

54  
А 88

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО  
ОБРАЗОВАНИЯ УЗБЕКСКОЙ ССР  
→  
ТАШКЕНТСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Т. Х. ИМАМОВ

ЭЛЕКТРООСАЖДЕНИЕ ТЕЛЛУРА  
ИЗ ФТОРИДНО-СУЛЬФАТНОГО  
ЭЛЕКТРОЛИТА И ИССЛЕДОВАНИЯ  
КАТОДНОГО ОСАДКА

*(073 физическая химия)*

А в т о р е ф е р а т  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата химических наук

Ташкент—1967

СК

2

Работа выполнена в лаборатории "Химия изотопов"  
Института ядерной физики Академии наук Узбекской ССР.

Научный руководитель -- кандидат химических наук  
О. АБРАРОВ

## ОФИЦИАЛЬНЫЕ ОППОНЕНТЫ:

1. Доктор технических наук, профессор А. Т. ВАГРАМЛИН
2. Кандидат химических наук, доцент Р. К. КАДЫРОВ

Внешняя рецензия, кафедра физ-каллоидной химии Таш. Форм.  
Институт.

Защита диссертации состоится на заседании Ученого  
Совета химико-технологического факультета ТашПИ *"1 Nov. 1968"*  
1968 года. Ваши отзывы и замечания просим направлять по  
адресу: г. Ташкент, ул. Навои, 13, Ташкентский политехнический  
институт.

Дата отправки автореферата "23" "1" 1968 г.

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ СОВЕТА ТашПИ

Доцент

*Мамур* Б. М. ГУРЮБИЧ

Центральная научная  
БИБЛИОТЕКА  
Академия наук Кыргызской ССР

54  
A 88

3

Теллур и его сплавы широко применяются в производстве полупроводников, автоматике, радиоэлектронике для получения сплавов с высокими термоэлектрическими характеристиками, а также в развивающейся ядерной технике. Теллур и его двуокиси используются для приготовления искусственных радиоидов, необходимых в медицине, в ядерной спектроскопии для исследования спектров конверсионных электронов. Электродные процессы при электроосаждении теллура в фторидно-сульфатной среде изучены недостаточно полно. Исследовано (*Kaussinski; Zmelins*) электролитическое осаждение теллура в соляно-кислой среде в разбавленных растворах ( $10^{-6}$  -  $10^{-3}$  н. по теллуру). Теллур, полученный электролизом в щелочной среде, содержит микропримеси (Хан. О., Салтовской Л. А.).

Цель данной работы изучение процесса электролитического выделения теллура на различных электродах (платина, нержавеющая сталь), и возможности получения чистого теллура. Исследованы микропримеси в исходном и электролитическом теллуре, полученном методами рентгеноструктурного, нейтронно-активационного и микроскопического анализов. Рассмотрены следующие вопросы:

- 1) Влияние условий и режима электролиза.
- 2) Влияние растворителя фтористоводородной кислоты температуры на степень растворимости двуокиси теллура и электропроводности на электродные процессы.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

**Методика.** В электролизер из органического стекла наливали электролит с известной концентрацией теллура.

Площади катода из нержавеющей стали, платины и анодо-платиновой пластинки равны и составляют  $9 \text{ см}^2$ . Исследовали влияние условий электролиза на поляризационные кривые и выхода теллура по току. Основные параметры электролиза:

а) плотность тока от 2 до  $200 \text{ ма/см}^2$  ( в отдельных случаях до 400); б) концентрация двуокиси теллура 0,3н; 0,5; 0,75; 0,90; 1,2 и 1,5н; в) температура электролита 16, 20, 30, 40,  $50^\circ\text{C}$ ;

г) скорость перемешивания электролита 600-700 об/мин;

д) продолжительность электролиза 0,2 - 1,0 час;

(при регенерации электролита до 48 часов).

Катод опускали в ячейку под током и предварительно поляризовали в течение 1-2 минут при плотности тока  $3-5 \text{ ма/см}^2$ ; затем в течение 30 минут потенциометром ИИЭР-1 измеряли потенциал катода в диапазоне плотности тока от 2 до 40 и от 9 до  $200 \text{ ма/см}^2$ , анода от 9 до  $200 \text{ ма/см}^2$ .

