



中华人民共和国国家标准

GB/T 33087—2016

仪器分析用高纯水规格及试验方法

Ultra pure water for instrumental analysis specification and test methods

2016-10-13 发布

2017-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准负责起草单位:中国计量科学研究院、默克化工技术(上海)有限公司。

本标准参加起草单位:上海市计量测试技术研究院、泰州市产品质量监督检验所、国家纳米科学中心。

本标准主要起草人:全灿、赵鹏、李春华、韦超、李红梅、朴玲玉、隋志伟、史乃捷、黄银波、陈妍、高俊伟、储琳、杨银芬、熊莺。

仪器分析用高纯水规格及试验方法

1 范围

本标准规定了仪器分析用高纯水的规格和试验方法。

本标准适用于经 0.22 μm 微孔滤膜过滤的仪器分析用高纯水的检验。

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 电子级水

GB/T 11446.3 电子级水测试方法通则

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 11446.10 电子级水中细菌总数的滤膜培养测试方法

GB/T 13966 分析仪器术语

GB/T 23942—2009 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

GB/T 30301—2013 高纯试剂试验方法通则

3 术语和定义

GB/T 11446.1、GB/T 11446.3、GB/T 11446.7、GB/T 13966 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

高纯水 ultra pure water

将无机电离杂质、有机物、颗粒、可溶气体等污染物均去除至最低程度的水。

3.2

仪器分析用高纯水 ultra pure water for instrumental analysis

仪器分析中,为降低空白信号所用的高纯水。

3.3

在线监测 on-line monitoring

在联机的生产过程或实验中,按照预先制定的方案持续或重复观察、测量、评估被测量以获得数据。

3.4

背景等效浓度 background equivalent concentration; BEC

与背景信号强度相当的等效浓度值,用于表征噪声的本底强度。

4 规格

仪器分析用高纯水的规格见表 1。

表 1 仪器分析用高纯水的规格

名 称	规 格
电阻率(25 ℃), $\rho/(M\Omega \cdot cm)$	≥ 18
总有机碳(TOC), $\rho/(\mu g/L)$	≤ 50
钠离子, $\rho/(\mu g/L)$	≤ 1
氯离子, $\rho/(\mu g/L)$	≤ 1
硅, $\rho/(\mu g/L)$	≤ 10
细菌总数/(CFU/mL)	合格
注:细菌总数需要时测定。	

5 试验

警告:本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.1 一般规定

除另有规定外,本标准涉及的试剂、器具与容器清洗、试验环境和标准溶液制备应按照GB/T 30301—2013 规定。标准系列溶液应现用现配。

5.2 取样与储存

5.2.1 取样器具

用于测定钠离子、氯离子及硅时,器具材质应为含氟塑料[如全氟烷氧基树脂(PFA)、聚四氟乙烯(PTFE)等]或低溶出的聚乙烯塑料[如高密度聚乙烯(HDPE)或低密度聚乙烯(LDPE)等]。用于总有机碳测定时,应使用带有磨口塞的低溶出玻璃器具,用于细菌总数测定时应使用预先灭菌处理的具塞玻璃器具。

5.2.2 取样

取样环境应符合 GB/T 30301—2013 中第 7 章的规定。取样应使用干净、密闭、专用的器具。取样前应运行制水系统 10 min~30 min,并用水样反复清洗器具,水样应注满容器,取样完成后应及时密闭容器并放入洁净的塑料密封袋保存。

5.2.3 储存

制取样品后,应尽量缩短存放时间。如需储存,应冷藏避光,使用前平衡至室温。

5.3 电阻率

5.3.1 仪器

具有温度自动补偿功能的在线式电导率仪。电导池电极常数为 0.01 cm^{-1} 。温度测量精度应达到 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.2 操作步骤

将电导率仪电导池与制水系统连接,通水排尽气泡,调节水流速度至恒定,待电阻率读数稳定后,记录水温 and 电阻率。

5.4 总有机碳

5.4.1 仪器

紫外氧化-非分散红外检测或紫外氧化-电导率检测的总有机碳分析仪。仪器检出限应低于 $5\text{ }\mu\text{g/L}$ 。检出限测定见 GB/T 23942—2009 的附录 D。

5.4.2 标准溶液制备

无机碳标准溶液(400 mg/L):分别准确称取 1.400 g 存放于干燥器内的碳酸氢钠和 1.763 g 于 $270\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至恒量的无水碳酸钠,溶于水,定容至 1 L 。

有机碳标准溶液(400 mg/L):准确称取 0.850 g 于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量的邻苯二甲酸氢钾,溶于水,定容至 1 L 。

5.4.3 操作步骤

分取无机碳标准溶液和有机碳标准溶液,配制成质量浓度为 $50\text{ }\mu\text{g/L}\sim 500\text{ }\mu\text{g/L}$ 的无机碳和有机碳的混合标准溶液系列,待仪器基线稳定后,依次注入总有机碳分析仪中,记录无机碳和总碳峰面积,分别以无机碳质量浓度对峰面积及总碳质量浓度对峰面积作图,绘制标准曲线。

