一种集成电路制造行业碱性废水中季铵离子含量的精确检测方法

说明书摘要

本发明公开了一种集成电路制造行业碱性废水中季铵离子含量的精确检测方法，其特征在于，本方法主要针对于太阳能面板控制集成电路、显示面板控制集成电路、芯片集成电路等行业所产生的以水作为主要溶剂的碱性废液，其中季铵离子的含量的精确检测方法如下：1）采用一定容量的移液枪移取一定量的待测水样于合适容量的锥形瓶中；2）按照一定向锥形瓶中滴加季铵盐检测试剂，并不断混合摇匀；3）采用配制好的滴定液对上述水样进行滴定，根据锥形瓶中显色试剂形成的液体颜色判断滴定终点；4）根据滴定液用量通过公式计算得到待测样品中季铵离子的含量。本发明方法操作简单、成本低廉，可适用于0.00～10mol/L的季铵离子浓度检测，广泛适用于多个行业的碱性废水中具有高附加值的季铵离子及其化合物含量的精确测定，所得浓度误差小于1%。

权利要求书

1. 本发明公开了一种集成电路制造行业碱性废水中季铵离子含量的精确检测方法，其特征在于，本方法主要针对于太阳能面板控制集成电路、显示面板（如液晶显示和有机发光二极管显示）控制集成电路、芯片集成电路等行业所产生的以水作为主要溶剂的碱性废液，其中季铵离子的含量的精确检测方法如下：1）采用一定容量的移液枪移取一定量的待测水样于合适容量的锥形瓶中；2）按照一定向锥形瓶中滴加季铵盐检测试剂，并不断混合摇匀；3）采用配制好的滴定液对上述水样进行滴定，根据锥形瓶中显色试剂形成的液体颜色判断滴定终点；4）根据滴定液用量通过公式计算得到待测样品中季铵离子的含量。
2. 根据权利要求1所述的集成电路制造行业的碱性废水，其特征在于，主要来源为太阳能面板控制集成电路、显示面板（如液晶显示和有机发光二极管显示）控制集成电路、芯片集成电路的生产商的光刻工艺过程，以水作为溶剂，其中所含的碱性物质可能包括但不限于氢氧化钠、氢氧化钾、氨水等，以及可能含有的其他痕量杂质等。
3. 根据权利要求1所述的一种集成电路制造行业碱性废水中季铵离子含量的精确检测方法，其特征在于，所述季铵盐检测试剂包括但不限于甲醛（乙醛）、四苯硼钠、氢氧化钠（或氢氧化钾），达旦黄，上述物质按照质量比甲醛（乙醛）：四苯硼钠：氢氧化钠（或氢氧化钾）：达旦黄为100∶(50-300)∶(5-200)：(5-100)混匀而成，其中较优的比例是100∶(50-150)∶(5-100)：(5-50)，最优的比例是100∶(50-100)∶(5-50)：(5-30)。
4. 根据权利要求3中所述的四苯硼钠，其特征在于需要先按照《HG/T 3483-2003 化学试剂 四苯硼钠》化工行业标准配制成一定浓度的水溶液，并对其浓度进行检测。
5. 根据权利要求1所述的一种集成电路制造行业碱性废水中季铵离子含量的精确检测方法，其特征在于：所述的滴定方法是指用0.5％的十六烷基三甲基氯化铵（CTAC）或十六烷基三甲基溴化铵（CTAB）中的一种作为指示剂，根据滴定得到的滴定液的颜色变化判定滴定是否达到终点。
6. 根据权利要求1所述的一种集成电路制造行业碱性废水中季铵离子含量的精确检测方法，其特征在于，滴定终点时锥形瓶中液体从黄色转变为红色。
7. 根据权利要求1所述的一种集成电路制造行业碱性废水中季铵离子含量的精确检测方法，其特征在于，所述检测试剂与待测废水样的体积比：以每毫升检测试剂滴加10-50微升待测水样，其中较优的比例是100∶(50-150)∶(5-100)：(5-50)，最优的比例是100∶(50-100)∶(5-50)：(5-30)。
8. 根据权利要求1所述的一种集成电路制造行业碱性废水中季铵离子含量的精确检测方法，其特征在于：所述的季铵离子含量的计算公式为：C待测液＝(C四苯硼钠×V四苯硼钠 - CCTAC×V) / V待测液。
9. 根据权利要求8所述的一种集成电路制造行业碱性废水中季铵离子含量的精确检测方法，其特征在于：C四苯硼钠为四苯硼钠滴定液的浓度，单位为mol/L ，CCTAC为CTAC滴定液的浓度，单位为mol/L，V、V四苯硼钠、V待测液的单位为ml，其中V为CTAC滴定液用量，C待测液为为计算所得季铵盐离子的浓度，单位为mol/L。