Измерение удельной электропроводности ( $\rho$ ) двуокиси теллура по фтористоводородной кислоте проводили на реохордном мосту типа Р-38 при постоянной температуре раствора. Ячейка изготовлена из органического стекла прямоугольной формы емкостью 80 мл. Electroдами служили платиновые пластинки, которые для уменьшения поляризационных эффектов предварительно покрывали платиновой чернью. Константу ячейки определяли при  $25^\circ\text{C}$  по  $\frac{I}{100} \frac{\rho_{\text{кв}}}{\rho}$  раствора *kcl*. В ячейку отбирали

определенный объем исследуемого раствора и помещали в термостат. Значения удельной электропроводности в зависимости от концентрации фтористоводородной кислоты, приводятся на рисунке 1.

Влияние концентрации фтористоводородной кислоты и температуры на растворимость двуокиси теллура для изучения растворимости двуокиси теллура в системе  $\text{HF} - \text{TeO}_2 - \text{H}_2\text{O}$  брали белый порошок  $\text{TeO}_2$ , почти не растворимый в воде,  $\text{TeO}_2$ готавливали из  $\text{TeO}_3$ , предварительно нагревая при температуре от 200 до  $400^\circ\text{C}$ . Опыты проводили в цилиндрическом полиэтиленовом стакане, но перемешивая механической мешалкой. Исследуемый раствор погружали в водяной термостат, и поддерживали постоянную температуру. Содержание теллура определяли на фотокалориметре ФЭК-56 при помощи раствора тиомочевны в 2 н. *HCl* и 2%-ного раствора желатин.

**Методы анализа.** Для установления оптимального режима электролиза необходимо определить приближенную количественную характеристику поверхности катода. Визуальное наблюдение внешней структуры осадка теллура производили путем расчетов средней площади зерен в квадратных микронах и среднего диаметра в микронах. Для этого использовали микроскоп МП-7 ( $F = 8,0$ ;  $A = 0,35$ ) и специальные оптические сетки, насаженные на микроскоп перед окуляром.

**Определение микропримесей** (*Sb, Cu, Co и Ag*) в электролитическом теллуре проводили радиоактивационным методом на ядерном реакторе типа ВВР-с мощностью 2 квт и



максимальным потоком нейтронов  $\approx 1,83 \cdot 10^{13} \text{ н/см}^2 \text{ сек.}$

Спектры гамма-излучения снимали анализатором АИ-100-1 со сцинтилляционным датчиком ДЗУ. Диаметр и высота равна по 40 мм кристалла  $\text{NaI}(\text{Tl})$ .

Рентгенограммы обычного, электролитического теллура и  $\text{TeO}_2$  исследовали на рентгеновской установке УРС-55<sup>\*)</sup> в камере РКД диаметром 57,3 мм при использовании медного излучения  $K_{\alpha} = 1,5374 \text{ \AA}$  с никелевым фильтром. Режим трубки  $V = 35 \text{ кв.}$

$I = 12 \text{ м,}$  время экспозиции для большинства образцов — 12 час.

**Обсуждение результатов.** Установлено, что удельная электропроводность  $\text{TeO}_2\text{-HF-TeO}_2\text{-H}_2\text{O}$  понижается до  $0,245 \text{ ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$ , а фтористоводородной кислоты увеличивается до  $0,355 \text{ ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$ , возможно с ростом концентрации двуокиси теллура определенное количество фтористоводородной кислоты связывается с  $\text{TeO}_2$  и образует новые соединения, имеющие электропроводность меньшую, чем фтористоводородная кислота, но намного большую, чем  $\text{TeO}_2$ . Данные по удельной электропроводности системы можно использовать для электролиза теллура во фтористоводородной кислоте.