将样品注入总有机碳分析仪中,根据测得的无机碳峰面积和总碳峰面积,分别在相应标准曲线上查出样品中无机碳和总碳的质量浓度,两者之差即为总有机碳质量浓度。

5.5 钠离子

5.5.1 仪器

电感耦合等离子体质谱仪。钠离子的仪器检出限应低于 $0.1\text{ }\mu\text{g/L}$,检出限测定见 GB/T 23942—2009 附录 D。

5.5.2 仪器条件

冷却气流量 16 L/min ;辅助气流量 1.8 L/min ;载气流量 1.05 L/min ;工作功率 $1\text{ }300\text{ W}$;钠质量数 23。

5.5.3 操作步骤

取 4 份样品,分别置于 50 mL 聚四氟乙烯容量瓶中,第 1 份不加标准溶液,第 2、3、4 份分别加入钠离子标准溶液,使钠离子质量浓度为 $0.5\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $1.0\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $1.5\text{ }\mu\text{g/L}$,用样品定容。

优化操作条件,使钠离子的背景等效浓度低于 $0.3\text{ }\mu\text{g/L}$ (测定方法见附录 A),待仪器稳定后进样分析。以钠离子的质量浓度为横坐标,信号响应值为纵坐标,绘制曲线。曲线与横坐标的交点即为样品中钠离子的质量浓度。

5.6 氯离子

5.6.1 仪器

离子色谱仪。氯离子仪器检出限应低于 $0.1\text{ }\mu\text{g/L}$ 。

5.6.2 仪器条件

氢氧化钾淋洗液(0.022 mol/L);系统流速 0.25 mL/min;定量环容量 1 000 μ L;阴离子交换色谱分析柱(ϕ 2 mm $\times$ 250 mm);保护柱(ϕ 2 mm $\times$ 50 mm);阴离子抑制器;电导检测器;检测器温度 35 $^{\circ}$ C。

5.6.3 操作步骤

取 4 份样品,分别置于 50 mL 聚丙烯容量瓶中,第 1 份不加标准溶液,第 2、3、4 份分别加入氯离子标准溶液,使氯离子质量浓度为 0.5 μ g/L、1.0 μ g/L、1.5 μ g/L,用样品定容。

优化操作条件,使氯离子方法检出限应低于 0.3 μ g/L(测定方法见附录 B),待仪器稳定后进样分析。以氯离子质量浓度为横坐标,信号响应值为纵坐标,绘制曲线,曲线与横坐标的交点即为样品中氯离子的质量浓度。

5.7 硅

5.7.1 仪器

电感耦合等离子体质谱仪。硅元素的仪器检出限应低于 1 μ g/L,测定方法见 GB/T 23942—2009 的附录 D。

5.7.2 仪器条件

冷却气流量 16 L/min;辅助气流量 1.8 L/min;载气流量 1.05 L/min;工作功率 1 300 W;Si 质量数 28。

5.7.3 操作步骤

取 4 份样品,分别置于 50 mL 聚四氟乙烯容量瓶中,第 1 份不加标准溶液,第 2、3、4 份分别加入硅元素标准溶液,使硅元素质量浓度为 5.0 μ g/L、10.0 μ g/L、15.0 μ g/L,用样品定容。

优化操作条件,使硅元素背景等效浓度低于 3 μ g/L(测定方法见附录 A),待仪器稳定后进样分析。以硅元素质量浓度为横坐标,信号响应值为纵坐标,绘制曲线,曲线与横坐标的交点即为样品中硅元素的质量浓度。

5.8 细菌总数

5.8.1 操作步骤

取 100 mL 样品,按照 GB/T 11446.10 规定测定。

附 录 A
(规范性附录)
背景等效浓度测定方法

A.1 实验步骤

配制质量浓度为 0.5 μg/L、1.0 μg/L、1.5 μg/L、2 μg/L、5 μg/L 待测元素的标准溶液,测定系列标准溶液的强度值,根据线性归一法求出线性方程 $y=kx+b$ (k 为方法灵敏度)。

取空白水,连续测试 10 次背景绝对计数值,计算待测元素背景绝对计数值的平均值(n)。

A.2 计算

背景等效浓度按式(A.1)计算:

$$\rho_B = n/k \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

ρ_B ——背景等效浓度,单位为微克每升(μg/L);

n ——背景绝对计数值的平均值;

k ——方法灵敏度,单位为升每微克(L/μg)。

附 录 B
(规范性附录)
离子色谱方法检出限的测定

B.1 实验步骤

配制氯化物标准溶液(1.0 $\mu\text{g/L}$),待仪器稳定时进行测定,计算出峰高 H 。
测试空白水,计算出基线峰高 H_n 。

B.2 计算

方法检出限按式(B.1)计算:

$$\text{LOD} = \rho_s (10H_n / H) \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

LOD ——方法检出限,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

ρ_s ——氯化物标准溶液的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

H_n ——基线峰高,单位为微秒(μs);

H ——氯化物标准溶液的峰高,单位为微秒(μs)。
