

ICS 31-030
L 90



中华人民共和国国家标准

GB/T 11446.7—1997

GB/T 11446.7—1997

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

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

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

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
1998年2月第一版 2005年8月第二次印刷

*
书号: 155066·1-23546 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 11446.7—1997

1997-09-01 发布

1998-09-01 实施

国家技术监督局 发布

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导率很小的碳酸或水。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。

前 言

GB/T 11446.7—1997 是对 GB 11446.7—89《电子级水中痕量氯离子的离子色谱测试方法》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 GB/T 11446.3~11446.10 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 11446.7—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。