说明书

一种集成电路制造行业碱性废水中季铵离子含量的精确检测方法

技术领域

本发明涉及一种季铵离子含量检测方法，属于分析化学领域，主要针对太阳能面板控制集成电路、显示面板（如液晶显示和有机发光二极管显示）控制集成电路、芯片集成电路等行业所产生的以水作为主要溶剂的碱性废液的检测。

背景技术

季铵盐多为白色、淡黄色晶体、胶体或粉状，性质与无机铵盐相似，一般情况下水溶性良好，水溶液导电；但随着烷基链长度的增加，水溶性呈下降趋势，除含杂环的季铵盐多用于农药、医药行业外，季铵盐常作为抗菌剂、抗静电剂、表面活性剂应用于涂料中。季铵盐的广泛使用对环保造成很大压力，尤其是废水处理方面，因此需要建立一种精确的季铵盐离子定量检测方法十分必要。

公开号为CN106596530A的专利公开了一种季铵盐残留浓度的快速检测方法，其将季铵盐(Ⅰ)试剂、季铵盐(Ⅱ)试剂组合与待测液发生显色反应，该反应在酸性条件下发生，根据颜色判断季铵盐的浓度，能大致确定废液中季铵盐离子的范围。

公开号为CN101256174A的中国发明专利申请公开了一种烷基季铵盐类阳离子表面活性剂的检测方法，包括以下步骤:利用索氏提取法或超声萃取法对所检测样品进行前处理；用气相色谱-质谱联用仪进行检测，该仪器的进样口温度设定为180～350℃，载气流速设定为0.5～2.0毫升/分钟，色谱柱选择非极性、弱极性或强极性柱，接口温度设定为180～300℃；前处理的样品通过该仪器的进样口进入色谱柱中，进行程序升温，从40～120℃开始，升温至210～320℃，样品分解产物的各组分被色谱柱分离后再进行质谱检测。

文献报道的季铵盐的检测方法分为化学分析法和仪器分析法。化学分析法是以季铵盐与阴离子试剂或沉淀剂的化学反应为基础的分析方法，适用于测定已知相对分子质量的单一季铵盐或测定复合季铵盐的总量，该方法虽然能较快速的检测样品中的季铵盐离子，但是不够精确，只能测得大致范围。当季铵盐种类不明确、浓度低时则需要用仪器分析法。仪器分析法主要有气相色谱法、液相色谱法、分光光度法等，是根据季铵盐的某种物理性质或在化学变化中的某种性质进行定性定量分析的，该方法虽然能精确检测样品中的季铵盐离子的含量，但是工序复杂，对设备要求比较高。

发明内容

有鉴于此，本发明的目的在于提供一种季铵盐离子检测方法，本发明提供的方法操作简单，对设备要求较低，并且能高效，精确的检测废液中季铵盐离子的含量。

一种工业废水中季铵盐精确检测方法，包括如下步骤：

吸取待测水样到锥形瓶中，向锥形瓶中依次滴加季铵盐检测试剂，摇匀后用滴定液滴定待测液，根据滴定液用量计算水样中季铵盐离子浓度。

作为优选，所述季铵盐检测试剂包括甲醛、四苯硼钠、氢氧化钠，达旦黄，组分比例为：甲醛：四苯硼钠：氢氧化钠：达旦黄按质量比为100∶(50-100)∶(5-50)：(5-30)混匀而成。

作为优选，四苯硼钠在过热和过酸环境下会分解，不利于保存，所述四苯硼钠是按照HG/T 3483-2003 化学试剂 四苯硼钠 化工行业标准进行现场配置配置和检测浓度的。

