

СРАВНЕНИЕ АНАЛИТИЧЕСКИХ ВОЗМОЖНОСТЕЙ КОМБИНИРОВАННЫХ МЕТОДИК АНАЛИЗА ВЫСОКОЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ С ВОЗБУЖДЕНИЕМ ИЗЛУЧЕНИЯ В ДУГЕ ПОСТОЯННОГО ТОКА И ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМЕ

А.Р. Цыганкова, А.В. Шаверина, И.Р. Шелпакова, А.И. Сапрыкин

*Учреждение Российской академии наук Институт неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения РАН
630090, г. Новосибирск, пр. Лаврентьева, 3
alpha@niic.nsc.ru*

Поступила в редакцию 24 мая 2012 г.,
после исправления – 25 октября 2012г.

Проведено сравнение аналитических возможностей комбинированных ДПТ-АЭС (атомно-эмиссионная спектрометрия с дугой постоянного тока) и ИСП-АЭС (атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой) методик анализа высокочистых кремния и оксида висмута с концентрированием примесей отгонкой основы пробы по набору определяемых примесей и пределам их обнаружения. Показаны преимущества и основные ограничения каждой из методик.

Ключевые слова: атомно-эмиссионный спектральный анализ, индуктивно связанная плазма, дуга постоянного тока, концентрирование примесей, пределы обнаружения примесей.

Цыганкова Альфия Рафаэлевна – научный сотрудник ИНХ СО РАН, к.х.н.

Область научных интересов: атомно-эмиссионный спектральный анализ, определение примесного состава высокочистых веществ, концентрирование примесей отгонкой основы пробы.

Соавтор 11 публикаций.

Шаверина Анастасия Васильевна – аспирант ИНХ СО РАН.

Область научных интересов: атомно-эмиссионный спектральный анализ, определение примесного состава высокочистых веществ.

Соавтор 2 публикаций.

Шелпакова Ирина Рудольфовна – главный научный сотрудник аналитической лаборатории ИНХ им. акад. А.В. Николаева СО РАН, д.х.н., профессор.

Область научных интересов: анализ высокочистых веществ, определение низких концентраций элементов, атомный спектральный анализ.

Автор более 160 научных публикаций в отечественных и зарубежных журналах и двух монографий.

Сапрыкин Анатолий Ильич – зав. аналитической лабораторией ИНХ им. акад. А.В. Николаева СО РАН, д.т.н.

Область научных интересов: атомно-эмиссионный и масс-спектральный анализ, анализ высокочистых веществ.

Автор более 110 научных публикаций в отечественных и зарубежных журналах.

ВВЕДЕНИЕ

Среди высокочувствительных многоэлементных методов анализа атомно-эмиссионная спектрометрия занимает одно из ведущих мест. Разработка комбинированных методик, сочетающих предварительное концентрирование примесей с инструментальными методами анализа концентрата, позволяет существенно улучшить их метрологические характеристики, устранить мешающие влияния матричных компонентов, ис-

пользовать представительные навески проб и достичь пределов обнаружения (ПО) аналитов на уровне 10^{-6} - 10^{-8} % мас.

До 80-х годов прошлого века одним из основных источников возбуждения излучения в атомно-эмиссионной спектрометрии была дуга постоянного тока (ДПТ). Пробоподготовка проб при анализе высокочистых веществ в этом случае заключалась в получении концентрата микропримесей и его переносе на 20-50 мг графитового порошка (ГП). Поскольку масса ГП значительно меньше исходной

навески пробы, коэффициент концентрирования обычно составляет $K = 10-50$. Следует отметить, что попытки увеличения коэффициента концентрирования за счёт значительного увеличения исходной навески исследуемого образца не приводят к желаемому результату из-за неконтролируемых загрязнений, связанных с использованием больших объёмов реактивов и возрастанием содержания примесей в контрольном опыте (**КО**). При разработке комбинированных методик анализа особое внимание аналитиков уделяется вопросам влияния остатков основы пробы на величину аналитического сигнала и сохранения примесей в концентрате, т.к. эти факторы в первую очередь влияют на правильность результатов анализа.

