

Application Bulletin



D'intérêt pour:
Analyse de traces, analyses environnementales

No. 147/1 f

Dosage simultané de traces de 7 ions métalliques dans des matériaux de pureté "électronique" par voltampérométrie inverse

Résumé	<p>Les métaux Cd, Co, Cu, Fe, Ni, Pb et Zn sont dosés dans la gamme sub-ppm (limite de détection 0.05 µg/L) par la méthode de la voltampérométrie inverse. Pour Cd, Cu, Pb et Zn est appliquée la méthode DP-ASV (complexes de diméthylglyoxime), pour Co, Ni et Fe la méthode DP-CSV (complexes de pyrocatechol).</p> <p>Le Processeur VA et le Passeur d'échantillons permettent de doser simultanément et automatiquement les ions cités dans une solution. Cette méthode a été élaborée tout spécialement pour l'analyse de traces dans les semiconducteurs à base de silicium. Il va sans dire qu'elle est également d'un grand intérêt pour l'analyse environnementale.</p>
Appareillage	<p>► Processeur VA 646 avec Poste VA 647 plus – selon le degré d'équipement – un Passeur d'échantillons VA 675 et des Multi-Dosimats 665.</p>
Réactifs	<p>Tous les réactifs doivent au moins être de qualité puriss p.a. Les solutions doivent être préparées avec de l'eau ultra-pure ($\leq 0.1 \mu\text{S}\cdot\text{cm } 20^\circ\text{C}$).</p> <p>► Tampon acétate pH = 4.6 avec $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 2 \text{ mol/L}$ et $c(\text{NH}_3) = 1 \text{ mol/L}$.</p> <p>► Tampon chlorure d'ammonium 26 mL $w(\text{HCl}) = 0.32$ et 44 mL $w(\text{NH}_3) = 0.25$: amener à 100 mL avec eau ultra-pure.</p> <p>► Solution de catéchol: $c(\text{catéchol}) = 1 \text{ mol/L}$ Dissoudre 5.5 g de pyrocatechol dans 50 mL d'eau ultra-pure en insufflant de l'azote. Conserver bien fermé dans l'obscurité. Cette solution se conserve de 1 jour à 3 semaines, suivant la pureté du pyrocatechol (laisser reposer pendant une heure avant l'emploi).</p> <p>► Tampon "Pipes": $c(\text{Pipes}) = 1 \text{ mol/L}$ Mélanger 6.047 g d'acide pipérazine-1,4-bis-2-éthanesulfonique avec 1 mL $w(\text{NaOH}) = 0.3$ et un peu d'eau ultra-pure. Amener le pH à 8.0 avec une solution $w(\text{NH}_3) = 0.25$ et compléter à 20 mL avec de l'eau ultra-pure.</p> <p>► Diméthylglyoxime dans triéthanolamine Mélanger pendant 1 heure à l'aide d'un agitateur magnétique 0.5 g de diméthylglyoxime dans 100 mL de triéthanolamine/eau ultra-pure 1:1. Puis séparer les particules non-dissoutes en filtrant avec un filtre plissé; conserver la solution claire dans un flacon foncé.</p> <p>► Solutions standard Conserver les solutions plus diluées que $\rho(\text{Me}) = 100 \text{ mg/L}$ dans des flacons de plastique et les renouveler toutes les semaines comme suit: diluer la solution standard concentrée avec de l'eau ultra-pure et l'acidifier avec 0.4 mL/100 mL de HNO_3 conc.</p>

Dosage simultané de traces de 7 ions métalliques dans des matériaux de pureté "électronique" par voltampérométrie inverse

Préparation des échantillons

- ▶ Déposer sur le chip une goutte $w(\text{HF}) = 0.4$ (40%) et l'évaporer en chauffant. Il en résulte un résidu pulvérulent blanc. Dissoudre celui-ci dans de l'acide nitrique concentré et le rincer avec de l'eau ultra-pure dans le vase de polarographie. Préparer un essai à blanc avec les mêmes réactifs.

Elaboration de la méthode

- ▶ En un premier temps, on détermine simultanément, à pH 5.0, selon la méthode DP-ASV, les métaux Zn, Pb, Cd et Cu.
- ▶ En un second temps, on détermine le fer en tant que complexe de catéchol dans le tampon "Pipes", à pH = 7.0...7.2, selon la méthode DP-CSV.
- ▶ Suit, en un dernier temps, la détermination de Co et de Ni sous forme de complexes de diméthylglyoxime dans le tampon $\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$ à pH = 9.1.

Dosage

- ▶ Ajouter 50 μL de tampon acétate à la solution sous analyse et porter le pH à 5.0 avec $w(\text{NH}_3) = 0.1$. On détermine par deux fois plus deux ajouts standard (PAGE 3, lignes 1...10) les ions Zn, Cd, Pb et Cu.
- ▶ Ajouter 100 μL de solution catéchol et 300 μL de tampon "Pipes", puis déterminer le fer par deux fois plus deux ajouts standard (PAGE 3, lignes 11...19). Le pH de la solution devant se situer entre 7.0 et 7.2.
- ▶ Amener ensuite le pH à 9.1...9.2 en ajoutant 500 μL de tampon au chlorure d'ammonium. Après avoir ajouté 100 μL de solution triéthanol/diméthylglyoxime, déterminer Co et Ni par deux fois plus deux ajouts standard (PAGE 3, lignes 20...27). Le temps requis pour une analyse selon ce procédé est d'environ 100 min.

- ▶ **Fig. 1**
Structure de la méthode sur PAGE 3.

