

ICS 71.040.30
G 60



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
中国国家标准化管理委员会 发布

订单号: 0100210929091352 防伪编号: 2021-0929-0340-2897-7111 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

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。

北京中培质联 专用

订单号: 0100210929091352 防伪编号: 2021-0929-0340-2897-7111 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

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 ℃), ρ /(M Ω ·cm)	≥ 18
总有机碳(TOC), ρ /(μ g/L)	≤ 50
钠离子, ρ /(μ g/L)	≤ 1
氯离子, ρ /(μ g/L)	≤ 1
硅, ρ /(μ 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,记录水温和电阻率。

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 $\mu\text{g/L}$ 。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 0 g 存放于干燥器内的碳酸氢钠和 1.763 4 g 于 270 $^{\circ}\text{C}$ ~300 $^{\circ}\text{C}$ 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 2 g 于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 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 $\mu\text{g/L}$ ~500 $\mu\text{g/L}$ 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 $\mu\text{g/L}$,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 1 300 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 $\mu\text{g/L}$ 、1.0 $\mu\text{g/L}$ 、1.5 $\mu\text{g/L}$,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 $\mu\text{g/L}$ (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 $\mu\text{g/L}$ 。

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 $\mu\text{g/L}$ 、1.0 $\mu\text{g/L}$ 、1.5 $\mu\text{g/L}$ 、2 $\mu\text{g/L}$ 、5 $\mu\text{g/L}$ 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:

$$\rho_{\text{B}} = n/k \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

- ρ_{B} —— 背景等效浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- 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($\text{L}/\mu\text{g}$)。

北京中培质联 专用

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 μg/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:

$$LOD = \rho_s(10H_n/H) \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- LOD ——方法检出限,单位为微克每升(μg/L);
- ρ_s ——氯化物标准溶液的浓度,单位为微克每升(μg/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)。

订购单号: 0100210929091352 防伪编号: 2021-0929-0340-2897-7111 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

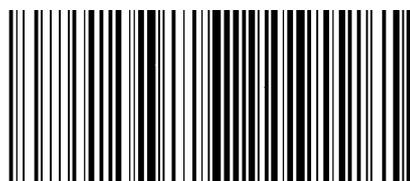
北京中培质联 专用

 **版权声明**

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 33087-2016
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100210929091352
防伪号: 2021-0929-0340-2897-7111
时 间: 2021-09-29
定 价: 21元



GB/T 33087-2016

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
仪器分析用高纯水规格及试验方法
GB/T 33087—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2016年11月第一版

*

书号: 155066·1-54932

版权专有 侵权必究