

Л.А. Алиновская, Л.В. Ковалева

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕЛЕНА В СТЕКЛАХ И ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СПЛАВАХ

Селен относится к элементам, которые легко восстанавливаются до элементного состояния, и это свойство используется для его определения как весовым, так и фотометрическим методами. Эти методы определения селена хорошо зарекомендовали себя на практике и до настоящего времени являются наиболее распространенными; они просты и не требуют дорогостоящих приборов и реактивов. Методы выделения селена в основном отличаются друг от друга рекомендуемыми восстановителями, а при фотометрическом его определении — еще и стабилизирующими добавками. В качестве восстановителей селена чаще всего используют хлорид олова [1] и аскорбиновую кислоту [2].

Для улучшения воспроизводимости результатов при фотометрическом определении селена применяют стабилизирующие добавки (желатин, поливиниловый спирт, гуммиарабик), которые препятствуют коагуляции восстановленного селена. Чувствительность повышают введением стабилизирующих добавок в виде ионов меди, висмута, сурьмы.

В настоящей работе исследована возможность определения селена в стеклах и полупроводниковых сплавах по реакции восстановления его до элементного состояния. Анализ подвергались стекла, в которых селен вводился в качестве окрашивающего компонента (его содержание составляло 0,1–0,3%), и сплавы селенидов цинка и кадмия, где селена было около 40%. Учитывая сказанное, для определения селена в стеклах был выбран фотометрический метод, в сплавах — весовой.

Определение селена в стеклах. Навеску стекла 0,3000–0,5000 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 мл смеси  $\text{HF}:\text{HNO}_3$  (1:1) и разлагают стекло при нагревании на плитке. Затем добавляют  $\text{HClO}_4$  конц и упаривают раствор до сиропообразного состояния. Остаток растворяют в воде при

Табл. 1. Проверка метода определения селена

Номер серии	Селен, мкг			Дисперсия $S^2 = \frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}$	Ошибка при $\alpha=0,95$ и $n=3$	
	введено $X$	определено $X_i$	$\bar{X}$		абсолютная $\epsilon = \frac{t_{\alpha} S}{\sqrt{n}}$ , мкг	относительная $\sigma = \frac{\epsilon \cdot 100}{\bar{X}}$ , %
1	20	20,2	19,9	0,35	1,46	7,33
		20,4				
		19,3				
2	40	40,3	40,3	0,25	1,2	2,97
		40,8				
		39,8				
3	60	60,2	60,5	0,23	1,2	1,98
		61,1				
		60,4				

нагревании и переносят в мерную колбу емкостью 50 мл. Аликвотную часть раствора (не более 100 мкг Se) помещают в мерную колбу емкостью 50 мл, прибавляют воды до 40 мл, 2 мл  $H_2SO_4$  конц, 2 мл  $HCl$  конц, 1 мл 1%-ного нитрата висмута в 10%-ной  $H_2SO_4$ , охлаждают до  $20^\circ C$ , приливают 2 мл 0,5% раствора желатина, 2 мл 25% раствора  $SnCl_2$ , доводят объем до метки водой, выдерживают 30 мин при комнатной температуре и фотометрируют на ФЭК-56,  $l=5$  см, светофильтр № 3 ( $\lambda_{эф}$  400 нм). Содержание селена находят по калибровочному графику, который прямолинеен для 10–100 мкг Se в 50 мл раствора.

Методика фотометрического определения селена проверена на модельных растворах. Ошибка определения селена не превышает 7,3% (табл. 1).

Определение селена в сплавах ZnSe–CdSe. Навеску измельченного образца сплава (0,1000 г) помещают в коническую колбу емкостью 100–150 мл, приливают 10–15 мл  $HNO_3$  конц и нагревают на плитке до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, добавляют 10–15 мл  $HCl$  конц и снова упаривают до влажных солей. Остаток переносят в мерную колбу емкостью 100 мл раствором, содержащим 20 мл  $HCl$  конц в 100 мл воды. Аликвотную часть раствора (25 мл) помещают в стакан емкостью 100 мл, добавляют 0,4–0,6 г аскорбиновой кислоты и через 1,5–2 ч отфильтровывают через взвешенный фильтр № 4. Осадок промывают несколько раз водой, затем эфиром. Фильтр с осадком высушивают в сушильном шкафу при  $t=100–110^\circ C$  в течение 10–15 мин, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

По данным Зайковского [4], ошибка определения равна 3; 16 мг селена не превышает 3%.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Ф а й н б е р г С.Ю. Анализ руд цветных металлов. – М., 1953, с. 542.
2. З а й -  
ковский Ф.В. Современные методы анализа в металлургии. – М., 1955, с. 142.