Zn,Cd,Pb,Cu,Fe,Ni und Co im sub-ppb-Bereich
MFL 1 EL.TYPE MME METHOD 4 PAGE 3
OPERATION SEQUENCE

OPERATIONS/PARAMETERS				OPERATIONS/PARAMETERS			
1	PURGE ;STIR ;	CAODL ;	300 s	8a	U.END		-210 mV
2	PURGE ;STIP ;		30 s	8b	U.STEP		4 mV
3	OPURGE ;KREP ;		10 s		SM.RATE		6.6 mV/ s
4	HMDE ;STIR ;	MEAS ;	120 s	9	SMP 3 ;		61 s
4a	M.MODE	DFH	50 mV	9a	U.END		200 mV
4b	T.STEP		600 ms	9b	U.STEP		4 mV
4c	U.SET		-1.100 V		SM.RATE		6.6 mV/ s
5	OSTIR ;		10 s	10	PEP ; ;BEEP ;	ADD3J2 ;	
6	SMP 0 ;		53 s	11	BEEP ;PURGE ;	STIR ;	30 s
6a	U.END		-750 mV	12	HOLD ;	CAODL ;	
6b	U.STEP		4 mV	13	PURGE ;STIR ;		30 s
	SM.RATE		6.6 mV/ s	14	OPURGE ;KREP ;		10 s
7	SMP 1 ;		45 s	15	HMDE ;STIR ;	MEAS ;	120 s
7a	U.END		-450 mV	15a	M.MODE	DFH	-50 mV
7b	U.STEP		4 mV	15b	T.STEP		600 ms
	SM.RATE		6.6 mV/ s	15c	U.SET		-250 mV
8	SMP 2 ;		36 s	16	OSTIR ;		15 s

Zn,Cd,Pb,Cu,Fe,Ni und Co im sub-ppb-Bereich
MFL 1 EL.TYPE MME METHOD 4 PAGE 3
OPERATION SEQUENCE

OPERATIONS/PARAMETERS				OPERATIONS/PARAMETERS			
17	SMP 4 ;		60 s	25	SMP 5 ;		60 s
17a	U.END		-650 mV	25a	U.END		-1.000 V
17b	U.STEP		4 mV	25b	U.STEP		2 mV
	SM.RATE		6.6 mV/ s		SM.RATE		3.3 mV/ s
18	PEP ; ;BEEP ;	ADD3J2 ;		26	SMP 6 ;		37 s
19	BEEP ;PURGE ;	STIR ;	30 s	26a	U.END		-1.250 V
20	HOLD ;	CAODL ;		26b	U.STEP		4 mV
21	PURGE ;STIR ;		30 s		SM.RATE		6.6 mV/ s
22	OPURGE ;KREP ;			27	PEP ; ;BEEP ;	ADD3J2 ;	
23	HMDE ;STIR ;	MEAS ;	30 s	28	OMEAS ;BEEP ;	END ;	
23a	M.MODE	DFH	-75 mV				
23b	T.STEP		600 ms				
23c	U.SET		-700 mV				
24	OSTIP ;	MEAS ;	10 s				
24a	M.MODE	DFH	-75 mV				
24b	T.STEP		600 ms				
24c	U.SET		-800 mV				

Dosage simultané de traces de 7 ions métalliques dans des matériaux de pureté "électronique" par voltampérométrie inverse

Dosage (suite)

► L'automatisation avec le Passeur d'échantillons exige les appareils complémentaires suivants:

Sept Dosimates avec les solutions correspondantes:

1. Dosimate pour les ajouts de Zn, Cd, Pb et Cu
2. Dosimate pour les ajouts de Fe
3. Dosimate pour les ajouts de Co et Ni
4. Dosimate pour l'addition de la solution de catéchol (verre brun)

Les Dosimates 1...4 se commandent via la PAGE 4 (2.665.0010).

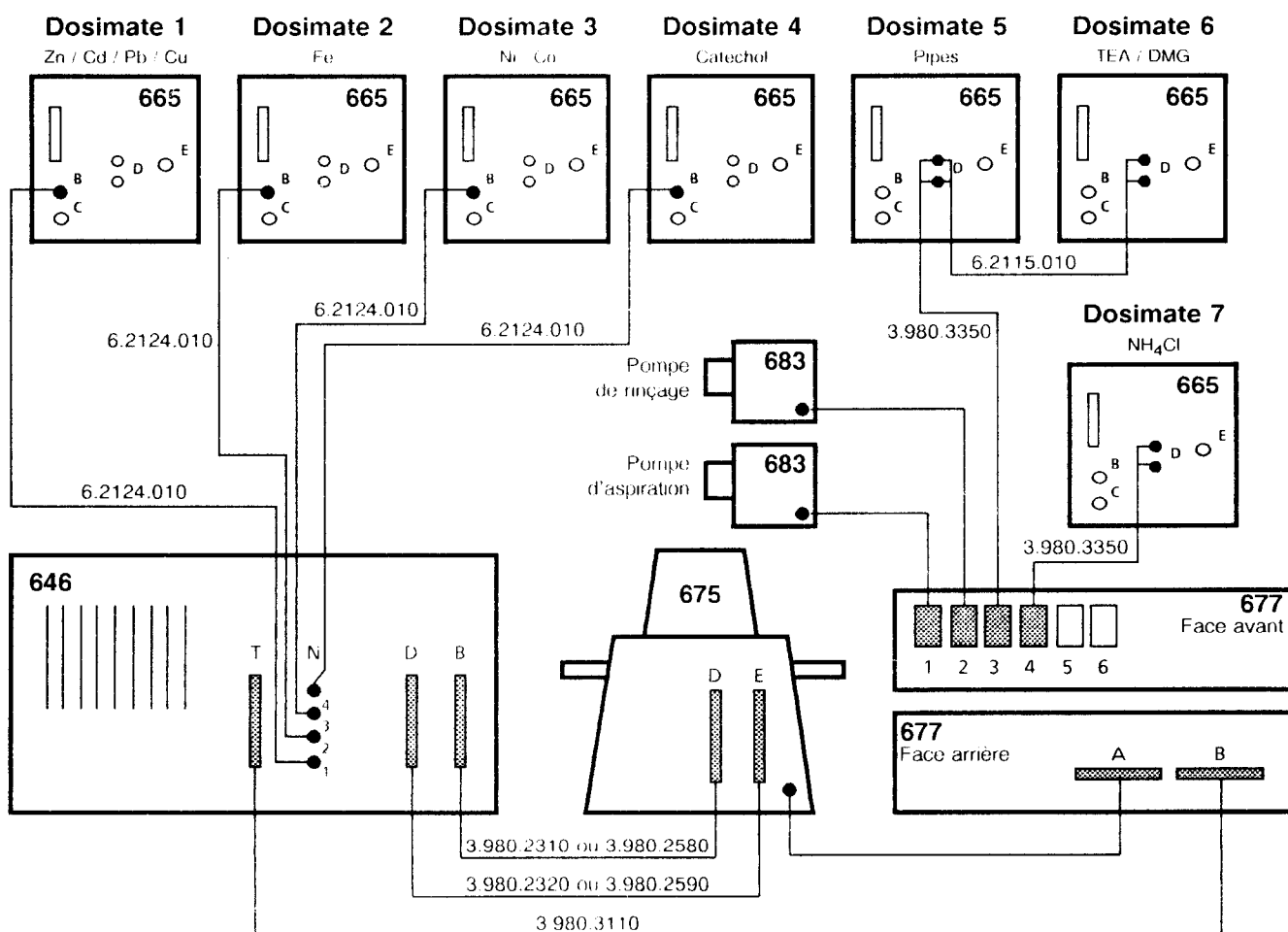
5. Dosimate pour l'adjonction du tampon "Pipes"
6. Dosimate pour l'adjonction de triéthanol diméthylglyoxime
7. Dosimate pour l'adjonction de tampon au chlorure d'ammonium

