

Marian KOWALCZYK

Katedra Chemii Nieorganicznej

SPEKTROCHEMICZNA METODA OZNACZANIA ŚLADOWYCH ILOŚCI ZANIECZYSZCZEŃ W OŁOWIU WYSOKIEJ CZYSTOŚCI

Ołów wysokiej czystości posiada wiele cennych właściwości, dzięki którym jest wykorzystywany w wielu gałęziach techniki, a przede wszystkim w elektronice, do produkcji stopów o własnościach półprzewodnikowych. Do tych celów normy technologiczne dopuszczają metal, w którym sumaryczna zawartość zanieczyszczeń nie przekracza $10^{-4}\%$ [1-4]. W związku z tym dla technologii ołowiu oraz stopów półprzewodnikowych istotne znaczenie ma szybka i czuła metoda kontroli analitycznej pozwalająca oznaczać zawartości zanieczyszczeń rzędu 10^{-4} - $10^{-6}\%$.

W celu równoczesnego oznaczania kilku lub kilkunastu domieszek w badanej próbce, stosuje się metody spektrograficzne. W metodzie bezpośredniego wzbudzenia próbki można oznaczać zawartości zanieczyszczeń rzędu 10^{-3} - $10^{-4}\%$. Oznaczanie mniejszych zawartości wymaga wstępnego wydzielenia i zagęszczenia zawartych w badanej próbce zanieczyszczeń na drodze chemicznej lub fizycznej. W metodach chemicznych można w tym celu wytrącać składnik podstawowy w postaci trudno rozpuszczalnego osadu, a zanieczyszczenia oznacza się w ługu pokryształicznym [5, 6]. Stosuje się również ekstrakcję organicznymi rozpuszczalnikami związków chelatowych, które tworzą zanieczyszczenia z takimi substancjami jak dwuetylodwutiokarbaminian sodu, 8-hydroksychinolina, kupferron i inne.

W opracowanej metodzie badaną próbkę roztworzano w kwasie azotowym, z uzyskanego roztworu strącano ołów w postaci $PbCl_2$, przesącz zawierający zanieczyszczenia odparowywano do sucha, po czym suchą pozostałość stanowiącą chlorek ołowiu analizowano spektrograficznie. Na tej samej kliszy spektrograficznej uzyskiwano zdjęcia widm suchej pozostałości oraz zdjęcia próbek wzorcowych zawierających następujące domieszki:

Ag, Cu, Al $1 \cdot 10^{-5}\%$, $3 \cdot 10^{-5}\%$, $1 \cdot 10^{-4}\%$, $3 \cdot 10^{-4}\%$, $1 \cdot 10^{-3}\%$, $3 \cdot 10^{-3}\%$
 Bi, Fe, Cd, Mg, Ca $3 \cdot 10^{-5}\%$, $1 \cdot 10^{-4}\%$, $3 \cdot 10^{-4}\%$, $1 \cdot 10^{-3}\%$, $3 \cdot 10^{-3}\%$,
 $1 \cdot 10^{-2}\%$

Zn, Sb, Tl $3 \cdot 10^{-4}\%$, $1 \cdot 10^{-3}\%$, $3 \cdot 10^{-3}\%$, $1 \cdot 10^{-2}\%$, $3 \cdot 10^{-2}\%$, $1 \cdot 10^{-1}\%$.

Warunki wzbudzenia: Łuk prądu stałego o natężeniu 6 A, czas ekspozycji 30 s, szerokość szczeliny 15μ , klisze E1au Hart ORWO, spektrograf kwarcowy Q-24 f-my Zeiss.

Pomiary fotometryczne wykonano na mikrofotometrze nierejestrującym f-my Zeiss, skala "W" (funkcja przekształconych zaczerwień SEIDL'a). Jako standard wewnętrzny stosowano linię spektralną Pb 3227,08. Wykres analityczny sporządzano w układzie współrzędnych W, log C.

Wnioski

Opracowaną metodą można oznaczać w metalicznym ołowiu Ag, Al, Bi, Ca, Cd, Cu, Mg w zakresie stężeń $10^{-4}\%$ - $10^{-6}\%$ i Sb, Tl, Zn w zakresie stężeń $5 \cdot 10^{-3}\%$ - $5 \cdot 10^{-5}\%$.

Błędy oznaczania wahają się w granicach 15-28%.

LITERATURA

- [1] Kaczestwo Materiałów dla Półprzewodnikowej Techniki, Trudy Kollokwiuma za 1957-1958, pod obszczej redakcjej Ormonta B., Moskwa 1959.
- [2] Swiniec Klassifikacija i Techniczeskije Uszowija GOST 3378-47.
- [3] Hughes R.C., Spectroch.Acta 5, 210 (1952).
- [4] Metody Opredelenija i Analiza Riedkich Elementow, Izd.Akad. Nauk SSSR, Moskwa 1961.
- [5] Karabasz A.G., Bondarenko L.S., Morozowa G.G., Pejzulajew Sz.I. Ż.Anal.Chim., 15, 623 (1960).
- [6] Degtiarewa O.F., Ostrowskaja M.F., Ż.Anal.Chim., 20, 814 (1965)

ХИМИКО-СПЕКТРАЛИНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВ ПРИМЕСЕЙ
В СВИНЦЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

SPECTROCHEMICAL DETERMINATION OF TRACES OF METALS IN HIGH
PURITY LEAD