

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕЛЕНА В ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СЕЛЕНОХРОМИТОВ

К.К. Кабдулкаримова, Н.М. Омарова, Р.Т. Динжуманова

Семипалатинский государственный университет им. Шакарима, г. Семипалатинск,
Республика Казахстан

Полупроводниковые материалы играют важную роль в развитии современной науки и техники. Их применение открывают принципиально новые возможности для создания приборов, управляемых оптическими, электрическими, магнитными воздействиями в самых различных комбинациях.

Разработка надежных и правильных методов анализа полупроводников приведет к возможности контролировать синтез образцов полупроводников, получать образцы с заданным составом и свойствами, а также надежно связывать их физические свойства с химическим составом.

Целью настоящей работы является разработка экстракционно-рентгенофлуоресцентного анализа селена, сочетающих экстракцию селена расплавом смеси метилизобутилкетона (МИБК) с парафином с последующим рентгенофлуоресцентным определением. Известные фотометрические методы определения селена с применением о-фенилендиамина и 3,3'-диаминобензидина [1,2] неудобны в повседневной практике вследствие легкой окисляемости реагентов и селеновых комплексов на воздухе, обладают недостаточной экспрессностью.

Селен при азотнокислом разложении полупроводников (хромовых халькогенидов) находится в виде селенистой кислоты. Экстракция селенистой кислоты расплавом смеси МИБК с парафином исследована в зависимости от различных факторов: кислотности среды, концентрации селена и реагента, времени контакта фаз и соотношения их объемов, температуры. Экстракцию проводили в закрытых экстракционных сосудах в условиях термостатирования. На основании полученных результатов установлены следующие оптимальные условия извлечения селена: время установления равновесия в экстракционной системе 1-2 мин. Селен извлекается количественно из 7М НС1 при соотношении объемов фаз в интервале от 1:1 до 1:50 и температуре 60-80 °С. Экстрагентом предложена смесь 2М метилизобутилкетона с парафином. Также изучена экстракция селена из кислых растворов расплавами смесей мети-

лэтилкетона (МЭК), метилбутилкетона (МБК) с парафином.

Техника эксперимента заключалась в следующем: в экстракционный сосуд с притертыми пробками емкостью 25 мл, соединенный с термостатом помещали раствор селена с заданным значениям кислотности водной фазы и после достижения необходимой температуры к раствору прибавляли определенную навеску МИБК с парафином. После плавления экстрагента проводили экстракцию в течение 3 минут. По охлаждению экстракционной системы фазы разделяем и проводили анализ раствора на содержание ионов селена фотометрическим методом. Концентрацию селена в органической фазе определяли рентгенофлуоресцентным методом. Регистрацию интенсивности аналитических линий селена проводили на рентгеновском спектрометре СРМ-20 в следующем режиме: напряжение 40 кВ, анодный ток 60 мА, рентгеновская трубка БХВ-7 (Pd), аналитическая линия SeK $\alpha_{1,2}$. Анализ проводили по методу внешнего стандарта.

Разработанный метод позволяет проводить анализ единичных кристаллов селенохромитов металлов с достаточной экспрессностью, воспроизводимостью и правильностью. Устойчивость экстрагентов и экстрактов при повышенных температурах и во времени обеспечивает документальность проб, что важно для проведения массового аналитического контроля за синтезом полупроводниковых материалов.

На основании полученных экспериментальных данных было установлено, что формирование различной структуры металлического серебра в процессе проявления микрокристаллов AgHal зависит как от условий проведения ФХО, так и от морфологии и формы самих кристаллов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Марченко З. Фотометрическое определение элементов. – М.: Мир, 1971. – 347 с.
2. Назаренко И.И. Ермаков А.Н. Аналитическая химия селена и теллура. – М.: Наука, 1971. – 84 с.