

测定超高纯试剂无水乙醇中的铁

陈旗

(苏州市创协电子科技新材料有限公司, 江苏 苏州 215000)

摘要: 研究了超高纯试剂无水乙醇中痕量铁的石墨炉原子吸收光谱测定法。制定了石墨炉原子吸收光谱法测定痕量铁的分析程序, 试样经挥发浓缩, 采用标准曲线法测定。还确定了仪器最佳工作条件, 原子化条件, 回收试验及实测样品等。该方法结果准确、稳定, $RSD < 1\%$, 在线性范围内, 相关性系数 $r = 0.99950$ 。获得了较满意的结果。

关键词: 超高纯无水乙醇; 石墨炉原子吸收法; 铁

Determination of Iron in Super-pure Chemical Reagents Absolute Alcohol

CHEN Qi

(Suzhou Chuangxie Electronic Material Technical Co., Ltd., Suzhou 215000, China)

Abstract: The analytical condition for iron in super-pure chemical reagents absolute alcohol with TAS-990G atomic absorption spectrophotometer was studied in this paper. In order to determine microamount iron in the super-pure chemical reagents absolute alcohol, the concentration impurity in sample was adopted by means of evaporation and the standard curve method obtained the satisfactory results. By means of this method, the contamination can be diminished in analytical process. This method consists in high precision, good repetition of analytical result, satisfied linearity relation and reclaim rate. The satisfactory results were obtained.

Key words: super-pure chemical reagents absolute alcohol; graphite furnace atomic absorption; iron

苏州市创协电子科技新材料有限公司生产的超高纯电子级试剂无水乙醇, 主要用于电子行业, 用做去污干燥剂, 用于半导体和大规模集成电路 0.8—1.2 μm 技术生产。无水乙醇为无色透明液体, 能与水、醇、醚和氯仿混合。易燃。目前国家标准 GB-678-90^[1] 对优级纯无水乙醇中的铁含量是通过目视比色法来测定的。而电子行业用无水乙醇试剂暂无国家标准, 笔者通过石墨炉原子吸收光谱法^[2,3] 测定超高纯电子级试剂无水乙醇中铁的含量, 获得了较满意的结果, 其测量精密度优于国家标准 GB-678-90 目视比色法。

1 实验部分

1.1 仪器

TAS-990G 型原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器有限公司); TAS-990 型石墨炉(北京普析通用仪器有限公司); ASC-990 型石墨炉自动进样器(北京普析通用仪器有限公司); 恒温水浴锅; 马弗炉; 量筒; 石英蒸发皿; 铁空心阴极灯; 热解涂层石墨管

1.2 试剂

优级纯浓硝酸(0.1% HNO_3 , 由优级纯浓 HNO_3 配制); 实验用水为超纯水(电阻大于 18 欧姆, 由纯水机造); 铁标准溶液(1.0 g/L); 上海市计量测试技术研究院; 铁的标准储备液(浓度为 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$); 铁的标准使用液(浓度为 1.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$); 铁分析试液: 铁标准使用液用 0.1% 的硝酸溶液逐步稀释成 0.0、10.0、15.0、20.0、25.0、50.0、100.0 ng/ml 的标准系列。

1.3 仪器工作条件

分析波长: 248.3 nm; 光谱带宽: 0.2 nm; 空心阴极灯灯

电流: 4.0 mA; 横向加热一体化平台石墨管; 纯氩气做保护气体。

1.4 石墨炉工作条件

干燥温度, 斜坡/保持时间: 100 $^{\circ}\text{C}$, 15 s/10s; 灰化温度, 斜坡/保持时间: 600 $^{\circ}\text{C}$, 15 s/10s; 原子化温度, 斜坡/保持时间: 2100 $^{\circ}\text{C}$, 0 s/3s; 清扫温度, 斜坡/保持时间: 2400 $^{\circ}\text{C}$, 1 s/1 s; 洁净温度, 斜坡/保持时间: 40 $^{\circ}\text{C}$, 0 s/10 s; 进样体积: 10 μl 。

1.5 样品制备

用量筒量取 100.0 ml 超高纯电子级无水乙醇置于石英蒸发皿中, 在恒温水浴锅上蒸干, 蒸干后将石英蒸发皿放置于马弗炉中于 450 $^{\circ}\text{C}$ 六个小时。取出冷却, 然后用 0.1% 的硝酸溶液溶解, 多次转移定容至 100.0 ml 容量瓶中摇匀, 备用。

