

# 运动电极法光学介质膜层的 直接发射光谱分析 —ZnSe膜层中Zn、Se原子比的测定\*

谷 松 海

**摘要:** 本文用滤纸吸附标准溶液制作标样,用发射光谱法对 ZnSe 膜层中 Zn、Se 原子比进行了测定。考察了测定条件,方法相对标准偏差为 7.5%。

## 一、前 言

ZnSe 薄膜作为一种新型的 optical 双稳器件,在光计算、光存储等方面有很大潜力。为了配合 ZnSe 光学双稳薄膜的研制工作,摸索最佳的镀膜工艺条件,应当对薄膜组份进行定量分析。我们在本实验室以前工作基础上<sup>[1][2][3]</sup>,摸索出以滤纸吸附标准溶液制作标样,用发射光谱对膜层进行直接分析。

### (一) 实验方法

镀制在玻璃基体上的 ZnSe 膜很薄,如用固定法取样,取样量少,达不到分析灵敏度。我们采用一放置样品的运动电极架作下电极,带动膜样匀速通过放电间隙,解决了取样问题。

#### (1) 标准样品制作

将不同配比的 ZnCl<sub>2</sub> 和 SeO<sub>2</sub> 溶于水,配成标准溶液,吸取几 ml 该液于玻璃基板上,用滤纸片吸附,红外灯烤干,制成标准样品。

#### (2) 所用仪器及条件

WLP-3 中型石英摄谱仪;三透镜照明系统;WPF-3 型火花发生器,电容 0.01mF,电感 0.01mH;电流 4.0A;辅助间隙 2.5mm;分析间隙 2.5mm;测微光度计为 Zeiss III 型。

#### (3) 条件选择

##### 1. 标准溶液浓度与黑度关系

配制一高浓度的 ZnCl<sub>2</sub> 及 SeO<sub>2</sub> 标准溶液,稀释成一组不同浓度的标液,制作滤纸标样,测定黑度,以选择最佳标准浓度。

##### 2. 标液吸附量与黑度关系

从选定标液中吸取不同体积的溶液制作滤纸标准样品,实验选定最佳吸附量为 2.5ml。

##### 3. 滤纸标样及膜样走动次数与黑度关系

注:本文作者的导师为郭永廉。

\* 国家自然科学基金资助课题。

用制作的滤纸标样及镀制的膜样由运动电极架带动在放电间隙走动不同次数，研究走动次数黑度关系，结果对滤纸标样及膜样的最佳走动次数均为4次。

(4) 工作曲线制作

用滤纸标样，Se线为内标线，在最佳条件下，用Zn2582.44 Å及Se2591.41 Å分析线对制作工作曲线。在Zn/Se.摩尔比为1.17~0.37间线性关系较好。

(5) 方法精密度

以容量法测定的 Zn/Se 值作基准，对10个样品进行分析测定，方法相对标准偏差为7.5%。

(6) 方法系统误差

对10个样品分析测定，在置信度为95%时，均无系统误差。

用滤纸吸附制作标样，简便易行，均匀性好。以其作标准对膜样分析结果与将膜样溶下后用容量法及原子吸收法测定结果相近，重现性好，省时、省力，解决了通常用大型探针式仪器才能解决的问题，为光学工作者提供了可靠的依据。

参 考 文 献

- [1] 郭永廉，理化检验通讯，4,32 (1963)
- [2] 初真林，郭永廉，光谱学与光谱分析，6(6)43, 1986
- [3] 任兵，郭永廉，全国第二次原子光谱分析学术报告会会议论文集（下）F06(1987.9)南京

**Emission Spectrum Analysis of the Proportion of Zn and Se in the Thin Film of ZnSe by Means of Movable Electrode**

Gu Songhai

**Abstract**

In our experiments standard sample was made by filter paper absorbing the standard solution the proportion of Zn and Se in the thin film of ZnSe was measured by means of emission spectrum analysis The conditions of determination were discussed. The relative standard deviation of this method was 7.5%.