Для реализации анализа высокочистых веществ методом атомно-эмиссионной спектроскопии с дугой постоянного тока (ДПТ-АЭС) зачастую требуются чистые угольные электроды, чистый ГП и стандартные образцы (**СО**) на основе ГП. В последние десятилетия дуговой разряд как источник возбуждения излучения в атомно-эмиссионной спектроскопии (**АЭС**) вытесняется индуктивно связанной плазмой (**ИСП**). Достоинствами ИСП-АЭС при анализе высокочистых веществ являются:

- серийное высококачественное автоматизированное оборудование, выпускаемое фирмами Thermo Scientific, Perkin Elmer, Agilent Technologies и др.;
- отсутствие необходимости в высокочистых графитовых электродах, ГП и ОС на его основе;
- возможность определения одновременно с другими примесями щелочных металлов – Na, K, Li и Rb;
- более слабые по сравнению с другими источниками возбуждения излучения матричные помехи;
- большой динамический диапазон градуировочных графиков;
- низкая случайная погрешность анализа. Сходимость инструментальных определений характеризуется обычно относительным стандартным отклонением, не превышающим 0.02.

Отметим, что публикации по использованию предварительного концентрирования примесей в высокочистых веществах в сочетании с ИСП-АЭС анализом встречаются нечасто. Многие авторы продолжают в комбинированных методиках использовать дуговое возбуждение спектров. Примером могут служить работы, выполненные в последние годы в России [1-3].

Целью настоящей работы является сравнение аналитических возможностей комбинированных методов ДПТ-АЭС и ИСП-АЭС анализа по набору определяемых примесей и пределам их обнаружения. Это сравнение проведено на примере методик анализа высокочистых кремния и оксида висмута, разработанных в Аналитической лаборатории ИИХ СО РАН и предусматривающих концентрирование примесей отгонкой основы пробы. Одна и та же методика концентрирования примесей применялась в сочетании с разным инструментальным оконча-

нием. Минимальный объём раствора концентрата примесей, который необходим для регистрации ИСП-АЭС спектра из двух параллельных измерений – 2 мл. Это означает, что при исходной навеске 1 г, масса концентрата примерно в два раза больше исходной навески и в данном случае правильнее говорить не о концентрировании примесей, а об отделении основы пробы. Подчеркнём, что методики были разработаны в разное время, разными аналитиками и часть операций анализа может быть усовершенствована. Тем не менее, на наш взгляд проведённое сравнение достаточно объективно.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Материалы и реагенты

В работе использовали:

- деионизованную воду удельного сопротивления ≥ 18 Мом/см (Direct-Q3, Millipore); дважды перегнанные кислоты – соляную (~12 М) и азотную (~14 М). Перегонку проводили суббойлерной дистилляцией (DuoPUR, Milestone);
- фтористоводородную кислоту ОСЧ 27-5, дважды перегнанную во фторопластовом аппарате;
- 0.5 % раствор маннита ЧДА по ГОСТ 8321-74;
- электроды графитовые диаметром 6 мм с краем глубиной 3 мм и диаметром 4 мм (анод), выточенные из графитовых стержней ОСЧ 7-4 и обожженные в дуге постоянного тока;
- графитовый порошок марки ОСЧ 7-4.

Аппаратура и условия анализа

В ДПТ-АЭС спектры получали при токе $I = 10$ А для кремния и 13.5 А для оксида висмута и регистрировали на спектрометре PGS-2 с дифракционной решеткой 600 шт/мм и однолинзовой системой освещения щели. Регистрацию спектров осуществляли при помощи многоэлементного анализатора эмиссионных спектров (**МАЭС**) [4]. В качестве усиливающей добавки использовали NaCl (0.5 % по отношению к графитовому концентрату для кремния и 4 % для оксида висмута).

В ИСП-АЭС измерения проводили на спектрометре iCAP-6500 фирмы Thermo Scientific с распылительной камерой циклонного типа, работающей в диапазоне длин волн 166-847 нм. Использовали аксиальный способ регистрации аналитического сигнала. Концентраты примесей подавали в ИСП плазму в виде растворов с помощью перистальтического насоса (25 об/мин) пневматическим распылителем типа SeaSpray. Инструментальные условия анализа приведены в табл. 1.

Кремний растворяли в микроволновой системе закрытого типа MARS-5 с сосудами высокого давления XP-1500 Plus (CEM, Matthews) с возможностью контроля температуры и давления в автоклаве.

Для приготовления растворов использовали дозаторы 10-100 мкл, 100-1000 мкл и 1-5 мл производства «Ленпипет», одноразовые наконечники соответствующих объёмов и полипропиленовые пробирки объёмом 15 и 50 мл.

