

## SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> SİSTEMİNİN TƏDQİQİ

Ş.H.Məmmədov, H.R.Qurbanov

*AMEA-nın Kimya Problemləri İnstitutu*

*SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> sistemi tam qatılıq intervalında tədqiq edilmiş və ilk dəfə olaraq sistemin hal diaqramı qurulmuşdur. Müəyyən olunmuşdur ki, sistemin 1:1 nisbətində 825K temperaturda konqruent əriyən SnPbSb<sub>4</sub>S<sub>8</sub> tərkibli birləşmə və 80 mol% PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> intervalında həllolma sahəsinə malik bərk məhlul alınmışdır. Alınmış birləşmənin və bərk məhlulun qəfəs tipi müəyyənləşdirilmiş və qəfəs sabitləri hesablanmışdır.*

SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> sistemi əvvəller öyrənilməmişdir. Bu sistemi öyrənmək üçün götürülmüş üçlü birləşmələr, saf, təmiz elementlərdən sintez olunmuşdur: Sn-B4, Sb-Cy-4, S-B5, Pb-C-000. Üçlü birləşmələrin sintezi haqqında ədəbiyyat qaynaqlarında kifayət qədər məlumat verilmişdir. SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – komponenti sintez olunduqdan sonra müəyyən olunmuşdur ki, ədəbiyyat mənbələrinə uyğun olaraq ortorombik sinqoniyada kristallaşır və qəfəs sabitləri  $a=25,64 \text{ \AA}$ ,  $b=20,38 \text{ \AA}$ ,  $c=3,89 \text{ \AA}$ -dir [1]. PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – birləşməsi isə ortorombik sinqoniyada kristallaşır və qəfəs sabitləri  $a=19,6 \text{ \AA}$ ,  $b=7,99 \text{ \AA}$ -dir [2]. SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – birləşməsi inkonqruent birləşmə olub, 785K temperaturda, PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – birləşməsi isə konqruent birləşmə olub 895K temperaturada əriyir.

### TƏCRÜBƏNİN METODİKASI

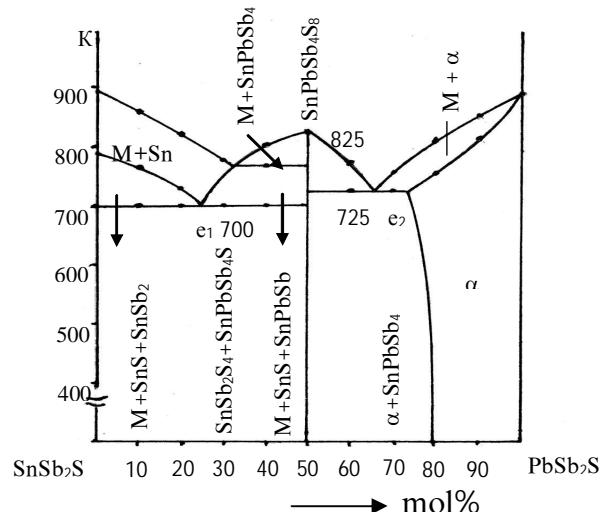
SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> sisteminin ərintilərindən ibarət nümunələri sintez etmək üçün SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> və PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – ilkin maddələrindən istifadə edilmişdir. SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> sistemindən 18 nümunə sintez edilmişdir. Sintez havasızlaşdırılmış (0,013Pa) kvars ampulada aparılmışdır. Ərintiləri almaq üçün hər birinin sintezi 2 saat davam etdirilmiş və sintez zamanı qarşılıqlı təsirin tam başa verması üçün ampula bir neçə dəfə mexaniki qarışdırılmışdır.

Alınmış ərintiləri tam tarazlıq halına götürmək üçün 600K temperaturada 250 saat dəmlənmişdir. Tədqiqat işində Diferensial termiki (DTA), rentgenfaza (RFA), mikroquruluş (MQA) analiz metodlarından, sixlığın və mikrobərkliyin ölçülməsindən istifadə edilmişdir. RFA «Dron-2» difraktometri vasitəsilə aparılmışdır. Bu zaman CuK $\alpha$  şüalanmasından və Ni filtrindən istifadə edilmişdir. DTA üçün HTP-75 pirometrindən istifadə edilmişdir. Qızdırılma surəti 9dər./dəq olmuşdur.

MQA analizi «MİM-7» mikroskopunda aparılmışdır. Mikrobərklik isə «PMT-3» ci-hazında ölçülmüşdür.