1.6 酸度的影响

酸度对铁检测灵敏度的影响很大。根据试验检测, 本试验用 0.1% 的硝酸溶液作为介质, 既保证了铁检测的灵敏度较好, 又不会腐蚀石墨管。

1.7 样品测定

对苏州市创协电子科技新材料有限公司生产的电子行业用超高纯试剂无水乙醇中的铁含量进行测定, 同时采用加标回收率法定回收率。

2 结果与讨论

2.1 线性范围

(下转第 66 页)

4 结论

(1) 以本方法测定硝酸银中的微量元素, Bi, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Sb, Sn, Te, Se, Zn 元素均能得到良好的标准曲线, 即 $r=0.99\sim 1$, 但在回收率的测定中, 各元素的表现有很大的不同。Cu、Cr、Ni、Sb、Sn、Mn、Te、Se 的回收率较好, 一般可达到 95%~110%; Zn、Bi、Cd、Pb 的回收率较低, 经常只有 50%~60%; Fe、Zn 在硝酸中的含量较高, 在本试验中标准曲线第一点采用 5% HNO₃, 因此尽可能采用高纯度的硝酸, 会得到较满意的 Fe、Zn 回收率和标准曲线。

(2) 试验中发现样品中 Sn 元素的测定稳定性较差, 也就是重复测定的相对标准偏差较大;

(3) 在每一次检测中加入一个相同的硝酸银样品作为

控制样品, 对试验结果能起到一个较好的对比作用;

(4) Se 元素的灵敏度和石墨管的使用次数有关, 使用新石墨管 Se 元素的灵敏度会较高, 因此建议把 Se 元素的测定放在前面。

本方法用于测定硝酸银中痕量金属元素, 标准样品测定结果较稳定, 样品测定结果对生厂具技术指导作用, 可以满足工业生产的要求。

参考文献

- [1] Shimadzu Corporation. Atomic Absorption Spectrophotometry cookbook[Z], 2000. 16-66.
- [2] 刘珍. 化验员读本[M]. 北京: 化学工业出版社, 1998. 212-223.

(上接第 63 页)

测得工作曲线相关性系数 $r=0.99950$ 。证明本实验线性良好。

2.2 分析方法的精密度测定

为了考察试验结果的重现性, 对样品做了精密度试验, 对同一样品分别测定 6 次。测定结果见表 1

表 1 铁精密度的实验结果

元素	样品测得值 ppb n=6						平均值 ppb	标准偏差 S	相对标准偏差 RSD %
Fe	5.128	5.126	5.125	5.127	5.126	5.128	5.127	0.0013	0.025

由表 1 可知该测试方法的精密度较高。

待测样品完全相同的实验条件下进行测定其中的铁含量。进行回收率实验。

2.3 准确度及回收率

取铁元素的标准溶液 5.0 ppb 加入到待测样品中, 在与

表 2 加标回收试验结果

加标浓度 ppb	测定次数 n=6	1	2	3	4	5	6	平均值	标准偏差 S	相对标准偏差 RSD(%)
5.0	测得浓度 ppb	10.120	10.124	10.122	10.124	10.120	10.120	10.122	0.002	0.020
	回收率(%)	99.86	99.94	99.90	99.94	99.90	99.90	99.91		

由表 2 可见, 加标回收率为 99.86—99.94%。

结果。

3 结论

由以上结果表明石墨炉原子吸收光谱法测定超高纯电子级试剂无水乙醇中痕量铁灵敏度高, 精密度好。该方法 $r>0.999$, 平均加标回收率为 99.91% ($n=6$)。应用该方法测定超高纯电子级无水乙醇中痕量铁的含量, 回收率高, 重现性好、精密度在 0.5%—4.35%。方法简单, 笔者认为测试有机试剂中痕量金属离子的较好方法, 获得了较满意的

参考文献

- [1] GB 678—90 中华人民共和国国家标准化学试剂乙醇(无水乙醇)。
- [2] 刘珍, 化验员读本(仪器分析)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004 年 4 月第 4 版 219-238.
- [3] 黄一石, 仪器分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002 年 6 月第 1 版, 189-200.