

## Literatura

1. Duval P.: La synthese du contrôle d'étanchéité des transistors et composants scellés, EMI, 173/15-5-1973.
2. Taczanowski A.: Problemy przemysłowej kontroli szczelności obudów elementów półprzewodnikowych za pomocą wykrywacza helowego, Materiały Elektroniczne 3, 31, 1973.
3. Groszkowski J.: Technika Wysokiej Próżni, WNT, Warszawa 1972.
4. Redhead P.A., Hobson J.P., Kornelsen E.V.: The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum, Chapman-Hall, London 1968.
5. MIL Standort 883, Method 1014 - Seal 1968.
6. Howl D.A., Mann C.A.: The Back-Pressuring technique of Leak Testing, Vacuum 15, 347, 1965.
7. Tallon J.: Contrôle a grande cadence de l'étanchéité des semiconducteurs, Le Vide - AVISEM, 1971.

Wanda SOKOŁOWSKA  
ONPMP

## Spektrograficzna metoda oznaczania zanieczyszczeń metalicznych w tellurze o wysokiej czystości

Tellur jest często stosowany w technice półprzewodnikowej jako składnik wielu stopów o własnościach termoelektrycznych.

W literaturze jest niewiele opracowań dotyczących analizy telluru. Poljakowa i Fedorowa [1] oznaczają w nim: Cu, Bi, Sb, Pb, Ag, Au, As w zakresie stężeń  $10^{-2}$  -  $10^{-4}\%$ . Metal miesza się z proszkiem grafitowym w stosunku 5:1. Jako źródło wzbudzenia stosuje się łuk prądu zmiennego o natężeniu 3,5 A. Błąd oznaczenia 10 - 20%. Podobnie analizują tellur Judelewicz i Kowalewa [2].

W pracy [4] oznaczano miedź i srebro w zakresie stężeń  $4 \cdot 10^{-2}$  -  $7 \cdot 10^{-4}\%$  po przeprowadzeniu próbki do roztworu. Błąd oznaczenia 10 - 13%.

Ustimow i Czalkow [3] analizują tellur bezpośrednio i po wstępnym chemicznym wzbogacaniu stosując w obydwu przypadkach wzorce na podłożu dwutlenku telluru. W koncentracji zanieczyszczeń otrzymanym po oddzieleniu telluru oznaczają szereg pierwiastków z wykrywalnością  $10^{-4}$  -  $10^{-6}\%$ , /w metodzie bezpośredniej wykrywalności -  $10^{-4}\%$ / przy błędzie oznaczenia 15 - 30%. Odważka 2 g.

W pracy niniejszej podano spektrograficzną metodę równoczesnego oznaczania 13 pierwiastków /Cu, Fe, Al, Mg, Pb, Ag, Sb, Bi, Ni, Mn, Cr, Sn, Ti/ w tellurze wysokiej czystości z wykrywalnością 1 -  $3 \cdot 10^{-5}\%$  bez wstępnego zagęszczania zanieczyszczeń śladowych.

## CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

### 1. Przygotowanie próbek

100 mg telluru rozpuszczano w 2 ml kwasu azotowego spektr. cz. /3:2/, odparowywano do sucha i przeprowadzano w tlenek w temp. 300°C. Otrzymany tlenek mieszało w moździerzu agatowym z proszkiem grafitowym w stosunku 4:1 i bromkiem potasu w ilości 3%. Tak przygotowane próbki poddawano analizie spektralnej z kraterów elektrod węglowych. Dokładne warunki analityczne podano w p.2.

### 2. Przygotowanie wzorców

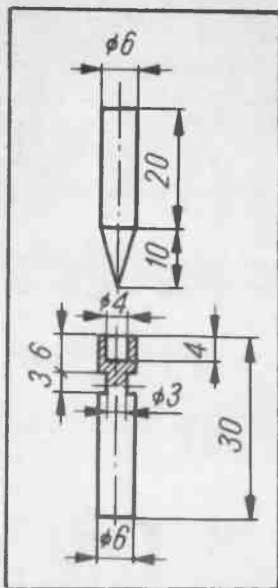
Wykonano wzorce syntetyczne na osnowie dwutlenku telluru. Wychodząc z tlenków metali wykonano wzorec podstawowy T o zawartości 1% oznaczanych pierwiastków. Rozcieńczając wzorec podstawowy dwutlenkiem telluru otrzymano serię wzorców obejmujących zakres stężeń 3·10<sup>-2</sup> - 1·10<sup>-5</sup>% oznaczanych pierwiastków. Następnie wzorce te mieszało z proszkiem grafitowym w stosunku 4:1 i bromkiem potasu w ilości 3%. Każdy wzorec ucierano w moździerzu agatowym w obecności alkoholu etylowego przez 0,5 godziny.

### Warunki analityczne

Spektrograf	siatkowy PGS-2 z trójstopniowym osłabiaczem platynowym
Szerokość szczeliny	12 μm
Zródło wzbudzenia	generator łuku prądu zmiennego ABR-3, natężenie prądu 10A.
Elektrody	grafitowe RWO f-my Ringsdorff-Werke /kształt jak na rys. 1/ przedpalone 20s w łuku prądu stałego 10A.
Odległość elektrod	2 mm
Odważka	30 mg
Czas naświetlania	60 sek.
Płyty fotograficzne	WU 1 f-my ORWO
Wywoływacz	Metolo-hydrochinonowy temp. 19,5°C 1 min. 20 sek.
Linie analityczne nm	Cu 324,7 Fe 302,0 Al 308, 2 Mg 279,5 Pb 283,3 Ag 328,0 Sb 259,8 Bi 306,7 Ni 305,0 Mn 279,8 Cr 283,5 Sn 284,0 Ti 337,2

Na każdej kliszy wykonywano po 3 zdjęcia próbek i po 2 zdjęcia wzorców. Dla wszystkich oznaczonych pierwiastków kreślono krzywe analityczne w układzie współrzędnych W, lg C. Wykresy analityczne sporządzone dla wzorców stanowiły podstawę do odczytywania stężenia pierwiastków w próbkach analizowanych. Wyniki obliczano wg wzoru:

$$X = 1,25 \cdot C$$



Rys. 1. Kształt i wymiary elektrod

gdzie: X - zawartość oznaczanego pierwiastka w %

C - zawartość oznaczanego pierwiastka odczytana z krzywej pracy

1,25- współczynnik przeliczania telluru metalicznego na dwutlenek telluru.

