

离子色谱法测定 30%氢氧化钠中的阴离子

离子色谱应用报告 AB-CN(SH)-00002-09-850-022014

离子色谱法测定 30%氢氧化钠中的阴离子

应用领域

超纯半导体

关键词

850, 英蓝基体中和, MIPT, 30%氢氧化钠, 氟离子/甲酸根/氯离子/亚硝酸根/溴离子/硝酸根/磷酸根/硫酸根

摘要

本实验采用 850 离子色谱仪, 英蓝基体中和技术结合 MIPT 技术, 测定 30%氢氧化钠中的阴离子。

样品

15%氢氧化钠 (V-2402)

30%氢氧化钠 (V-2404)

仪器



850 Professional IC	2.850.2190
858 Advanced Sample Processor	2.858.0030
METROSEP A Supp 5- 250	6.1006.530
METROSEP 4/5 GUARD	6.1006.500
800 Dosino	2.800.0010
Dosino Unit 2mL	6.3032.020
METROSEP A Trap	6.1014.000

试剂

超纯水	18.2 MΩ, Milli-Q
Na ₂ CO ₃	优级纯, Merck

NaHCO ₃	优级纯, Merck
浓硫酸	分析纯
F、Cl、Br、NO ₃ 、PO ₄ 、SO ₄	10mg/L, Sigma
亚硝酸根	1000mg/L, Merck
甲酸根	1000mg/L

溶液

淋洗液	3.2mM Na ₂ CO ₃ +1.0mM NaHCO ₃
再生液	100mM H ₂ SO ₄

样品分析

- 标准曲线的配置: 分别移取 1mL 亚硝酸根 1000mg/L 储备液和 1mL 甲酸根 1000mg/L 的储备液于 100mL 容量瓶, 用纯水定容, 得到 10mg/L 的甲酸和亚硝酸根混标中间液。分别移取 1.0mL 的 10mg/L 阴离子混合溶液和 1.0mL 甲酸和亚硝酸根混标中间液于 100mL 容量瓶, 用超纯水定容至刻度, 摇匀, 得到 0.1mg/L 的标准工作溶液。用 MIPT 技术自动绘制标准曲线。
- 从 10mg/L Sigma 阴离子混合溶液移取适当体积, 手动稀释配置 0.05mg/L 的阴离子质控样。
- 样品处理: 按照称量法, 15%的氢氧化钠用超纯水稀释3倍后, 过0.22μm滤膜, 进样。
30%的氢氧化钠样品用超纯水稀释5倍后, 过0.22μm滤膜, 进样。
- 样品加标: 同时将30%的样品稀释5倍后, 加入0.05mg/L的Sigma 6种阴离子标准, 进样。

仪器参数

Polarity	+
Temp. coefficient	2.3 %/°C
Column temp.	40.0°C
Injection volume	200 μL MIPT
Flow	0.7 mL/min

离子色谱法测定 30%氢氧化钠中的阴离子

结果

15% 氢氧化钠

样品	测得浓度 mg/L	样品含量 mg/L	重复性 RSD
F	0.206	0.618	2.1%
Formate	0.216	0.648	3.1%
Cl	41.320	123.96	0.3%
NO ₂	ND	ND	--
Br	23.953	71.859	0.4%
NO ₃	0.235	0.705	2.5%
PO ₄	0.137	0.411	2.2%
SO ₄	11.071	33.213	0.3

30%氢氧化钠

样品	测得浓度 mg/L	样品含量 mg/L	重复性 RSD
F	0.006	0.030	1.3%
Formate	0.101	0.505	3.4%
Cl	0.038	0.190	1.0%
NO ₂	ND	ND	--
Br	0.018	0.09	0.8%
NO ₃	0.011	0.055	2.3%
PO ₄	0.005	0.025	2.6%
SO ₄	0.103	0.515	3.1%

质控样结果

样品	测得浓度 * mg/L	配置浓度 mg/L	回收率 %
F	0.050	0.050	99.5
Cl	0.049	0.050	98.7

Br	0.050	0.050	99.0
NO ₃	0.046	0.050	91.2
PO ₄	0.051	0.050	101.3
SO ₄	0.050	0.050	99.6

备注：测得浓度为软件直接读出的数据，是经过四舍五入的。

加标回收试验

$$\text{Recovery} = \frac{(\text{样品加标} - \text{样品}) \text{ mg/L}}{0.05 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