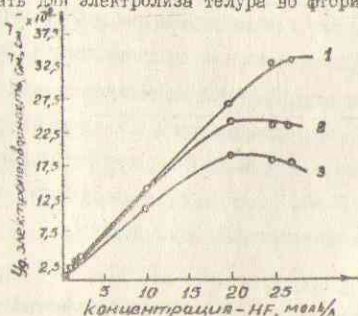


Рис 1. Зависимость удельной электропроводности  $\text{HF-TeO}_2\text{-H}_2\text{O}$  от концентрации HF при  $t = 20^\circ \text{C}$ ;  $C_{\text{HF}} = 0,685\text{--}25 \text{ моль/л}$  (1);  $2\text{g TeO}_2 + 100 \text{ мл HF}$  (2);  $19,5 \text{ TeO}_2 + 100 \text{ мл HF}$  (3)

\*) Работа проводилась в Институте химии АН УзССР

Таблица I

Растворимость двуокиси теллура на различных температурах раствора фтористоводородной кислоты (моль/л)

HF	:	Te, моль/л
Температура $20^\circ \text{C}$		
0,685		$1,7 \cdot 10^{-4}$
10		$1,17 \cdot 10^{-3}$
15		$1,19 \cdot 10^{-3}$
20		$1,17 \cdot 10^{-3}$
25		$1,16 \cdot 10^{-3}$
Температура $37^\circ \text{C}$		
0,685		$3,4 \cdot 10^{-2}$
5		$3,30 \cdot 10^{-2}$
10		$3,30 \cdot 10^{-2}$
25		$3,60 \cdot 10^{-2}$

Растворимость двуокиси теллура резко возрастает с повышением температуры, в то время как изменение концентрации фтористоводородной кислоты влияет незначительно из-за комплексобразования ионов теллура. Табл. I

Исследуя растворы (табл. 2, 3) двуокиси теллура, установили, что значения поляризационных кривых катода и анода соответствуют теории и в процессе электролиза протекают две или более электрохимические реакции.

При малой (0,3н) концентрации двуокиси теллура в растворе потенциала катода во фтористоводородной сернокислой среде при 17°C равен (-0,15; -0,327) в, при 50°C - 0,086; -0,365 в (относительно нас. к.а.). С ростом температуры электролита концентрационная поляризация снижается с усилением конвекции, положительнее влияющей на величину поляризации. Потенциал теллура (отрицательные) при катодной поляризации,  $t = 15, 17^\circ\text{C}$ , напряжение в ячейке 1,9-2,8 в (табл. 2).

Таблица 2

Плотность тока $\text{ма/см}^2$	Концентрация $\text{TeO}_2$ н.					
	0,3		0,9		1,5	
	с.п.	б.п.	с.п.	б.п.	с.п.	б.п.
9	0,150	0,286	0,103	0,217	0,123	0,225
36	0,184	0,345	0,146	0,236	0,113	0,235
54	0,216	0,359	0,174	0,245	0,127	0,234
90	0,236	0,390	0,214	0,264	0,216	0,242
198	0,327	0,416	0,297	0,315	0,279	0,320

В начале электролиза при разряде ионов теллура электрохимическая реакция протекает с достаточно большой скоростью. После выключения поляризующего тока, кривые с плавного хода переходят на прямолинейный участок. Рис. 1, 2. С ростом поляризующего тока заканчивается формирование и установление равновесия электрода. На кривых четко вырисовываются участки, соответствующие совместному выделению элементарного теллура и водорода.

Анализ поляризационных кривых теллура показывает, что потенциал теллура (отрицательный) при катодной поляризации и температуре  $t = 47-50^\circ\text{C}$ , напряжении 1,7-2,6 в.

Таблица 3

Плотность тока $\text{ма/см}^2$	$\text{TeO}_2$ н.					
	0,3		0,75		1,2	
	с.п.	б.п.	с.п.	б.п.	с.п.	б.п.
9	0,086	0,107	0,057	0,060	0,719	1,077
36	0,116	0,152	0,075	0,099	0,786	1,169
54	0,137	0,173	0,100	0,117	1,232	1,235
90	0,179	0,221	0,136	0,157	1,277	1,337
198	0,365	0,361	0,273	0,300	0,524	1,625

ПРИМЕЧАНИЕ: к табл. 2, 3. Потенциал теллура дается в вольтах по отношению к насыщенному каломельному электроду сравнения. С перемешиванием (с.п.) состоящего из электролита,  $\text{HF}-500$  г/л,  $\text{H}_2\text{SO}_4-$  200 г/л, без перемешивания (б.п.).