Образцы сравнения

Для ДПТ-АЭС анализа использовали ОС на основе графитового порошка, содержащего 0.5 % (для кремния) или 4 % (для оксида висмута) NaCl. ОС с концентрацией $1.5 \cdot 10^{-6}$ – $1.0 \cdot 10^{-2}$ % мас. получали введением в ГП примесей из азотнокислых растворов и (или) последовательным разбавлением СПГ 27 пр. ГСО 2820-83 (ОСО 48-4-39-94) [5].

При приготовлении ОС для ИСП-АЭС анализа использовали многоэлементные растворы фирмы «Скат» (Новосибирск) на основе разбавленных растворов соляной и азотной кислот. Примеси, не содержащиеся в этих растворах (Au, Ge, Hg, La, Pd, Pt, Tl и Y), вводили из специально приготовленных одноэлементных растворов.

Методики концентрирования

Здесь мы приводим только основные этапы концентрирования примесей, подробности изложены в конкретных методиках [6, 7]; ДПТ-АЭС методика анализа кремния ЛКЧ-5 аттестована в Лаборатории контроля чистоты полупроводниковых материалов ИНХ СО РАН (г. Новосибирск). Во всех случаях использовали навеску пробы ~1 г. Одновременно с концентрированием через все стадии процесса проводили контрольный опыт для учёта загрязнений, вносимых реактивами, воздухом и посудой.

Анализ кремния

Для ДПТ-АЭС анализа пробу растворяли при температуре 75-80 °С в закрытом фторопластовом стаканчике в смеси фтористоводородной и азотной кислот с добавлением деионизованной воды и раствора маннита (для сохранения в концентрате примеси бора). Раствор переносили во фторопластовую чашку и выпаривали досуха под ИК лампой в боксе из органического стекла с вытяжной вентиляцией при температуре 80-90 °С. Основа пробы при этом отгоняется в виде SiF₄. Сухой остаток растворяли в небольшом объеме соляной кислоты, добавляли 50 мг ГП (для двух параллельных измерений), раствор NaCl, высушивали при 80 °С и переносили концентрат в графитовые электроды.

Для ИСП-АЭС анализа навеску пробы растворяли в микроволновой печи MARS в 9.5 мл фтористоводородной и 4.5 мл азотной кислот с добавлением раствора маннита. К полученному раствору добавляли 0.1 мл концентрированной серной кислоты, переносили его во фторопластовую чашку и выпаривали под ИК-лампой при температуре 80-90 °С в боксе из органического стекла с вытяжной вентиляцией. Затем концентрат переносили в одноразовые пластиковые пробирки, вводили внутренний стандарт (Sc) и доводили объем концентрата деионизованной водой до 2 мл.

Анализ оксида висмута

Концентрирование проводили отгонкой основы пробы в виде трихлорида висмута, образующегося в результате взаимодействия Bi₂O₃ с газообразным

Таблица 1

Инструментальные условия ИСП-АЭС анализа

Параметр	Значение параметра	
	для анализа кремния	для анализа оксида висмута
Мощность ВЧ генератора	1150 Вт	1300 Вт
Внутренний диаметр инжектора	2 мм	3 мм
Распыляющий поток аргона	0.7 л/мин	0.7 л/мин
Вспомогательный поток аргона	0.5 л/мин	0.5 л/мин
Охлаждающий поток аргона	12 л/мин	12 л/мин
Число параллельных измерений	2	2

хлористым водородом в кварцевой трубчатой печи при температуре 300-330 °С. Время отгонки – примерно 4 часа. Процесс прекращали, когда масса остатка не превышала 1 мг (визуальный контроль). Концентрат растворяли в небольшом объеме смеси соляной и азотной кислот.

Для ДПТ-АЭС анализа раствор выпаривали под ИК лампой на 50 мг ГП (для двух параллельных измерений) и обрабатывали ГП разбавленной соляной кислотой для удаления остатков HNO₃. Затем к ГП добавляли водный раствор NaCl, высушивали и переносили концентрат в графитовые электроды.

Для ИСП-АЭС анализа раствор концентрата количественно переносили в пластиковую пробирку, доводили объем раствора до 2 мл деионизованной водой и регистрировали спектры в условиях, показанных в табл. 1.

СРАВНЕНИЕ АНАЛИТИЧЕСКИХ ВОЗМОЖНОСТЕЙ

Аналитические возможности ИСП-АЭС и ДПТ-АЭС сравнивали по набору определяемых примесей и пределам их обнаружения.