样品	样品浓度 mg/L	样品加标 mg/L	回收率 %
30% NaOH			
F	0.006	0.055	98.0
Cl	0.038	0.090	104%
Br	0.018	0.069	102%
NO ₃	0.011	0.051	80%
PO ₄	0.005	0.044	80%
SO ₄	0.103	0.147	88%

结果讨论

1. 本实验采用在线中和样品前处理技术，结果平行性好，回收率准确。
2. 结合自动配置标准曲线 (MIPT) 技术，可以配置 ppb 级的标准曲线。

报告人

HSX

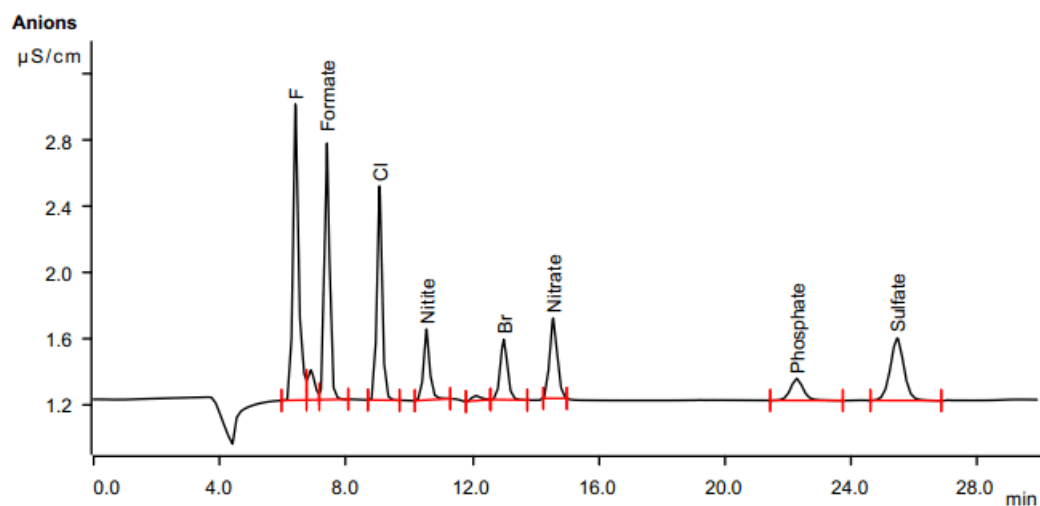
日期

2014-02-14

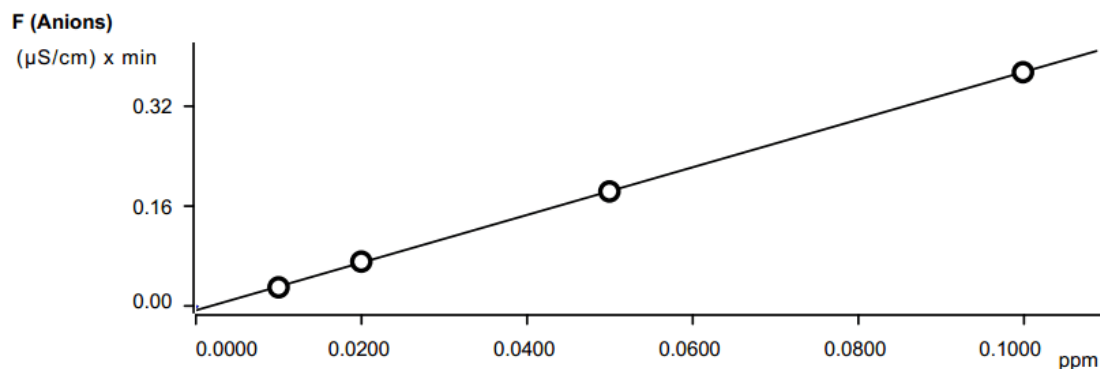
离子色谱法测定 30%氢氧化钠中的阴离子

附录

典型谱图 (0.1mg/L 标准溶液色谱图)