### ALINMIŞ NƏTİCƏLƏR VƏ ONLARIN MÜZAKİRƏSİ

Fiziki-kimyəvi analizin metodlarından istifadə edərək SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> sisteminin hal diaqramı qurulmuşdur.



Şəkil 1. SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub>-PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> sisteminin hal diaqramı

Hal diaqramından göründüyü kimi sistemin 1:1 nisbətində SnPbSb<sub>4</sub>S<sub>8</sub> tərkibli bir birləşmə əmələ gəlir. SnPbSb<sub>4</sub>S<sub>8</sub> birləşməsi termiki analizin nəticəsinə əsasən 825K temperaturunda əriyir. Eyni zamanda sistemdə iki evtektika alınmışdır.

Evtektik nöqtənin koordinatları: 65 mol%-PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> 725K, 25 mol%-PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> 700K. İlkin komponentlərin və sintez olunmuş ərintiləri fiziki-kimyəvi analiz metodları ilə aparılan tədqiqat göstərmişdir ki, onların əsasında məhdud həllolma sahəsi mövcuddur. SnPbSb<sub>4</sub>S<sub>8</sub> birləşməsi, PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> birləşməsində otaq temperaturunda 20mol%-ə qədər həll olaraq bərk məhlul əmələ gətirir. Evtektika temperaturunda SnPbSb<sub>4</sub>S<sub>8</sub> həll olması 26%-ə qədər artır.

SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub>-PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> sisteminin 0-50 mol% SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> hissəsi mürəkkəb fiziki-kimyəvi qarşılıqlı təsirlə xarakterizə olunur. SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> birləşməsi peritektik reaksiya ilə əmələ gəlir. Ona görə də temperatur aşağı düşdükdə SnS-in ilkin

kristallaşması baş verir. Temperatur 785K-dən 700K-nə endikdə SnS sərf olunaraq maye ilə SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> üçlü birləşməsini əmələ gətirir.

Ona görə də sistemin bu hissəsinin subsolidus hissəsində iki faza birlikdə kristallaşır. Məhz, bu mənada SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub>-PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> sistemini qismən kvazibinar kəsik adlandırmış olar.

Alınmış SnPbSb<sub>4</sub>S<sub>8</sub> birləşməsinin və 80 mol% PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> bərk məhlulun qəfəs tipi müəyyənləşdirilmiş və qəfəs sabitləri hesablanmışdır. Müəyyən olunmuşdur ki, SnPbSb<sub>4</sub>S<sub>8</sub>

birləşməsi ortorombik sinqoniyada kristallaşır və qəfəs sabiti  $a=19,68 \text{ \AA}$ ,  $b=7,91 \text{ \AA}$ . 80 mol% PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> bərk məhlulu isə ortorombik sinqoniyada kristallaşır və qəfəs sabiti  $a=19,64 \text{ \AA}$ ,  $b=7,96 \text{ \AA}$  bərabərdir.

### ƏDƏBİYYAT SİYAHISI

- Smith, Parise I. Aito Crystallogr. Sec. B Structural Science. 1985. Vol. 41. P.84.
- Кребс Г. «Основы кристаллохимии неорганических соединений» М.: Мир. 1971.

### ИССЛЕДОВАНИЕ СИСТЕМЫ SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub>

**Ш.Г.Мамедов, Г.Р.Гурбанов**

*Физико-химическими методами анализа изучена и впервые построена диаграмма состояния в системе SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub>-PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub>. В указанной системе при соотношении 1:1 было получено конгруэнтное соединение состава SnPbSb<sub>4</sub>S<sub>8</sub>. Кроме того, на основе PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> получен 80 моль% твердого раствора. Изучены параметры кристаллической решетки соединения SnPbSb<sub>4</sub>S<sub>8</sub> и твердого раствора на основе PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> (80 моль%) и определены их сингонии.*

### ANALYSIS OF SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> SYSTEM

*Sh.H.Mammadov, H.R.Gurbanov*

*Through the use of physical – chemical analysis, the state diagram of SnSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> – PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> system has been constructed for the first time. In the system, at 1:1 correlation SnPbSb<sub>4</sub>S<sub>8</sub> congruent compound has been obtained. Melting temperature of the compound is 825K. In the system, on the base of 80 %mol PbSb<sub>2</sub>S<sub>4</sub> a solid solution has been obtained. The cell type of the solid solution and the obtained compound determined and the cell constants calculated.*