级样品时水中被测离子的质量浓度应小于 5 ng/L。

6.8.2.3 仪器设备

6.8.2.3.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）或电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

6.8.2.3.2 移液枪：10 μL~100 μL, 100 μL~1 000 μL, 0.5 mL~5 mL。

6.8.2.3.3 容量瓶：50 mL, 材质为可溶性聚四氟乙烯（PFA）或其他氟树脂材质。

6.8.2.3.4 其他容器：材质为可溶性聚四氟乙烯（PFA）或其他氟树脂材质。

6.8.2.4 试验步骤**6.8.2.4.1 试验溶液的制备**

称取适当质量（0.2 g~40 g）的试样，精确至 0.000 2 g。置于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.2.4.2 工作曲线溶液的配制

用适宜的移液管（枪）按表 3 的规定分别移取混合标准使用溶液 A 或混合标准使用溶液 B，置于一系列 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，配制工作曲线溶液。

表 3

容量瓶编号		1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]
工作曲线 1	移取混合标准使用溶液 A 的体积/(μL)	0	100	300	500
	工作曲线浓度范围/(μg/L)	0	2	6	10
工作曲线 2	移取混合标准使用溶液 B 的体积/(μL)	0	50	100	150
	工作曲线浓度范围/(ng/L)	0	10	20	30

HP 型、UP-1 级用工作曲线 1, UP-2 级、UP-3 级、UP-4 级用工作曲线 2。

6.8.2.4.3 工作曲线的绘制

按电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）操作规程打开仪器（推荐的操作条件参见附录B），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。

6.8.2.4.4 试验

同样仪器条件下测定试验溶液中各阳离子的响应值，在工作曲线上查出试样溶液中被测阳离子的质量浓度（μg/L）。

注：HP型产品可使用电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）进行测定。

6.8.2.5 试验数据处理

各阳离子含量以质量分数 w_i 计，数值以 μg/kg 表示，按公式（5）计算：

$$w_i = \frac{\rho_i \times 0.05}{m / 1\ 000} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ρ_i ——从工作曲线上查得的所取试验溶液中各被测阳离子的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

0.05——试验溶液定容体积的数值，单位为升（L）；

m ——试料的质量的数值，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相对偏差 UP-4 级不大于 50%、其他级别不大于 20%。

6.9 颗粒的测定

6.9.1 原理

将光束穿过待测液体，由光电探测器接收颗粒产生的光散射光能，从而确定颗粒的大小，并根据一定时间内接收的脉冲数确定颗粒数。

6.9.2 试剂或材料

水：应符合 GB/T 11446.1—2013 中 EW- I 级的规定。

6.9.3 仪器设备

液体颗粒计数仪。

6.9.4 试验步骤

取约 200 mL 试样，置于 250 mL 样品瓶中，静置 30 min 以上。按照颗粒计数仪的操作手册开机进入待测状态，测试时先用水清洗管路，再用试样清洗。抽取一定量的试样进入仪器分析，启动测定程序，测出颗粒粒径和相对应的颗粒数。

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相对偏差不大于 20%。

7 检验规则

7.1 第 5 章要求中规定的指标均为出厂检验项目，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型号同一级别的高纯工业品过氧化氢为一批。槽罐灌装时，每槽罐为一批。每批产品不超过 500 t。

7.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数进行采样。贮罐和槽车的采样按 GB/T 6680 的规定操作，取样应在洁净环境中进行，从取样口取样。所采样品不少于 1 L，分装于两个经钝化处理的清洁、干燥的可溶性聚四氟乙烯（PFA）或其他氟树脂材质的瓶中。瓶上粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、型号、级别、批号或生产日期、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验；另一瓶保存备查，保留时间由生产企业根据实际需要确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求，应自两倍量的包装中采样重新进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

7.5 采用 GB/T 8170 规定的数值修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

8 标志、标签

8.1 高纯工业品过氧化氢产品包装上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、级别、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190 所规定的“氧化性物质”“腐蚀性物质”标志以及 GB/T 191—2008 所规定的“向上”“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的高纯工业品过氧化氢都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、级别、净含量、批号或生产日期、保质期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 高纯工业品过氧化氢应采用清洁的专用槽车槽罐灌装或采用符合 GB 12463 中规定的 II 类的桶包装。高纯工业品过氧化氢采用槽车槽罐灌装运输时，HP 型产品应采用槽罐材质为不锈钢或不锈钢内衬聚四氟乙烯，UP 型产品应采用槽罐材质为不锈钢且内衬聚四氟乙烯；采用桶包装时，材质应为高密度聚乙烯（HDPE）或其他不会对高纯工业品过氧化氢产生二次污染的材料包装；也可按用户要求包装。各种包装容器的盖上应有排气孔。