Les Dosimates 5...7 (comme les deux Pump Units 683 – siphonnage et rinçage du vase de polarographie et des électrodes) se commande via la Drive Unit 677. Le volume dosé est stocké dans la burette et son adjonction est déclenchée par une impulsion de commande. Deux câbles spéciaux 3.980.3350 et un câble 6.2115.010 sont nécessaires pour raccorder la Drive Unit 677. Les tampons "chlorure d'ammonium" et "triéthanolamine", commandés par un seul et unique câble, s'ajoutent simultanément.

► En plus on nécessite:

- 3 × 6.182.010 Tuyau capillaire pour les trois Dosimates auxiliaires
- 1 × A.403.009 Bouchon
(3 trous de $\varnothing = 1.5$ mm doivent être percés par vous-mêmes).

Fig. 2 Interconnexion des appareils par les différents câbles



Dosage simultané de traces de 7 ions métalliques dans des matériaux de pureté "électronique" par voltampérométrie inverse

Illustrations

Les figures ci-après donnent une vue d'ensemble de la détermination des 7 éléments en question sur le Passeur d'échantillon:

Fig. 3 PAGE 2 du Processeur VA 646.
On prendra note des positions 7...11.

1 Zn,Cd,Pb,Cu,Fe,Ni,Co mit Probenwechsler	METHOD 5 PAGE 2
2 MPL 1 EL.TYPE MME	GEN.SPECIFICATIONS
PARAMETERS	
3 IR.MODE	N
4 SPEED	5
5 D.SIZE	7
6 H.DROPS	5
RECOGNITION	
7 SPIKE THRESH	5
8 H.THRESH	2
9 U.TOL	7
10 W.TOL	9
11 ASYM.TOL	8

Fig. 4 PAGE 3, complète pour le travail avec le Passeur d'échantillons (35 positions)

Zn,Cd,Pb,Cu,Fe,Ni,Co mit Probenwechsler	METHOD 5 PAGE 3
MPL 1 EL.TYPE MME	OPERATION SEQUENCE
OPERATIONS/PARAMETERS	
1 PURGE ;STIR ;C-DOL ; 30 s	8a U.END -210 mV
2 PURGE ;STIR ; 60 s	8b U.STEP 4 mV
3 ØPURGE ;(REP ; 10 s	SW.RATE 6.6 mV/ s
4 HMDE ;STIR ;MEAS ; 120 s	9 SWP 3 ; 61 s
4a M.MODE DPN 50 mV	9a U.END 200 mV
4b T.STEP 600 ms	9b U.STEP 4 mV
4c U.SET -1.109 V	SW.RATE 6.6 mV/ s
5 ØSTIR ; 10 s	10 REP) 1;BEEP ;ADD1J2;
6 SWP 0 ; 53 s	11 PURGE ;STIR ;DOS4 ; 120 s
6a U.END -250 mV	12 CTRL 3;ØCTRL3;PURGE ; 60.0 s
6b U.STEP 4 mV	13 PURGE ;STIR ;CADDL ; 60 s
SW.RATE 6.6 mV/ s	14 PURGE ;STIR ; 120 s
7 SWP 1 ; 45 s	15 ØPURGE ;(REP ; 10 s
7a U.END -450 mV	16 HMDE ;STIR ;MEAS ; 120 s
7b U.STEP 4 mV	16a M.MODE DPN -50 mV
SW.RATE 6.6 mV/ s	16b T.STEP 600 ms
8 SWP 2 ; 36 s	16c U.SET -250 mV
Zn,Cd,Pb,Cu,Fe,Ni,Co mit Probenwechsler	
MPL 1 EL.TYPE MME	METHOD 5 PAGE 3
OPERATIONS/PARAMETERS	
17 ØSTIR ; 15 s	25c U.SET -800 mV
18 SWP 4 ; 60 s	26 SWP 5 ; 63 s
18a U.END -650 mV	26a U.END -1.010 V
18b U.STEP 4 mV	26b U.STEP 2 mV
SW.RATE 6.6 mV/ s	SW.RATE 3.3 mV/ s
19 REP) 1;BEEP ;AC02J2;	27 SWP 6 ; 36 s
20 CTRL 4;ØCTRL4; 20.0 s	27a U.END -1.250 V
21 PURGE ;STIR ;C-DOL ; 120 s	27b U.STEP 4 mV
22 PURGE ;STIR ; 120 s	SW.RATE 6.6 mV/ s
23 ØPURGE ;(REP ; 10 s	28 REP) 1;BEEP ;ADD3J2;
24 HMDE ;STIR ;MEAS ; 30 s	29 ØMEAS ;STIR ;CTRL 1; 12.0 s
24a M.MODE DPN -30 mV	30 (REP ;
24b T.STEP 600 ms	31 ØCTRL1;CTRL 2; 20.0 s
24c U.SET -700 mV	32 ØCTRL2;CTRL 1;REP) 3; 40.0 s
25 ØSTIR ;MEAS ; 10 s	33 ØCTRL1;ØSTIR ;
25a M.MODE DPN -30 mV	34 CHANGE;PURGE ;STIR ;
25b T.STEP 600 ms	35 BEEP ;END ;

