

GB/T 11446.3~11446.10—1997

前 言

GB/T 11446.3~11446.10—1997 是分别对 GB 11446.3—89《电子级水检测方法通则》、GB 11446.4—89《电子级水电阻率的测试方法》、GB 11446.5—89《电子级水中痕量金属的原子吸收分光光度测试方法》、GB 11446.6—89《电子级水中痕量二氧化硅的分光光度测试方法》、GB 11446.7—89《电子级水中痕量氯离子的离子色谱测试方法》、GB 11446.8—89《电子级水中总有机碳的测试方法》、GB 11446.9—89《电子级水中微粒的仪器测试方法》、GB 11446.10—89《电子级水中细菌总数的滤膜培养测试方法》进行修订。

由于 GB/T 11446.1 增加了金属镍、硝酸根离子、磷酸根离子、硫酸根离子的技术指标,在本标准中增加了原子吸收分光光度法测定金属镍以及用离子色谱法测定硝酸根、磷酸根、硫酸根的测试方法。细菌的测试方法只用滤膜培养法,对测总有机碳方法也作了全新改写,对测试方法通则,测电阻率的方法、全硅的测定方法等都作了一些修订并重新改写。

本标准从实施之日起,同时代替 GB 11446.3~11446.10—89。

本标准由中华人民共和国电子工业部提出。

本标准由电子工业部标准化研究所归口。

本标准起草单位:中国科学院半导体研究所,电子工业部标准化研究所。

本标准主要起草人:闻瑞梅、李晓英、王在忠、徐学敏、孙目盼、刘任重、许秀欣。

中华人民共和国国家标准

电子级水中痕量氯离子、硝酸根离子、 磷酸根离子、硫酸根离子 的离子色谱测试方法

GB/T 11446.7—1997

代替 GB 11446.7—89

Test method for trace chloride, nitrate,
phosphate, sulfate in electronic grade water
by ion-chromatography

1 范围

本标准规定了电子级水中痕量氯离子(Cl^-)、硝酸根离子(NO_3^-)、磷酸根离子(PO_4^{3-})、硫酸根离子(SO_4^{2-})的离子色谱测试方法。

本标准适用于电子级水中痕量氯离子、硝酸根离子、磷酸根离子、硫酸根离子的检测。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 11446.1—1997 电子级水

GB/T 11446.3—1997 电子级水测试方法通则

3 定义

3.1 离子色谱法 ion chromatography

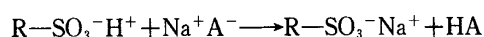
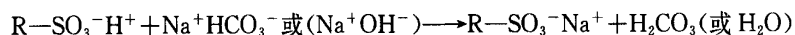
用高效离子交换色谱原理和抑制本底电导的电导鉴定法来分离和测定离子的一种特殊的液相色谱技术,可用于测量高纯水中的痕量阴离子。

4 方法原理

离子色谱仪由淋洗液贮器、泵、进样阀、分离柱、抑制柱、电导检测器和数据处理等部分组成。在分析水中阴离子时,分离柱充填低交换容量的阳离子交换树脂,而抑制柱充填高交换容量的强酸性阳离子交换树脂(H^+ 型),淋洗液为稀的碱溶液。当淋洗液与试样流经分离柱时,此时试样及淋洗液中的阳离子顺利通过,试样中的待测阴离子 A($\text{A}:\text{Cl}^-$ 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} 等离子)与淋洗液中的阴离子竞争取代分离柱内树脂($\text{RN}^+\text{—OH}^-$)上氢氧根(OH^-)的位置,其反应为:



阴离子与柱内填充树脂的亲合力的不同,使各阴离子分离,并依次从分离柱底部流出。当分离后的被测离子与淋洗液一同进入抑制柱,在抑制柱上发生下述反应:



试液与淋洗液中的阳离子被柱内阳离子交换树脂吸附,而淋洗液中电导率大的氢氧化钠或碳酸氢钠,在抑制柱中转变成电离度很小的碳酸或水。经分离的被测阴离子顺利地通过抑制柱,并以电导率大的酸的形式流出,通过电导检测器几分钟内便可记录氯离子、硝酸根离子、磷酸根离子、硫酸根离子等离子的色谱图,从而定量地测出各阴离子在试样中的含量。

