

中华人民共和国国家标准

人造石英晶体中杂质的分析方法

GB 11113—89

Analytical method for impurities in the
synthetic quartz crystal

1 主题内容与适用范围

本标准规定了人造压电石英晶体中杂质的原子发射光谱及原子吸收分光光度的分析方法。

本标准适用于人造压电石英晶体中铝、铁、钙、镁、镍、铬、锂、钠、钾杂质元素含量的分析。

2 试样制备

将石英晶体块加热骤冷炸裂,经稀盐酸,氢氟酸浸泡后,以去离子水充分冲洗,烘干后用玛瑙研钵研细,约200目,贮存于试样瓶中备用。

3 原子发射光谱法测定铁、铝、钙、镁、镍、铬

3.1 方法提要

试样置于密封增压溶样器(增压坩埚)中,加入氢氟酸和稀硝酸,在烘箱中于145℃恒温溶解,自然冷却至室温,启封后试液于120℃下蒸发至干,以除去四氟化硅和过量的氢氟酸。再以盐酸溶解残渣,并转移至容量瓶中,以去离子水稀释至刻度,以试液干渣三标准试样法,交流电弧激发光谱,分析测定其中铁、铝、钙、镁、镍、铬杂质元素的含量。

3.2 试剂及材料

- 3.2.1 氢氟酸:高纯;
- 3.2.2 硝酸:高纯;
- 3.2.3 盐酸:高纯;
- 3.2.4 氧化钙:光谱纯;
- 3.2.5 氧化镁:光谱纯;
- 3.2.6 金属铁:99.99%;
- 3.2.7 金属镍:99.99%;
- 3.2.8 金属铝:99.99%;
- 3.2.9 金属铬:99.99%;
- 3.2.10 去离子水:阻值4MΩ以上;
- 3.2.11 天津Ⅱ型光谱感光板;
- 3.2.12 米吐尔-海德路显影液和定影液(按感光板说明书配制);
- 3.2.13 平头石墨电极:直径φ6,光谱纯。

3.3 仪器及设备

- 3.3.1 光谱摄谱仪;
- 3.3.2 交流电弧发生器;
- 3.3.3 测微光度计;

3.3.4 密封增压溶样器。

3.4 标准系列溶液的配制

3.4.1 铁标准溶液:铁的浓度为 1mg/mL。

准确称取金属铁 0.100 0g,置于 100mL 石英烧杯中,加入 1:1 盐酸 10mL。加热溶解,完全溶解后,冷却。转移至 100mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,备用。

3.4.2 铝标准溶液:铝的浓度为 1mg/mL。

准确称取金属铝 0.100 0g,置于 100mL 石英烧杯中,加入 1:1 盐酸 15mL。加热溶解,完全溶解后,冷却。转移至 100mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,备用。

3.4.3 钙标准溶液:钙的浓度为 1mg/mL。

准确称取干燥的氧化钙 0.139 9g,置于 50mL 石英烧杯中,加入 1:1 盐酸 10mL。加热溶解,完全溶解后,冷却。转移至 100mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,备用。

3.4.4 镁标准溶液:镁的浓度为 1mg/mL。

准确称取氧化镁 0.165 8g,置于 50mL 石英烧杯中,加入 1:1 盐酸 10mL。加热溶解,完全溶解后,冷却。转移至 100mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,备用。

3.4.5 镍标准溶液:镍的浓度为 1mg/mL。

准确称取金属镍 0.100 0g,置于 50mL 石英烧杯中,加入 1:1 硝酸 10mL。加热溶解,完全溶解后,冷却。转移至 100mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,备用。

3.4.6 铬标准溶液:铬的浓度为 1mg/mL。

准确称取金属铬 0.100 0g,置于 100mL 石英烧杯中,加入 1:1 盐酸 20mL。加热溶解,完全溶解后,冷却。转移至 100mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,备用。

3.4.7 混合标准系列溶液的配制

准确吸取 3.4.1~3.4.6 条标准溶液各一定量,用逐级稀释法配制混合标准系列,使铁、铝、钙、镁、镍、铬的浓度 c 适用于样品分析的测定范围,供光谱摄谱用。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理

准确称取试样 2.000 0g,置于增压坩埚内套中。加入氢氟酸 10mL,再加 1:1 硝酸 1mL,摇动,使试样均匀润湿。盖好盖后,置于不锈钢外套中,旋紧外套盖,放入烘箱中,于 145℃ 恒温溶解 2h,自然冷却至室温。启封,取出坩埚内套置于电热板上在 120℃ 蒸发试液至干。残渣以 1:1 盐酸 2mL 溶解,并转移至 25mL 容量瓶中,洗净坩埚内套后,稀释至刻度,摇匀备用,同时作试剂空白。

3.5.2 电极制备:用 1% 聚乙烯乙酸乙酯溶液在平头电极上滴一滴,自然干燥后再滴一滴待测溶液,红外灯烘干,待摄谱。

3.5.3 摄谱条件

摄谱采用三透镜照明系统,狭缝宽度 10nm,中间光阑全圆,极距 2mm,石墨平头对电极,交流电弧电流 6A 激发,曝光 40s,三标准试样法摄谱,洗相按感光板使用说明进行,分析线及背景以 $\Delta P - \lg c$ 作图,计算。

