

## InTe- CaTe SİSTEMİNDƏ FAZA TARAZLIĞI

R.L.Musayeva\*, İ.İ.Əliyev\*, A.Ə.Əliyev\*\*, F.Ə.Novruzova\*

\*Azərbaycan Milli EA-nın M.F.Nağıyev adına Kimya Problemləri institutu

\*\* Azərbaycan Dövlət Pedaqoji Universiteti

e-mail:itpcht@lan.ab.az

*Fiziki-kimyəvi analiz (DTA, RFA, MQA, xüsusi çəkinin və mikrobərkliyin ölçülməsi) metodları vasitəsilə InTe-CaTe sistemi tədqiq edilmiş və onun faza diaqramı qurulmuşdur. Müəyyən edilmişdir ki, InTe-CaTe sistemi Ca-İn-Te üçlü sisteminin kvazibinar kəşiyidir. Sistemdə komponentlərin 1:1 nisbətində 690 °C-də konqruent əriyən  $\text{CaInTe}_2$  tərkibli bir birləşmə alınmışdır. Sistemdə otaq temperaturunda InTe əsasında 3 mol % CaTe həll olur, CaTe əsasında isə bərk məhlul sahəsi ~2.5 mol % InTe təşkil edir.*

*Açar sözlər: InTe-CaTe sistemi, faza tarazlığı*

Ədəbiyyatda kalsium xalkogenidləri ilə III əsas yarımrup elementlərinin xalkogenidləri arasında kimyəvi qarşılıqlı təsir haqqında kifayət qədər məlumatlar vardır [1-3].

Ca-In-Te üçlü sistemində bir neçə kvazibinar kəsiklər öyrənilsə də bütövlükdə bu sistemin öyrənilməsinə ehtiyac vardır. Bu sistemlərdə  $\text{CaMe}_2\text{X}_4$ ,  $\text{CaMe}_4\text{X}_7$  (Me= Ga,In; X= S, Se, Te) tipli birləşmələrin əmələ gəlməsi haqqında məlumatlar vardır [4,5]. InTe-CaTe sistemində də  $\text{CaInTe}_2$  tərkibli birləşmənin əmələ gəlməsi gözlənilir.

## TƏCRÜBİ HİSSƏ

InTe-CaTe sisteminin ərintilərini sintez etməzdən əvvəl, CaTe və InTe birləşmələri sintez edilmişdir. Bu zaman aşağıdakı təmizlikli elementlərdən istifadə edilmişdir: Ca-99 % , In-000 və A-1 markalı tellurdan. Sonuncu 7 dəfə zonalı əritmə üsulu ilə əridilməklə təmizlənmişdir. CaTe birləşməsi elementlərdən alındığı zaman güclü ekzotermik reaksiya getdiyi üçün kvarts ampula sınır və bəzən partlayışla müşahidə edilir. Bunun qarşısını almaq üçün bir-birinin daxilinə yerləşdirilmiş ampuladan və ya daxili qrafitlənmiş kvarts ampuladan istifadə edilmişdir.

Ca və Te qarışığının temperaturu 400°C çatdırılmış və bir gün müddətində saxlanılmaqla, elektrik silkələnmə aparılmışdır. Daha sonra sintez temperaturu tellurun ərimə temperaturuna 450°C-ə çatdırılmış və beş gün ərzində hər dəfə sirkələnməklə toz halına düşənə kimi temperaturu tədricən 1200°C-ə çatdırılmışdır. CaTe birləşməsinin alınmasına

Hazırkı tədqiqat işinin əsas məqsədi InTe-CaTe sistemində baş verən faza tarazlıqlarını öyrənməklə, yeni üçlü fazaların və bərk məhlul sahələrinin əmələ gəlməsini müəyyən etməkdən ibarətdir.