5 试剂

5.1 空白用水:应符合 GB/T 11446.1 电子级水 1 级标准。

5.2 标准贮备

5.2.1 氯化钠(基准物质)标准贮备液:准确称取 0.165 0 g 氯化钠基准物质,以空白用水定容于 1 L 容量瓶中,制得 0.1 mg/mL 含氯离子的标准贮备液。

5.2.2 硫酸钠标准贮备液:准确称取 0.148 0 g 优级纯无水硫酸钠(105℃~110℃烘至恒温),以空白用水定容于 1 L 容量瓶中,此溶液含硫酸根离子 0.1 mg/mL。

5.2.3 硝酸钾标准贮备液:准确称取 0.163 0 g 优级纯硝酸钾(120℃~130℃烘至恒温)溶于水,以空白用水稀释至 1 L。此溶液含硝酸根离子 0.1 mg/mL。

5.2.4 磷酸钠标准贮备液:准确称取 0.172 7 g 优级纯磷酸钠溶于水,以空白用水稀释至 1 L。此溶液含磷酸根离子 0.1 mg/mL。

5.3 淋洗液:称取 6.30 g 碳酸氢钠(优级纯)溶于空白用水中,再加入 21.20 g 碳酸钠(优级纯),混匀,以空白用水稀释到 1 L,制得含 0.075 mol/L 碳酸氢钠和 0.200 mol/L 碳酸钠的淋洗用储备溶液。用时以空白用水稀释 100 倍。

5.4 再生液:将 280 mL 浓硫酸(MOS 级纯)溶于适量空白用水中,定容至 4 L;制得 1.25 mol/L 的硫酸储备溶液。用时以空白用水稀释 100 倍。

6 仪器

6.1 高效离子色谱仪及附件如高效阴离子分离柱,痕量分析柱,抑制柱,保护柱,电导检测器及记录系统等。

6.2 可调节的聚丙烯进样器。

6.3 规格齐全的玻璃器皿。

7 测试步骤

7.1 标准系列溶液的配制:准确量取适量的标准储备溶液,依次逐级稀释,制备成相应系列含氯离子、硝酸根离子、磷酸根离子、硫酸根离子的混合标准溶液。

7.2 仪器工作条件的选择:按仪器使用说明书的要求接通电源及气源,调试仪器使之处于最佳工作状态。仪器预热足够的时间,得到稳定的基线。

7.3 测量条件的选择:选择合适的阴离子分离柱,淋洗液及再生液的浓度与流速,进样的体积大小以及适宜的电子检测器灵敏度。

7.4 工作曲线的绘制:在仪器最佳工作条件下,测定标准系列溶液,记录各色谱图的电导率的峰值,以浓度为横坐标,电导率值为纵坐标绘制工作曲线。

7.5 水样的分析:在与绘制工作曲线相同条件下,对水样进行分析测定,由测得的电导率值从标准工作曲线上求得水样中氯离子、硝酸根离子、磷酸根离子、硫酸根离子的含量。

8 精密度

本方法的精密度见表 1。

表 1 阴离子的相对标准偏差和回收率

阴离子	浓度 $\mu\text{g/L}$	相对标准偏差 %	回收率 %
氯离子	1.0	3.96	>98
硝酸根	10.0	4.90	>96
磷酸根	10.0	3.85	>96
硫酸根	10.0	6.90	>96

9 试验报告

试验报告的格式按 GB/T 11446.3—1997 第 6 章要求。

10 注意事项

- 10.1 必须严格控制环境条件,仪器应放置在可调温的超净环境中。
 - 10.2 分析试样时,每当分析一次试样后,应立即注入空白用水。
 - 10.3 阴离子的色谱图随着仪器参数与工作条件而变化,每次测定应先进行标准溶液的校正,来确定各阴离子色谱图的位置。
-