Dosage simultané de traces de 7 ions métalliques dans des matériaux de pureté "électronique" par voltampérométrie inverse

Illustrations (suite)

Fig. 5 PAGE 4; notez que le dosage minimal est de 80 μ L. On ne devrait utiliser que des cylindres de burette de 1 mL ou 5 mL.

Zn,Cd,Pb,Cu,Fe,Ni,Co mit Probenwechsler					METHOD 5 PAGE 4	
MPL 1	EL. TYPE MME			ALLOCATIONS		
a	b	c	d	e	f	
SOLUTE	U. VERIF	DOS	V. SOLN	m. CONC	m. BLANK	
Subst	Ux	Soln	c, v	rho.x	bx	
1 Zn	-998 mV	1	c 80 uL	500.0 ug/L	0.000 g	
2 Cd	-560 mV	1	c 80 uL	100.0 ug/L	0.000 g	
3 Pb	-340 mV	1	c 80 uL	1.000 mg/L	0.000 g	
4 Cu	30 mV	1	c 80 uL	100.0 ug/L	0.000 g	
5 Fe	-450 mV	2	c 100 uL	500.0 ug/L	0.000 g	
6 Ni	-934 mV	3	c 100 uL	1.000 mg/L	0.000 g	
7 Co	-1.100 V	3	c 100 uL	40.00 ug/L	0.000 g	
8 Catech		4	c 100 uL	110.0 g/L	0.000 g	
9 SUPP.ELEC	c(HNO ₃)=0.01 mol/L					
10 V.MEAS	20.000 mL					
11 ALIQUOT	1.000					
12 DATE	87-01-12					
13 TIME	11:09					

Fig. 6 PAGE 5

Zn,Cd,Pb,Cu,Fe,Ni,Co mit Probenwechsler					METHOD 5 PAGE 5	
MPL 1	EL. TYPE MME			DATA OUTPUT		
	a	b	c	d	e	
SEGNT	Y. AXIS/L	Y. AXIS/R	X. AXIS/DIV			
1 SMP 0	0.00 uA	300 nA	100 mV			
2 SMP 1	0.00 uA	25.0 nA	100 mV			
3 SMP 2	0.00 uA	160 nA	100 mV			
4 SMP 3	0.00 uA	160 nA	100 mV			
5 SMP 4	0.00 uA	-160 nA	100 mV			
6 SMP 5	0.00 uA	-400 nA	50.0 mV			
7 SMP 6	-6.00 nA	-20.0 nA	100 mV			
8						
9 RECORD	FR	SXXX				
10						
11 SEND						
12						

Fig. 7 PAGE 6, avec les bases de calcul

Zn,Cd,Pb,Cu,Fe,Ni,Co mit Probenwechsler					METHOD 5 PAGE 6	
MPL 1	EL. TYPE MME			RES. CALCULATION		
ANALYTE	a	b	c	d		
	EVAL	R. QUANT	R. UNIT	SIGNIF. DIG		
1 Zn	N	rho(Zn)	ug/L	4		
2 Cd	N	rho(Cd)	ug/L	4		
3 Pb	N	rho(Pb)	ug/L	4		
4 Cu	N	rho(Cu)	ug/L	4		
5 Fe	N	rho(Fe)	ug/L	4		
6 Ni	N	rho(Ni)	ug/L	4		
7 Co	N	rho(Co)	ug/L	4		
8						
	<EV. QUANT	+ ADDEND	* FACTOR	/ DIVISOR		
11 Zn	A	0.00000	1.00000 E+ 6	1.00000		
12 Cd	A	0.00000	1.00000 E+ 6	1.00000		
13 Pb	A	0.00000	1.00000 E+ 6	1.00000		
14 Cu	A	0.00000	1.00000 E+ 6	1.00000		
15 Fe	A	0.00000	1.00000 E+ 6	1.00000		
16 Ni	A	0.00000	1.00000 E+ 6	1.00000		
17 Co	A	0.00000	1.00000 E+ 6	1.00000		
18						

Dosage simultané de traces de 7 ions métalliques dans des matériaux de pureté "électronique" par voltampérométrie inverse

Illustrations
(suite)

Fig. 8 Bloc de résultats d'un dosage à blanc

```

METROHM 646 VA-PROCESSOR (5.646.5041)
Zn,Cd,Pb,Cu,Fe,Ni,Co mit Probenwechsler          METHOD 5
MPL 1      EL.TYPE MME

SUPP.ELEC  c(HNO3)=0.01 mol/L
V.MEAS    20.000 mL
ALLOUOT    1.000

REMARK     Halbleiter - Analytik
           7 Elemente in einer Methode; Blindw.HNO3 0.01mol/L
NAME      Mittmann
RUN#      -1
  