при 17°C и плотности тока катода 198  $\text{ма/см}^2$  и выше теллур получается сравнительно пористым.



Температура и перемешивание электролита влияет на разряд иона теллура, полученного из 0,75–0,9 н.  $\text{TeO}_2$  и начальный потенциал выделения теллура на катоде колеблется в пределах 0,27–0,32 в. (относ. насыщ. к.э. табл. 2, 3). При плотности тока 36  $\text{ма/см}^2$  потенциал катода становится более электроположительным по сравнению с низкой концентрацией теллура. С повышением температуры электролита до 50°C потенциал электрода заметно сдвигается в электроположительную сторону.

Опыты показали, что кинетика совместного разряда ионов теллура и водорода главным образом зависит от температуры, плотности тока и концентрации теллура. При концентрации двуокиси теллура в растворе 1,5 н. и температуре 17 и 50°C кривые наклоняются к оси абсцисс (рис. 2). Однако наклон участков кривой мало зависит от температуры раствора. Появление ступенчатости является совокупностью двух электрохимических реакций – восстановления теллура и водорода. По характеру кривой видно, что количество электричества, затрачиваемого на процесс, очень незначительно. Происходят лишь некоторые изменения характера электрохимических реакций. Угловой коэффициент при плотности тока  $i_k = 25\text{--}40 \text{ ма/см}^2$  меняется незначительно (0,06 в). Это свидетельствует о небольших скоростях электрохимических реакций. Скорость каждой стадии электродных реакций зависит от температуры электролита.

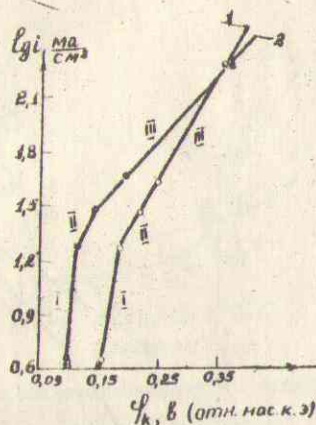


Рис. 2 Поляризационные кривые катодного восстановления теллура из раствора: 0,5н.  $\text{TeO}_2$  + 500 г/л  $\text{HF}$  + 200 г/л  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Кривая 1 при  $t = 17^\circ\text{C}$ , кривая 2 – при  $50^\circ\text{C}$  (в полулогарифмической координате  $lg i_k$ ,  $\text{ма/см}^2$ )

Как видно из рис. 3 расположение кривых заметно ступенчатая (1,5 н.  $\text{TeO}_2$  и меняется<sup>Р</sup> концентрацией двуокиси теллура в растворе до 0,3 н. (табл. 2, 3, рис. 2).

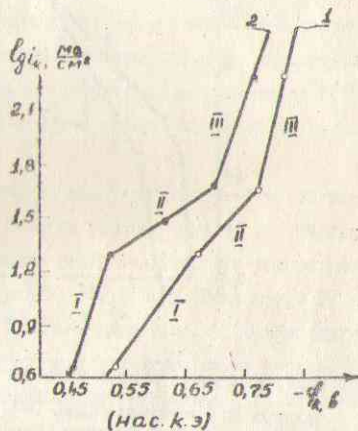


Рис.3 Поляризационные кривые катодного восстановления теллура из раствора: I, 5н.  $\text{TeO}_2 + 500$  г/л  $\text{HF} + 200$  г/л  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Кривая I при  $t = 17^\circ\text{C}$ , кривая 2 при  $t = 50^\circ\text{C}$ , в полулогарифической координате  $\lg i_k$ ,  $\text{ма}/\text{см}^2$ .

На участке I (рис.2,3) происходит разряд ионов теллура ( $\text{Te}^{4+}$ ) и при этом электрохимические реакции протекают с большой скоростью без торможения при малой поляризации. Из расположения поляризационных кривых, снятых при плотности тока от 9 до  $30 \text{ ма}/\text{см}^2$  видно, что с ростом концентрации

теллура в растворе потенциал становится электроположительнее.