Данные для методик анализа кремния приведены в табл. 2. Из таблицы видно, что по разработанным методикам общее число примесей, определяемых в кремнии методом ДПТ-АЭС, составляет 39, тогда как методом ИСП-АЭС – 44, в том числе щелочные K, Li, Na, Rb. Отметим, что методика ИСП-АЭС дает возможность определять Se с пределом обнаружения $2 \cdot 10^{-7}$ % мас., тогда как по дуговой методике эта примесь не определяется. Что касается пределов обнаружения большинства примесей, то они в целом соизмеримы. Детальное сравнение показало, что примеси As, Ba, Be, Cd,

Таблица 2

Пределы обнаружения примесей в кремнии по методикам ИСП-АЭС и ДПТ-АЭС, % мас.

ИСП-АЭС [6]		ДПТ-АЭС		ИСП-АЭС [6]		ДПТ-АЭС	
λ, нм	ПО	λ, нм	ПО	λ, нм	ПО	λ, нм	ПО
I Ag 328.0	2·10 ⁻⁷	I Ag 328.0	5·10 ⁻⁸	I Na 589.5	*6·10 ⁻⁶	Na	не опред.
II Al 396.1	*5·10 ⁻⁶	I Al 396.1	1·10 ⁻⁶	II Nb 309.4	2·10 ⁻⁷	II Nb 292.7	5·10 ⁻⁶
I As 189.0	2·10 ⁻⁷	I As 234.9	3·10 ⁻⁵	II Ni 231.6	7·10 ⁻⁷	I Ni 305.6	5·10 ⁻⁷
Au	не опред.	I Au 267.5	5·10 ⁻⁷	I P 177.4	*8·10 ⁻⁷	I P 255.3	3·10 ⁻⁵
I B 249.6	*1·10 ⁻⁶	I B 249.7	5·10 ⁻⁷	II Pb 280.1	3·10 ⁻⁶	I Pb 283.3	5·10 ⁻⁷
II Ba 455.4	*2·10 ⁻⁷	II Ba 233.5	3·10 ⁻⁶	I Pd 360.9	9·10 ⁻⁸	I Pd 340.4	5·10 ⁻⁷
II Be 313.1	1·10 ⁻⁸	I Be 234.8	5·10 ⁻⁸	I Pt 265.9	3·10 ⁻⁷	I Pt 265.9	3·10 ⁻⁶
I Bi 223.0	3·10 ⁻⁶	I Bi 306.7	3·10 ⁻⁷	I Rb 780.0	1·10 ⁻⁶	Rb	не опред.
II Ca 393.3	*2·10 ⁻⁵	II Ca 317.9	3·10 ⁻⁶	II Re 227.5	5·10 ⁻⁷	Re	не опред.
II Cd 214.4	2·10 ⁻⁸	I Cd 228.8	2·10 ⁻⁷	I Sb 217.5	8·10 ⁻⁷	I Sb 259.8	3·10 ⁻⁶
II Co 228.6	3·10 ⁻⁸	I Co 242.4	5·10 ⁻⁷	Sc	не опред.	I Sc 327.3	5·10 ⁻⁷
II Cr 267.7	3·10 ⁻⁷	II Cr 283.4	5·10 ⁻⁷	I Se 196.0	2·10 ⁻⁷	Se	не опред.
I Cu 327.3	*5·10 ⁻⁷	I Cu 327.3	7·10 ⁻⁸	II Sn 189.9	1·10 ⁻⁷	I Sn 283.9	5·10 ⁻⁷
II Fe 238.2	*4·10 ⁻⁶	II Fe 259.9	1·10 ⁻⁶	II Sr 421.5	7·10 ⁻⁸	Sr	не опред.
I Ga 294.3	2·10 ⁻⁷	II Ga 297.4	3·10 ⁻⁷	II Ta 263.5	4·10 ⁻⁷	I Ta 271.4	5·10 ⁻⁵
II Hf 232.2	1·10 ⁻⁷	I Hf 286.6	5·10 ⁻⁶	I Te 214.2	3·10 ⁻⁷	I Te 238.5	5·10 ⁻⁶
I In 325.6	8·10 ⁻⁷	I In 325.6	2·10 ⁻⁷	II Ti 323.4	*7·10 ⁻⁶	II Ti 308.8	5·10 ⁻⁷
I K 766.4	*6·10 ⁻⁶	K	не опред.	II Tl 190.8	3·10 ⁻⁷	I Tl 276.7	5·10 ⁻⁷
II La 379.4	7·10 ⁻⁸	II La 324.5	3·10 ⁻⁶	II V 292.4	7·10 ⁻⁸	I V 318.5	5·10 ⁻⁷
I Li 670.7	4·10 ⁻⁸	Li	не опред.	II W 207.9	2·10 ⁻⁷	I W 294.6	5·10 ⁻⁵
II Mg 280.2	*7·10 ⁻⁷	I Mg 277.9	5·10 ⁻⁷	II Y 371.0	1·10 ⁻⁸	II Y 321.6	5·10 ⁻⁷
II Mn 257.6	9·10 ⁻⁸	I Mn 279.4	7·10 ⁻⁸	II Zn 206.2	*8·10 ⁻⁷	I Zn 213.8	5·10 ⁻⁷
II Mo 202.0	2·10 ⁻⁶	I Mo 317.0	5·10 ⁻⁷	II Zr 339.1	1·10 ⁻⁷	II Zr 339.2	5·10 ⁻⁷
Общее число примесей				44		39	

