

## 研究简报

### 光谱法测定高纯度二氧化硅中微量杂质\*

黄昆华

(杭州, 浙江化工研究所)

纯度达百分之 99.99 以上的二氧化硅中痕量杂质的测定似尚无简便而可靠的化学方法。已知的光谱分析工作中多采用内标法<sup>[1,2]</sup>, 及用直流电源作为激发光源, 据称可测定杂质含量范围为  $10^{-6} \sim 10^{-5}$ 。其所得结果的再现性和精确性似不能令人满意。

如选择适当的分析线和严格控制各种条件, 虽不用内标亦可得到良好结果。本文将报告高纯度二氧化硅中微量杂质的光谱定量测定。

#### 实验部分

**工作条件** 为提高弧烧温度, 使样品在短时间蒸发完, 故采用杯型电极 (见 Ahrens<sup>[3]</sup> 图 5-1 第五型)。

在这电极中弧烧 70 秒可将样品全部蒸发完。如果电极壁过薄, 则壁易烧光。

关于配制标准的二氧化硅, 先用加入法作多次测定, 再用该二氧化硅作基体加入分析的杂质元素。先配成杂质含量较高的样品, 逐级稀释成一系列所要求的标准样品。工作条件如下:

**摄 谱:** ИСП-22 中型石英摄谱仪

**激发光源:** ПС-39 交流弧光发生器

**电流电压:** 10A 220V

**光学系统:** 三透镜照明系统, 中间透光板高 2.6 mm、宽 10 mm

**狭缝大小:** 8 微米

**电 极:** 光谱纯炭电极, 杯深和宽各 3 毫米, 壁厚 1 毫米, 两电极距离 2 mm

**谱线测量:** Zeiss II 型测微光度计, 狭缝  $150\mu$ 、高 14mm

**分析线:**  $\text{Fe}_{3020.6} + \text{Fe}_{3021.07}$ ;  $\text{Ti}_{3236.6} + \text{Ti}_{3234.5}$ ;  
 $\text{Mn}_{2794.5} + \text{Mn}_{2801}$ ;  $\text{Mg}_{2795.5} + \text{Mg}_{2802.7}$

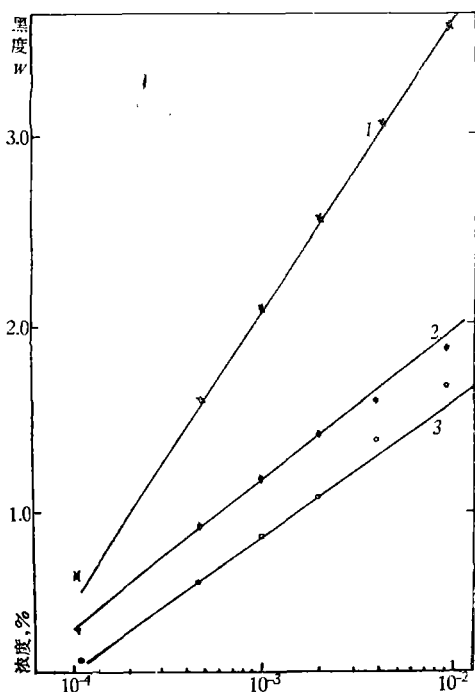


图 1 镁的不同的分析线所得的工作曲线

1— $\text{Mg}_{795.5} + \text{Mg}_{802.7}$ ; 2— $\text{Mg}_{795.5}$ ; 3— $\text{Mg}_{802.7}$ 。

\* 1959 年五月廿日收到。

$\text{Cu}_{3247.54} + \text{Cu}_{3273.96}$

照像干板: 光譜Ⅱ型 (никфи) 灵敏度Ⅱ ГОСТ。

**分析綫及工作曲綫** 最初用一条分析綫以制作工作曲綫 ( $w$ ,  $\log c$ )。但是, 无论选用那一根譜綫作为分析綫都未能改善工作曲綫的直綫性及工作曲綫的斜度。从一次分析所得的結果, 分別用不同的分析綫繪制工作曲綫而比較, 茲以鎂为例 (见图 1)。

由图中可見, 用鎂綫 2795.5 (其他元素亦有类似情况) 繪出的工作曲綫中有 2 个样品的黑度低于正常黑度, 而用鎂綫 2802.8 繪出的工作曲綫的相应点又較高。