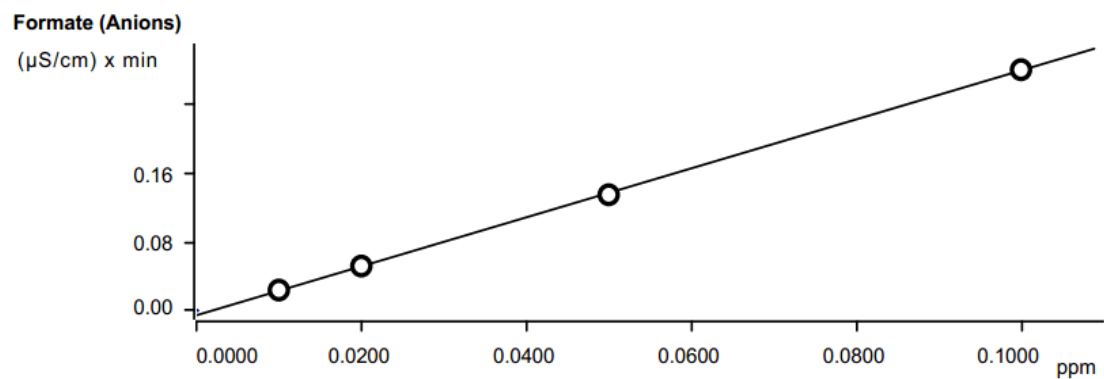
标准曲线



Function: $A = -6.11195\text{E-}3 + 0.0189559 \times Q$

Relative standard deviation 0.933419 %

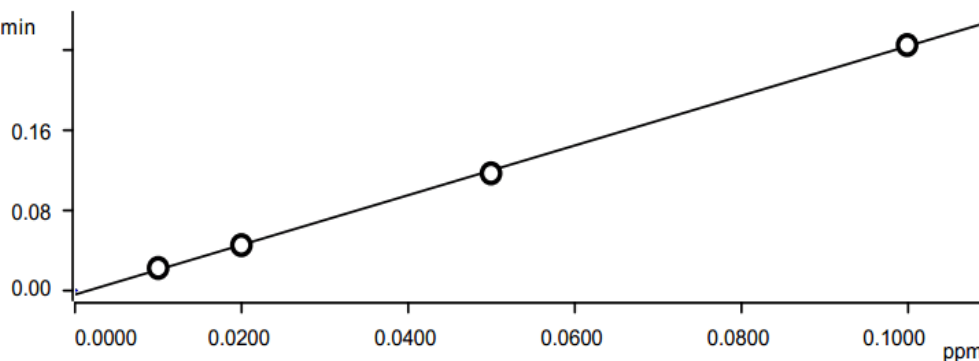
Correlation coefficient 0.999967



Function: $A = -5.50376\text{E-}3 + 0.0142327 \times Q$

Relative standard deviation 1.459807 %

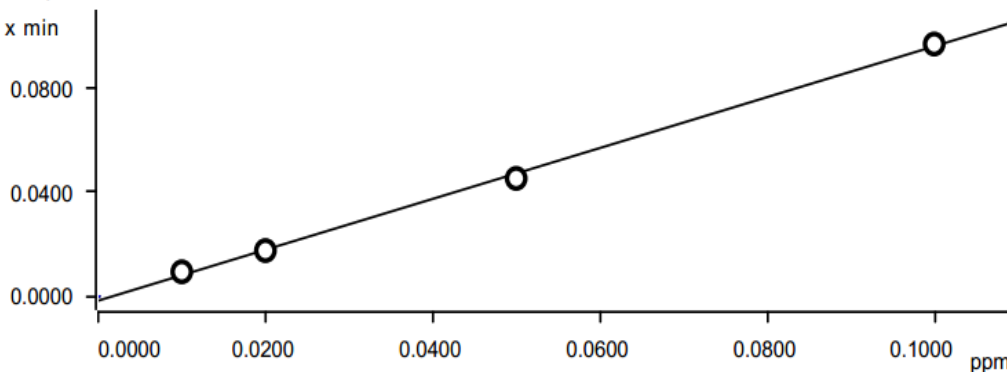
Correlation coefficient 0.999919

离子色谱法测定 30%氢氧化钠中的阴离子
Cl (Anions)
 $(\mu\text{S}/\text{cm}) \times \text{min}$


Function: $A = -4.22061\text{E-}3 + 0.0124449 \times Q$

