

РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ СИНТЕЗА И ГЛУБОКОЙ ОЧИСТКИ SnI_2

Мастрюков М.В., Никонов К.С., Бреховских М.Н.

Институт общей неорганической химии им.Н.С. Курнакова Российской Академии Наук,
119991, Москва, Ленинский просп., 31
e-mail: volkodav007@yandex.ru

Дийодид олова является перспективным материалом для различных областей электроники и оптики, в которых требуется SnI_2 особой чистоты. Однако технологические методы синтеза и глубокой очистки практически отсутствуют.

Изучены три метода синтеза SnI_2 : взаимодействие олова с йодоводородной кислотой, осаждением водой и последующей сушкой; синтез при атмосферном давлении из элементов; синтез в статическом вакууме в трехсекционной ампуле. Полученные образцы SnI_2 очищены методом высокотемпературной ректификации на тарельчатой колонне из ос.ч. кварца.

По данным РФА фазовый состав соответствует SnI_2 . Примесный состав определяли атомно-эмиссионным методом на спектрометре с индуктивно связанной плазмой iCAP 6300 Duo (Thermo).

С целью оценки эффективности ректификационной очистки были рассчитаны идеальные коэффициенты разделения α для системы жидкость - пар на основе SnI_2 для трудноудаляемых примесей: Al, Pb, Cu, Fe, представленные в табл. 1. Коэффициенты разделения были определены методом равновесной перегонки в ампуле.

Показана возможность получения иодида олова (II) высокой чистоты с помощью высокотемпературной ректификации. Подобрано оборудование и определены режимы ректификации. Определены коэффициенты распределения трудноочищаемых примесей ионов Al^{3+} , Pb^{2+} , Cu^+ , Fe^{2+} . Получены и охарактеризованы образцы особо чистого SnI_2 с содержанием микропримесей 10-3 масс. %.

Примесь	AlI_3	PbI_2	CuI	FeI_2
$T_{\text{пл}}$	188,3	412	605	592
Концентрация, масс. %	0,15	0,20	0,15	0,10
$\alpha_{\text{эксп.}}$	0,34±0,01	0,68±0,01	0,76±0,01	0,2±0,01

Таблица 1. Коэффициенты равновесного разделения жидкость-пар растворов на основе SnI_2