最后选用二条分析綫以  $w_1 + w_2$  和  $\log c$  为坐标繪制工作曲綫列于图 2, 与图 1 比較, 可見工作曲綫的斜度稍有改善。

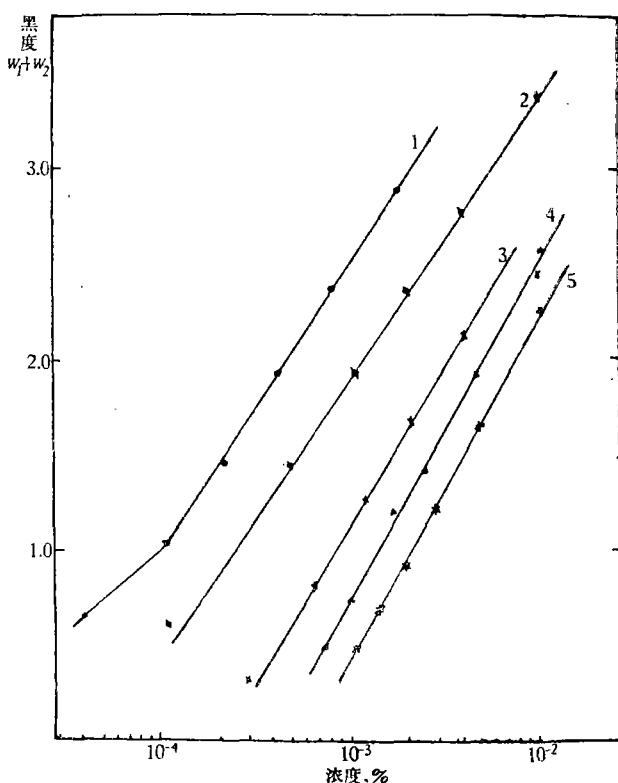


图 2 工作曲綫

**偏差統計及驗證** 从表 1 中可見, 所有杂质的分析偏差都在 8% 以內。若采用每次摄譜五条的平均值計算, 分析偏差还小。进行多次分析从未发现工作曲綫的平移現象。

表 1 八次独立分析的偏差統計

样品 編号	分 析 偏 差 %				
	Mn	Mg	Fe	Ti	Cu
1	5	6	3.2	2.8	3
2	7.5	4.1	2.1	1.2	8
3	5	3.2	7	7.0	7.2
4	4	4.4	3.2	2.6	8
5	8	5.1	2.1	—	0

$$\text{分析偏差 \%} = \frac{\rho}{c} \times 100$$

$\rho$ ——算术平均偏差;  $c$ ——光譜分析的平均值。

为进一步检查本方法的准确度, 我們选一个样品先經光譜測定, 再加入各种不同的杂质, 經光譜再次測定, 一次单独分析的結果列以表 2。

从表 1, 2 可見本法的再現性和精确度并不坏, 这是由于采用了二条譜綫作分析綫, 以及严格电极加工規格和装試样时注意装样的紧密均匀。

表 2 分 析 结 果

样品编号	第一次測量結果 $10^{-4}\%$					加入量 $10^{-4}\%$					第二次測量結果 $10^{-4}\%$				
	Mn	Mg	Fe	Ti	Cu	Mn	Mg	Fe	Ti	Cu	Mn	Mg	Fe	Ti	Cu
1	2.24	3.25	12.9	13.4	0.25	1.4	3.25	2.15	3.35	0.25	4	6.5	15.9	17.8	0.5
2	2.24	3.25	12.9	13.4	0.25	0.7	1.6	1.1	1.67	0.13	3.2	4.6	14.0	16.0	0.33
3	2.24	3.25	12.9	13.4	0.25	22.4	97.5	64.5	100	10	25.1	117	73.1	—	10
4	2.24	3.25	12.9	13.4	0.25	2.3	9.7	5.45	10	1	4.6	14.6	21.5	24.1	1.13
5	2.24	3.25	12.9	13.4	0.25	0.25	0.97	0.65	1	0.1	2.8	6.3	14.1	16.9	0.29

## 摘 要

本文报告高純度二氧化硅中五种痕量杂质元素的光譜測定。在交流电弧中完全蒸发試样而不采用内标法。采用二条分析綫所得到的結果良好。本法可用以測定杂质的含量为  $10^{-4} \sim 10^{-2}\%$ 。单独分析的最大偏差为 8%。

## 参 考 文 献

- [1] Р. Р. Швонгирадзе и Т. А. Мозговая, *ЖК. А. X*, 12, 703 (1957).  
 [2] J. M. Hustler and E. M. Hammaker, *Anal. Chem.* 21, 919 (1949).  
 [3] L. H. Ahrens, "Spectrochemical analysis", 1950 (殷宁万譯, 地质出版社, 第 125 頁 1956 年).

## THE SPECTROGRAPHIC ANALYSIS OF TRACE ELEMENTS IN SILICA OF HIGH PURITY

HUANG K'UN-HUA

(Institute of Chemical Industries, Hangchow)

## ABSTRACT

This paper reports the spectrographic analysis of five trace elements in silica, using a.c. arc and cup electrode. By plotting two selected lines instead of one against log. concentration of the elements in question, calibration curves obtained are steeper in slope. The results thus found are precise. With this technique trace elements of the order  $10^{-4} \sim 10^{-2}$  per cent can be determined. Average deviations do not exceed eight per cent.