Предисловие

1. **РАЗРАБОТАН** Межгосударственным техническим комитетом 104 «Полупроводниковая и редкометаллическая продукция. Особочистые металлы», Государственным институтом редких металлов (гиредмет)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2. **ПРИНЯТ** Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4—93 от 19 октября 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. **Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 13637.6—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 13637.6—77**

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.871:546.23.06:354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГАЛЛИЙ

Метод определения селена

ГОСТ 13637.6—93

Gallium.
Method for the determination of selenium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт устанавливает метод инверсионной переменно-токовой вольтамперометрии для определения селена в галлии (при массовой доле селена от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %).

Метод основан на выделении селена в элементном виде на коллекторе — сере и определении методом инверсионной переменно-токовой вольтамперометрии с накоплением в растворе серной кислоты в присутствии ионов бихромата и меди (II).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 13637.0—93.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы лабораторные 1 класса по ГОСТ 24104.

Полярограф ППТ-1 или ПУ-1 со стационарным ртутным электродом и электролитической ячейкой полярографа с выносным анодным отделением. Анодное отделение заливают смесью серной кислоты, ортофосфорной кислоты и дистиллированной воды в соотношении объемов 1 : 1 : 2 (меркуросульфатный электрод сравнения).

Плитка электрическая мощностью 400 Вт.

Водяная баня.

Издание официальное

Форвакуумный насос марки ВМ-461М или аналогичный.
Пробирки стеклянные вместимостью 50 см³.
Палочки стеклянные.
Колбы конические вместимостью 250 см³.
Воронки стеклянные диаметром 75 мм.
Колбы мерные вместимостью 25; 50; 100; 1000 см³.
Мензурки вместимостью 100; 500; 1000 см³.
Цилиндры мерные вместимостью 5 и 10 см³.
Пипетки с делениями на 0,1; 0,2; 1; 2 см³.
Тигли кварцевые вместимостью 50 см³.
Стаканы химические вместимостью 25; 100; 200; 1000 см³.
Стекла часовые диаметром 70 мм.
Фильтры «белая лента».
Фильтровальная бумага.
Этиловый спирт по ГОСТ 18300.
Барий хлористый, ос. ч. по ГОСТ 4108.

Натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068 — перекристаллизованный, водный раствор концентрацией 300 г/дм³.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262 — очищенная, концентрированная и растворы концентрацией 9; 0,9 и 0,3 моль/дм³.

Кислота серная очищенная: в стакан вместимостью 1000 см³ наливают 300 см³ бидистиллированной воды и осторожно при перемешивании приливают 300 см³ концентрированной серной кислоты. Полученный раствор нагревают, приливают 10—15 см³ водного раствора серноватисто-кислого натрия. На следующий день раствор декантируют и упаривают до появления белых паров серной кислоты. В раствор добавляют 50 мг хлористого бария. Смесь нагревают до полного растворения сульфата бария, охлаждают, разбавляют бидистиллированной водой в отношении 1 : 1. На следующий день раствор декантируют и упаривают до появления белых паров серной кислоты.

Калий гидроокись по ГОСТ 24363.
Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода бидистиллированная: дистиллированную воду наливают в колбу перегонного аппарата вместимостью 2 дм³. В нее насыпают 1 г гидроокиси калия и марганцево-кислый калий до интенсивного окрашивания. Раствор кипятят. Собирают среднюю фракцию дистиллята, составляющую $^1/_3$ взятого объема дистиллированной воды, первую и третью фракции отбрасывают.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 концентрированная и перегнанная.

Царская водка — смесь концентрированных азотной и соляной кислот в отношении объемов 1 : 3.

Обратная царская водка — смесь концентрированных азотной и соляной кислот в соотношении объемов 3 : 1.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор концентрацией 100 г/дм³ в растворе соляной кислоты концентрацией 6 моль/дм³.

Промывная жидкость: раствор гидроксиламина гидрохлорида разбавляют бидистиллированной водой в отношении 1 : 5 по объему.

Бром по ГОСТ 4109.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, водный раствор концентрацией 50 г/дм³ в растворе серной кислоты концентрацией 0,9 моль/дм³.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, водный раствор концентрацией меди 500 мкг/см³ в растворе серной кислоты концентрацией 0,9 моль/дм³.

Серное молоко: к 10 см³ раствора серноватисто-кислого натрия добавляют 4 см³ разбавленной серной кислоты 1 : 1 непосредственно перед употреблением (1—2 мин).

Ртуть марки Р0 по ГОСТ 4658.

Селен высокой чистоты.

Раствор селена основной: 100 мг селена растворяют в обратной царской водке; добавляют 5 см³ концентрированной серной кислоты и упаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки бидистиллированной водой.

1 см³ основного раствора содержит 1 мг селена.