Relative standard deviation 2.383440 %

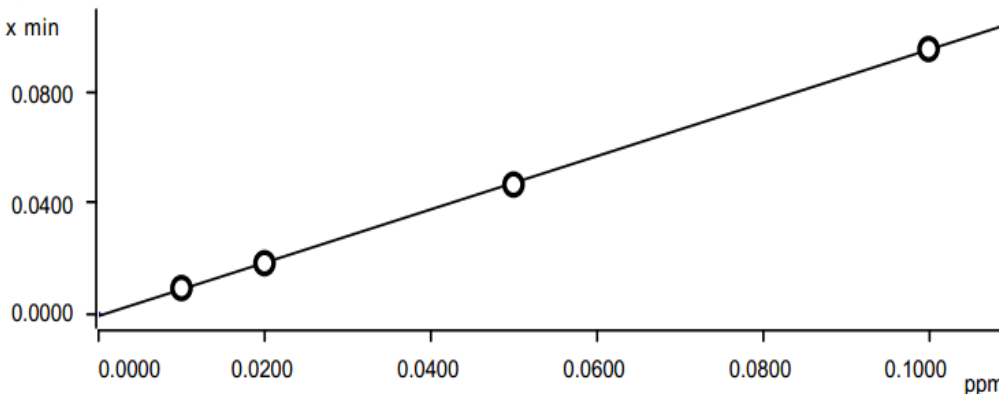
Correlation coefficient 0.999783

Nitrite (Anions)
 $(\mu\text{S}/\text{cm}) \times \text{min}$


Function: $A = -1.66685\text{E-}3 + 4.88828\text{E-}3 \times Q$

Relative standard deviation 4.150459 %

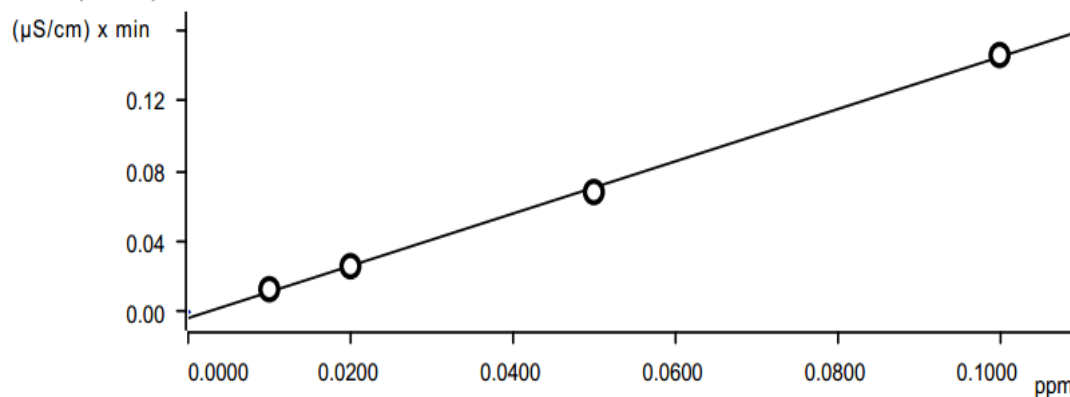
Correlation coefficient 0.999342

Br (Anions)
 $(\mu\text{S}/\text{cm}) \times \text{min}$


Function: $A = -7.96558\text{E-}4 + 4.81247\text{E-}3 \times Q$

Relative standard deviation 1.391834 %

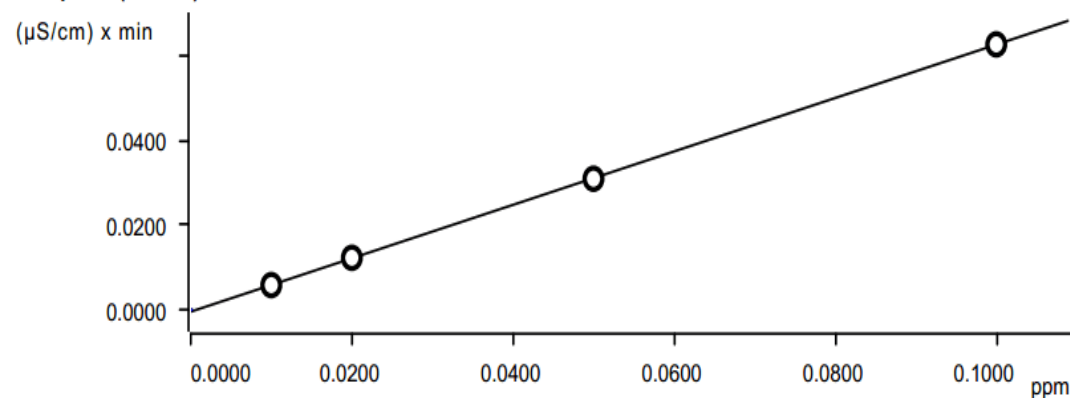
