

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

电子级水中总有机碳的测试方法

GB/T 11446.8—1997

Test method for total organic carbon
in electronic grade water

代替 GB 11446.8—89

1 范围

本标准规定了电子级水中总有机碳的测试方法。
本标准适用于电子级水中总有机碳的测定。

2 引用标准

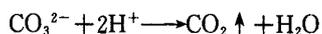
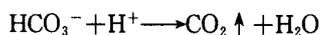
下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 11446.1—1997 电子级水

GB/T 11446.3—1997 电子级水测试方法通则

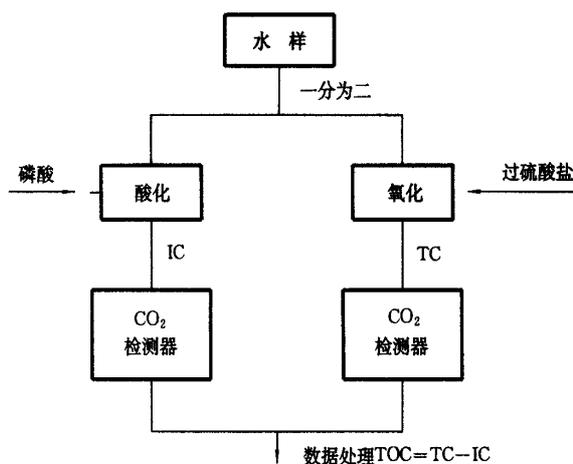
3 方法原理

水样中加入磷酸,控制 $\text{pH} < 2$,则无机碳酸盐分解为二氧化碳:



用红外线分析仪可以检测出二氧化碳的浓度,计算出总无机碳的含量(IC)。同样体积的水样用过硫酸盐氧化,用红外线分析仪检测出总碳(TC)的含量,则有机碳(TOC)含量等于总碳与无机碳含量之差:($\text{TOC} = \text{TC} - \text{IC}$)。

总有机碳检测的流程如下:



国家技术监督局1997-09-01批准

1998-09-01实施

4 试剂

- 4.1 空白用水:应符合 GB/T 11446.1 电子级水 EW-I 级。
- 4.2 过硫酸钠(钾):超纯。
- 4.3 85%磷酸:优级纯。
- 4.4 无机碳标准溶液:称取 1.400 0 g 碳酸氢钠(NaHCO_3)和 1.770 0 g 碳酸钠(Na_2CO_3)(500℃~600℃烘干)溶于不含二氧化碳的水中,稀释至 1 L。
- 4.5 有机碳标准溶液:称取 1.000 g 乙酸或 0.850 0 g 苯二甲酸氢钾溶于不含二氧化碳去除了有机物的水中,定容至 1 L。

5 仪器

- 5.1 总有机碳测试仪,包括二氧化碳气体检测器及记录仪等。
- 5.2 制备不含二氧化碳水的装置。
- 5.3 进样器:5 μL ,10 μL ,50 μL 等。
- 5.4 规格齐全的玻璃器皿包括容量瓶,烧杯,移液管等。

6 分析步骤

- 6.1 测试条件的选择:仪器接通,预热 30 min 后,选择工作参数,使仪器处于稳定工作状态。
- 6.2 工作曲线的绘制:分取无机碳和有机碳标准溶液,配制成 0.05 mg/L~1.00 mg/L 的无机碳和有机碳的混合标准溶液,待仪器基线平稳后,用注射器将不含碳的空白用水及标准溶液依次注入反应器中,记录峰高,分别以无机碳浓度对峰高及总碳浓度对峰高作图,绘制工作曲线。
- 6.3 水样分析:与制作工作曲线同样步骤对水样进行分析,测定峰高,分别由相应工作曲线上查出水样中无机碳和总碳的含量,二者之差即为水样中总有机碳含量。

7 精密度及准确度

对 10 个以上 100 $\mu\text{g/L}$ 碳的标准溶液及同一 100 $\mu\text{g/L}$ 碳标准溶液测定 10 次以上,其相对标准偏差小于 10%,回收率在 80%~120%之间。

8 试验报告

试验报告的格式按 GB/T 11446.3—1997 第 6 章要求。

9 注意事项

- 9.1 标准溶液应现配现用,不宜储存,在使用过程中,以氮气覆盖为宜。
- 9.2 所用器皿,使用前要先用洗涤剂浸泡数小时,再用(1+1)盐酸浸泡数小时,以防止有机污染。