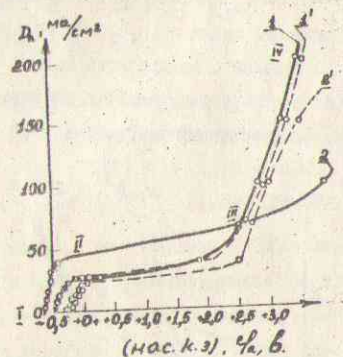


Рис.4 Анодные поляризационные кривые теллура:  
I, I<sup>I</sup> - 0,3н.  $\text{TeO}_2 + 500$  г/л  $\text{HF} + 200$  г/л  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  
2, 2<sup>I</sup> - 0,75н.  $\text{TeO}_2 + 500$  г/л  $\text{HF} + 200$  г/л  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  
 $t = 20^\circ\text{C}$  (сплошные линии с перемешиванием,  
пунктирные без перемешивания)

Из рис.4 и 5 видно, что анод пассивируется при достижении плотности тока 50 и  $100 \text{ ма}/\text{см}^2$ , а при концентрации двуокиси теллура 0,3н. (рис.5) кривые I-I<sup>I</sup> и температуре  $50^\circ\text{C}$  наступает пассивность при значительно большей ( $80-100 \text{ ма}/\text{см}^2$ ) плотности тока. Окисная пленка на поверхности электрода характеризует пассивность анода. В фторидно-сульфатной среде эти явления объясняются влиянием внешнего поляризующего тока. Так как анодная пассивность наступает в том случае, если поляризующий внешний ток превосходит некоторую критическую величину, зависящую от природы анода, используемого



электролита, от концентрации теллура, температуры раствора, (По данным Колотиркина С.М., критическая плотность тока пассивации для нержавеющей стали в  $\text{In.H}_2\text{S O}_4$  при потенциале анода 0,15 в равна 0,1 ма/см<sup>2</sup>. Поляризация малыми токами увеличивает скорость растворения (рис.5) и несколько смещает потенциал в сторону электроположительных значений.

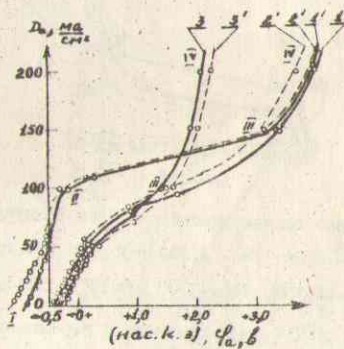
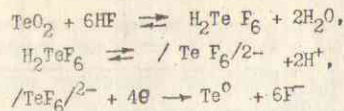
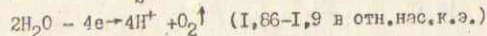


Рис.5 Анодные поляризационные кривые теллура при электролизе раствора: 0,8н.  $\text{TeO}_2$ +500 г/л  $\text{HF}$  + 200 г/л  $\text{H}_2\text{S O}_4$  (крив.1, I<sup>I</sup>), 0,75н.  $\text{TeO}_2$ +500 г/л  $\text{HF}$ +200г/л  $\text{H}_2\text{S O}_4$  (крив.2, 2<sup>I</sup>), 1,5н.  $\text{TeO}_2$ +500г/л  $\text{HF}$ +200 г/л  $\text{H}_2\text{S O}_4$  (крив.3, 3<sup>I</sup>) (сплошные линии с перемешиванием, пунктирные без перемешивания).

На кривой рис.4,5 участок I-II соответствует процессу образования четырехвалентного теллура и последующему восстановлению элементарного теллура из комплексных анионов на катоде. Суммарную реакцию представим в виде:



Ионы теллура, разряд кислорода и иона фтора на аноде (рис.4,5) кривые II-III) образуются по схеме



С возникновением на поверхности анода адсорбированных слоев кислорода или кислородосодержащих соединений уменьшается растворимость теллура. По-видимому, вместе с механическим экранированием поверхности анода, явление пассивности связано с химическим изменением свойств поверхности электрода. Следовательно, с разрушением пассивирующего слоя ион  $\text{Te}^{IV}$  переходит в раствор. Это очевидно, происходит из-за положительного изменения состава электролита и образования при анодной реакции анионов фтора (при любом потенциале анода в водном растворе фтор-ион не выделяется в свободном виде). На анодной поляризационной кривой (рис.4,5) имеется один перегиб в конце горизонтальной площадки. Если провести касательную линию с места скачка потенциала анода до пересечения с осью абсцисс, то получается величина потенциала, равная 1,86-1,9 в (отн.нас.к.э.) и отвечающая началу выделения кислорода независимо от концентрации теллура и температуры.

