

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕЛЛУРА В КРИСТАЛЛАХ АНТИМОНИДА ИНДИЯ
МЕТОДОМ ПЛЕНОЧНОЙ ПОЛЯРОГРАФИИ С НАКОПЛЕНИЕМ

В.Ф. Гридаев, А.А.Каплин, А.Г.Стромберг

Селен и теллур являются важными донорными примесями в полупроводниковых соединениях. От содержания и распределения примеси меняются свойства полупроводника. С целью контроля полупроводниковых соединений на содержание селена и теллура существуют различные полярографические методы анализа на ртутном каплящем и стационарном электродах [1-2].

Литературные данные по полярографическому восстановлению селена (IV) и теллура (IV) на твердом электроде до нулевой валентности нам неизвестны. Нами установлено, что на графитовом и платиновом электродах селен (IV) и теллур (IV) восстанавливаются до нулевой валентности. Нами предлагается способ определения микроколичеств селена и теллура, основанный на предварительном концентрировании этих элементов на твердом электроде в виде атомов нулевой валентности при потенциале предельного тока и последующей регистрацией тока электрорастворения атомов селена и теллура при катодной или анодной поляризации. Процесс концентрирования и электрорастворения атомов селена и теллура нулевой валентности осуществляется в электролитах разного состава (используется методика смены электролита [3]). Концентрирование селена (IV) и теллура (IV) на твердом электроде в элементарном состоянии имеет преимущества перед концентрированием селена (IV) и теллура (IV) в виде малорастворимого соединения, так как при этом предельная чувствительность метода не ограничивается произведением растворимости малорастворимого соединения.

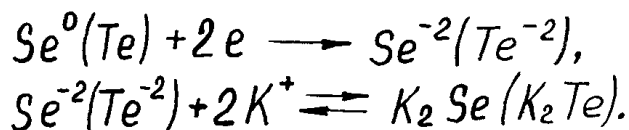
Аппаратура и реактивы.

Полярографические исследования проводились в обычной электролитической ячейке со вставными стаканчиками. Катод - платиновая проволочка (впаянная в стекло) $d = 0,5$ мм; $l = 5$ мм; или гра-

фитовый электрод $d = 2$ мм. Анод - графитовый стержень $d = 5$ мм; $l = 50$ мм. Очистка раствора от кислорода осуществлялась аргонным или азотом. Полярнограф типа ОН-101. Стандартные растворы селена и теллура готовились растворением элементарного $Se(Te)$ в смеси HCl и HNO_3 (3:1) при $t = 50^\circ C$. Растворы индифферентного электролита готовились на тридистилляте. Все численные значения потенциала в статье, кроме особо оговоренных случаев, даны относительно вспомогательного графитового электрода, потенциал которого в $2N$ HCl по отношению к насыщенному каломельному электроду равен $-0,6$ в.

Экспериментальная часть

Предварительное концентрирование $Se(Te)$ осуществлялось в $2N$ HCl . Потенциал электролиза для селена -1 в. Для катодного электро растворения элементарного селена и теллура после предварительного концентрирования выбран индифферентный электролит $0,05N$ KOH ($NaOH$). Потенциалы катодных пиков селена $-0,9$ в и теллура $-1,1$ в. Механизм растворения селена и теллура в щелочных растворах при катодной поляризации электрода можно представить следующими уравнениями:



В индифферентном электролите $2N$ соляной кислоты после предварительного накопления при потенциале $-1,2$ в с помощью анодной поляризации электрода получены анодные пики теллура. Потенциал анодного пика теллура $-0,25$ в. Зависимость высоты анодных и катодных пиков селена и теллура от концентрации их ионов в растворе $2N$ соляной кислоты - линейная (рис. 1). Линейная зависимость высоты катодного пика $Se(Te)$ и анодного пика теллура наблюдается в интервале времени накопления 1-20 мин. Зависимость высоты катодного и анодного пиков селена и теллура от потенциала концентрирования проходит через максимумы; уменьшение высоты пиков при увеличении потенциала электролиза обусловлено выделением на электроде H_2Te , H_2Se (рис. 2.) Предел обнаружения катодных пиков селена $1 \cdot 10^{-8}$ моль/л, а для теллура $- 1 \cdot 10^{-6}$ моль/л. Предел обнаружения анодных пиков теллура при чувствительности прибора $2 \cdot 10^{-9}$ а/мм составляет $1 \cdot 10^{-8}$ моль-л. Возможность катодного и анодного электро растворения селена и теллура с поверхности представляет интерес как для физико-химических исследований, так и выбора оптимальных условий для устранения мешающего влияния других элементов.

