

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

电子工业用氢氧化钾溶液

Potassium hydroxide solution for electronic industry

（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

中华人民共和国工业和信息化部 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。

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。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位： 。

本文件主要起草人：

# 电子工业用氢氧化钾溶液

**警告：**根据GB 12268—2025第6章的规定，本产品属第8类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件规定了电子工业用氢氧化钾溶液的分类、要求、试验步骤、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于氯化钾经离子膜法电解制成氢氧化钾，经过净化处理后生产的电子工业用氢氧化钾溶液。

注：该产品主要用于半导体行业及光伏行业。

## 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 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2016 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验步骤

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11446.1—2013 电子级水

GB 12268—2025 危险货物品名表

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15603 常用化学危险品贮存通则

GB 18191 包装容器 危险品包装用塑料桶

GB/T 25915.1—2021 洁净室及相关受控环境 第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度等级

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 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：KOH。

相对分子质量：56.10（按2022年国际相对原子质量）。

#### 5 分类

电子工业用氢氧化钾溶液按用途不同分为两种型号：

—— I 型：半导体行业用。

—— II 型：光伏行业用。

#### 6 要求

6.1 外观：无色透明液体。

6.2 电子工业用氢氧化钾溶液按本文件规定的试验步骤检测应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

| 项 目                      | 指 标           |             |
|--------------------------|---------------|-------------|
|                          | I型            | II型         |
| 氢氧化钾（以 KOH 计）w/%         | $45 \pm 0.25$ | $\geq 45$   |
| 碳酸钾（ $K_2CO_3$ ）w/%      | $\leq 0.20$   | $\leq 0.50$ |
| 钠（Na）w/%                 | $\leq 0.20$   | $\leq 0.50$ |
| 氯化物（以 Cl 计）mg/kg         | $\leq 20$     | $\leq 30$   |
| 铵（以 $NH_4OH$ 计）mg/kg     | $\leq 10$     | —           |
| 硝酸盐及亚硝酸盐（以 N 计）mg/L      | $\leq 1$      | $\leq 2$    |
| 铝（Al）ug/L                | $\leq 10$     | $\leq 500$  |
| 钙（Ca）ug/L                | $\leq 50$     | $\leq 500$  |
| 铅（Pb）ug/L                | $\leq 10$     | $\leq 500$  |
| 镁（Mg）ug/L                | $\leq 10$     | —           |
| 钴（Co）ug/L                | $\leq 10$     | —           |
| 铬（Cr）ug/L                | $\leq 10$     | —           |
| 铜（Cu）ug/L                | $\leq 10$     | —           |
| 铁（Fe）ug/L                | $\leq 20$     | $\leq 500$  |
| 镍（Ni）ug/L                | $\leq 10$     | $\leq 500$  |
| 钛（Ti）ug/L                | $\leq 10$     | —           |
| 锌（Zn）ug/L                | $\leq 10$     | $\leq 1000$ |
| 银（Ag）ug/L                | —             | $\leq 500$  |
| 颗粒数（ $0.3 \mu m$ ）pcs/mL | $\leq 200$    | —           |

#### 7 试验步骤

## 7.1 一般规定

本文件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表1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，将试样置于比色管中，目视法判定外观。

## 7.3 氢氧化钾含量的测定

### 7.3.1 原理

以盐酸作为滴定剂，基于氢氧化钾与盐酸的反应，以酚酞为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定氢氧化钾。

### 7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) \approx 1 \text{ mol/L}$ 。

7.3.2.2 酚酞指示液：10 g/L。

### 7.3.3 试验步骤

称取约3 g试样（精确至0.0002 g），置于250 mL锥形瓶中，加入适量水稀释，滴加1 mL酚酞指示剂，用1 mol/L盐酸标准滴定溶液滴定至试液恰好无色。记录盐酸标准溶液消耗体积。

### 7.3.4 试验数据处理

氢氧化钾含量以氢氧化钾（KOH）的质量分数 $w_1$ 计，按公式（1）计算：

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

式中：

$V$ ——等当点时盐酸标准滴定溶液消耗的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——氢氧化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=56.10$ ）；

$m$ ——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绝对差值不大于0.2%。

## 7.4 碳酸钾含量的测定

### 7.4.1 原理

氯化钡与试液中的碳酸钾生成碳酸钡沉淀，先用盐酸以酚酞为指示剂中和试液中氢氧化钾到试液无色，再加入定量的盐酸，加热后，盐酸与碳酸钡充分反应，再使用氢氧化钠返滴剩余的盐酸，通过消耗量计算碳酸钾含量。