```

ANALYTE	L R S	U.SUBST	EV.VALUE	DELTA	m.ANALYTE
Zn	A0 0 0	-962 mV	101.5 nA		
	A0 1 0	-966 mV	104.4 nA		
	A1 0 0	-966 mV	124.0 nA		
	A1 1 0	-966 mV	124.0 nA	21.05 nA	
	A2 0 0	-966 mV	150.3 nA		
	A2 1 0	-966 mV	156.9 nA	29.55 nA	
	m.STD	40.00 ng	SLOPE	1.500 ug/uA	
Cd	A0 0 1	-551 mV	1.792.4 pA		
	A0 1 1	-544 mV	1.816.3 pA		
	A1 0 1	-545 mV	3.575 nA		
	A1 1 1	-544 mV	3.575 nA	2.751 nA	
	A2 0 1	-545 mV	6.649 nA		
	A2 1 1	-545 mV	6.899 nA	3.210 nA	
	m.STD	0.000 ng	SLOPE	2.660 ug/uA	
Pb	A0 0 2	-351 mV	41.50 nA		
	A0 1 2	-352 mV	43.90 nA		
	A1 0 2	-351 mV	60.84 nA		
	A1 1 2	-351 mV	61.67 nA	18.55 nA	
	A2 0 2	-351 mV	78.20 nA		
	A2 1 2	-351 mV	81.10 nA	18.43 nA	
	m.STD	80.00 ng	SLOPE	4.325 ug/uA	
Cu	A0 0 3	15 mV	25.33 nA		
	A0 1 3	15 mV	27.07 nA		
	A1 0 3	7.3 mV	35.17 nA		
	A1 1 3	6.7 mV	34.64 nA	0.705 nA	
	A2 0 3	6.7 mV	43.63 nA		
	A2 1 3	5.9 mV	44.21 nA	9.018 nA	
	m.STD	0.000 ng	SLOPE	902.7 ng/uA	
Fe	A0 0 4	-451 mV	16.42 nA		
	A0 1 4	-454 mV	16.51 nA		
	A1 0 4	-451 mV	24.87 nA		
	A1 1 4	-452 mV	24.71 nA	0.325 nA	
	A2 0 4	-445 mV	32.59 nA		
	A2 1 4	-446 mV	33.53 nA	0.275 nA	
	m.STD	50.00 ng	SLOPE	6.023 ug/uA	
Ni	A0 0 5	-948 mV	105.3 nA		
	A0 1 5	-948 mV	109.5 nA		
	A1 0 5	-948 mV	114.9 nA		
	A1 1 5	-948 mV	137.7 nA	18.67 nA	
	A2 0 5	-947 mV	136.3 nA		
	A2 1 5	-947 mV	159.1 nA	21.24 nA	
	m.STD	100.0 ng	SLOPE	4.923 ug/uA	
Co	A0 0 6	-1.089 V	3.047 nA		
	A0 1 6	-1.089 V	3.464 nA		
	A1 0 6	-1.087 V	6.766 nA		
	A1 1 6	-1.087 V	8.153 nA	4.207 nA	
	A2 0 6	-1.086 V	11.32 nA		
	A2 1 6	-1.085 V	13.43 nA	4.916 nA	
	m.STD	4.000 ng	SLOPE	876.8 ng/uA	

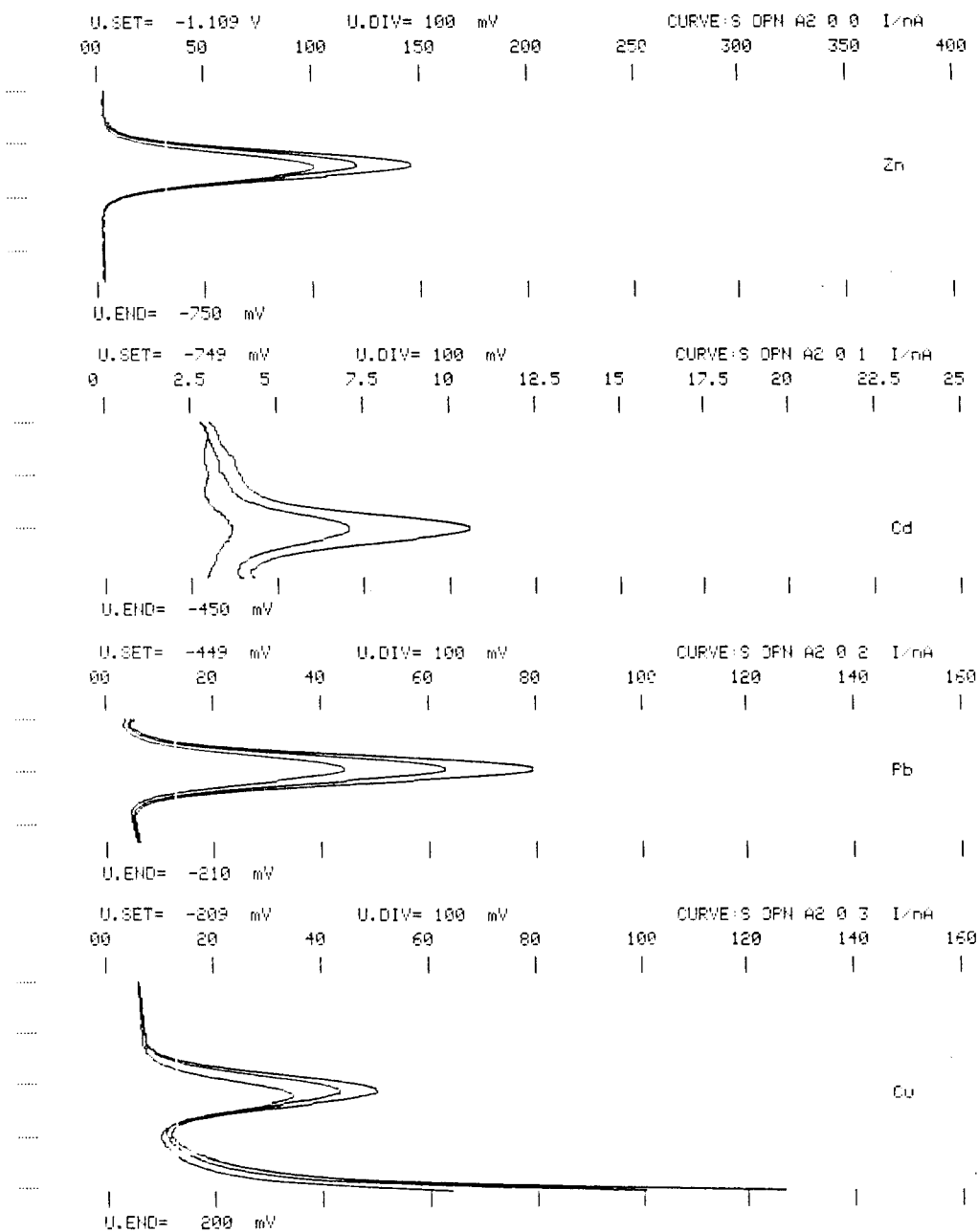
Dosage simultané de traces de 7 ions métalliques dans des matériaux de pureté "électronique" par voltampérométrie inverse