Примечания: (*) – примеси, обнаруженные в контрольном опыте; не опред. – примесь не определяется по данной методике анализа.

Co, Hf, La, Nb, P, Pd, Pt, Sb, Sn, Ta, Te, V, W, Y и Zr определяются с более низкими пределами обнаружения методом ИСП-АЭС, а Ag, Al, B, Bi, Ca, Cu, Fe, In, Mo, Pb, Ti – методом ДПТ-АЭС.

Сравнение аналитических возможностей ИСП-АЭС и ДПТ-АЭС методик анализа оксида висмута приведено в табл. 3. Как видно из таблицы по разработанным методикам большее количество примесей может быть определено методом ИСП-АЭС, однако список определяемых примесей по дуговой методике может быть расширен, по крайней мере, за счет Ba, Hf, P, Pd, Y, La, Sr и Zr. Что касается K, Li, Na и Rb, то эти элементы традиционно в дуге не определяются. Пределы обнаружения большинства примесей соизмеримы, однако по распространенным примесям методом ИСП-АЭС (за счет меньшего содержания в контрольном опыте) достигнут более низкий предел обнаружения (по Ca больше, чем на порядок, по Mg на два порядка величины). Для примесей Cu и Pb, метод ДПТ-АЭС обеспечивает более низкие пределы обнаружения.

Один из путей дальнейшего снижения пределов обнаружения в ИСП-АЭС методиках с концентрированием примесей – уменьшение объема раствора концентрата при увеличении эффективности его использования. Это возможно, например, когда используется нагреваемая модифицированная

распылительная камера с медленной подачей раствора распылителем, описанная в [8] (раствор поступает в плазму в виде паров).

ВЫВОДЫ

Сравнение аналитических возможностей методов ДПТ-АЭС и ИСП-АЭС для определения микропримесей в высокочистых веществах на примере методик анализа кремния и оксида висмута показало:

1. Общее число примесей, определяемых комбинированными методами ИСП-АЭС и ДПТ-АЭС, соизмеримо и определяется способом пробоподготовки и особенностями источника возбуждения излучения. Метод ИСП-АЭС, в отличие от ДПТ-АЭС, позволяет определять примеси щелочных металлов K, Li, Na и Rb.
2. Пределы обнаружения большинства примесей соизмеримы, однако и в ДПТ-АЭС и в ИСП-АЭС методиках можно выделить примеси, которые определяются с более низкими пределами обнаружения. Поэтому в зависимости от решаемой задачи следует отдавать предпочтение тому или иному инструментальному окончанию.
3. Сходимость инструментальных определений ИСП-АЭС методом существенно лучше по срав-

нению с ДПТ-АЭС методом (относительное стандартное отклонение на уровне 0.02 и 0.10-0.12, соответственно).

