

Введение Исследования по оптимизации синтеза тонких пленок оксида олова и халькогенидов металлов [1 - 3] требуют наличия экспрессных и экономичных методик измерения концентраций ионов металлов в водных растворах в широком диапазоне концентраций. Разработанный в настоящей работе метод измерения концентрации ионов олова в водных растворах необходим для измерения остаточной концентрации Sn(II) в системе $\text{SnSO}_4 - \text{H}_2\text{O} - \text{KOH}$ в зависимости от величины pH раствора. Полученные данные применены для построения математической модели системы с целью выбора оптимальных условий синтеза тонких пленок SnO_2 .

Экспериментальная часть

Оборудование

1. Автоматическая микропипетка объемом 0,50-5,00 мл;
2. Стаканы с меткой объемом 500 мл, 1000 мл.
3. Магнитная мешалка MM1.
4. Весы аналитические марки OHAUS Adventurer Pro AV264.
5. Рентгенофлуоресцентные спектрометры марок CYP-02 «Реном ФВ» и S2 Picofox .
6. pH - метр милливольтметр «pH-673.M»;
7. Центрифуга «Janetzki T23»

Реактивы

1. SnSO_4 (ч) ТУ 2623-033-00205067-2003.
2. CdI_2 (чда) ГОСТ 8421-57
3. KOH (хч) ГОСТ 24363-80

Растворы SnSO_4 CdI_2

Дистиллированная дегазированная вода. С целью изучения равновесий в гетерогенных системах в 36 стаканов помещали взвешенные с точностью до 0,0001 г навески SnSO_4 , после чего в каждый стакан добавляли 0,0950М раствор KOH в объемах указанных в табл.1. Объем смеси доводили до 100,0 мл дегазированной дистиллированной водой при комнатной температуре и стаканы герметично закрывали. Приготовленные растворы выдерживали в течение двух недель в герметичных условиях для установления равновесия. В течение двух недель растворы перемешивались ежедневно с помощью магнитной мешалки, причем магнит для перемешивания раствора находился внутри герметичного стакана. Методика подготовки образцов для проведения анализа на спектрометре S2 Picofox С помощью автоматической микропипетки последовательно отбирали 10,0 мкл раствора, начиная с максимальной концентрации, и помещали на диск из кварцевого стекла. Далее каплю высушивали с помощью теплого воздушного потока по методике, изложенной в работе [4]. После высушивания образец анализировали на рентгенофлуоресцентном спектрометре. Время измерения каждого образца составляло 200 с. Параметры рентгеновской трубки с анодом из молибдена: 50 кВ, 600 мкА. В качестве внутреннего стандарта для определения остаточных концентраций Sn(II) использовали раствор Cd(II) . Для приготовления этого раствора брали навеску ($m=1,8365$ г) йодистого кадмия (CdI_2) и растворяли ее в 500 мл дистиллированной воды ($C_{\text{CdI}_2}=0,0100$ моль/л). Аликвоту градуировочного раствора 5,00 мл смешивали с 10,00 мл раствора внутреннего стандарта. С помощью автоматической пипетки отбирали 5,00 мкл полученной смеси и наносили на кювету для РФА с внешней стороны [4]. В таблице 2 представлены сигналы олова и кадмия. По этим данным рассчитаны метрологические характеристики градуировочной функции, которые

представлены на рис. 1. Таблица 1 - Рецепт приготовления растворов Sn(II) для эксперимента по остаточной концентрации № Масса SnSO₄, г Конц. SnSO₄, М Объем КОН, мл Объем воды, мл

1	4	5	6	7	1	0,2160	0,00101	0	100	2	0,2186	0,00102		
1.0	99.0	3	0,2166	0,00101	2.0	98.0	4	0,2155	0,00100	3.0	97.0	5	0,2169	0,00101
4.0	96.0	6	0,2122	0,00099	5.0	95.0	7	0,2159	0,00101	6.0	94.0	8	0,2161	0,00101
7.0	93.0	9	0,2156	0,00100	8.0	92.0	10	0,2127	0,00099	9.0	91.0	11	0,2167	0,00101
10.0	90.0	12	0,2152	0,00100	11.0	89.0	13	0,2152	0,00100	12.0	88.0	14	0,2150	0,00100
13.0	87.0	15	0,2153	0,00100	14.0	86.0	16	0,2143	0,00100	15.0	85.0	17	0,2130	0,00099
16.0	84.0	18	0,2136	0,00099	17.0	83.0	19	0,2130	0,00099	18.0	82.0	20	0,2143	0,00100
19.0	81.0	21	0,2153	0,00100	20.0	80.0	22	0,2170	0,00101	21.0	79.0	23	0,2164	0,00101
22.0	78.0	24	0,2150	0,00100	23.0	77.0	25	0,2136	0,00099	24.0	76.0	26	0,2163	0,00101
25.0	75.0	27	0,2161	0,00101	26.0	74.0	28	0,2158	0,00100	27.0	73.0	29	0,2138	0,00100
28.0	72.0	30	0,2144	0,00100	29.0	71.0	31	0,2163	0,00101	30.0	70.0	32	0,2160	0,00101
31.0	67.0	33	0,2145	0,00100	32.0	68.0	34	0,2146	0,00100	33.0	67.0	35	0,2143	0,00100
34.0	65.0	36	0,2120	0,00099	50.0	50.0								

Рис. 1 - Зависимость приведенного сигнала Sn(II) от концентрации Sn(II) Таблица 2 - Концентрации стандартных растворов SnSO₄ и сигналы олова и кадмия № C(SnSO₄), моль/л Сигнал Sn(II), имп/сек Сигнал Cd(II), имп/сек

1	0.01	3443	4019	2	0.008	3171	4204	3	0.0061	2258	3297	4	0.003	1852	3648	5	0.001	1045	2538	6	0.0008	701	1743	7	0.0006	858	2182	8	0.0003	676	1889	9	0.0001	747	2189
---	------	------	------	---	-------	------	------	---	--------	------	------	---	-------	------	------	---	-------	------	------	---	--------	-----	------	---	--------	-----	------	---	--------	-----	------	---	--------	-----	------

Закключение
Разработана методика анализа ионов олова(II) в водных растворах в области концентраций Sn(II) = 1.00*10⁻² - 0.75*10⁻³ моль/л без предварительного концентрирования и разделения элементов.