



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 34.2—2011
代替 YS/T 34.3—1992

高纯砷化学分析方法 极谱法测定硒量

Method for chemical analysis of the high-purity arsenic—
Predicating method for determinating the concentration of selenium

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 34《高纯砷化学分析方法》包括 3 个部分：

- 第 1 部分：高纯砷化学分析方法 电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 测定高纯砷中杂质含量；
- 第 2 部分：高纯砷化学分析方法 极谱法测定硒量；
- 第 3 部分：高纯砷化学分析方法 极谱法测定硫量。

本部分是 YS/T 34 的第 2 部分。

本部分代替 YS/T 34.3—1992《高纯砷化学分析方法 极谱法测定硒量》。

本部分按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》的规定编写。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：峨嵋半导体材料厂。

本部分主要起草人：程高明、唐云博。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 34.3—1992。

高纯砷化学分析方法

极谱法测定硒量

1 范围

YS/T 34 的本部分规定了高纯砷中硒含量的测定方法。

本部分适用于砷(99.999%)中硒含量的测定。测定范围为 0.000 05%~0.000 15%。

2 方法提要

试料用过氧化氢溶解,制得含硒的砷酸溶液,调节 As(Ⅲ)与 As(V)的比例,于示波极谱仪-0.7~-1.2 V 记录硒峰最高峰电流值,从工作曲线上查得硒量。

3 试剂 标准溶液

3.1 过氧化氢(30%):优级纯。

3.2 三价砷溶液:称取 0.528 g 三氧化二砷,加 5 mL 水加热溶解,移入 200 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 三价砷。

3.3 硒标准贮存溶液:称取 1.000 g 硒(99.999%),置于 50 mL 烧杯中,加 10 mL 过氧化氢(3.1),在电热石墨板上低温溶解,蒸至透明状,用少许水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 硒。

3.4 硒标准溶液:准确移取 1.0 mL 硒标准贮存溶液(3.3)于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 硒。

4 仪器

示波极谱仪;扫描电压 0 V~2 V。

5 样品处理及测定

5.1 试料

称取 1.000 g 试料,精确至 0.001 g。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 50 mL 烧杯中,滴加 8 mL 过氧化氢(3.1),盖上表面皿,反应平稳后,将烧杯置于 100 $^{\circ}$ C~120 $^{\circ}$ C 电热石墨板上加热,试料完全溶解后取下表面皿,加热浓缩至透明状(倾斜烧杯砷