### 7.4.2 试剂或材料

## 7.4.2.1 氯化钡溶液：250 g/L。

使用前应加入 1 滴酚酞指示液，用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调节至淡粉色。

7.4.2.2 盐酸标准滴定溶液 I： $c(\text{HCl}) \approx 1 \text{ mol/L}$ 。7.4.2.3 盐酸标准滴定溶液 II： $c(\text{HCl}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。7.4.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

## 7.4.2.5 无二氧化碳的水。

## 7.4.2.6 酚酞指示液：10 g/L。

## 7.4.3 试验步骤

称取 3 g 试样（精确至 0.0001 g），置于 300 mL 干燥的锥形瓶中，加入约 20 mL 无二氧化碳的水稀释。迅速加入 20 mL 氯化钡溶液，震荡数秒后，迅速滴加 2 滴～3 滴酚酞指示液，用盐酸标准滴定溶液 I 滴定至淡粉色，再用盐酸标准滴定溶液 II 滴定至恰好无色。以上标准滴定溶液的消耗不计量。向溶液中准确加入 10.00 mL 的盐酸标准滴定溶液 II。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至淡粉色。

## 7.4.4 试验数据处理

碳酸钾含量以碳酸钾（ $\text{K}_2\text{CO}_3$ ）的质量分数  $w_2$  计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(V_1 c_1 - V_2 c_2) M \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$V_1$ ——准确移取盐酸标准滴定溶液 II 的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c_1$ ——盐酸标准滴定溶液 II 浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_2$ ——等当点时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）；

$c_2$ ——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）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$M$ ——碳酸钾（ $1/2\text{K}_2\text{CO}_3$ ）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2=69.10$ ）。

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 0.05%。

## 7.5 钠含量的测定

## 7.5.1 原理

在酸性条件下，采用标准曲线法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定钠含量。

## 7.5.2 试剂或材料

## 7.5.2.1 钠标准溶液：1 mL 溶液含钠（Na）1 mg。

## 7.5.2.2 水：符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

## 7.5.3 仪器设备

## 7.5.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪：配耐高盐雾化器。

## 7.5.3.2 容量瓶：聚乙烯材质。

## 7.5.3.3 烧杯：聚乙烯材质。

7.5.3.4 微量移液器：100  $\mu\text{L}$ ～1000  $\mu\text{L}$ 。

## 7.5.4 试验步骤

#### 7.5.4.1 标准曲线绘制

准确移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL钠标准溶液，分别置于6个100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此系列标准溶液相当于每升含有0 mg、5 mg、10 mg、20 mg、30 mg、50 mg钠。在仪器最佳的测定条件下，在波长589.592 nm下，测定标准溶液中钠元素的光谱强度。以钠的质量浓度 (mg/L)为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，绘制标准曲线。

#### 7.5.4.2 样品测定

称取1 g（精确至0.0001 g）试样，置于100 mL烧杯中，加入适量水稀释，全部转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。按照7.5.4.1相同条件测定试验溶液中钠元素的光谱强度，从标准曲线上查出钠元素的质量浓度（mg/L）。

#### 7.5.5 试验数据处理

钠含量以钠（Na）的质量分数 $w_3$ 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{c \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$c$ ——由标准曲线上查得试验溶液中钠元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/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绝对差值不大于0.02%。

### 7.6 氯化物含量的测定

#### 7.6.1 原理

试样用过量的硝酸中和后，加入过量的硝酸银标准滴定溶液，以硫酸铁铵为指示剂，然后用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定剩余硝酸银，当剩余硝酸银反应完全时，硫氰酸铵与三价铁离子反应生成红色配合物指示终点。

#### 7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 硝酸：优级纯。

7.6.2.2 硝酸溶液：1+1。

7.6.2.3 硫氰酸铵标准滴定溶液： $c(\text{NH}_4\text{SCN}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

7.6.2.4 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

7.6.2.5 酚酞指示液：10 g/L。

7.6.2.6 硫酸铁铵指示液：80 g/L。

7.6.2.7 水：符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

#### 7.6.3 仪器设备

7.6.3.1 电炉。

#### 7.6.4 试验步骤

称取约40 g样品（精确至0.01 g），置于300 mL锥形瓶中，加入50 mL水。用硝酸溶液调节至酸性（ $\text{pH}\approx 2$ ）。加热到沸腾，流水冷却至室温。向试液中加入1 mL硫酸铁（III）铵指示剂，准确加入10.00 mL的硝酸银标准滴定溶液。用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定至淡棕红色，剧烈震荡不褪色为终点。

