



中华人民共和国国家标准

GB/T 11446.7—2013
代替 GB/T 11446.7—1997

电子级水中痕量阴离子的 离子色谱测试方法

Test method for trace anion in electronic grade water
by ion chromatography

2013-12-31 发布

2014-08-15 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 11446 预计结构如下：

- GB/T 11446.1 电子级水；
- GB/T 11446.2 (待定)；
- GB/T 11446.3 电子级水测试方法通则；
- GB/T 11446.4 电子级水电阻率的测试方法；
- GB/T 11446.5 电子级水中痕量金属的原子吸收分光光度测试方法；
- GB/T 11446.6 电子级水中二氧化硅的分光光度测试方法；
- GB/T 11446.7 电子级水中痕量阴离子的离子色谱测试方法；
- GB/T 11446.8 电子级水中总有机碳的测试方法；
- GB/T 11446.9 电子级水中微粒的仪器测试方法；
- GB/T 11446.10 电子级水中细菌总数的滤膜培养测试方法。

本部分为 GB/T 11446 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 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》。

本部分与 GB/T 11446.7—1997 相比，主要有下列变化：

- 增加了痕量“氟离子”、“亚硝酸根离子”和“溴离子”的测定方法；
- 将离子色谱工作原理反应式归纳到附录 A 中；
- 增加“干扰因素”(见第 5 章)；
- 删除“注意事项”(见 1997 年版的第 10 章)。

本部分由中华人民共和国工业和信息化部提出。

本部分由中国电子技术标准化研究院归口。

本部分起草单位：信息产业部专用材料质量监督检验中心、中国科学院半导体研究所、中国电子技术标准化研究院、中国电子科技集团公司第四十六研究所。

本部分主要起草人：王奕、褚连青、何秀坤、段曙光、提刘旺、刘筠。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11446.7—1989、GB/T 11446.7—1997。

电子级水中痕量阴离子的 离子色谱测试方法

1 范围

GB/T 11446 的本部分规定了电子级水中痕量氟离子(F^-)、氯离子(Cl^-)、亚硝酸根离子(NO_2^-)、溴离子(Br^-)、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。

本部分适用于电子级水中痕量氟离子、氯离子、亚硝酸根离子、溴离子、硝酸根离子、磷酸根离子、硫酸根离子的测定,其中检出限依次为 $0.7 \mu g/L$ 、 $0.8 \mu g/L$ 、 $1 \mu g/L$ 、 $1 \mu g/L$ 、 $1 \mu g/L$ 、 $1 \mu g/L$ 和 $1 \mu g/L$ 。

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/T 11446.1—2013 电子级水

GB/T 11446.3—2013 电子级水测试方法通则

3 术语和定义

GB/T 11446.3—2013 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

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(或抑制器)、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,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 ($A: F^-$ 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 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($RN^+ - OH^-$)上氢氧根(OH^-)的位置,其反应式参见附录 A。

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。分离后的被测离子与淋洗液一同进入抑制柱(或抑制器)。淋洗液中电导率大的氢氧化钠或碳酸氢钠,在抑制柱(或抑制器)中转变成电导度很小的碳酸或水。经分离的被测阴离子顺利地通过抑制柱(或抑制器),并以电导率大的酸的形式流出。其反应式参见附录 A。

通过电导检测器十几分钟内便可记录氟离子、氯离子、亚硝酸根离子、溴离子、硝酸根离子、磷酸根离子、硫酸根离子的色谱图,从而定量地测出各阴离子在试样中的含量。