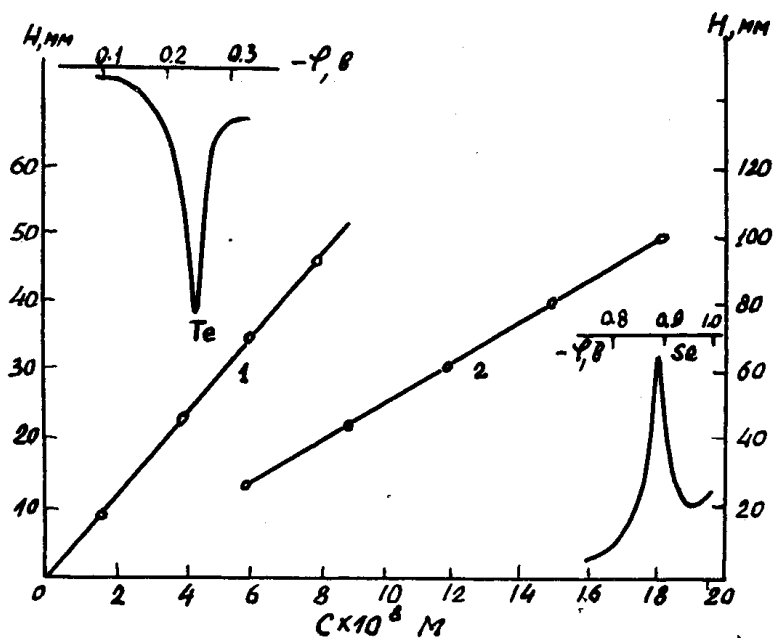


Рис. 1 Зависимость высоты пика *Se* и *Te* от концентрации.

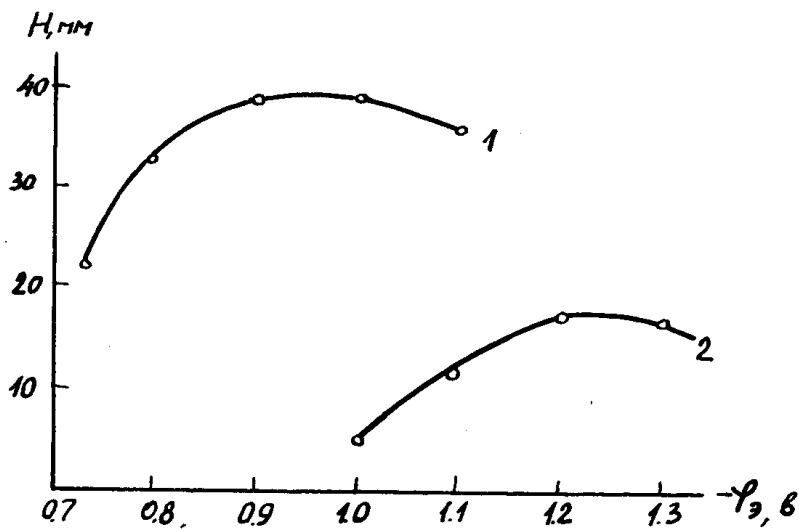


Рис. 2 Влияние потенциала электролиза на высоту пиков селена и теллура.

Для изучения послойного распределения теллура в соединении *InSb*, легированного теллуrom, разработана методика определения теллура в присутствии индия и сурьмы. При выборе потенциала концентрирования теллура, равном $-1,1 \text{ В}$, индий не восстанавливается на электроде. С целью анодного растворения сурьмы, образующей с

теллуrom на поверхности электрода осадок интерметаллического соединения, делается 2 - 5 мин. выдержка ($\varphi_B = -0,5 + -0,6$ в). Время выдержки определяется количеством сурьмы, восстановленной на электроде.

Методика анализа порошка *InSb*, легированного теллуrom.

Навеску образца 0,002 г растворяют в 1 мл HNO_3 в кварцевом стаканчике при $t = 90^\circ C$. Упаривание производят до влажных солей. К влажному осадку добавляют 5 мл 5N HCl, а при нагревании осадок растворяют. После растворения осадка стаканчик охлаждают при комнатной температуре и полярографируют. Потенциал электролиза - 1,1 в,

$\varphi_n = -0,3$ в. Среднее содержание теллура в проанализированных порошках *InSb* составило $(0,15 \pm 0,01)\%$ и $(0,12 \pm 0,001)\%$. Исходные данные по легированию порошков в вес % *Te* соответственно равны 0,29% и 0,018%. Таким образом, конечная степень легирования не соответствует заданной.

Т а б л и ц а I
Результаты послойного анализа кристалла (634)

№ слоя	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Навеска, г	00030	00050	00030	00023	00030	00024	00029	00030	00025
Содержание <i>Te</i> , вес % 10^2	5,5	4,5	2,5	7,5	8,5	1,5	1,0	1,2	0,9

Методика использована при анализе послойного распределения теллура в кристаллах *InSb*, легированных теллуrom. Снятие слоев проводилось механическим путем. Слои снимались резцом, контроль толщины слоя осуществлялся индикаторным микрометром. Ошибка измерения толщины слоя $\pm 15\%$ при слое $10 \mu k$ и $\pm 30\%$ при толщине $100 \mu k$. В табл. I приведены данные по результатам послойного анализа кристалла *InSb* на содержание *Te*; номера слоев 3,5,7,9 соответствуют толщине $100 \mu k$; 1,2,4,6,8 - толщине $10 \mu k$. Для анализа слоя $100 \mu k$ отбирается несколько проб весом 0,002 - 0,003 г и определяется среднее содержание теллура в слое. Из табл. I следует, что распределение теллура по длине кристалла равномерное.

В ы в о д ы

Предложен способ определения микроколичеств селена и теллура методом ППН. Разработана методика послойного анализа кристалла

In Sb, легированного теллуром.

Л и т е р а т у р а

1. Б.Я.Каплан, А.С.Резакова. ЖАХ, XXI, № 10, 1268, 1966.
2. Е.Г.Чикризова и Л.С. Копанская. ЖАХ, XXIII, № 3, 394, 1968.
3. А.А.Каплин, М.С.Захаров, А.Г.Стромберг. Методы анализа особо чистых реактивов и препаратов. ИРЕА, М., 1963.