Кривая совместного разряда ионов теллура и водорода имеет слабо выраженную площадку в интервале потенциала 0,2 - 0,5 в (относ.насыщ.к.э.). Выход теллура по току зависит



Выход теллура по току из раствора: 500 г/л HF + 200 г/л  $H_2S O_4$  с различным содержанием двуокиси теллура и температуры

Плотность тока $i$ , ма/см <sup>2</sup>	Концентрации $TeO_2$				
	0,5	0,75	0,9	1,2	1,5
9	42,8 <sup>ж</sup>	61,7	79,9	92,8	99,0
	52,0 <sup>жж</sup>	67,2	82,3	97,8	99,7
36	44,5 <sup>ж</sup>	72,1	83,4	94,9	98,7
	-	-	-	-	-
90	61,2 <sup>ж</sup>	81,4	87,3	93,8	99,9
	68,0 <sup>жж</sup>	73,3	83,2	98,9	99,5
198	70,5 <sup>ж</sup>	88,4	91,5	94,7	99,3
	71,8 <sup>жж</sup>	89,9	92,7	98,7	100,6

ПРИМЕЧАНИЕ: <sup>ж</sup> Выход Te при температуре раствора 20°C,

<sup>жж</sup> при 50°C

от концентрации двуокиси теллура в растворе (табл.4). Повышение температуры при средних (80-100 ма/см<sup>2</sup>) плотностях тока увеличивает при низких (9-50 ма/см<sup>2</sup>) уменьшает выход теллура по току. При зависимости скорости подачи разряда ионов теллура от диффузии дальнейшее увеличение плотности тока интенсифицирует процесс выделения теллура и водорода. Повышение температуры электролита до 50°C значительно ускоряет скорость ионов, что связано с уменьшением диффузионных ограничений. В результате максимума, выхода теллура по току возрастает в области плотностей тока 100-180 ма/см<sup>2</sup>. Повышение температуры благоприятно сказывается на выход теллура по току только в условиях протекания процесса электроосаждения теллура в диффузионной области. При достаточно высокой ( $1,5n \cdot TeO_2$ ) концентрации теллура протекает процесс электролиза в кинетической области, а при повышении температуры снижается выход (10-17%) теллура по току. Это, по-видимому, объясняется тем, что с повышением температуры раствора напряжение водорода снижается в большей степени, чем напряжение электрода-катода (нержавеющая сталь). С понижением содержания  $TeO_2$  в электролите перенапряжение немного увеличивается.

Механизм электроосаждения на платине. Потенциал осаждения теллура на гладком платиновом катоде изучали из раствора: 0,9-1,2н.  $TeO_2$ +500 г/л HF+200 г/л  $H_2S O_4$ . Полученные данные показывают, что катодные потенциалы теллура на платине мало зависят от концентрации катодного теллура в растворе. Смещение потенциала выделения теллура в сторону электро-

отрицательных значений, это связано с соотношением НР к  $H_2SO_4$  в электролите и плотности тока. Таким образом, кинетический процесс разряда иона  $Te^{4+}$  происходит с малым напряжением активации, зависящим от электрода, природы аниона, и, вероятно, связанным с комплексной природой анионов.

Предварительная обработка платины-катода оказывает влияние на величину выделения теллура. При этом наблюдается заметное изменение потенциала, однако, после предварительной поляризации потенциал теллура смещается к более отрицательным значениям. На платиновом катоде при плотности тока 100–200  $ма/см^2$  получают глотные катодные осадки теллура с мелкокристаллической структурой.

