

ИССЛЕДОВАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МЕДИ В ТЕЛЛУРИДЕ ЦИНКА МЕТОДОМ АПН

А. А. КАПЛИН, З. С. МИХАЙЛОВА

(Представлена научно-методическим семинаром кафедры физической химии)

В дополнение к разработанным нами ранее [1] методикам определения ряда примесей в соединениях типа $A_{II}B_{VI}$ проведены исследования по определению Cu в $ZnTe$.

Для этой цели изучено экстракционное поведение теллура и меди на ряде фонов. Выяснено, что медь на фоне KOH окисляется необратимо и при добавлении теллура пик меди уменьшается, уменьшение более заметно на фоне $0,5n. KOH$, чем на $3n. KOH$. Чем больше основность раствора, тем больше происходит гидролиз теллура. При определении меди без предварительного отделения теллура на фоне KOH наблюдается белый коллоидный раствор, в котором невозможно проводить анализ. Таким образом, выяснено, что определение меди невозможно в присутствии основы — теллура.

С целью отделения теллура исследована возможность экстракции его карбонатного комплекса метилизобутилкетонем. Теллур экстрагируется количественно, но вместе с ним частично переходит в органическую фазу медь. Далее изучено влияние теллура на полярографическое поведение меди на графитовом электроде. Теллур на графитовом электроде окисляется при $\varphi = -0,45$ в (отн. графитового электрода). При малых концентрациях теллура (10^{-5} — 10^{-6} моль/л в растворе) пик меди наблюдается при $\varphi_{1/2} = -0,7$ в (отн. графитового электрода). С увеличением концентрации теллура пик меди уменьшается и в присутствии 10^{-3} моль/л теллура в растворе практически исчезает.

Воспроизводимость определения меди на графитовом электроде в наших опытах была неудовлетворительной, поэтому в дальнейшей работе вновь использовался ртутный пленочный электрод.

В работе [2] описан метод определения следовых количеств Cd , Cu , Ni , Pb и Zn в теллуре, основанный на предварительном отделении теллура экстракцией метилизобутилкетонем из $7n. HCl$ и последующим полярографированием примесей на фоне янтарной кислоты. Мы попытались применить эту методику к анализу теллурида цинка.

Теллур в HCl образует прочный комплекс $TeCl_4$ желтого цвета и при экстракции его метилизобутилкетонем переходит в органическую фазу. Изучено влияние теллура на пик меди на фоне янтарной кислоты. Установлено, что при концентрации теллура $6 \cdot 10^{-5}$ г в растворе пик меди не уменьшается в присутствии теллура. С увеличением концентрации теллура пик меди начинает уменьшаться и при добавлении $1,4 \cdot 10^{-4}$ г Te в растворе пик меди подавляется полностью.

Можно предположить, что мешающее влияние выделяющегося на электроде элементарного теллура заключается в снижении перенапря-

жения водорода, диффузионных ограничениях для примесей и образованием труднорастворимых полупроводниковых соединений на электроде.

Исследовано влияние рН на пик меди в присутствии теллура на фоне янтарной кислоты. Меняли рН от 2 до 8, добавляя в раствор NH_4OH . Выяснено, что с добавлением NH_4OH (т. е. с изменением рН от 2 до 8) подавление пика меди теллуrom уменьшается. Для работы мы выбрали рН 5—6; при этом медь окисляется обратимо, регистрируется четкий пик меди, ширина полупика равна 17 мв.

На фоне янтарной кислоты, нейтрализованной NH_4OH до рН 5—6, снята зависимость величины тока от концентрации меди в растворе. Зависимость носит линейный характер.

На основании проведенных исследований разработана методика определения меди в теллуриде цинка.

Методика определения меди в теллуриде цинка

Сущность методики состоит в том, что навеску 0,1 г разлагают в смеси кислот $\text{HCl}:\text{HNO}_3$ (3:1) и выпаривают досуха. Остаток выпаривают трижды с 5 мл HCl , теллур экстрагируют метилизобутилкетонem и после чего полярографируют на фоне янтарной кислоты, нейтрализованной NH_4OH до рН 5—6.

Ход анализа

Навеску 0,1 г ZnTe растворяют в смеси $\text{HCl}:\text{HNO}_3$ (3:1) и выпаривают трижды с 5 мл HCl , теллур экстрагируют метилизобутилкетонem. Эту операцию повторяют 3 раза. После этого остаток растворяют в 5 мл

Таблица 1
Содержание меди в теллуриде цинка. Условия:

$$\varphi_0 = -0,9 \text{ в (отн. н. к. э.) } \tau = 5';$$

$$S = 2 \cdot 10^{-8} \text{ а/мм};$$

$$\varphi = -0,15 \text{ в (отн. н. к. э.) } \mu = 5; \alpha = 0,95$$

Результаты анализа $\bar{x} \cdot 10^{-4}$	$(x - \bar{x})^2$	$S_{\bar{x}}$	t_{α}	ϵ	$\epsilon, \%$
3,32	15,786	0,89	2,8	1,49	45

7 мл HCl и экстрагируют комплекс теллура TeCl_4 метилизобутилкетонem двумя порциями по 10 мл. Водную фазу сливают в стаканчик и выпаривают. Метилизобутилкетон частично растворяется в HCl ; для сжигания метилизобутилкетона к остатку добавляют 1 мл $\text{HNO}_3 + 0,5$ мл HClO_4 и выпаривают при $t = 150^\circ \text{C}$. Остаток снова растворяют в 5 мл 0,56 М растворе янтарной кислоты, нейтрализованной NH_4OH до рН 5—6 и полярографируют. Условия: $\varphi_0 = -0,9$ в (отн. нас. к. э.) $\tau = 5'$, $S = 2 \cdot 10^{-8}$ а/мм $\varphi_{\text{пCu}} = -0,15$ в (отн. нас. к. э.). Концентрация меди оценивается методом добавок.

Одновременно с медью по данной методике возможно определение Pb и Cd .

Данные по анализу ZnTe на содержание Cu приведены в табл. 1.

Выводы

1. Исследовано влияние Te на пик меди на различных фонах.
2. Разработана методика определения 10^{-5} — $5 \cdot 10^{-6} \%$ Cu в ZnTe . Возможно одновременное определение Pb , Cd , Cu .

ЛИТЕРАТУРА

1. А. А. Каплин, З. С. Михайлова, В. М. Пичугина, В. Ф. Янкаускас. «Электронная техника», серия 12, вып. 1 (7), 43, 1971.
2. Syües Alewlius J., Klug Otto N. Chem. Analit, Польша, 12, № 3, 450—458, 1967, РЖХим, 2Г116, № 2, 1968.