### OMÓWIENIE WYNIKÓW I WNIOSKI

Opracowano spektrograficzną metodę oznaczania w tellurze zawartości: Cu, Fe, Al, Mg, Pb, Ag, Sb, Bi, Ni, Mn, Cr, Sn, Ti. Ustalone warunki pozwalają oznaczyć ww. pierwiastki w następującym zakresie stężeń:

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

Pb, Ni, Cr, Sn, Ti -  $3 \cdot 10^{-5}$  -  $3 \cdot 10^{-2}\%$

Sb -  $3 \cdot 10^{-4}$  -  $3 \cdot 10^{-2}\%$

W celu ustalenia dokładności i precyzji metody tellur spektralnie czysty domieszko-  
wano znaną ilością oznaczanych pierwiastków. Uzyskane wyniki przedstawiono w tab-  
licy.

### OCENA DOKŁADNOŚCI I PRECYZJI METODY

Oznaczany pierwiast.	Wprowadzono %	Oznaczono śred. x %	Liczba oznacz. n	Odchylenie standard. S	Względne odchylenie standardowe Sr
Cu	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	11	$9,8 \cdot 10^{-6}$	0,049
Cu	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$	12	$1,2 \cdot 10^{-4}$	0,063
Fe	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$1,9 \cdot 10^{-4}$	8	$3,5 \cdot 10^{-5}$	0,18
Fe	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$	9	$3,4 \cdot 10^{-4}$	0,17
Al	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	10	$2,2 \cdot 10^{-5}$	0,11
Al	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$1,9 \cdot 10^{-3}$	10	$1,5 \cdot 10^{-4}$	0,082
Mg	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	10	$1,8 \cdot 10^{-5}$	0,04
Mg	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$	12	$2,2 \cdot 10^{-4}$	0,11
Pb	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$	12	$1,4 \cdot 10^{-4}$	0,07
Pb	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$1,9 \cdot 10^{-4}$	12	$1,0 \cdot 10^{-5}$	0,05
Ag	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$2,1 \cdot 10^{-3}$	10	$1,6 \cdot 10^{-4}$	0,077
Ag	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	9	$1,0 \cdot 10^{-5}$	0,05
Sb	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$	12	$5,2 \cdot 10^{-5}$	0,026
Bi	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	11	$1,3 \cdot 10^{-5}$	0,065
Bi	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$	10	$1,2 \cdot 10^{-4}$	0,06
Ni	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	12	$1,4 \cdot 10^{-5}$	0,07
Ni	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$1,9 \cdot 10^{-3}$	10	$2,3 \cdot 10^{-4}$	0,12
Mn	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	11	$6,9 \cdot 10^{-6}$	0,034
Mn	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$1,9 \cdot 10^{-3}$	6	$1,6 \cdot 10^{-4}$	0,08
Cr	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	11	$1,2 \cdot 10^{-5}$	0,06
Cr	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$1,9 \cdot 10^{-3}$	11	$1,6 \cdot 10^{-4}$	0,08
Sn	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	12	$6,6 \cdot 10^{-6}$	0,033
Sn	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$	11	$1,3 \cdot 10^{-4}$	0,065
Ti	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$	9	$1,9 \cdot 10^{-4}$	0,085
Ti	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	11	$2,1 \cdot 10^{-5}$	0,11
Si	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$3,9 \cdot 10^{-3}$	12	$4,2 \cdot 10^{-4}$	1,07
Si	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$	12	$1,3 \cdot 10^{-5}$	0,04

Jak widać z tablicy metoda nie jest obciążona dużym błędem. Względne odchylenie standardowe zawarte jest w granicach 0,02 do 0,18 w zależności od pierwiastka. Jest to zgodne z danymi literaturowymi dla oznaczeń tego rodzaju. Podane przykładowo wyniki oznaczenia krzemu w tellurze wskazują na błąd systematyczny w odniesieniu do tego pierwiastka. Jest to spowodowane prawdopodobnie stosowaniem moździerza agatowego i kwarcowych naczyń laboratoryjnych.

Stabilne warunki wzbudzenia uzyskano mieszając próbki i wzerce z proszkiem grafitowym w stosunku 4:1. Znaczny wzrost wykrywalności oznaczanych pierwiastków /od 1 do 2 rzędów/ uzyskano stosując jako nośnik spektrograficzny bromek potasu.

Opracowana metoda wykazała całkowitą przydatność do analitycznej kontroli telluru wysokiej czystości. Nadaje się do analiz seryjnych.

#### Literatura

1. Полякова М., Федорова: Спектральный анализ в цветной металлургии, Металлургиядат, 172, 1960
2. Делевич Г., Ковалева В.: Заводская лаборатория 6, 754, 1958
3. Устинов А.М., Чапкин В.П.: Заводская лаборатория 177, 1969
4. Juasa Teru Takanti Ref. Z. 21 G 138 /1963/
5. Zalecenia w zakresie przedstawiania wyników analizy chemicznej /JUPAC/