

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 каплющем 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.

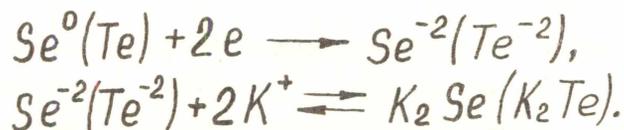
## Аппаратура и реактивы.

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 аргоном 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.

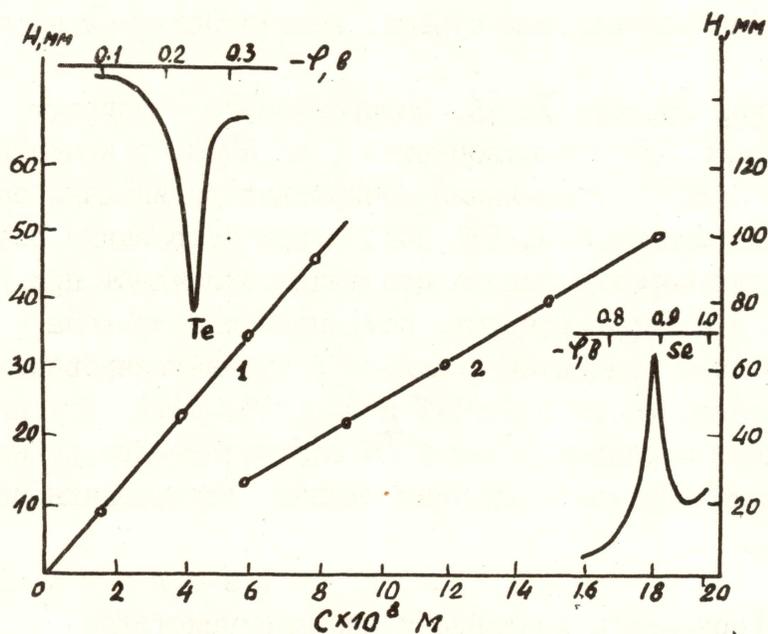


Рис. 1 Зависимость высоты пика *Se* и *Te* от концентрации.

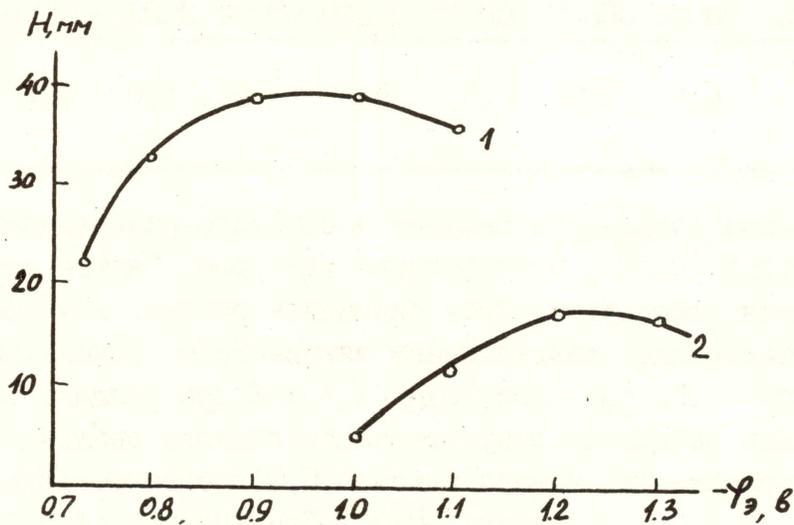


Рис. 2 Влияние потенциала электролиза на высоту пиков селена и теллура.

Для изучения послойного распределения теллура в соединении *InSb*, легированного теллуром, разработана методика определения теллура в присутствии индия и сурьмы. При выборе потенциала концентрирования теллура, равном  $-1,1$  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 ( $\varphi_{\text{в}} = -0,5 + -0,6$  в). Время выдержки определяется количеством сурьмы, восстановленной на электроде.

Методика анализа порошка *InSb*, легированного теллуrom.

Навеску образца 0,002 г растворяют в 1 мл  $\text{HNO}_3$  в кварцевом стаканчике при  $t = 90^\circ\text{C}$ . 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,  $\varphi_{\text{н}} = -0,3$  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> ,<br>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  $\mu\text{к}$  и  $\pm 30\%$  при толщине 100  $\mu\text{к}$ . В табл. I приведены данные по результатам послойного анализа кристалла *InSb* на содержание *Te*; номера слоев 3,5,7,9 соответствуют толщине 100  $\mu\text{к}$ ; 1,2,4,6,8 - толщине 10  $\mu\text{к}$ . Для анализа слоя 100  $\mu\text{к}$  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 ШН. Разработана методика послойного анализа кристалла

*In Sb*, легированного теллуrom.

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.