### 7.6.5 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 $w_4$ 计，数值以mg/kg表示，按公式（4）计算。

$$w_4 = \frac{(V_1c_1 - V_2c_2)M \times 10^{-3}}{m} \times 10^6 \dots\dots\dots(4)$$

式中：

$V_1$ ——硝酸银标准滴定溶液加入的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c_1$ ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_2$ ——硫氰酸铵标准滴定溶液消耗的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c_2$ ——硫氰酸铵标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$M$ ——氯的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=35.45$ ）。

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5 mg/kg。

## 7.7 铵含量的测定

### 7.7.1 原理

试样中游离的铵与纳氏试剂反应生成黄棕色络合物，该络合物的色度与铵的含量成正比，用目视比色法测定。

### 7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 盐酸溶液：2+1。

7.7.2.2 氢氧化钠溶液：320 g/L。

7.7.2.3 铵标准溶液（以氢氧化铵计）：10 mg/L，准确称取 1.527g 于 105℃~110℃干燥至质量恒定的氯化铵，溶于水，全部转移至 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。再移取 1 mL 溶液至 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液贮存备用。

7.7.2.4 纳氏试剂：称取 210.0 g 氢氧化钠，溶解在 790 mL 无氨的水中，混合均匀，冷却至室温，此为溶液 A。称取 50.0 g 碘化汞和 40.0 g 碘化钾，溶解于 200 mL 无氨的水中，将该溶液倾入 700 mL 溶液 A 中，稀释至 1000 mL，静置，取上层清液使用。

7.7.2.5 无氨的水。

### 7.7.3 仪器设备

7.7.3.1 比色管：100 mL。

### 7.7.4 试验步骤

称取10 g试样（精确至0.01g），置于比色管中，加入约30 mL无氨的水稀释。用盐酸溶液调节pH至中性（ $\text{pH}\approx 7$ ），加入3 mL NaOH溶液及2 mL纳氏试剂，用无氨的水稀释至刻度，摇匀，放置10 min后比色。



标准比色溶液是准确移取10.00mL铵标准溶液置于比色管中,与试样同时同样处理。同时放置10 min后比色。

试验溶液所呈颜色不深于标准比色溶液,则符合本文件规定的指标要求,否则不符合本文件规定的指标要求。

## 7.8 硝酸盐及亚硝酸盐含量的测定

### 7.8.1 原理

在碱性介质中,使用定氮合金将硝态氮还原,直接蒸馏出氨,通过酸性溶液吸收生成铵,与纳氏试剂反应生成黄棕色络合物,该络合物的色度与铵的含量成正比,用目视比色法测定。

### 7.8.2 试剂或材料

#### 7.8.2.1 氮标准溶液: 1 mL 溶液含氮(N) 0.001 mg。

移取 0.10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氮(N)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。

#### 7.8.2.2 定氮合金。

#### 7.8.2.3 无氨的氢氧化钠溶液: 320 g/L。

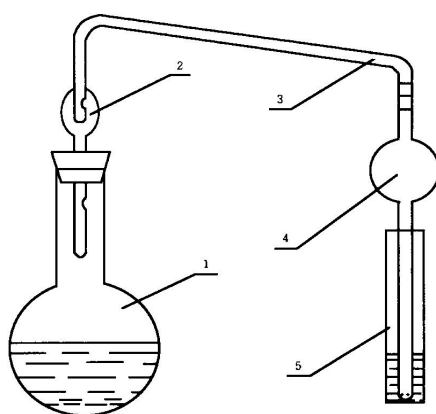
#### 7.8.2.4 硫酸溶液: 1+333。

#### 7.8.2.5 纳氏试剂。

#### 7.8.2.6 无氨的水。

### 7.8.3 仪器设备

定氮蒸馏装置: 如图 1 所示。也可使用具有同样效果的其他蒸馏装置。



标引序号说明:

1——蒸馏瓶 (250 mL);

2——气液分离器;

3——导管;

4——带有缓冲球的氨吸收管 (插入比色管底部的管端处有6个直径1 mm的小孔, 均匀分布);