3.5.4 分析线及测定范围见表 1。

表 1

分析元素	分析线波长, nm	测定含量, ppm
Fe	259.940	1~30
Al	308.933	1~40
Ca	317.215	1~20

续表 1

分析元素	分析线波长, nm	测定含量, ppm
Mg	279.553	1~20
Ni	305.082	1~20
Cr	283.563	1~15

3.5.5 测量和计算

标准系列溶液与试样溶液在相同条件下,同时摄谱于一块感光板上,测量分析线黑度,以 ΔP 对 $\lg c$ 绘制工作曲线,由工作曲线上查出被测元素在单位体积中的含量($\mu\text{g/mL}$),再按式(1)进行计算。

$$\text{欲测元素}(\%) = \frac{(M - M_0)V \times 10^6}{G} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: M ——由工作曲线上查出被测元素的测定值, $\mu\text{g/mL}$;

M_0 ——由工作曲线上查出空白溶液的测定值, $\mu\text{g/mL}$;

V ——分析试样溶液的体积, mL;

G ——试样质量, g。

3.6 方法的精密度和准确度

本方法的精密度,当欲测杂质元素含量小于 40ppm 时,相对标准偏差小于 30%。

本方法的准确度和精密度相一致。

4 原子吸收分光光度法测定锂、钠、钾

4.1 方法提要

试样经氢氟酸-硝酸处理,赶尽四氟化硅。溶液残渣定容后用原子吸收分光光度法测定。

4.2 试剂与溶液

4.2.1 氢氟酸、硝酸、盐酸:同 3.2 条;

4.2.2 碳酸锂:光谱纯;

4.2.3 氯化钠:高纯;

4.2.4 氯化钾:高纯;

4.2.5 分析用水:二次蒸馏水或去离子水再蒸馏;

4.2.6 锂标准溶液:锂的浓度为 1mg/mL 。

准确称取干燥的碳酸锂 0.5325g,置于 200mL 烧杯中。以水润湿,缓慢加入 1:1 盐酸,待剧烈反应停止后再过量 1mL。加水约 50mL,加热煮沸赶尽其中二氧化碳,冷却至室温。移入 100mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。贮存于干燥的塑料瓶中备用。

4.2.7 钠标准溶液:钠的浓度为 1mg/mL 。

准确称取经 450℃灼烧 0.5h 的氯化钠 0.2540g 于 200mL 烧杯中。用水溶解后加 1:1 盐酸 1mL,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮于干燥的塑料瓶中备用。

4.2.8 钾标准溶液:钾的浓度为 1mg/mL 。

准确称取经 450℃灼烧 0.5h 的氯化钾 0.1907g 于 200mL 烧杯中。加水溶解后加 1:1 盐酸 1mL,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮于干燥的塑料瓶中备用。

4.2.9 混合标准溶液的配制:准确吸取 4.2.6~4.2.8 条标准溶液各一定量于 100mL 容量瓶中,使其中含钾、锂各 $10\mu\text{g/mL}$;含钠 $5\mu\text{g/mL}$ 。此溶液为主标液,贮存于干燥的塑料瓶中备用。

吸取主标液 2, 4, 6, 8, 10mL, 分别置于 100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀后移入干燥的塑料瓶中备用。此标准系列含锂及钾分别为 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, $1.0\mu\text{g/mL}$;含钠分别为 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, $0.5\mu\text{g/mL}$ 。

4.3 样品处理

见 3.5.1 条。

注：亦可用铂皿常压酸溶法：准确称取干燥试样 2.000 0g 置于铂蒸发皿中。以水润湿，加氢氟酸 15mL，徐徐加热溶解，蒸发至近干。沿皿壁加盐酸 3mL，再次蒸至近干。冷却，用约 10mL 水吹洗铂皿并加热使残渣溶解。移入 25mL 容量瓶中。以水稀释至刻度。同时做空白试验。

4.4 分析步骤

4.4.1 仪器及测定条件

- a. 原子吸收分光光度计；
- b. 空芯阴极灯（锂灯、钠灯、钾灯）；
- c. 测定条件（见表 2）。

表 2

分析元素	分析线波长 nm	燃烧器高度 mm	灯电流 mA	狭缝宽度 nm	火焰类型	气体流量 L/min	
						空气	乙炔
Li	670.8	6.0	6	3.8	空气-乙炔	10	2.5
K	769.9	3.0	6	3.8	空气-乙炔	10	3.0
Na	589.6	6.0	5	3.8	空气-乙炔	10	2.5

表中参数是根据日本岛津 AA-640-13 型原子吸收分光光度计及日本松浜电视 L 233 系列空芯阴极灯所选定。

4.4.2 测定过程

接通电源，调节空芯阴极灯电流并预热 15min。通气，点火按表设定测定条件。用水喷雾调整零点，然后分别将标准系列和试样溶液（含空白）进行喷雾。测定吸光度，绘制标准工作曲线。

4.5 分析结果的计算

根据试样溶液及空白溶液的吸光度，从标准工作曲线上查出相应的被测元素的浓度。按 3.5.5 条计算试样中各元素的百分含量。

4.6 方法的精密度

当欲测元素的含量大于 2ppm 时，相对标准偏差小于 10%。

附加说明：

本标准由机械电子工业部第十八研究所、4400 厂、机械电子工业部电子标准化研究所负责起草。

本标准主要起草人秦国珍、李广会、刘承钧。