Опыт показывает, что если суммарная поляризационная кривая восстановления теллура и водорода поднимается круто вверх, то с повышением плотности тока количество осевшей примеси (табл. 5) будет уменьшаться. Примеси элементов (%), обнаруженные спектральным и нейтронно-активационным методом в исходном [Te (исх.)] и электролитическом [Te (эл.)] теллуре (табл. 5)

Таблица 5

Примеси	Te (исх.)	Te (эл.)
Sb	1,510	$5,3 \cdot 10^{-2}$
As	0,001	$0,092 - 2,2 \cdot 10^{-2}$
Pb	0,001	0,001–0,003
Hg	0,002	0,001
Cu	0,001	0,001–0,03
Fe	0,002	0,10–0,01
Bi	0,003	0,001
Sn	0,001	0,001
Ni	0,001	0,001
Co	0,010	0,001
Na	0,010	0,002

Уменьшение концентрации ионов теллура и повышении температуры облегчат перенапряжение теллура и водорода и тем самым, сдвигая вправо поляризационные кривые, способствуют увеличению примесей. Оседание примесей, выделяющихся на катодном теллуре, заметно увеличивает выделение водорода на катоде. Потенциал теллура на платине по значению близок к равновесному потенциалу водородного электрода (в отличие от электрода из нержавеющей стали). В кислой среде восстановление комплексных ионов теллура ( $TeF_4$ ,  $TeF_6$ ) требует потенциала порядка 0,42 в.

Анализ электролитического теллура. Исследования электролитического теллура, полученного методом микроскопии из различных составов раствора показали, что состав осадка будет зависеть от условий электролиза и рода электрода. В процессе электролиза образуются новые зародки и в свою очередь расширяется поле кристаллов, увеличивающихся на гранях катода с наименьшей поверхностной энергией. Рентгеноструктурный анализ теллура показал, что величина поверхностной энергии на гранях обусловлена параметрами кристаллической решетки теллура.

Изучение осадков теллура и влияние осадков электроосаждения на степень дисперсности теллура показало изменение соотношения скоростей образования зародков и роста их в зависимости от плотности тока. Совокупность воздействия различных факторов (температура, электрод, состав ванны) на процесс кристаллизации теллура на катоде приводит к установлению некоторого равновесия, выражаемого величиной действующей поверхности осадка, которая будет тем больше, чем выше плотность тока. Повышение температуры влияет на структуру катодного осадка, очевидно потому, что с падением поляризации,



образуются более крупные кристаллы.

Метод рентгеноструктурного анализа показал, что при совместном разряде ионов теллура и водорода в структуре электролитического теллура обнаруживаются 19 линий интенсивности, а теллур первого сорта и двуокись теллура имели 41 линию интенсивности. Водород при высокой плотности тока выделяется на катоде, делает его крупным, искажает кристаллическую решетку и создает дополнительно внутреннее напряжение и деформацию осадка, так как водород в катодном теллуре распределяется неравномерно. Поглощение водорода в кислой фторидно-сульфатной среде в зависимости от  $D_k$  колеблется от 0,06 до 0,12%.

Нейтронно-активационный анализ показал, что по ядерной реакции  $Sb^{121}(n, \gamma) Sb^{122} \rightarrow Sb^{124}; Cu^{63}(n, \gamma) Cu^{64}$ , в образцах электролитического теллура можно обнаружить  $2,2 \cdot 10^{-2} Sb^{122}$ ,  $Sb^{124}$  и  $3,54 \cdot 10^{-4} Co^{60}$ .

Образцы электролитического теллура после облучения не подвергаются химическому разрушению при определении сурьмы и разрушаются при определении меди, кобальта и серебра.

Таблица 6

Результаты радио-активационного анализа электролитического ( $Te_{эл}$ ) и технического ( $Te_{техн}$ ) теллура

Элемент	Содержание микропримесей, %			
	Без химического разложения образца		С химическим разложением образца	
	$Te_{техн.}$	$Te_{эл}$	$Te_{техн.}$	$Te_{эл}$
Sb	$6,3 \cdot 10^{-2}$	$3,4 \cdot 10^{-2}$	$3,5 \cdot 10^{-2}$	$2,3 \cdot 10^{-2}$
Cu	-	-	$5,8 \cdot 10^{-2}$	$0,5 \cdot 10^{-2}$
Co	-	-	$4,4 \cdot 10^{-3}$	$3,54 \cdot 10^{-4}$
Ag	-	-	$2,5 \cdot 10^{-2}$	$0,3 \cdot 10^{-3}$

