

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

电子级水中痕量金属的原子吸收分光光度测试方法

GB/T 11446.5—1997

代替 GB 11446.5—89

Test method for measuring trace metals in electronic grade water by atomic absorption spectrophotometry

1 范围

本标准规定了用无火焰(或火焰)原子吸收分光光度计测定电子级水中痕量金属铜、锌、镍、钠、钾的测试方法。

无火焰原子吸收分光光度适用于Ⅰ～Ⅲ级电子级水中痕量金属的测定。其方法检测限低于 $10^{-7}\%$ 。

火焰原子吸收分光光度法适用于Ⅳ电子级水中痕量金属的测定。

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 原理

用原子吸收分光光度法测定痕量金属是基于从光源辐射出具有待测元素特征谱线的光经试样蒸气中处于基态的待测元素的原子所吸收,根据辐射特征谱线光被减弱的程度来测定试样中待测元素的含量。

本方法用无火焰(或火焰)原子吸收分光光度计在324.7 nm, 213.9 nm, 232.0 nm, 589.0 nm, 766.5 nm等波长处,分别测量待测水样中铜、锌、镍、钠、钾等金属元素的吸光度,再从标准曲线上查得与各吸光度相对应的待测元素的含量。

4 试剂

4.1 空白用水:应符合GB/T 11446.1电子级水Ⅰ级。

4.2 硝碳:MOS级。

4.3 盐酸:(1+1)(V/V),MOS级。

4.4 标准溶液:采用国家技术监督局批准的二级标准物质。水中成分分析标准物质GBW(E)分别为铜(080122),锌(080130),镍(080141),钠(080127),钾(080125)。或国家标准物质研究中心提供的BW系列水质标准溶液。

5 仪器和器皿

- 5.1 原子吸收分光光度计:包括空心阴极灯,原子化系统——石墨炉(或火焰原子化器),分光系统和检测记录系统等四部分。
- 5.2 进样器:自动进样器或微量取样器,火焰原子化用喷雾器。
- 5.3 聚乙烯瓶:25 mL,50 mL,100 mL。
- 5.4 移液管:0.2 mL~5.0 mL。
- 5.5 容量瓶:25.0 mL~100.0 mL。

6 测试步骤

6.1 仪器条件的选择

根据不同型号的仪器选择最佳仪器参数(灯电流,缝宽度等)见附录 A(提示的附录)。石墨炉原子化器的工作条件的选择见附录 A(提示的附录)。

6.2 进样量

根据被测元素的灵敏度和水样中的金属元素的含量决定进样量,石墨炉进样一般选取 20 μL ~100 μL ,当含量极低时,可采用多次进样,以降低测定下限;在进行火焰分析时,样品喷入火焰直至得到稳定的最大吸收值为止。

6.3 工作曲线的绘制

6.3.1 标准系列工作溶液的配制:将标准溶液按逐级稀释配制成相应的系列见表 1。

表 1 标准系列溶液

元素	浓度 $\mu\text{g/L}$					
	0	1.0	3.0	5.0	7.0	10.0
铜	0	1.0	3.0	5.0	7.0	10.0
锌	0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0
镍	0	1.0	3.0	5.0	7.0	10.0
钠	0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0
钾	0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0

6.3.2 工作曲线绘制:将标准系列工作溶液分别在上述仪器最佳条件下进行测量,以测得的吸光度(一般为峰高)为纵坐标,对应的浓度为横坐标作图,求出工作曲线的斜率。

6.4 水样的测定

吸取一定量的水样于石墨管内(或喷水样于火焰中),测得吸光度后,再从工作曲线上查出与吸光度相对应的元素含量。

7 精密度

本方法的精密度见表 2。

GB/T 11446.5—1997

表 2

元素	浓度 μg/L	相对标准偏差 %
铜	5.0	3.2
锌	2.0	2.6
镍	5.0	5.0
钠	3.0	2.1
钾	3.0	3.7

8 试验报告

试样中被测元素的含量报告格式按 GB/T 11446.3—1997 第 6 章要求。

9 注意事项

- 9.1 实验室空气的净化与否对分析结果影响较大,最好能在净化室进行。
- 9.2 每次加样前一定要将石墨炉燃至读数为零,或进行空白实验。
- 9.3 每测定一定数的样品后,应分析一个标准样品,检查石墨管的寿命,若有影响应更换新石墨管。
- 9.4 水样应尽快分析,放置时间越长,污染的可能性越大。若不能即时分析,应放在冰箱里。

附录 A

(提示的附录)

仪器工作条件

元素	波长 nm	灯电流 mA	光谱通带宽度 nm
铜	324.7	15	0.7
锌	213.9	15	0.7
镍	232.0	25	0.2
钠	589.0	8	0.7
钾	766.5	12	0.7

HGA-500型石墨炉工作条件

元素	干燥阶段		灰化阶段		原子化阶段	
	温度 ℃	升温时间/保持时间 s	温度 ℃	升温时间/保持时间 s	温度 ℃	升温时间/保持时间 s
铜	100	5/50	700	1/20	2 500	1/5
锌	100	5/50	400	1/20	2 000	1/5
镍	100	5/50	600	1/20	2 600	1/5
钠	100	5/50	600	1/20	2 300	1/5
钾	100	5/50	700	1/20	2 300	1/5

注：进样体积为 20 μL 时，干燥保持时间为 30 s；氩气流量在原子化阶段为 50 mL/min，其他阶段为 300 mL/min。