Correlation coefficient 0.999923

离子色谱法测定 30%氢氧化钠中的阴离子
Nitrate (Anions)


Function: $A = -3.41148\text{E-}3 + 7.38902\text{E-}3 \times Q$

Relative standard deviation 3.570009 %

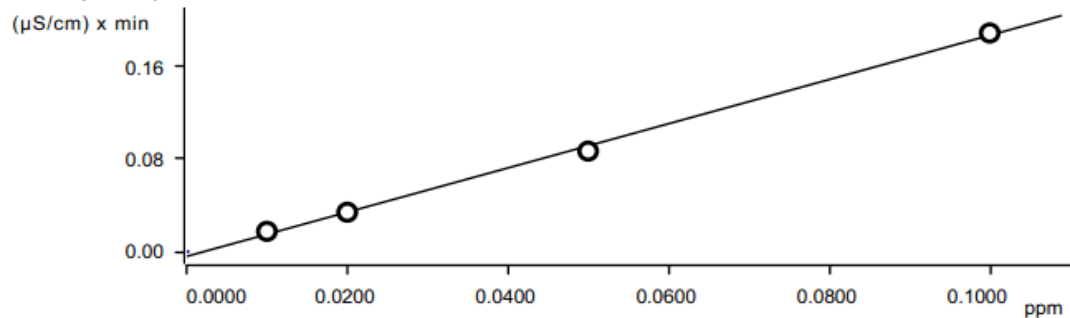
Correlation coefficient 0.999526

Phosphate (Anions)


Function: $A = -4.36193\text{E-}4 + 3.14838\text{E-}3 \times Q$

Relative standard deviation 0.475650 %

Correlation coefficient 0.999991

Sulfate (Anions)


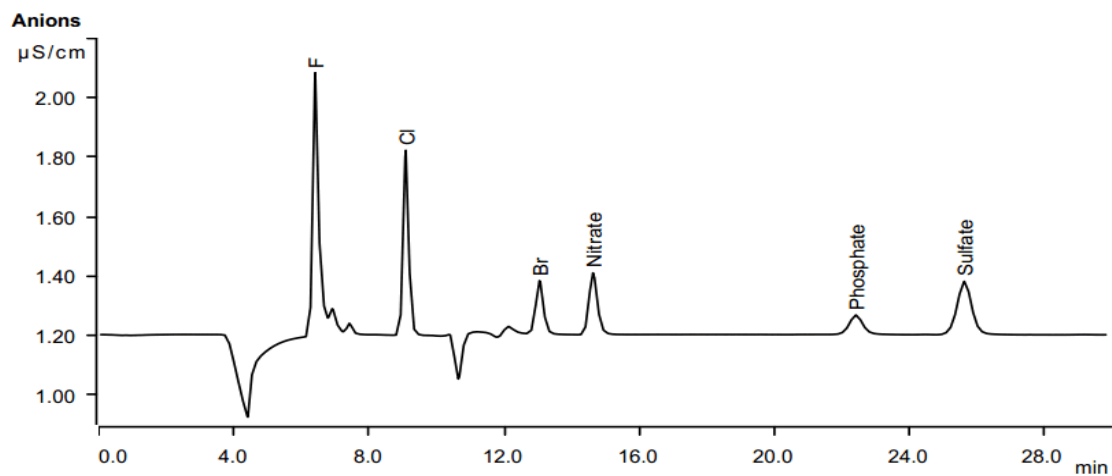
Function: $A = -4.20773\text{E-}3 + 9.53992\text{E-}3 \times Q$