При достаточной концентрации двуокиси теллура, плотности тока и температуре получение более или менее удовлетворительных осадков обеспечивается достаточной степенью чистоты и электролитического теллура (табл.6). В электролитическом теллуре определение нейтронно-активационным методом малых ( $10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-3}$ %) количеств сурьмы, меди, кобальта и серебра имеет большое практическое и научное значения, так как в присутствии подавляющего количества других элементов не применимы непосредственно обычные методы анализа. Необходимо предварительно получить аналитический концентрат, то-есть отделить один или несколько определяемых элементов от основной массы теллура.

## Выводы

1. Установлено, что при выделении металлического теллура из кислого электролита уменьшение концентрации двуокиси теллура в растворе и понижение температуры снижает потенциал катода в электроотрицательную сторону. Поляризационные кривые свидетельствуют о протекании одновременно двух и более электрохимических реакций.

2. При различных концентрациях двуокиси теллура в растворе анодные поляризационные кривые имеют одинаковый наклон потенциала начала пассивации; кислорода на аноде выделяется при потенциале 1,9-2,0В (отн.нас.к.э.)

3. Найдено, что при 20 и 37°C и различных концентрациях фтористоводородной кислоты растворимость теллура в системе  $HF-TeO_2-H_2O$  увеличивается с ростом температуры.

4. Показано, что с увеличением концентрации двуокиси теллура  $HF-TeO_2-H_2O$  независимо от содержания фтористо-

водородной кислоты падает удельная электропроводность в системе.

5. Оптическим методом установлена зависимость условий электролиза от микроструктуры электролитического теллура.

6. Рентгеноструктурным методом определены параметры решетки ( $a=4,34 \text{ \AA}$ ;  $c=5,45 \text{ \AA}$  - гексагональная сингония), соответствующие данным теллура высокой чистоты.

7. Нейтронно-активационным методом в электролитическом теллуре найдены микропримеси изотопов сурьмы  $9,8 \cdot 10^{-2}\%$ , меди  $2 \cdot 10^{-2}\%$ , кобальта и серебра в  $0,9 \cdot 10^{-3}$ - $0,21 \cdot 10^{-4}\%$  I, I.  $10^{-3}\%$ .

8. Установлены оптимальные условия электролиза во фторидно-сульфатной среде на основании изучения рентгеноструктурным методом растворимости и электропроводности двуокиси теллура во фтористоводородной кислоте:  $TeO_2 - 1,2-1,5 \text{ н}$ ;  $HF - 500 \%$ ;  $H_2SO_4 - 200 \%$ ;  $t = 37^\circ C$ ;  $\Phi_k = 80-100 \text{ мВ/см}^2$ .

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ  
ПРИВОДИТСЯ В СТАТЬЯХ

1. ИМАМОВ Т.Х., АБРАРОВ О. Катодная поляризация теллура в кислой среде. "Узб.хим.ж.", № 5, стр.53, 1965
2. ИМАМОВ Т.Х., АБРАРОВ О. Изучение анодного поведения теллура в кислых средах. "Узб.хим.ж." № 6, стр.41, 1965
3. ИМАМОВ Т.Х., КРЫЛОВ Б.Е., СОЛОДОВНИКОВ А. Полярографическая приставка к осциллографу ЭНО-1 (определение Си, Ni, Со, и Mn). Изв.АН УзССР, серия физ.мат. наук, № 2, стр.38, 1964
4. ИМАМОВ Т.Х., АБРАРОВ О. Измерение электропроводности в системе  $HF-TeO_2$ , Узб.хим.ж., № 4, стр.44, 1967
5. ИМАМОВ Т.Х., АБРАРОВ О. Изучение растворимости двуокиси теллура в системе  $HF-TeO_2-H_2O$ , Узб.хим.ж. № 5, стр.53, 1967

Р.05511. Разрешено к печати 8/1-1968 года.  
Заказ № 8. Объем 1 печ.лист. Тираж 175 экземпляров.  
Ротапринт типографии ТашПИ. Ташкент, Якуба Колоса, 16.