Illustrations
(suite)

rho(Zn)	=	8.029	ug/L
rho(Ni)	=	-----	ug/L
rho(Co)	=	-----	ug/L
rho(Cd)	=	1.97.36	E- 3 ug/L
rho(Fe)	=	-----	ug/L
rho(Pb)	=	9.242	ug/L
rho(Cu)	=	1.180	ug/L
rho(Cd)	=	-----	ug/L
rho(Pb)	=	-----	ug/L
rho(Fe)	=	4.362	ug/L
rho(Zn)	=	-----	ug/L
rho(Ni)	=	26.31	ug/L
rho(Co)	=	.1375	ug/L

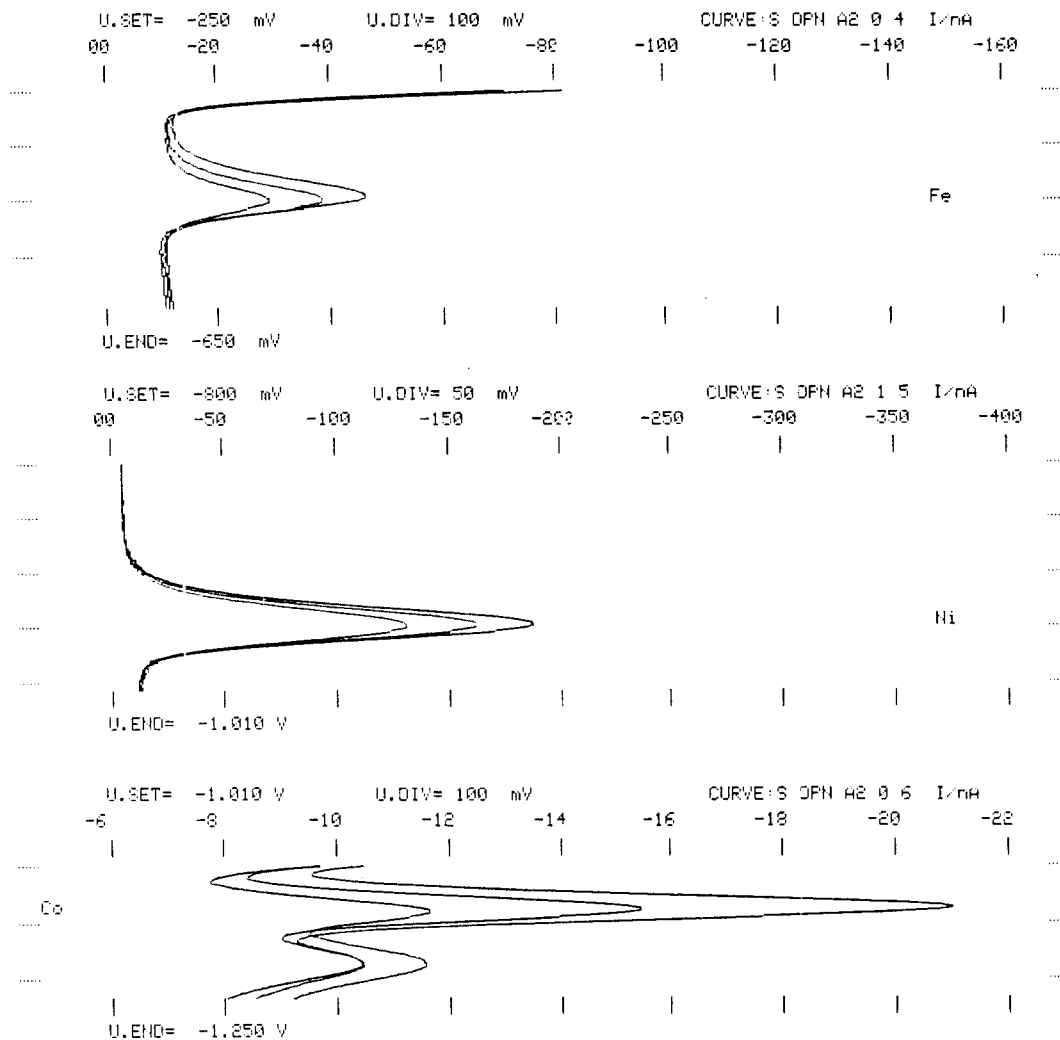
SMPL.V.m 20.0000 mL IDENT Test mit Probenw.
DATE 87-01-09 TIME 12:37