ЛИТЕРАТУРА

1. Атомно-эмиссионное определение примесей в трихлорсилане и четырёххлористом кремнии / Е.В. Шабанова и [др.] // Аналитика и контроль. 2012. Т. 16, № 1. С. 14-22.
2. Химико-спектральный анализ высокочистого триоксида молибдена / А.Р. Цыганкова и [др.] // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2010. Т. 76, № 9. С. 3-6.
3. Евдокимов И.И., Липатова М.М., Пименов В.Г. Атомно-эмиссионный анализ высокочистых оксидов с концентрированием примесей отгонкой основы пробы при фторировании в автоклаве // Ж. структурной химии. 2010. Т. 51. Приложение. С. S193-S197.0
4. Лабусов В.А., Гаранин В.Г., Шелпакова И.Р. Многоканальные анализаторы эмиссионных спектров. Современное состояние и аналитические возможности // Ж. аналит. химии. 2012. Т. 67, № 7. С. 697-707.
5. ГСО 7751-2000. Стандартные образцы состава графитового коллектора микропримесей. Комплект СОГ-24. УГТУ-УПИ. Екатеринбург, 2000.
6. ИСП-АЭС анализ высокочистого кремния / А.В. Шаверина и [др.] // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78, № 4. С. 10-16.
7. Атомно-эмиссионный спектральный анализ оксида висмута с концентрированием примесей отгонкой основы пробы / И.Р. Шелпакова и [др.] // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т. 73, № 8. С. 15-20.
8. Heated-spray chamber-based low sample consumption system for inductively coupled plasma spectrometry / E. Paredes et al. // J. Anal. At. Spectrom. 2009. V. 24, № 7. P. 903-910.

Таблица 3

Пределы обнаружения примесей в оксиде висмута по методикам ИСП-АЭС и ДПТ-АЭС, % мас.

ИСП-АЭС		ДПТ-АЭС [7]	
λ, нм	ПО	λ, нм	ПО
Ag	не опред.	I Ag 328.0	3·10 ⁻⁸
I Al 396.1	4·10 ⁻⁷	I Al 308.2	5·10 ⁻⁷
II Ba 455.4	1·10 ⁻⁸	Ba	не опред.
II Be 313.1	4·10 ⁻⁸	I Be 234.8	3·10 ⁻⁸
II Ca 393.3	1·10 ⁻⁷	II Ca 317.9	3·10 ⁻⁶
II Co 228.6	1·10 ⁻⁷	I Co 242.4	1·10 ⁻⁶
Cr	не опред.	II Cr 284.3	5·10 ⁻⁷
I Cu 324.7	4·10 ⁻⁷	I Cu 324.7	4·10 ⁻⁸
II Hf 339.9	5·10 ⁻⁷	Hf	не опред.
I K 766.4	3·10 ⁻⁷	K	не опред.
II La 379.4	3·10 ⁻⁷	La	не опред.
I Li 670.7	5·10 ⁻⁹	Li	не опред.
II Mg 279.5	5·10 ⁻⁹	II Mg 280.2	5·10 ⁻⁷
II Mn 257.6	2·10 ⁻⁸	I Mn 280.1	5·10 ⁻⁸
I Na 589.5	1·10 ⁻⁷	Na	не опред.
II Ni 231.6	2·10 ⁻⁷	I Ni 305.0	5·10 ⁻⁷
I P 178.2	1·10 ⁻⁶	P	не опред.
I Pb 261.4	1·10 ⁻⁶	I Pb 283.3	3·10 ⁻⁷
I Pd 340.4	6·10 ⁻⁷	Pd	не опред.
II Pt 214.4	6·10 ⁻⁷	I Pt 265.9	2·10 ⁻⁶
I Rb 780.0	1·10 ⁻⁶	Rb	не опред.
II Sr 407.7	5·10 ⁻⁹	Sr	не опред.
Ti	не опред.	II Ti 308.8	8·10 ⁻⁷
II Y 360.0	3·10 ⁻⁸	Y	не опред.
II Zr 339.1	8·10 ⁻⁸	Zr	не опред.
Общее число примесей	22		13

THE COMPARISON OF ANALYTICAL POSSIBILITIES OF COMBINED METHODS FOR ANALYSIS OF HIGH-PURITY SUBSTANCES BY DIRECT CURRENT ARC AND INDUCTIVITY COUPLED PLASMA METHODS

A.R. Tsygankova, A.V. Shaverina, I.R. Shelpakova, A.I. Saprykin

*Nikolaev Institute of Inorganic Chemistry
Siberian Branch of Russian Academy of Sciences
Acad. Lavrentiev Ave., 3, Novosibirsk, 630090, Russia
alphiya@niic.nsc.ru*

Comparison of analytical capabilities of hybrid ICP-AES and DCA-AES methods as exemplified by the techniques analysis of high-purity silicon and bismuth oxide following with matrix pre-distillation has been made. The advantages and base limitations of both methods to the set of analytes and detection limits have been show.

Keywords: atomic emission spectral analysis, inductively coupled plasma, arc DC, concentration of impurities, the detection limits of impurities.