

中華民國國家標準	<b>超純水中金屬元素之試驗法</b>	總號	14640
<b>CNS</b>		類號	K61080

## Methods of test for metallic elements in highly purified water

1. 適用範圍：本標準規定超純水中金屬元素(鈉、鉀、鈣、鎂、銅、鋅、鉛、鎘、鎳、鈷、錳、鉻、鋁及鐵)之試驗方法。

備考 1：本方法亦適用於超純水以外之高度分析用水中所含之金屬元素試驗。

2：本標準中 {} 內之單位為公制，數值為近似值。

### 2. 共同事項

(1) 通則：化學分析共同之一般事項，依 CNS 9179 [化學分析法通則] 之規定。

(2) 感應耦合電漿發光光譜分析法：感應耦合電漿發光光譜分析法(以下簡稱 ICP 發光光譜分析法)共同之一般事項，依 CNS 12416 [發光光譜分析法通則] 之規定。

(3) 電熱式原子吸收光譜分析法：電熱式原子吸收光譜分析法共同之一般事項，依 CNS 11209 [原子吸收光譜分析法通則] 之規定。

(4) 用語釋義：本標準所用之主要用語定義，依 CNS 12586 [分析化學用語(基礎部門)] 之規定。感應耦合電漿質譜分析法，以下簡稱為 ICP 質譜分析法。

(5) 定量範圍：電熱式原子吸收光譜分析法，ICP 發光光譜分析法，ICP 質譜分析法及離子層析法之定量範圍，皆以試樣中之濃度( $\mu\text{g/L}$  或  $\text{ng/L}$ )表示。

(6) 重現分析精密度：重現分析精密度，在各個試驗方法之定量範圍內，以重現試驗求得之變異係數(%)表示之<sup>(1)</sup>。

$$\text{註}^{(1)}: \text{變異係數}(\%) = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100$$

式中， $\sigma$ ：標準差

$\bar{x}$ ：平均值

(7) 水：使用 CNS 3699 [化學分析用水] 所規定之 A1~A3 分析用水，惟在各項目中另有規定時，依其規定。

(8) 試藥：有關試藥之共同事項如下。

(a) 試藥，若有相當之中國國家標準時，應使用該試藥之最上級或適合於用途者，若無相當之中國國家標準時，應使用對試驗無妨礙者。

(b) 試藥類之溶液濃度，通常以  $\text{g/L}$ (化合物時，使用其無水物之質量)或  $\text{mol/L}$ (或  $\text{mmol/L}$ )表示。惟標準液濃度，以  $\text{mg/mL}$ ， $\mu\text{g/mL}$  或  $\text{ng/mL}$  表示。

(c) 試藥類溶液名稱之後，括弧內所示之濃度，係指大概之濃度(但，不包括標準液)。例如，亞硫酸氫鈉溶液( $100\text{g/L}$ )係表示約  $100\text{g/L}$  之亞硫酸氫鈉溶液。

(d) 液體試藥濃度，以與水之混合比 [試藥(a+b)] 表示之。此表示法，係指將試藥 a mL 與水 b mL 混合，依 CNS 9179 之規定，使用於氫氟酸，硝酸等。惟將此等試藥不予稀釋而直接使用時，僅以其試藥名稱表示。

(共 40 頁)

公布日期 91 年 5 月 16 日	<b>經濟部標準檢驗局印行</b>	修訂公布日期 年 月 日
-----------------------	-------------------	-----------------

(e)試藥類之名稱，原則上依國立編譯館參照國際純化學及應用化學聯合會(IUPAC)之無機化合物命名法及有機化合物命名法所定化合物名稱以及 CNS 試藥名稱。

(f)關於試藥類及廢液等之處理，應依有關法令規則等，並充分注意。

(9)玻璃器具類：原則上，選用 CNS 7300~7322 所規定之化學分析用玻璃器具及 CNS 8862~8867 所規定之化學分析用玻璃體積計，惟需要特殊器具時，在各項目中，將其範例圖示或說明，再者，若用於加熱操作時，則使用石英玻璃製(或硼矽酸玻璃)。使用於乾燥器之乾燥劑，原則上為矽膠<sup>(2)</sup>。

註<sup>(2)</sup>：使用 CNS 6727〔包裝用矽膠乾燥劑〕所規定之包裝用矽膠乾燥劑 A 型 1 種。

(10)檢量線(電熱式原子吸收光譜分析法，ICP 發光光譜分析法，ICP 質譜分析法，離子層析法)：製作檢量線時，將試驗方法所示之定量範圍分為 4~6 階段，然後量取可與此情形一致之標準液量。製作定量範圍內之檢量線。於電熱式原子吸收光譜分析法，ICP 發光光譜分析法，ICP 質譜分析法及離子層析法，試驗時，須使用新製作之檢量線。對於多數試樣連續試驗同一項目時，則在試驗過程中，適當地，使用標準液確認指示值。

