

-диметил-7-оксабицикло[3.3.1]нонан-9-ола // Ж.Структ. Химии. 1991. Т. 32, № 5. С. 167-168. [Buranbaev M.Zh., Gladiy Yu.P., Omarov T.T. Conformational effect of 2,4-diphenyl-3-aza-6,6-dimethyl-7-oxabicyclo [3.3.1] nonan-9-ol // J. Struct. Chemistry. 1991.V. 32, No. 5. P. 167-168].

3. Гладий Ю.П., Яловенко Е.Г., Литвиненко Г.С. Рентгеноструктурное исследование 10-метил-транс-декагидрохинолинона-5 и его эпимерных по С(5) спиртов // Кристаллография. 1991. Т. 36. вып. 2, С. 399-403. [Gladiy Yu.P., Yalovenko E.G., Litvinenko G.S. X-ray diffraction study of 10-methyl-trans-decahydroquinolinone-5 and its epimeric C (5) alcohols // Crystallography. 1991.Vol. 36. issue. 2, P. 399-403].

4. Буранбаев М.Ж., Гладий Ю.П., Омаров Т.Т. Кристаллическая и молекулярная структура 2,4-

дифенил-9-амин-3- азабицикло[3.3.1]нонана// Ж.Структ. Химии, 1989. Т. 30. № 6. С.168-180. [Buranbaev M.Zh., Gladiy Yu.P., Omarov T.T. Crystal and molecular structure of 2,4-diphenyl-9-amin-3-azabicyclo [3.3.1] nonane // J. Strukt. Chemistry, 1989. Т. 30. No. 6. P.168-180.].

5. HyperChem for Windows. Release 8.0. Hypercube Inc. 2007.

6. Гладий Ю.П. Анализ образования структур из молекул алифатически-ароматических полиэфиров// Технологии и качество. 2019. №2 (43). С. 12 - 16. [Gladiy YU.P. Analiz obrazovaniya struktur iz molekul alifaticheski-aromaticheskikh poliefirov// Tekhnologii i kachestvo. 2019. 2 (43): 12 - 16. (In Russ).]

СИНТЕЗ И ПОЛУЧЕНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ PrSbSe₃

Садыгов Фуад Микаил

д.х.н., проф., кафедры

«Общей и неорганической химии

Бакинский государственный университет,

Баку

Мамедова Гулер Велиядин

магистр кафедры

«Общей и неорганической химии

Бакинский государственный университет,

Баку

Исмаилов Закир Ислам

к.т.н.доцент, кафедра

«Общей и неорганической химии

Бакинский государственный университет,

Баку

АННОТАЦИЯ

По совокупности результатам физико-химического анализа синтезировали соединение состава PrSbSe₃ и его монокристаллы методом химических транспортных реакций (ХТР). На монокристаллических образцах по дифрактограмме определены параметры ромбической решетки: a=11,65, b=11,24, c=4,13.

По разверткам слоевых линий типа ПКЕ определена пространственная группа, которая соответствует Pnma.

ABSTRACT

Based on the results of physicochemical analysis, a compound of PrSbSe₃ composition and its single crystals were synthesized by chemical transport reactions (CTP). On single-crystal samples, the rhombic lattice parameters were determined from the diffractogram: a = 11.65, b = 11.24, c = 4.13.

Based on the scans of layered lines of the PKE type, a spatial group is determined that corresponds to Pnma.

Ключевые слова: синтез, состав, анализ, монокристалл, температура

Keywords: synthesis, composition, analysis, single crystal, temperature

Введение:

Селениды сурьмы и редкоземельных элементов являются перспективными материалами для полупроводниковой техники [1-3]. Среди них сесквиселенидов висмута и Р.З.Э соединения со своеобразными термоэлектрическими и гальвано магнитными свойствами [4-8]. Получение на их основе материалов является актуальной задачей и требует фундаментальных поисков.

Цель исследования

Целью настоящей работы является, синтез и получение монокристаллов PrSbSe₃ и исследование их электрофизических свойств.

Материалы и методы исследования:

Исходные образцы системы синтезировали из элементов высокой степени чистоты, Sb-B4, Se-B-4.

Синтез PrSbSe₃ осуществляли сплавлением эквимольных количеств Sb₂Se₃ с PrCl₃. Sb₂Se₃ получали сплавлением стехиометрических количеств элементов []. Sb₂Se₃ и PrCl₃ помещали

в кварцевый стаканчик вставленный в кварцевый реактор с отводной трубкой, для выделяющегося во время реакции $SbCl_3$. Предварительно перед синтезом раствор продували аргоном. Затвор

склянки Тищенко подсоединяли к водоструйному насосу. Синтез проводили при 1150K в течение 4-5ч. Синтеза провели на установке, схема которой приведено на рис. 2.

