

石墨炉原子吸收法测定超高纯电子级异丙醇中铜的含量

陈旗

(苏州市创协电子科技新材料有限公司 苏州 215000)

摘要: 本文采用横向加热石墨炉原子吸收法,测试超高纯电子级异丙醇中的铜的含量。试样经处理好,注入原子吸收分光光度计石墨管中,电加热原子化后吸收 324.7nm 共振线,测定异丙醇中铜的含量,获得了较满意的结果。

关键词: 异丙醇 石墨炉法 铜的含量

1、前言

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异丙醇,主要用于电子行业,用做硅片去脂及干燥剂,清洗剂。异丙醇为无色透明液体,能与水、醇、醚和氯仿混合。易燃。电子行业用试剂暂无国家标准,笔者通过本实验测定超高纯电子级异丙醇中铜的含量,获得了较满意的结果。

2、方法

将样品注入原子吸收分光光度计石墨管中,采用横向加热技术,测定样品中的铜含量。

3、仪器及试剂

3.1 仪器

3.1.1 原子吸收分光光度计:北京普析通用仪器有限公司产品,TAS—990 型。

3.1.2 水浴锅

3.1.3 马弗炉

3.1.4 铜空心阴极灯

3.2 试剂

3.2.1 铜的标准储备液。浓度为 20ug/ml。

3.2.2 铜的标准使用液。浓度为 1.0 ug/ml

3.2.3 0.1% HNO_3 。由优级纯浓 HNO_3 配制。

3.2.4 超纯水(电阻大于 18 欧姆)

4、仪器参数

灯电流： 3 mA

光谱带宽： 0.4 nm

波 长： 324.7nm

背景校正：氘灯扣背景方式

进样量： 10ul

石墨管：热解涂层石墨管

升温参数：见表 1

表 1 石墨炉升温参数

	温度 / °C	升温时间 / s	保持时间 / s
干燥	100	15	10
灰化	500	15	10
原子化	1500	0	3
清扫	1700	1	1

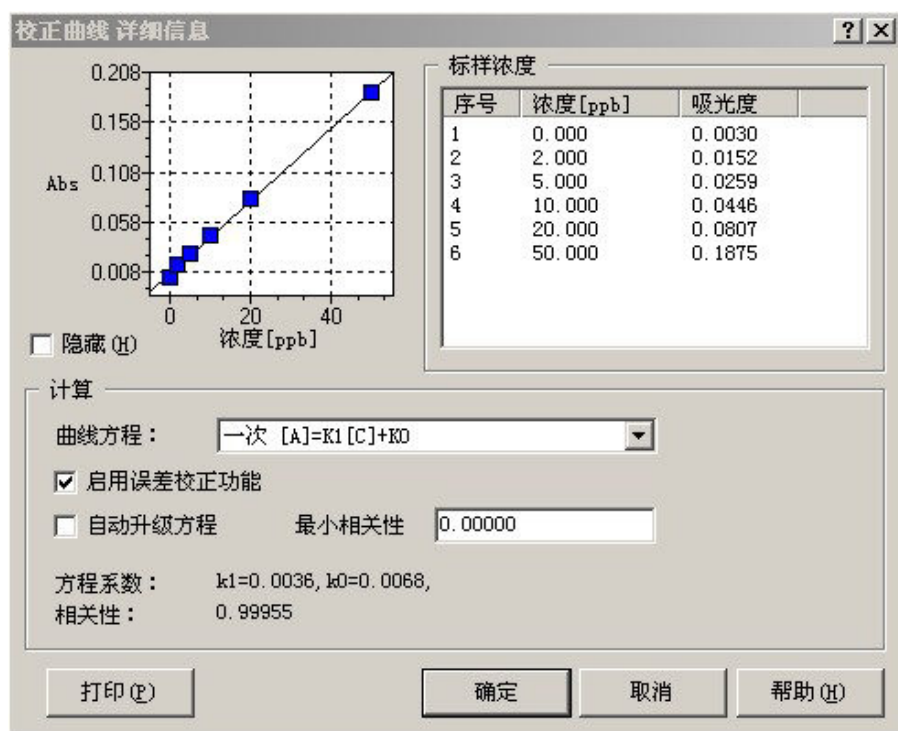
5、样品制备：

量取 100ml 异丙醇置于石英蒸发皿中，在水浴锅上蒸干，蒸干后将石英蒸发皿放置于马弗炉中于 400℃六个小时。取出冷却，然后加 0.1%的硝酸溶液溶解，稀释至 100ml 备用。

6、试样分析

6.1 标准曲线

工作曲线的配置：吸取 Cu 标准使用液 0.0、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0ml 于 100ml 容量瓶中，使用 0.1% 硝酸溶液定容至刻度，摇匀，此溶液中含 Cu 分别为：0.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0 ng/ml。



标准曲线: 0.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0 ng/ml。0.1% HNO₃ 介质。

吸光度与铜浓度的相关方程: $A=0.0036C+0.0068$, 相关性系数 $r=0.99955$

6.2 样品测定

对异丙醇中的铜含量进行测定，同时采用加标回收率法定回收率，结果见表 2。

6.3 回收率实验

表 2 异丙醇分析结果

	样品 1	样品 2
原样浓度 ng/ml	2.037	1.475
加入浓度 ng/ml	1.0	2.0
测得浓度 ng/ml	3.018	3.468
回收率 %	98.1	99.7

注: 样品 1 是吸取 5ml 处理后的异丙醇，定容至 100ml。

样品 2 是吸取 2.5ml 处理后的异丙醇，定容至 100ml。

7 结论

由以上结果表明用此种处理超高纯电子级异丙醇的方法回收率高，重现性好、精密度在 0.7%—5.37%。方法简单，笔者认为是测试有机试剂低含量样品的较好方法。

参考文献

- [1] 刘珍，化验员读本（仪器分析），北京：化学工业出版社，1993：154-155
- [2] 黄一石，仪器分析，北京：化学工业出版社，2004