InTe birləşməsi 696°C-də konqruent əriyir və tetraqonal qəfəs tipində kristallaşır, qəfəs parametrləri:  $a = 8.434$ ;  $c = 7.139$  Å;  $z = 8$ , fəza qrupu  $14/mmc-D_{4h}^{18}$ , sıxlığı  $\rho = 6.29$  q/sm<sup>3</sup>-dir [6]. CaTe birləşməsi 1510°C-də konqruent əriyir və kubik qəfəs tipində kristallaşır, qəfəs parametri:  $a = 6.345$  Å; fəza qrupu  $O_h^5 - Fm3m$ , sıxlığı  $\rho = 4.33$  q/sm<sup>3</sup>-dir.

nail olduqdan sonra InTe-CaTe sisteminin ərintiləri sintez edilmişdir.

Ərintilər 400°C-də 200 saat müddətində homogenləşdirildikdən sonra fiziki-kimyəvi analiz (DTA, RFA, MQA, eləcə də sıxlığın və mikrobərkliyin ölçülməsi) metodları ilə tədqiq edilmişdir.

Nümunələrin diferensial-termiki analizi NTR-73 markalı Kurnakov pirometrində aparılmışdır. Etalon olaraq  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , qızma sürəti isə 10 dər/ dəq olmuşdur.

Rentgenfaza analizi DRON-3 rentgen difraktometrində aparılmışdır. Şüalandırıcı kimi  $\text{CuK}_\alpha$  katodundan və Ni-süzgəcdən istifadə edilmişdir. Mikrobərklik PMT-3 markalı metalloqrafik mikrobərklik ölçən mikroskopda hesablanmışdır. Mikroquruluş analizi MİM-8 mikroskopunda aparılmışdır. Nümunələrin sıxlığı piknometrik üsulla təyin edilmişdir, doldurucu kimi toluoldan istifadə edilmişdir.

## NƏTİCƏLƏR VƏ ONLARIN MÜZAKİRƏSİ

InTe-CaTe sisteminin 0-50 mol % CaTe qatılıq intervalında olan ərintilər kompakt kütlə halında olub, tünd boz rənglidir. 50 -100 mol % CaTe intervalında olan ərintilər isə qara rəngli ovuntu halında alınır. Sistemin ərintilərinin müxtəlif mühitlərə qarşı münasibəti öyrənilmişdir. Alınmış ərintilər havaya və üzvi həlledicilərə qarşı davamlı olduğu halda, suda tədricən həll olur. Onlar qüvvətli turşularda çox yaxşı həll olurlar. 0-40 mol % CaTe qatılıq intervalında olan nümunələr suya qarşı damlıdırlar.

Diferensial-termiki analiz nəticələrinə əsasən müəyyən edilmişdir ki, InTe-CaTe sisteminin ərintilərinin termogramlarında iki və üç endotermik effekt müşahidə olunur. Sistemdə 20-90 mol% CaTe qatılıq intervalında ərintilərin termogramlarında 690°C-dən ibarət effektlər müşahidə edilir ki, bu da yeni fazanın əmələgəlmə temperaturuna uyğundur.

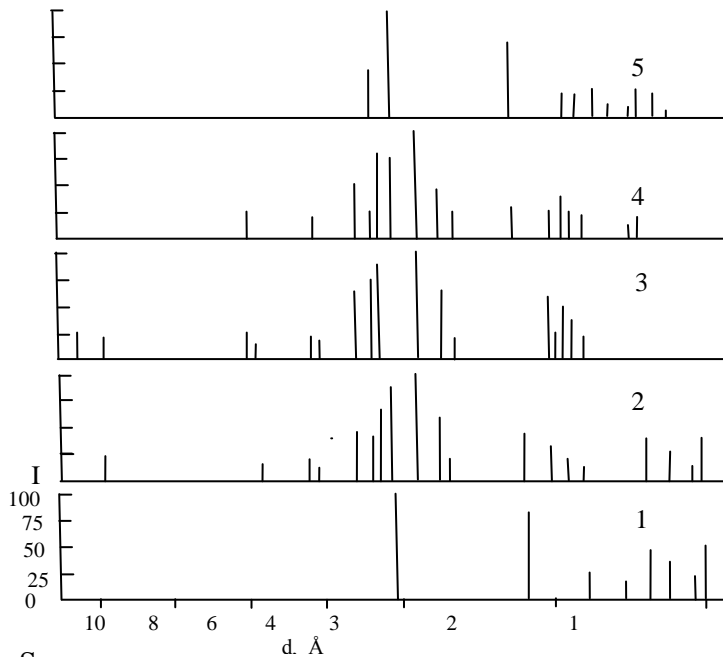
Ərintilərin mikroquruluşu analizi göstərir