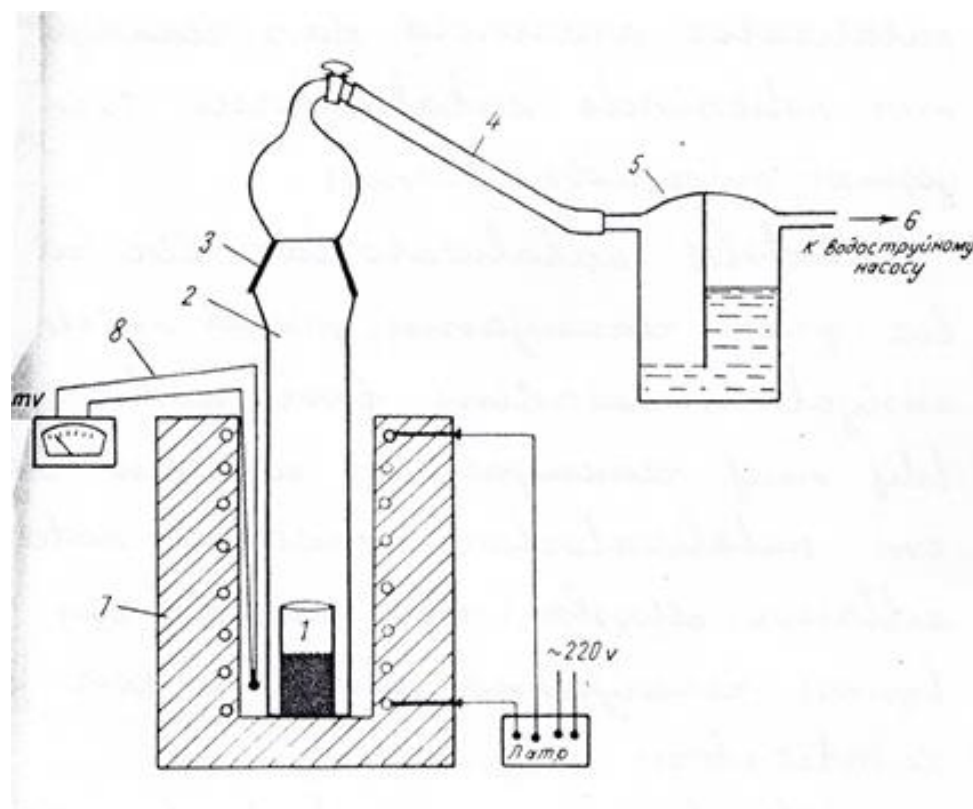
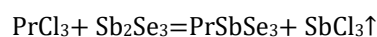


Рис. 2 схема установки для проведения косвенного синтеза с реакцией обменного разложения. 1 кварцевый стакан, 2. Кварцевый реактор; 3-цилиф и шарообразная часть 4-отводная трубка 5- склянка Тищенко, 6-водоструйный насос, 7- печь, 8-термопара

Полученные образцы исследовали комплекс методами физико-химического анализа. Рентгеновский анализ проводили на поликристаллических и монокристаллических образцах $PrSbSe_3$. Дифрактограммы поликристаллов и монокристаллов снимали на дифрактометре ДРОН-2 в СИКА излучения.

Результаты и обсуждение

В процессе сплавления Sb_2Se_3 и $PrCl_3$ происходит сложное взаимодействие, которое может быть выражено следующим уравнением реакции



При комнатной температуре $PrSbSe_3$ порошок темно-серого цвета с плотностью $5,9 \text{ г/см}^3$, на воздухе устойчив, не взаимодействует с водой и органическими растворителями (ацетоном, бензолом, этиловым спиртом), разлагается минеральными кислотами (HCl , H_2SO_4 , HNO_3) с выделением H_2S . Монокристаллы $PrSbSe_3$ получали методом ХТР (химических транспортных реакций), транспортером служил йод в количестве $0,004 \text{ г/см}^3$ от объема ампулы. Режим роста устанавливался опытным путем таблица 1.

Таблица 1.