Более разбавленные растворы готовят, разбавляя основной раствор селена раствором серной кислоты концентрацией 0,9 моль/дм³ в день употребления.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 используют при зарядке электродов в соответствии с инструкцией к полярографу.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Растворение пробы

Навеску галлия массой 1 г растворяют в 10 см³ обратной царской водки в тигле вместимостью 50 см³. Раствор упаривают досу-

ха и проводят денитрацию остатка муравьиной кислоты. Для этого в охлажденный тигель осторожно по каплям добавляют 0,5—1 см³ муравьиной кислоты и ставят на водяную баню. Эту операцию повторяют до полного прекращения выделения оксидов азота. Затем остаток обрабатывают дистиллированной водой и упаривают на водяной бане. Избыток муравьиной кислоты удаляют упариванием с водой. Следы муравьиной кислоты не мешают дальнейшему ходу анализа. Затем остаток растворяют в 20 см³ гидроксиламина гидрохлорида. Раствор переводят в пробирку вместимостью 50 см³. Пробирки с раствором помещают в кипящую баню. В них добавляют по 0,5 см³ серного молока и выдерживают растворы на водяной бане 3 ч. За это время трижды добавляют по 0,3 см³ серного молока — через 30 мин, 1 ч и 3 ч. На следующий день выделившийся осадок серы, содержащий селен отфильтровывают через фильтр с белой лентой и промывают сначала семь раз промывной жидкостью, а затем пять раз бидистиллятом. Осадок смывают струей бидистиллята в тигель вместимостью 50 см³. Добавляют в него 1 см³ концентрированной азотной кислоты, 1 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1 и 0,5 см³ брома. Тигель оставляют под часовым стеклом на 30 мин. Затем раствор нагревают на водяной бане до отгонки избытка брома и упаривают на плитке до начала появления паров серной кислоты.

3.2. Полярографирование

К содержимому охлажденного тигля добавляют 5 см³ бидистиллированной воды, 0,2 см³ раствора двухромовокислого калия и 0,2 см³ раствора сернокислой меди. Содержимое в тигле слегка нагревают до полного растворения осадка, раствор охлаждают и переводят в мерный цилиндр вместимостью 50 см³, доводят объем раствора до 25 см³ бидистиллированной водой. Полярографирование анализируемого раствора ведут в ячейки полярографа с выносным меркуросульфатным электродом сравнения. Размер стационарной ртутной капли должен соответствовать 20 делениям часового индикатора полярографа. Потенциал накопления минус 0,6 В, продолжительность накопления с перемешиванием 1—3 мин, время успокоения раствора 15 с. Развертка катодная, скорость развертки 5 мВ/с, амплитуда 8 МВ. Потенциал пика селена около минус 1,05 В. Вольтамперограмму каждого раствора снимают три раза.

3.3. Расшифровка инверсионных вольтамперограмм

Высоту пика измеряют по вертикали, проведенной через вершину пика до пересечения с касательной, соединяющей основания ветвей пика. Каждая из высот пика не должна отличаться от

среднего арифметического значения высоты пика H более чем на 0,2 H. Если высота первого пика отличается от среднего значения H более чем на 0,2 Н, то высоту первого пика не учитывают.

Массовую долю селена в пробе определяют по методу добавок. Добавку разбавленного стандартного раствора селена объемом не более 0,3 см³ вводят в весь объем полярографируемого раствора.

Раствор с добавкой полярографируют так же, как и раствор пробы. Добавка должна увеличивать массу селена в полярографируемом растворе и высоту пика в 2-3 раза, если содержание селена в пробе X, вычисленное по п. 4.1, не меньше $5 \cdot 10^{-6}$ %.

Если массовая доля селена в пробе меньше чем $5 \cdot 10^{-6}$ %, то добавка должна быть 0,05 мкг.

С каждой серией проб проводят два контрольных опыта.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю селена (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot H_1 \cdot 10^{-4}}{m\left(H_2 \cdot \frac{v+\Delta v}{v} - H_1\right)}$$

где m_1 — масса селена в добавке, мкг,

H_1 — средняя арифметическая высота пика полярографируемого раствора навески пробы за вычетом среднеарифметического значения высоты пика селена в контрольном опыте, мм,

m — масса навески галлия в полярографируемом растворе, г,

H_2 — средняя арифметическая высота пика раствора навески пробы с добавкой за вычетом среднеарифметического значения высоты пика селена в контрольном опыте, мм

v — полярографируемый объем раствора пробы, см³,

Δv — объем добавки, см³.

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, проведенных из отдельных навесок.

Допускаемые расхождения двух результатов параллельных определений и двух результатов анализа (разность большего и меньшего) с доверительной вероятностью $P=0,95$ приведены в таблице.

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей селена рассчитывают методом линейной интерполяции.

4.3. Контроль правильности анализа проводят методом добавок по ГОСТ 25086.

Массовая доля селена, %	Допускаемое расхождение, %
$5 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$
$1{,}0 \cdot 10^{-5}$	$0{,}5 \cdot 10^{-5}$
$5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 4108—72	Разд. 2
ГОСТ 4109—79	Разд. 2
ГОСТ 4165—78	Разд. 2
ГОСТ 4220—75	Разд. 2
ГОСТ 4658—73	Разд. 2
ГОСТ 5456—79	Разд. 2
ГОСТ 5848—73	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ 13637.0—93	Разд. 1
ГОСТ 14261—77	Разд. 2
ГОСТ 14262—78	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 20490—75	Разд. 2
	Разд. 2
ГОСТ 24363—80	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	4.3
ГОСТ 27068—86	Разд. 2

gost.e-ecolog.ru