进一步优选，所述季铵盐检测试剂中还可加入其他对检测试剂有保护和稳定作用的化学试剂，例如亚硫酸钠，硫酸钠,硫代硫酸钠，以及在检测过程中可能减少其他物质干扰的掩蔽用化学试剂例如酒石酸，柠檬酸，二羟基丙醇，酒石酸钾钠。

作为优选，所述滴定液为十六烷基三甲基氯化铵（CTAC），十六烷基三甲基溴化铵（CTAB）重的一种，锥形瓶中试剂颜色由黄色变为红色即可确定滴定终点。

作为优选，所述检测试剂与待测水样的用量比为：以每1ml检测试剂中滴加10～50微升待测水样。

本发明的检测方法可以用于短链季铵盐和长链季铵盐的检测，四苯硼钠在碱性环境下可以与待测季铵盐生成白色沉淀，过量的四苯硼钠可用十六烷基三甲基溴化铵（CTAB）滴定，终点时十六烷基三甲基溴化铵可与达旦黄生成粉红色物质。

由该优选技术方案检测季铵盐离子效果特别好，准确率达到99％。

与现有的检测方法相比，本发明具有如下有益效果：

本发明的检测方法只需季铵盐检测试剂、滴定管等能快速检测出水样中季铵盐的浓度，操作简单、可现场实时操作、大量样品快速分析的需求。

具体实施方式

为了进一步验证本发明所制备的检测方法对废水中季铵盐离子的检测作用，本发明实例，以面板厂废水中TMA+的检测为例，具体操作步骤如下：

下面对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例，而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例，本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例，都属于本发明保护的范围。

1）氢氧化钠标准溶液的配制：称取氢氧化钠10.00 g，加入去离子水定容于500 mL容量瓶中。

2）十六烷基三甲基氯化铵（CTAC）标准溶液的配制：称取十六烷基三甲基氯化铵 3.20 g，加入去离子水定容于1000 mL容量瓶中待用。

3）四苯硼钠标准溶液的配置，采用HG/T 3483-2003《四苯硼钠化工行业标准》配置四苯硼钠并进行浓度检测。

4）以确定浓度的TMAH作为待测物，其浓度可用自动电位滴定仪（酸碱滴定法）确定，根据计算体积进行滴定，滴定达到终点时溶液由橙色变成红色。

5）具体操作步骤如下：

a.取待测液0.5 mL置于锥形瓶中。

b.用1mL移液枪移取0.5 mL氢氧化钠标准溶液于锥形瓶中，确保待测液pH>7。

c.用10 mL移液枪移取5 mL甲醛水溶液于锥形瓶中。

d.用10 mL移液枪分两次移取10 mL四苯硼钠标准溶液于锥形瓶中（确保过量）。

e.用滴管逐滴加入5滴达旦黄于锥形瓶中作为指示剂。

f.用标定过的十六烷基三甲基氯化铵（CTAC）标准溶液滴定锥形瓶中的混合物，并根据权利要求6所述公式计算出待测液中TMA+离子的浓度。

6）与确定浓组分对比，将待测液浓度进行调整，重复滴定三次后，根据所用CTAC含量计算TMA+浓度，进行结果的对比，测试数据如下：

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 样品 | 标准浓度 | 滴定浓度 |
| 1 | 1.00mmol/L | 1.02mmol/L |
| 2 | 3.00mmol/L | 2.94mmol/L |
| 3 | 5.00mmol/L | 5.06mmol/L |
| 4 | 7.00mmol/L | 7.12mmol/L |
| 5 | 10.00mmol/L | 10.09mmol/L |
| 6 | 13.00mmol/L | 13.11mmol/L |
| 7 | 15.00mmol/L | 15.15mmol/L |
| 8 | 17.00mmol/L | 17.20mmol/L |
| 9 | 20.00mmol/L | 20.27mmol/L |
| 10 | 25.00mmol/L | 25.40mmol/L |

通过表中数据可以看出，与电位滴定确定的标准浓度相比，在待测液浓度为10.00mmol/L时偏差最小，上下误差为0.09mmol/L（<1%)，其他浓度的滴定结果相比稍偏大。

以上所述仅为本发明的较佳实施例而已，并不用以限制本发明，凡在本发明的精神和原则之内，所作的任何修改、等同替换、改进等，均应包含在本发明的保护范围之内。