**Оптимизация методики синтеза анодного оксида олова в водном растворе щавелевой кислоты**

***Кривоколиско К.В.***

*Студент, 2 курс бакалавриата*

*Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,*

*Факультет наук о материалах, Москва, Россия*

*E-mail: k.krivokolisko@mail.ru*

Анодный оксид олова представляет интерес для создания газовых сенсоров благодаря своей пористой структуре и нестехиометрии, которая способна обеспечить высокую чувствительность. Целью работы являлась оптимизация методики синтеза плёнок из оксида олова посредством анодирования Sn в 0,1 М растворе щавелевой кислоты H2C2O4.

Синтез проводили в двухэлектродной электрохимической ячейке, где в качестве анода использовалась оловянная пластинка (99,99 %). Анодирование проводилось при температуре 5 °C в потенциостатическом режиме с варьированием напряжения от 6 до 12 В и протёкшего заряда в диапазоне 50–400 Кл. Использование щавелевой кислоты в качестве электролита обусловлено тем, что формирование пористой структуры анодного оксида олова возможно в кислой среде, а оксалат-анионы C2O42- могут адсорбироваться на поверхности оксидной плёнки, изменяя её состав и, следовательно, функциональные свойства. Химическая схема процесса включает следующие стадии: на аноде (1), на катоде (2), суммарный процесс (3) и побочный процесс (4).

Sn + (x+y)H2O – (2x)e → SnOₓ·yH2O + (2x)H+  (1)

2H+ + 2e → H2 (2)

Sn + (x+y)H2O → SnOₓ·yH2O + xH2 (3)

SnOx·yH2O + (2х-1)H2C2O4 → (х-1)H2[Sn(C2O4)3] + (2-х)SnC2O4 + (y+х)H2O (4)

По окончании процесса анодирования образцы промывались дистиллированной водой для удаления остаточных компонентов электролита и высушивались на воздухе.

Исследование образцов методом растровой электронной микроскопии показало неизменность пористости и среднего диаметра пор при варьировании напряжения анодирования (прошедший заряд везде 400 Кл), однако полученные при 10–12 В плёнки становились рыхлыми и неоднородными, а при 6 В процесс анодирования был менее эффективным, так как занимал больше времени. Следовательно, оптимальным значением напряжения оказалось 8 В. Хроноамперограммы анодирования при этом напряжении и зарядах от 100 до 400 Кл демонстрируют увеличение силы тока при превышении 50 Кл, что может быть связано с растворением формируемой оксидной плёнки в щавелевой кислоте. Это предположение косвенно подтверждается снижением интенсивности пиков SnOx по данным рентгенофазового анализа (РФА) вследствие уменьшения толщины оксида в образцах, синтезированных при больших значениях протёкшего заряда. Также в результате РФА было установлено, что все образцы демонстрируют наличие пиков, соответствующих оксиду олова SnO2, однако данные пики значительно уширены. Это свидетельствует о слабой кристалличности полученных плёнок и их сильной нестехиометрии. Методом ИК-спектроскопии было обнаружено, что при увеличении заряда от 50 до 400 Кл при постоянном напряжении анодирования 8 В наблюдается усиление полос в области 1600–1300 см⁻¹, связанных с –COO⁻, и полос в области 3500–3200 см⁻¹, соответствующих –OH, что указывает на рост содержания оксалат-анионов и гидроксильных групп в структуре поверхностного слоя плёнки.

Таким образом, оптимальные условия синтеза в 0,1 М растворе щавелевой кислоты – напряжение 8 В и заряд 50 Кл, обеспечивающие образование пористой плёнки с максимально однородной микроструктурой. Применение методов РЭМ, РФА и ИК позволило установить связь между условиями синтеза, морфологией, фазовым составом и наличием примесей в поверхностном слое полученных анодных плёнок.