Соединение	Рассчитано, вес.%			Найдено, вес.%		
	Pr	Sb	Se	Pr	Sb	Se
$PrSbSe_3$	39,83	33,60	26,57	39,62	33,94	26,44
Соединение	Рассчитано, вес.%			Найдено, вес.%		
	Pr	Sb	Se	Pr	Sb	Se
$PrSbSe_3$	39,83	33,60	26,57	39,62	33,94	26,44

Результаты индирования рентгенограмм приведены в таблице 2.

Таблица 2.

Рентгенографические данные соединения

θ	I	$1/d_{\text{теор}}^2$	$1/d_{\text{эксп}}^2$	hkl	θ	I	$1/d_{\text{теор}}^2$	$1/d_{\text{эксп}}^2$	hkl
13,9	10	0,0614	0,0588	001	40,4	1	0,4460	0,4440	242
16,0	8	0,0806	0,0805	020	42,1	1	0,4780	0,4750	052
18,1	2	0,1030	-	-	43,3	1	0,5130	0,5130	342
18,6	3	0,1080	0,1110	121	47,3	5	0,5740	0,5810	062
20,6	6	0,1320	0,1330	310	48,3	3	0,6090	0,6120	442
22,6	9	0,1580	0,1540	040	51,1	1	0,6450	0,6510	640
25,1	2	0,1920	0,1840	301	54,3	1	0,7050	0,7050	362
25,7	3	0,2030	0,2080	240	56,1	1	0,7300	0,7340	701
27,3	6	0,2240	0,2230	400	58,3	2	0,7700	0,7700	622
30,9	8	0,2790	0,2810	401	60,1	2	0,7940	0,7950	651
31,3	4	0,2900	0,2900	202	63,1	1	0,8460	0,8430	660
34,1	6	0,3360	0,3370	321	64,9	1	0,8920	0,8860	642
34,9	10	0,3500	0,3470	606,251	70,1	1	0,9440	0,9440	004
39,1	2	0,4200	0,4210	161					

На монокристаллических образцах по дифрактограмме определены параметры ромбической решетки: $a=8,52$, $b=10,20$, $c=4,13\text{Å}$.

По развёрткам слоевых линий типа $hk0, hk1, hk2, hk3$ определена пространственная группа, которая соответствует $Pnma$.

Выводы:

По результатам рентгеновского анализа определены параметры ромбической решетки: $a=8,52$, $b=10,20$, $c=4,13\text{Å}$ и пространственная группа, которая соответствует $Pna2$ или $Pnma$.

Список литературы:

1. Ярембаш Е.И., Елисеев А.А. «Халькогениды редкоземельных элементов». М.: Наука 1975, 275 с.
2. Абрикасов Н.Х., Банкина В.Ф., Порецкая Л.В. «Полупроводниковые халькогениды и сплавы на их основе». М.: Наука 1975, 220 с.
3. Гольцман Б.М., Кудинов В.А., Смирнов И.А. «Полупроводниковые термоэлектрические материалы на основе Bi_2Te_3 ». М.: Наука 1972, 320 с.
4. Kulbachinskii V. A., Kytin V. G., Kudryashov A. A., Tarasov P.M. Thermoelectric properties of Bi_2Te_3 , Sb_2Te_3 and Bi_2Se_3 Single Crystals with Magnetic Impurities 9TH European Conference on

Thermoelectrics: ect 2011. AIP Conference Proceedings, Volume 1449, pp. 95-98 (2012).

5. Андреев О.В., Халиков А.И., Лактионов Ф.В., Щурова М.А. Измерение электропроводности и термо-ЭДС: Учебно-методический комплекс. Методические указания для студентов направления 020100.68 «Химия». Тюмень: Издательство Тюменского государственного университета, 2012, 44 с.

6. А. М. Прохоров Компенсационный метод измерения // Большая Советская энциклопедия (в 30 т.) — 3-е изд. — М: Сов. энциклопедия, 1973. Т. XII. ,624 с.

7. Ганбарова Г.Т., Садыгов Ф.М., Ильяслы Т.М., Исмаилов З.И. Электрофизические свойства твердых растворов на основе Bi_2Se_3 , Кинетика и механизм кристаллизации / Тезисы докладов VIII Межд. Науч. Конф., Иваново, Россия, 2014, с.65-66

8. Ганбарова Г.Т., Садыгов Ф.М., Ильяслы Т.М., Исмаилов З.И., Юсифов Ю.А. Система Bi_2Se_3-NdSe / Ümummilli Lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 91-ci ildönümünə həsr olunmuş "Müasir Kimya və biologiyanın aktual problemləri" beynəlxalq elmi konfrans, Gəncə, 2014, s 9-13