

# GB/T 33087-2016 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  $\mu\text{m}$  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，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

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、可溶性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、测评、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，用于表征噪声的本地强度。

## 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°C), $\rho$ / (M $\Omega$ ·cm)	$\geq 18$
总有机碳 (TOC), $\rho$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	$\leq 50$
钠离子, $\rho$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	$\leq 1$
氯离子, $\rho$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	$\leq 1$
硅, $\rho$ / ( $\mu\text{g/L}$ )	$\leq 10$
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/T30301—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 10min~30min,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  $0.01\text{cm}^{-1}$ 。温度测量精度应达到  $0.1^\circ\text{C}$ 。

### 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( $400 \text{ mg/L}$ ):分别准确称取  $1.4000 \text{ g}$  存放于干燥器内的碳酸氢钠和  $1.7634 \text{ g}$  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  $1\text{L}$ 。

有机碳标准溶液( $400 \text{ mg/L}$ ):准确称取  $0.8502 \text{ g}$  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  $1\text{L}$ 。

### 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  $50 \mu\text{g/L} \sim 500 \mu\text{g/L}$  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 1300 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 ( $0.022 \text{ mol/L}$ ) ; 系统流速  $0.25 \text{ mL/min}$  ; 定量环容量  $1000 \mu\text{L}$  ; 阴离子交换色谱分析柱 ( $\Phi 2\text{mm} \times 250\text{mm}$ ) ; 保护柱 ( $\Phi 2\text{mm} \times 50\text{mm}$ ) ; 阴离子抑制器 ; 电导检测器 ; 检测器温度  $35^\circ\text{C}$ 。

### 5.6.3 操作步骤

取 4 份样品, 分别置于  $50 \text{ mL}$  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  $0.5 \mu\text{g/L}$ 、 $1.0 \mu\text{g/L}$ 、 $1.5 \mu\text{g/L}$ , 用样品定容。

优化操作条件, 使氯离子方法检出限应低于  $0.3 \mu\text{g/L}$  (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  $1 \mu\text{g/L}$ , 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  $16 \text{ L/min}$  ; 辅助气流量  $1.8 \text{ L/min}$  ; 载气流量  $1.05 \text{ L/min}$  ; 工作功率  $1300 \text{ W}$  ; 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  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$ 、15.0  $\mu\text{g/L}$ , 用样品定容。

优化操作条件, 使硅元素背景等效浓度低于 3  $\mu\text{g/L}$  (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。