5——比色管 (100 mL)。

图 1 定氮蒸馏装置

#### 7.8.4 试验步骤

称取 $2.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于蒸馏烧瓶中，加入无氨的水稀释至约140 mL，加入5 mL氢氧化钠溶液，混合均匀。加1 g定氮合金，迅速按图1连接蒸馏装置，加热蒸馏。使蒸馏装置冷凝末端导管浸没于盛有5 mL硫酸溶液的100 mL比色管中。混匀蒸馏烧瓶内溶液，静置1h，期间定时摇动。逐渐加热蒸馏烧瓶避免溶液爆沸，蒸馏出约75 mL溶液时，取出导管，停止加热。用少量无氨的水冲洗导管，溶液收集在比色管中。加3 mL无氨氢氧化钠溶液和2 mL纳氏试剂，用无氨的水稀释至刻度，摇匀，放置10 min后比色。

标准比色溶液是准确移取2.00 mL氮标准溶液置于蒸馏烧瓶中，加65 mL无氨的水、5 mL无氨的氢氧化钠溶液摇匀。以下操作从“加1 g定氮合金……”开始，与试样同时同样处理。

试验溶液所呈颜色深于标准比色溶液，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。

### 7.9 金属杂质含量的测定——电感耦合等离子体质谱法（Ⅰ型）

#### 7.9.1 原理

试样溶液经雾化系统后形成气溶胶，由载气带入等离子体内，在高温和惰性氩气气氛中蒸发、汽化、解离和电离，转化成带正电荷的离子，经离子采集系统进入质谱仪，按离子的质荷比进行分离，各离子质谱峰的强度与样品中相应离子浓度成正比，通过确定这种强度，可对各元素进行定量分析。

#### 7.9.2 试剂或材料

7.9.2.1 硝酸：电子级，单元素 $<1\text{ }\mu\text{g/L}$ 。

7.9.2.2 水：符合 GB/T 11446.1—2013 表 1 中规定的 EW-I级电子级水。

7.9.2.3 混合标准溶液：1 mL 溶液含铝、钙、铅、镁、钴、铬、铜、铁、镍、钛、锌各 10  $\mu\text{g}$ 。

该溶液现用现配。

7.9.2.4 高纯氩气、高纯氢气、高纯氧气、高纯氮气：纯度不低于 99.999%。

7.9.2.5 氨氮混合气：20%氨和 80%高纯氮混合。

#### 7.9.3 仪器设备

7.9.3.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）。

7.9.3.2 精密微量移液器：量程 10  $\mu\text{L}$ ~100  $\mu\text{L}$ ，配有聚丙烯（PP）吸头。

7.9.3.3 容量瓶：100 mL，材质为四氟乙烯-全氟烷氧基乙烯基醚共聚物（PFA）。

7.9.3.4 样品瓶：材质为四氟乙烯-全氟烷氧基乙烯基醚共聚物（PFA）。

#### 7.9.4 试验步骤

##### 7.9.4.1 测定条件及进样系统选择

7.9.4.1.1 按 GB/T 25915.1—2021 表 1 中规定的 ISO5 级的试验室中操作。

7.9.4.1.2 待测元素质量数：待测元素质量数参见附录 A。

7.9.4.1.3 使用 PFA 材质毛细管雾化器和雾室，铂中心管，适应矩管及铂锥。

##### 7.9.4.2 前处理

使用样品瓶取样后，分别向6个100 mL容量瓶中加入1.00 mL试样，加入适量水稀释，加入1 mL电子级硝酸中和。

### 7.9.4.3 测定

向前处理后试液中分别加入0.0 μL、10.0 μL、20.0 μL、50.0 μL、100.0 μL、200.0 μL的混合标准溶液，加水稀释至刻度，摇匀。此系列溶液相当于每升含有1μg，2μg，5μg，10μg，20μg待测元素。在规定的仪器条件下，分别测定各元素响应强度值，以响应强度标准溶液质量浓度（μg/L）为横坐标，对应的响应强度值为纵坐标，绘制工作曲线，将曲线的反向延长线与横坐标相交，交点即为待测元素的含量。

### 7.9.5 试验数据处理

待测元素含量以待测杂质元素的质量分数 $w_6$ 计，数值以以微克每升（μg/L）表示，按式（6）计算：

$$w_6 = \frac{\rho V}{V_0} \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$\rho$ ——从标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