Fig. 9 Voltampérogrammes de la figure 8



Dosage simultané de traces de 7 ions métalliques dans des matériaux de pureté "électronique" par voltampérométrie inverse

Illustrations (suite)



Remarques

- ▶ Rincer et entreposer les électrodes et le vase de polarographie dans $w(\text{HNO}_3) = 0.08$ (8%).
- ▶ L'adjonction de triéthanolamine augmente la sensibilité de la détermination du Co. Elle supprime en même temps les perturbations dues éventuellement à de fortes concentrations de Zn. Le pic de Ni s'en trouve un peu affaibli.
- ▶ Les ajouts déplacent un peu le potentiel de pic du complexe fer-catéchol, du fait que les solutions d'ajout sont acides. Ce déplacement étant fonction du pH, il permet aussi de supprimer des perturbations dues à des concentrations élevées de Cu. (Cu forme également des complexes de catéchol qui ont des potentiels de pic de l'ordre de -250 mV. Pour les complexes du fer, la dépendance du pH est la suivante: pH = 6.9 à -0.40 V // pH = 7.2 à -0.45 V.)
- ▶ Le tampon "Pipes" a une durée de conservation limitée. Dans nos laboratoires, elle se trouva décomposée et inutilisable deux ans après que le flacon eut été entamé. "Pipes" donne aussi un pic qui avoisine de près le pic du complexe fer-catéchol. Il peut cependant être déduit en tant que valeur à blanc à la PAGE 4, du fait qu'il est faible et allongé (p.ex. 2 ng/20 mL).
Si l'on prépare des tampons avec une solution "Pipes" décomposée, le pic de base apparaîtra grand et abrupt, multipliant par 10 la valeur à blanc et rendant impossible l'exploitation du fer (Fig. 10 et 11).

Dosage simultané de traces de 7 ions métalliques dans des matériaux de pureté "électronique" par voltampérométrie inverse

Remarques
(suite)

Fig. 10

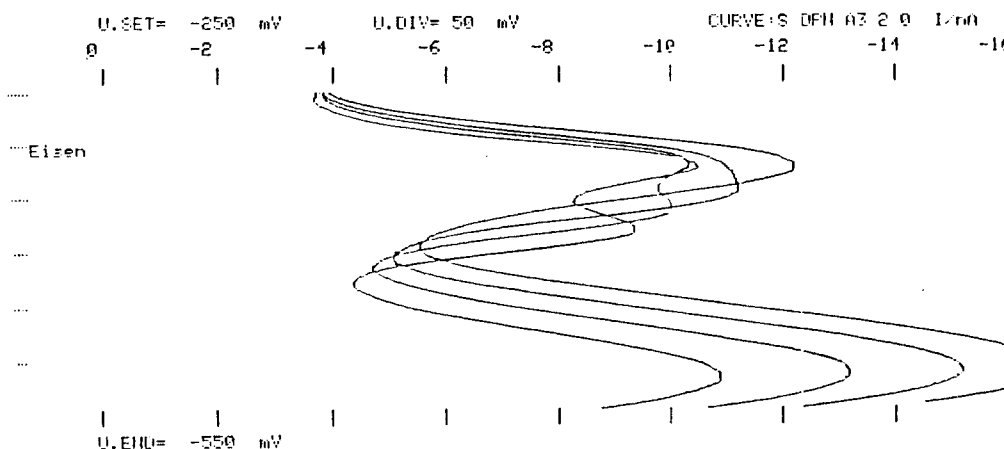
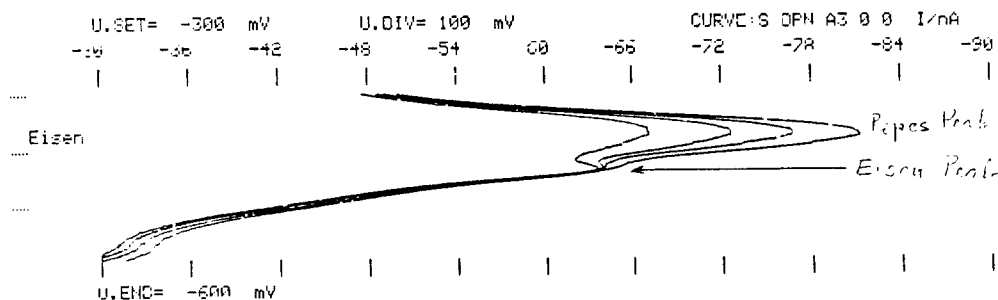
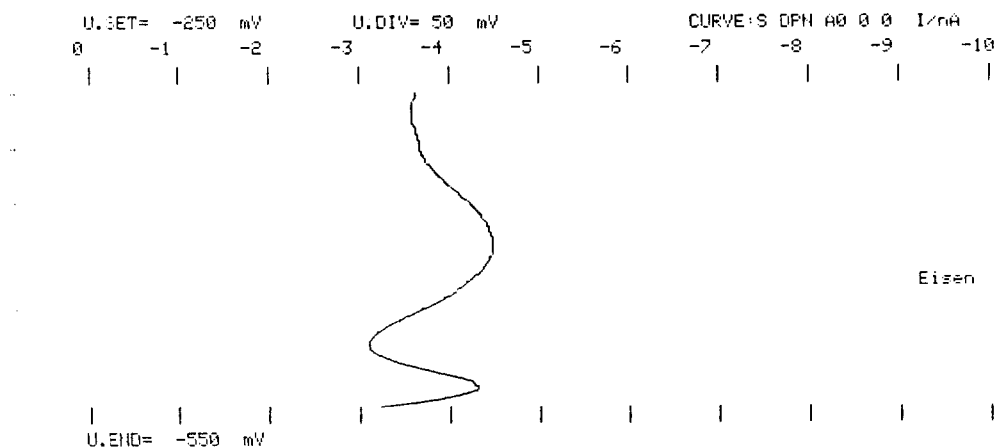


Fig. 11



- La qualité de la solution "Pipes" se contrôle facilement par la méthode suivante: Mélanger 20 mL d'eau ultra-pure avec 100 µL de tampon "Pipes", désaérer avec de l'azote et relever un voltampérogramme d'après la méthode utilisée pour le fer (sans addition de catéchol). La Fig. 12 montre l'effet d'un bon tampon "Pipes", la Fig. 13 celui d'un mauvais (décomposé).

