

СИНТЕЗ И КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$

Р.А.Исмайылова, *Г.Р.Гурбанов

Институт физики Национальной АН Азербайджана
*Азербайджанская государственная нефтяная академия

Впервые комплексом физико-химических методов анализа в широком интервале температур изучено четверное соединение $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$, которое образуется при соотношении исходных компонентов (Gd_2Te_3 , Sb_2Se_3) 1:1. Методом химических транспортных реакций (ХТР) получены монокристаллы соединения $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$. Определены параметры элементарной ячейки соединения $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$, кристаллизующегося в гексагональной решетке: $a = 4.17$, $c = 29.93$ Å.

При исследовании системы Gd_2Te_3 – Sb_2Se_3 было обнаружено, что при соотношении компонентов 1:1 образуется четверное соединение $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ [1].

Табл.1. Сведения о кристаллической структуре исходных компонентов

Соединение	Сингония	Пр. гр.	Параметры электронной ячейки, Å		
			a	b	c
Gd_2Te_3	кубическая	–	9.42	–	– [1]
Sb_2Se_3	ромбическая	Pnma	11.57	11.70	3.998 [2]

В настоящей работе представлены результаты исследования условий синтеза и выращивания монокристалла соединения $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$. При синтезе были использованы химические элементы особой чистоты – Gd - «M-0», Sb - «B4», Te - «B4» и Se - «B4».

Соединение $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ получено из элементов в вакуированных (~0.133 Па) кварцевых ампулах визуально-комбинированным методом [3].

Синтез соединения $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ проводили в температурном интервале 1000–1200 К в течение 2.5 час при постоянном перемешивании.

Полученное соединение отжигали при 700 К в течение 240 ч. Отожженное соединение изучали методами дифференциально-термического (ДТА), рентгенофазового (РФА), микроструктурного (МСА) анализов и измерением микротвердости.

ДТА проводили на приборе НТР-75, используя хромель-алюмелевые термопары. Скорость программированного нагревания составляла 9 град/мин. Эталонном служил оксид алюминия. РФА проводили

на рентгендифрактометре модели ДРОН-3 в CuK_{α} излучении с Ni-фильтром. МСА проводили на микроскопе МИМ-7, а измерения микротвердости – микротвердомере ПМТ-3. Плотность соединения $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ определяли пикнометрическим взвешиванием, наполнителем служил толуол.

Синтезированное соединение $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ устойчиво на воздухе, растворяется в минеральных кислотах. Органические растворители практически не действуют на соединение $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$.

Для получения монокристаллов $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ оптимальный режим установки по результатам исследования поликристаллических образцов.

Монокристаллы $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ выращивали методом химических транспортных реакций (ХТР) при следующем режиме: температура горячей зоны 850 К, а холодной – 600К. В качестве транспортирующего агента использовали иод с концентрацией 5 мг/см³ (табл. 2).

Механизм получения монокристаллов $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ методом ХТР можно представить следующей реакцией:

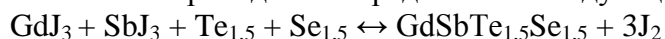


Табл. 2. Режим выращивания монокристаллов GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}

Соединение	T _{пл} , К	Темпер. режим		Носитель, ~ 5мг/см ³	Время, ч.	Размер моно- кристаллов, мм ³
		T ₁ , К	T ₂ , К			
GdSbTe _{1,5} Se _{1,5}	870	600	850	J ₂	72	2x6x0.7

В результате проведенных рентгенографических исследований выращенных монокристаллов установлено, что GdSbTe_{1,5}Se_{1,5} кристаллизуется в гексагональной сингонии в структурном типе

Sb₂Te₃ с параметрами элементарной ячейки a = 4.17 Å, c = 29.93 Å. Пространственная группа симметрии P3m. Кристаллографические характеристики соединения GdSbTe_{1,5}Se_{1,5} приведены в табл. 3.

Табл. 3. Межплоскостные расстояния и интенсивности соединения GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}

№	2θ	θ	I ₀	d _{изм.}	h _{kl}
1	8.86	4.43	10	9.9800	003
2	17.78	8.89	25	4.9884	006
3	25.24	12.62	20	3.5284	102
4	27.54	13.77	80	3.2387	104
5	28.90	14.45	100	3.0893	105
6	31.96	15.98	15	2.8002	107
7	36.02	18.01	30	2.4933	0.0.12
8	36.50	18.25	15	2.4616	109
9	39.10	19.55	35	2.3037	1.0.11
10	41.16	20.58	10	2.1931	1.0.10

№	2θ	θ	I ₀	d _{изм.}	h _{kl}
11	43.40	21.70	18	2.0849	110
12	45.56	22.78	12	1.9910	0.0.15
13	48.00	24.00	5	1.8953	117
14	52.40	26.20	5	1.7460	119
15	53.00	26.50	8	1.7277	205
16	54.10	27.05	5	1.6951	206
17	55.30	27.65	10	1.6611	0.0.18
18	58.20	29.10	5	1.5851	209
19	61.50	30.75	5	1.5077	1.0.18

Полученные кристаллы подвергали химическому анализу [4], результаты которого приведены в табл. 4.

Табл. 4. Результаты химического анализа монокристаллов GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}

Формула соединения	Химический состав, масс %							
	вычислено				найдено			
	Gd	Sb	Te	Se	Gd	Sb	Te	Se
GdSbTe _{1,5} Se _{1,5}	26.71	20.67	32.50	20.12	24.87	19.98	33.68	21.38

ЛИТЕРАТУРА

1. Бахтиярлы И.Б., Исмайлова Р.А., Гасымов В.А., Гейдарова Э.А. // Журн. неорган. химии. 2009. Т. 45. № 7. С. 806-809.
2. Рустамов П.Г., Алиев О.М., Эйнуллаев А.В., Алиев И.П. Хальколантанаты редкоземельных элементов. М.: Наука. 1989. 284 с.
3. Рустамов П.Г., Мардахаев Б.Н., Сафаров М.Г. // Изв. АН СССР. Неорган. материалы. 1967. Т. 3. С. 479.
4. Дымов А.М. Технический анализ руд и металлов. М.: Металлургиздат. 1949.

GdSbTe_{1,5}Se_{1,5} BİRLƏŞMƏSİNİN SİNTEZİ VƏ KRİSTALLİK QURULUŞU***R.Ə. İsmaylova, Q.R. Qurbanov***

Fiziki-kimyəvi analizin kompleks metodları ilə $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ birləşməsi tədqiq edilmişdir. $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ birləşməsi ilkin komponentlərin (Gd_2Te_3 , Sb_2Se_3) 1:1 nisbətində alınır. Kimyəvi qazdaşımı reaksiyası metodu ilə $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ birləşməsinin monokristalları alınmışdır. birləşməsinin qəfəs parametrləri hesablanmış və sinqoniyası müəyyən edilmişdir. Birləşmə heksaqonal sinqoniyada kristallaşır və qəfəs parametrləri $a = 4.17$, $c = 29.93$ Å.

SYNTHESIS AND CRYSTALIC STRUCTURE OF $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ ***R.A. Ismailova, G.R. Kurbanov***

The quadruple compound $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ has first ever been examiner by dint of complex physical-chemical methods. The compound above is formed at ratio 1:1 of initial components. Using a method of chemical transport reactions, monocrystals of $GdSbTe_{1,5}Se_{1,5}$ have been obtained that are crystallized in hexagonal lattice with parameters of elementary cell : $a = 4.17$, $c = 29.93$ Å.