$V$ ——试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=100$ ）；

$V_0$ ——试样的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_0=1$ ）。

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算术平均值的20%。

## 7.10 金属杂质含量的测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法（Ⅱ型）

### 7.10.1 原理

试样溶液经雾化系统雾化后形成气溶胶，由载气带人等离子内，在高温和性氩气氛中蒸发、原子化、激发和电离。被测元素的原子或离子被激发时，电子在原子内不同能级跃迁，当由高能态向低能态跃迁时产生特征辐射，其相对强度与浓度成正比，通过确定这种特征辐射的波长及其相对强度，可对各元素进行定量分析。

### 7.10.2 试剂或材料

7.10.2.1 盐酸溶液：1+1，用优级纯试剂配制。

7.10.2.2 铝（Al）标准溶液：1 mL 溶液含铝（Al）0.001 mg。

移取0.1 mL按HG/T 3696.2配制的铝标准贮备溶液于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.3 钙（Ca）标准溶液：1 mL 溶液含钙（Ca）0.001 mg。

移取0.1 mL按HG/T 3696.2配制的钙标准贮备溶液于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.4 铅（Pb）标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.001 mg。

移取0.1 mL按HG/T 3696.2配制的铅标准贮备溶液于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.5 铁（Fe）标准溶液：1 mL 溶液含铁（Fe）0.001 mg。

移取0.1 mL按HG/T 3696.2配制的铁标准贮备溶液于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.6 镍（Ni）标准溶液：1 mL 溶液含镍（Ni）0.001 mg。

移取0.1 mL按HG/T 3696.2配制的镍标准贮备溶液于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.7 锌（Zn）标准溶液：1 mL 溶液含锌（Zn）0.001 mg。

移取0.1 mL按HG/T 3696.2配制的锌标准贮备溶液于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.8 银（Ag）标准溶液：1 mL 溶液含银（Ag）0.001 mg。

移取0.1 mL按HG/T 3696.2配制的银标准贮备溶液于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.9 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

### 7.10.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 7.10.4 试验步骤

#### 7.10.4.1 试验溶液的制备

移取1 mL试样到100 mL塑料烧杯中，加入约20 mL水和5 mL盐酸溶液，冷却到室温后转移至100 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。根据试液中待测元素含量水平可适当调整称样量或将试液进行适当倍数稀释后测定。

#### 7.10.4.2 标准曲线的绘制

分别移取0.00 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.60 mL、0.80 mL、2.00 mL杂质标准溶液，分别置于6个100 mL容量瓶中，各加0.5 mL盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。

在仪器最佳的测定条件下，参考表2给出的待测元素测定波长，测定标准溶液中各杂质元素的光谱强度，用试剂空白为参比，测定其光谱强度。以待测元素标准溶液的质量浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标分别绘制标准曲线。

表2 待测元素推荐波长

| 杂质元素  | 铝（Al）   | 钙（Ca）   | 铅（Pb）   | 铁（Fe）   | 镍（Ni）   | 锌（Zn）   | 银（Ag）   |
|-------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 波长/nm | 396.153 | 393.366 | 220.353 | 238.204 | 231.604 | 206.200 | 328.068 |

#### 7.10.4.3 试验

按照7.10.4.2相同条件测定试验溶液中各待测元素的光谱强度。从标准曲线上查出待测元素的质量浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）。

### 7.10.5 试验数据处理

待测元素含量以待测元素含量的质量分数 $w_7$ 计，数值以 $\mu\text{g/L}$ 表示，按式（7）计算。

$$w_7 = \frac{\rho \times 100}{V} \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$\rho$ ——从标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

$V$ ——试样的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=1$ ）。

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算术平均值的20%。

## 7.11 颗粒数的测定

### 7.11.1 原理

一束经聚焦的激光垂直于试液流向方向入射，试液中微粒将产生光散射效应，散射光的强度与微粒的大小具有一定的关系，散射光经聚光镜会聚到光电倍增管，将光信号变成电脉冲，电脉冲的数目和幅度分别与水中微粒的数目和直径成正比。电脉冲信号经放大输入计算机处理后，可直接获得微粒浓度的测量结果。