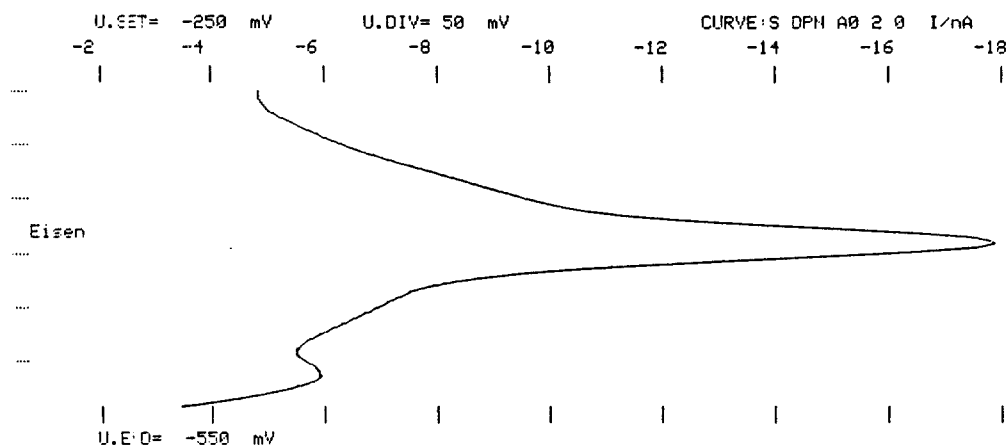
Fig. 12



Dosage simultané de traces de 7 ions métalliques dans des matériaux de pureté "électronique" par voltampérométrie inverse

Remarques
(suite)

Fig. 13

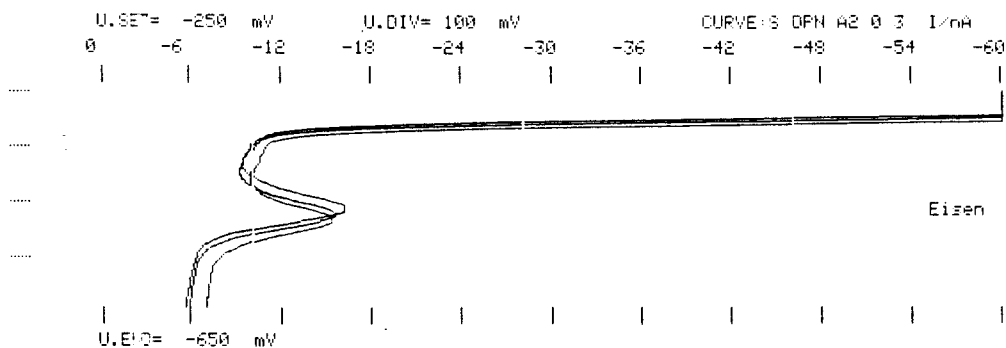


- La solution de catéchol doit être préparée à partir de pyrocatechol propre et non décomposé. Si la solution est brunâtre dès le départ, on pourra la rendre conservable pendant 3 à 4 jours en la filtrant (filtre plissé).

Mais il est préférable de la recristalliser en évaporant sous vide une solution dans le toluène. Les solutions de catéchol ainsi préparées se conservent jusqu'à 20 jours.

Les solutions de catéchol devenues inutilisables montrent le comportement suivant: Les pics se déplacent et deviennent plus petits; en outre, les ajouts n'ont plus rien un effet linéaire. La Fig. 14 met très bien en évidence tous ces effets.

Fig. 14



Dosage simultané de traces de 7 ions métalliques dans des matériaux de pureté "électronique" par voltampérométrie inverse

Bibliographie

- ▶ C.M.G. Van den Berg, Zi Quiang Huang
Determination of iron in sea water using cathodic stripping voltammetry preceded by adsorptive collection with the hanging mercury drop electrode
J. Electroanal. Chem. 177, (1984) 269-280

- ▶ P. Ostapczuk, M. Goedde, M. Stöppler, H.W. Nürnberg
Kontroll- und Routinebestimmung von Zn, Cd, Pb, Cu, Ni und Co mit differenzieller Pulsvoltammetrie in Materialien der deutschen Umweltbank
Fresenius, Z. Anal. Chem. 316, (1984) 252-256

- ▶ H. Braun, M. Metzger
Umweltanalytische Nickel-Bestimmung durch Adsorptionsvoltammetrie mit der Quecksilberfilmelektrode
Fresenius, Z. Anal. Chem. 318, (1984) 321-326

- ▶ C.M.G. Van den Berg
Determining trace concentration of copper in water by cathodic film stripping voltammetry with adsorptive collection
Anal. Lett. 17A, (1984) 2141-2157

- ▶ C.M.G. Van den Berg, Zi Quiang Huang
Direct electrochemical determination of dissolved vanadium in sea water by cathodic stripping voltammetry with hanging mercury drop electrode
Anal. Chem. 56, (1984) 2383-2386

- ▶ Axel Meyer, Rolf Neeb
Determination of cobalt and nickel by adsorption voltammetry in supporting electrolytes containing triethanolamine and dimethylglyoxime
Fresenius, Z. Anal. Chem. 315, (1983) 118-120