(11)試驗環境：本試驗，宜在室內清淨度 3 級以上之環境(1m<sup>3</sup> 空氣中所含粒子之粒徑在 0.1~0.5 μm 之範圍內，並且 0.1、0.2、0.3 及 0.5 μm 之粒子顆數分別為 10<sup>3</sup>、236、101 及 35 以下)例如無塵室內實施。

(12)註，備考及圖：註，備考及圖，係每一項目別附加序號。

(13)結果之表示：試驗方法有二種以上時，應加註試驗方法。

備考：試樣之採取及試驗之任何操作，均須付出最大注意力，以避免污染試樣，亦須注意所使用器具之材質或形狀及洗滌方法。

尤其須注意避免來自分析者之污染。宜使用無塵室用手套等。

### 3. 試樣採取

(1)試樣容器：使用石英玻璃製，聚乙烯製，聚丙烯製，聚苯乙烯製等之氣密容器。

(2)試樣容器之洗滌

(a)將硝酸(0.2mol/L){使用 CNS 1837〔化學試藥(硝酸)〕所規定之硝酸或高純度硝酸與 A1 分析用水調製之}裝滿於試樣容器，蓋緊並放置 16 小時以上後，以 A1 分析用水洗滌之。

(b)然後將試樣容器容量之約  $\frac{1}{4}$  量的 A1 分析用水放入其中，加栓激烈搖動混合約 30 秒鐘以洗滌之。將此操作反覆實施 5 次。

(c)裝滿 A3 分析用水(或與待測之水同等之水)，蓋緊並放置 16 小時後，將水捨棄。

(d)再以與(c)相同之水裝滿後，密栓放置至採取試樣。

(3)採取操作

(a)以待測之水，將水精製裝置出口或主管路之試樣採取閥<sup>(1)</sup>前端充分洗滌後，裝設預先以 A1 分析用水充分洗滌之試樣導管(軟質合成樹脂製者)<sup>(2)</sup>。

(b)將試樣容器中之水捨棄，以待測之水實施第 3.(2)(b)節之操作。

(c)使試樣導管前端接觸試樣容器底部，而使試樣流出試樣容器容量之約 5 倍量後，取出試樣導管，試樣每 1L 加硝酸(1+1)，使用高純度硝酸與 A3 分析用水調製之)1mL<sup>(3)</sup>，以試樣充分洗滌栓塞後，密栓之。

註<sup>(1)</sup>：試樣採取閥，應使用耐蝕性材料。

<sup>(2)</sup>：試樣導管之距離長時，放流至試樣採取閥與試樣導管間之滯留水完全被取代後，繼續放流約 5 分鐘。若為主管路時，則經常以約 1L/min 自試樣採取閥放出為宜。

<sup>(3)</sup>：對試驗鈉、鉀、鈣及鎂之試樣，不添加硝酸(1+1)。

4.鈉(Na)：鈉之定量，適用電熱式原子吸收光譜分析法，ICP 質譜分析法或離子層析法。

4.1 電熱式原子吸收光譜分析法：將試樣濃縮後，依電熱式原子吸收光譜分析法，以波長 589.0nm 測定鈉之原子吸光，以定量鈉。

定量範圍：Na 5~50ng/L<sup>(1)</sup>，重現分析精密度：以變異係數表示，為 10~30%<sup>(1)</sup>

註<sup>(1)</sup>：係針對依第 4.1(3)節之步驟將試樣體積濃縮為約  $\frac{1}{50}$  時之原試樣者。因裝置，測定條件而不同。

#### (1)試藥

(a)水：A3 分析用水，或精製成與其同等品質之水(不使用金屬製蒸餾裝置)。須對待測元素實施空白試驗，以確認是否適合使用。惟 A3 分析用水之鈉濃度，應為 10ng/L 以下。

(b)硝酸(1+1)：使用高純度硝酸調製之。

(c)鈉標準液(100  $\mu$ g Na/mL)：將 CNS 12983 [容量分析用標準試藥] 所規定之氯化鈉適當量以 600°C 加熱約 1 小時，移入乾燥器內放冷。精稱其 0.254g，以少量水溶解後，使用水將溶液洗移至 1000mL 之量瓶，加水至標線。儲存於聚乙烯瓶中。

(d)鈉標準液(1  $\mu$ g Na/mL)：量取鈉標準液(100  $\mu$ g Na/mL)10 mL，移入 1000 mL 之量瓶中，加水至標線。使用時調製之。

(e)鈉標準液(10ng Na/mL)：量取鈉標準液(1  $\mu$ g Na/mL)5mL，移入 500 mL 之量瓶中，加水至標線。使用時調製之。

#### (2)器具及裝置

(a)濃縮裝置：石英玻璃製，減壓式，試樣容器之容量為約 1L 者。

(b)電熱式原子吸收光譜分析儀。

(c)發熱體：石墨製或耐熱金屬製。

(d)鈉中空陰極管。

(e)流動氣體：使用高純度氫氣(純度 99.99vol%以上，氧及水分分別為 20 及 20 vol ppm 以下)<sup>(2)</sup>。

(f)微吸量管：按鈕式液體用微量體積計 20~50  $\mu$ L，或自動注入裝置。