Relative standard deviation 4.847900 %

Correlation coefficient 0.999123

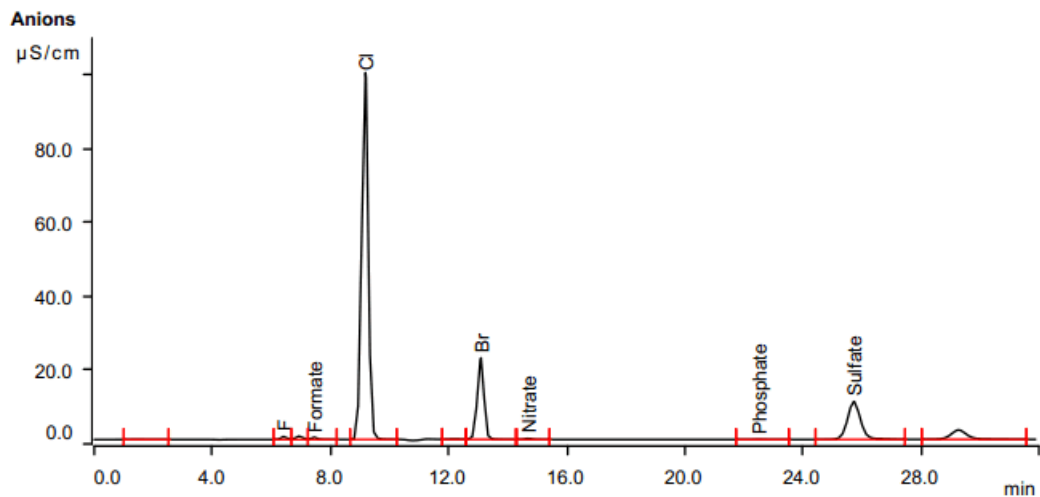
离子色谱法测定 30%氢氧化钠中的阴离子

样品谱图 (质控样 0.05mg/L)



Peak number	Retention time min	Area ($\mu\text{S/cm}$) x min	Height $\mu\text{S/cm}$	Concentration ppm	Component name	Recovery %
1	6.41	0.1837	0.884	0.050	F	99.560
3	9.09	0.1190	0.622	0.049	Cl	98.706
5	13.04	0.0469	0.179	0.050	Br	99.079
6	14.62	0.0610	0.208	0.046	Nitrate	91.276
7	22.40	0.0316	0.066	0.051	Phosphate	101.314
8	25.61	0.0915	0.179	0.050	Sulfate	99.556

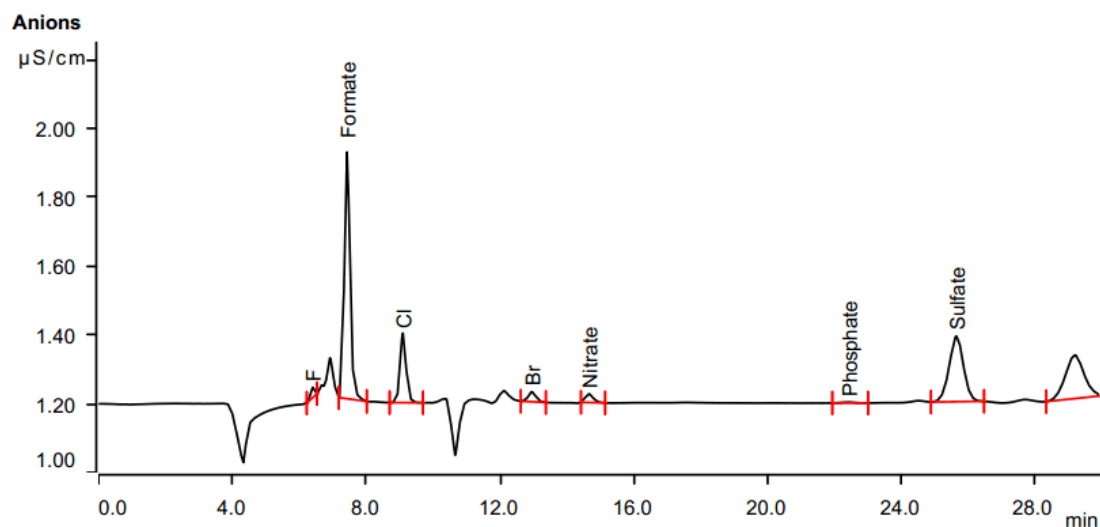
样品谱图 (15% NaOH)