9.2 高纯工业品过氧化氢在运输过程中应防止日光照射或受热，不能与易燃品和还原剂混运，如出现容器破裂或渗漏现象应用大量水冲洗。

9.3 高纯工业品过氧化氢的贮存应符合 GB 15603 中规定的要求。

9.4 高纯工业品过氧化氢保质期为 6 个月。逾期检验合格，仍可继续使用。

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	控 制 条 件
进样体积	20 μ L
柱箱温度	25 $^{\circ}$ C
淋洗液流速	0.6 mL/min
淋洗液	10 mmol/L Na_2CO_3 + 4.0 mmol/L NaHCO_3 溶液：准确称取 1.060 0 g 无水碳酸钠和 0.336 0 g 碳酸氢钠，精确至 0.000 1 g。置于盛有 500 mL 超纯水的 1 L 玻璃容量瓶中，充分摇匀。待无水碳酸钠和碳酸氢钠颗粒完全溶解后，用超纯水稀释至刻度，摇匀。（用优级纯试剂配制）
再生液	约 0.5% 的硝酸溶液：取 5 mL 硝酸（MOS 级）于预先加有 1 L 超纯水的瓶内，混匀。

附录 B
(资料性附录)
推荐的 ICP-MS 分析操作条件

推荐的 ICP-MS 分析操作条件见表 B.1。

表 B.1 推荐的 ICP-MS 分析操作条件

项 目	控 制 条 件																						
雾化气流量	0.88 L/min																						
辅助气流量	0.8 L/min~1.0 L/min																						
等离子体气流量	15 L/min																						
射频功率	1 500 W																						
检测器模式	脉冲+模拟																						
B 测样模式	标准模式																						
K、Ca、Fe (ppt 级别) 测样模式	反应模式																						
Li、Na、Mg、Al、K、Ca、Cr、Mn、Fe、Cu 测样模式	冷焰模式																						
Ti、Ni、Zn、As、Cd、Sn、Sb、Ba、Pb 测样模式	碰撞模式																						
各元素选择质量数/amu	<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%;">Li: 7.016</td> <td style="width: 50%;">B: 11.009 3</td> </tr> <tr> <td>Na: 22.989 8</td> <td>Mg: 23.985</td> </tr> <tr> <td>Al: 26.981 5</td> <td>K: 38.963 7</td> </tr> <tr> <td>Ca: 39.962 6</td> <td>Ti: 47.948</td> </tr> <tr> <td>V: 50.944</td> <td>Cr: 51.940 5</td> </tr> <tr> <td>Mn: 54.938 1</td> <td>Fe: 55.934 9</td> </tr> <tr> <td>Ni: 57.935 3</td> <td>Cu: 62.929 8</td> </tr> <tr> <td>Zn: 63.929 1</td> <td>As: 74.921 6</td> </tr> <tr> <td>Cd: 113.904</td> <td>Sn: 119.902</td> </tr> <tr> <td>Sb: 120.904</td> <td>Ba: 137.905</td> </tr> <tr> <td>Pb: 207.977</td> <td></td> </tr> </table>	Li: 7.016	B: 11.009 3	Na: 22.989 8	Mg: 23.985	Al: 26.981 5	K: 38.963 7	Ca: 39.962 6	Ti: 47.948	V: 50.944	Cr: 51.940 5	Mn: 54.938 1	Fe: 55.934 9	Ni: 57.935 3	Cu: 62.929 8	Zn: 63.929 1	As: 74.921 6	Cd: 113.904	Sn: 119.902	Sb: 120.904	Ba: 137.905	Pb: 207.977	
Li: 7.016	B: 11.009 3																						
Na: 22.989 8	Mg: 23.985																						
Al: 26.981 5	K: 38.963 7																						
Ca: 39.962 6	Ti: 47.948																						
V: 50.944	Cr: 51.940 5																						
Mn: 54.938 1	Fe: 55.934 9																						
Ni: 57.935 3	Cu: 62.929 8																						
Zn: 63.929 1	As: 74.921 6																						
Cd: 113.904	Sn: 119.902																						
Sb: 120.904	Ba: 137.905																						
Pb: 207.977																							