### 7.11.2 试剂或材料

7.11.2.1 超纯水：符合 GB/T 11446.1—2013 表 1 中规定的 EW-I级电子级水。

7.11.2.2 异丙醇：电子级。

### 7.11.3 仪器设备

7.11.3.1 样品瓶：材质为四氟乙烯-全氟烷氧基乙烯基醚共聚物（PFA）。

7.11.3.2 散射法液体颗粒计数仪：可侦测最小粒径 0.2  $\mu\text{m}$  的粒子，配蓝宝石材质毛细管，PFA 材质管路。

### 7.11.4 试验步骤

应使用样品瓶取样，按GB 50073规定的洁净度等级为5级的环境中操作。

准确量取一定量试样，静置30 min以上，按照液体粒子计数仪的操作手册进行操作。测试时先用进电子级水清洗系统,直至测得水中颗粒物小于100 pcs/mL。再用试样清洗，然后抽取一定量的试样进入仪器，测出颗粒粒径不小于0.3  $\mu\text{m}$ 相对应的颗数。检测样品时，通常将仪器测量次数设置为3次，取三次算术平均值为测定结果。

分析结束后，将进液管放入水中清洗系统，长期不使用时，应使用异丙醇清洗系统，清洗系统后进空气排空系统。

## 8 检验规则

8.1 本文件采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列要求：

- a) 本文件要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下，每 6 个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时，应进行型式检验：
  - 更新关键生产工艺；
  - 主要原料有变化；
  - 停产又恢复生产；
  - 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
  - 合同规定。
- b) 本文件要求中规定的氢氧化钾、碳酸钾、钠、氯化物、铝、钙、铅、镁、钴、铬、铜、铁、镍、钛、锌、银为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产罐装的产品为一批。每批产品 I 型不超过 150 t，II 型不超过 500 t。

8.3 抽样宜在线采样，在生产线上专用采样口进行。成品抽样时，按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时用专用洁净采样器在层流罩或其他等效净化环境下采样。桶装自包装桶口插入料层深度的四分之三处采样。槽车取样宜在专用净化充装装置取样口取样。每次采样量不少于 1000 mL。将样品分装于两个清洁、干燥的塑料容器中，密封。并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间由生产企业根据需要确定。

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本文件。

8.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自同一批产品中随机加倍采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

## 9 标志、标签和随行文件

9.1 使用包装桶时，容器上应有牢固清晰的标志，内容包括生产厂家、厂址、产品名称、类别、型号、净含量、批号或生产日期、生产许可证号、本文件编号及 GB 190 规定的“腐蚀性物质”标签和 GB/T 191—2016 中规定的“怕晒”“怕雨”标志。

9.2 槽车上应有牢固清晰的符合 GB 190 规定的“腐蚀性物质”标志。

9.3 每批出厂的电子工业用氢氧化钾溶液都应有质量证明书，内容包括：厂家、厂址、产品名称、类别、型号、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本文件编号。

## 10 包装、运输和贮存

10.1 电子工业用氢氧化钾溶液可采用公路槽车或塑料包装桶装运，包装应符合 GB 12463 及 GB 18191 要求。I型产品槽车罐体材质应为 316 L 内衬聚四氟乙烯，具有充氮装置，保持罐体气相正压状态。包装桶应为密封、开口小，内衬高密度聚乙烯、全聚四氟乙烯或覆盖聚四氟乙烯内膜桶。槽车罐体及包装桶应洁净且不应污染产品。

10.2 电子工业用氢氧化钾溶液应装于具有符合国家要求的危险化学品运输资质的专用车辆运输。运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、包装破损，桶包装不得倒置。

10.3 电子工业用氢氧化钾溶液贮存应符合 GB 15603 要求。应储存于通风、干燥的库房内，保持容器密封，避免与挥发性有机物及酸类物质共存，防止日晒、受潮、撞击，远离易燃物。

附 录 A  
(资料性)

电感耦合等离子体质谱法待测元素推荐质量数

使用电感耦合等离子体质谱法测定待测元素含量的推荐质量数参见表A.1。

表 A. 1 推荐质量数

| 待测元素  | 推荐质量数（模式）            |
|-------|----------------------|
| 铝（Al） | 27(H <sub>2</sub> )  |
| 钙（Ca） | 43(H <sub>2</sub> )  |
| 铅（Pb） | 208(He)              |
| 镁（Mg） | 24(H <sub>2</sub> )  |
| 钴（Co） | 59(H <sub>2</sub> )  |
| 铬（Cr） | 52(H <sub>2</sub> )  |
| 铜（Cu） | 63(H <sub>2</sub> )  |
| 铁（Fe） | 56(H <sub>2</sub> )  |
| 钛（Ti） | 64(O <sub>2</sub> )  |
| 锌（Zn） | 66(He)               |
| 银（Ag） | 107(H <sub>2</sub> ) |