Peak number	Retention time min	Area ($\mu\text{S/cm}$) x min	Height $\mu\text{S/cm}$	Concentration ppm	Component name
2	6.41	0.1892	0.790	0.206	F
4	7.44	0.1481	0.582	0.216	Formate
5	9.19	25.7073	99.440	41.320	Cl
7	13.10	5.7627	22.118	23.953	Br
8	14.69	0.0791	0.283	0.235	Nitrate
9	22.50	0.0212	0.045	0.137	Phosphate
10	25.71	5.2768	10.290	11.071	Sulfate

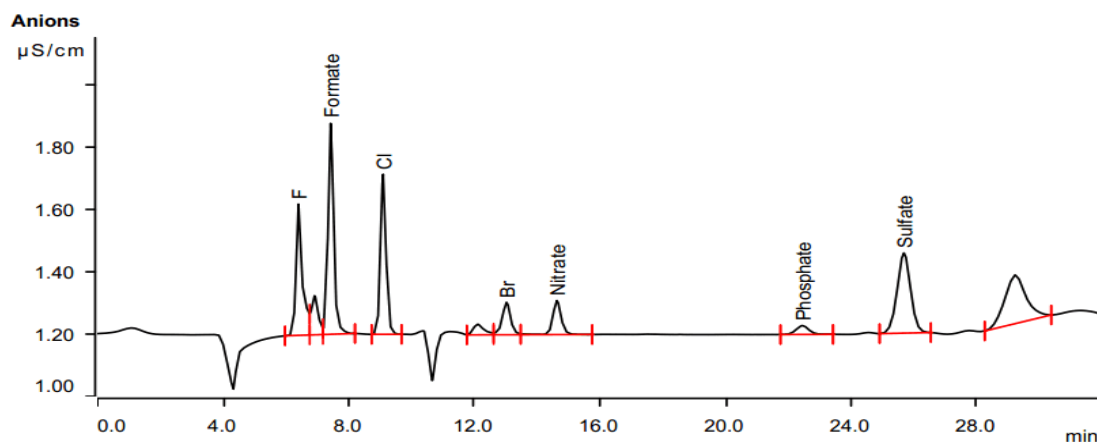
离子色谱法测定 30%氢氧化钠中的阴离子

样品谱图 (30% NaOH)



Peak number	Retention time min	Area (μS/cm) x min	Height μS/cm	Concentration ppm	Component name
1	6.390	0.0045	0.030	0.006	F
2	7.423	0.1383	0.717	0.101	Formate
3	9.095	0.0425	0.202	0.038	Cl
4	12.950	0.0078	0.029	0.018	Br
5	14.652	0.0069	0.025	0.011	Nitrate
6	22.407	0.0011	0.003	0.005	Phosphate
7	25.632	0.0943	0.191	0.103	Sulfate

样品加标谱图 (样品加标 0.05mg/L)



Peak number	Retention time min	Area (μS/cm) x min	Height μS/cm	Concentration ppm	Component name
1	6.400	0.0991	0.421	0.055	F
3	7.423	0.1372	0.676	0.102	Formate
4	9.095	0.1056	0.513	0.090	Cl
6	13.022	0.0322	0.104	0.069	Br
7	14.623	0.0341	0.109	0.051	Nitrate
8	22.440	0.0135	0.029	0.044	Phosphate
9	25.670	0.1275	0.257	0.147	Sulfate