

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

电子级水中二氧化硅的分光光度测试方法 GB/T 11446.6—1997

Test method for SiO₂ in electronic
grade water by spectrophotometer

代替 GB 11446.6—89

1 范围

本标准规定了电子级水中二氧化硅的分光光度测定方法。

本标准适用于电子级水中二氧化硅的测定,分析下限为 1 μg/L。

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 可溶性硅 soluble silicon

以单一分子状态存在于水中的溶解性硅酸盐。

3.2 全硅 total silicon

水中可溶性硅和以二氧化硅胶体状态存在的硅的总量,全硅和可溶性硅之差即为胶体硅。

4 原理

水中可溶性硅在酸性介质中(pH=1~2)与钼酸铵反应生成黄色硅铜杂多酸(NH₄)₂H₆[Si(MO₂O₇)₆]H₂O,用还原剂1-氨基-2-苯酚-4-磷酸还原黄色的硅钼杂多酸为硅钼蓝,然后用分光光度计测定硅钼蓝的吸光度,计算出水中可溶性硅量。水中非溶性硅可用氢氟酸溶解,进行全硅的测定。

5 试剂

5.1 空白用水:应符合 GB/T 11446.1 电子级水 EW-I 级水。

5.2 硅标准溶液:

5.2.1 1 μg/mL 的二氧化硅标准储备溶液:准确称取 1.000 0 g 经 800℃ 焙烧过的二氧化硅(优级纯)与 3.0 g 无水碳酸钠(优级纯)于铂坩埚中,混匀,于 1 000℃ 加热后完全溶融,冷却后,将溶融物溶于水,稀释至 1 L,储于塑料瓶中,该溶液应透明,如有混浊应重新配制。

5.2.2 1 μg/mL 的二氧化硅标准工作溶液:将 5.2.1 中的二氧化硅标准储备溶液逐级稀释配制(临用配制)。

5.3 钼酸铵溶液:10% (W/V)。分析纯的钼酸铵经两次重结晶纯化。

5.4 草酸溶液或酒石酸或柠檬酸溶液:10% (W/V)。

GB/T 11446. 6—1997

5.5 1-氨基-2-苯酚-4-磺酸还原剂溶液:称取 1.5 g 1-氨基-2-苯酚-4-磺酸和 7 g 无水亚硫碳酸钠,溶于 200 mL 水中,将此溶液加入 600 mL(15% 碳酸氢钠溶液中,用空白用水稀至 1 L(该溶液如有混浊则应过滤),储于聚乙烯瓶中。

5.6 盐酸:(1+1)(V/V)。经蒸馏器或吸收提纯的盐酸。

5.7 氢氟酸:1%(V/V)。经铂蒸馏器提纯的氢氟酸。

5.8 硼酸溶液:以重结晶提纯的硼酸配制的饱和溶液。

6 仪器

6.1 分光光度计:工作波长 200 nm~1 000 nm,波长精度±1.5 nm;透过范围(0~110)%,透过率重复性±0.5%,吸光度测量范围 0.04~2,比色皿 1 cm,2 cm,5 cm,10 cm。

6.2 分析天平。

6.3 恒温水浴埚。

6.4 铂坩埚。

6.5 聚乙烯瓶(杯):100 mL,1 000 mL。

6.6 规格齐全的玻璃器皿。

7 采样

7.1 用于分析硅的盛水容器,必须使用聚乙烯等塑料容器,按 GB/T 11446. 1—1997 中第 4 章执行。

8 测试步骤

8.1 工作曲线的绘制

依次取 0.0,0.1,0.2,0.5,0.8,1.0,2.0,5.0,10.0 mL 含二氧化硅 1 μg/L 的标准溶液于 50 mL 容量瓶中,以空白用水稀释至刻度,摇匀,将上述溶液各倒入一只聚乙烯杯中,分别加入 1 mL 盐酸(1+1),3 mL 10% 铬酸铵溶液,摇匀,静止 10 min,加入 2 mL 10% 草酸溶液,摇匀,静置 2 min,加入 2 mL 1-氨基-2-苯酚-4-磺酸还原剂溶液,摇匀,再静止 10 min。以空白溶液为参比,用 5 cm 或 10 cm 液槽,在 815 nm 波长处,用分光光度计进行测定。以吸光度为纵坐标,二氧化硅浓度为横坐标绘制工作曲线。

8.2 试剂空白的扣除

8.2.1 分别将 50 mL 与 43 mL 空白用水注入两只聚乙烯烧杯中,按 8.1 步骤分别加入单倍试剂及双倍试剂,以空白用水为参比,所测出的两种溶液的吸光度之差即为试剂空白吸光度。

单倍试剂:50 mL 空白用水加 1.0 mL 盐酸(1+1)加 3.0 mL 10% 铬酸铵加 2.0 mL 10% 草酸加 2.0 mL 还原剂。溶液吸光度为 A_1 。

双倍试剂:43.0 mL 空白用水加 1.0 mL 盐酸(1+1)加 6.0 mL 10% 铬酸铵加 4.0 mL 10% 草酸加 4.0 mL 还原剂。溶液吸光度值为 A_2 。

8.2.2 测全硅时:在一只聚乙烯杯中,加入 2.5 mL 饱和硼酸及 1.0 mL 氢氟酸(1+1),摇匀,加入 39.5 mL 空白水,再按 8.1 步骤加入试剂,以空白水为参比,测出该溶液吸光度值为 A_3 。氢氟酸加硼酸所产生的吸光度值为 $A_3 - A_1$ 。

8.2.3 测定可溶性硅时,试剂空白为 $A_2 - A_1$,测定全硅时,试剂空白为 $A_2 - A_1 + A_3 - A_1 = A_2 + A_3 - 2A_1$ 。

8.3 水样的测定

8.3.1 溶解性硅的测定

取 50 mL 水样于聚乙烯瓶中,按绘制工作曲线步骤进行操作,以空白用水作参比进行光度测定,由工作曲线上查出试剂吸光度与试剂空白吸光度之差所对应的二氧化硅含量,即为水样中溶解性硅的含量。

GB/T 11446. 6—1997**8.3.2 水中全硅的测定**

取 50 mL 水样于带盖的聚乙烯瓶中,加入 1.0 mL 氢氟酸,盖上瓶盖并摇匀,于沸水浴上加热 15 min,冷至室温,加入 2.5 mL 饱和硼酸溶液,摇匀。以下见可溶性硅的测定。从工作曲线上查出试样吸光度与试剂空白吸光度之差所对应的二氧化硅含量,即为水样中二氧化硅的总含量。

9 干扰的消除

9.1 磷酸盐与砷酸盐等在测定条件下生成相应的蓝色杂多酸,可用草酸、酒石酸等羟基酸消除砷、磷的干扰。

9.2 测定水中全硅时,用氢氟酸将非可溶性硅转化为可溶性硅,但氢氟酸有负干扰,加饱和硼酸予以消除。

10 方法检测限和相对偏差

本方法分析电子级水中二氧化硅含量,方法检测限为 1 $\mu\text{g}/\text{L}$,对于 10 $\mu\text{g}/\text{L}$ (二氧化硅)的水的分析,相对偏差为 8%。

11 试验报告

试验报告的格式按 GB/T 11446. 3—1997 第 6 章要求。