ki, 0-3 mol % , 50 mol % və 97.5 -100 mol % CaTe intervalında birfazlı ərintilər mövcuddur, qalan ərintilər ikifazlıdırlar.

Sistemdə InTe əsasında bərk məhlul sahəsini dəqiqləşdirmək məqsədilə 2, 3, 5 və 7 mol % CaTe tərkibli nümunələr 200 və 400°C temperaturlarda 200 saat müddətində termiki emal edilməklə buzlu suda birbaşa soyudulmaqla kristallaşdırılmışdır.

Müəyyən edilmişdir ki, InTe əsasında otaq temperaturunda 3 mol % CaTe həll olur. 640°C-də həllolma sahəsi ~ 10 mol % CaTe təşkil edir.

Diferensial-termiki, mikroquruluş analizlərinin nəticələrini təsdiq etmək məqsədilə ərintilərin rentgenfaza analizi aparılmışdır. 30, 50 və 70 mol % CaTe tərkibli nümunələrin rentgen analizi aparılmış və ilkin komponentlərin difraksiya maksimumları və müstəvilərərsə məsafələr müqayisə edilməklə, onların ştrixdiaqramları qurulmuşdur (şək.1).

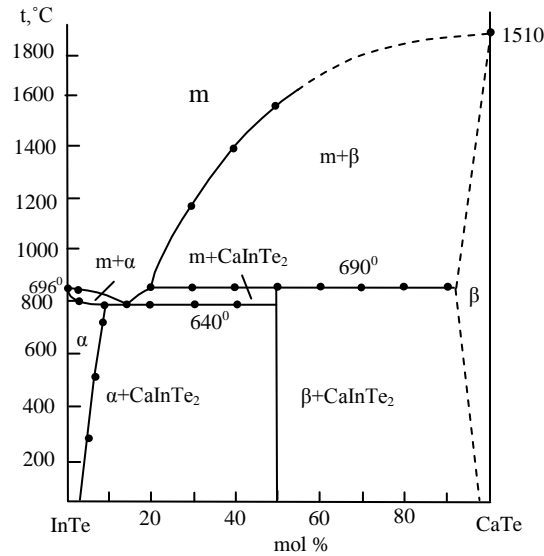


**Şək.1.** InTe-CaTe sisteminin ştrixdiaqramı :1-0, 2- 30, 3-50, 4- 80, 5-100 mol % CaTe

Ştrixdiaqramlardan görüldüyü kimi 60 mol% CaTe tərkibli ərintinin difraksiya maksimumları öz intensivliklərinə və müstəvilərərsə məsafələrinə görə ilkin komponentlərdən fərqlənir.

Beləliklə, rentgenfaza analizi diferensial-termiki və mikroquruluş analizinin nəticələrini

tamamilə təsdiq edir. Fiziki-kimyəvi analiz metodlarının nəticələrinə əsasən InTe-CaTe sisteminin hal diaqramı qurulmuşdur (şək.2). Sistemin hal diaqramı kvazibinar olub, evtektik tiplidir. Sistemdə komponentlərin 1:1 nisbətində  $\text{CaInTe}_2$  tərkibli 690°C-də inkonqruent əriyən bir birləşmə alınmışdır.



Şəkil 2. InTe-CaTe sisteminin hal diaqramı

InTe-CaTe sisteminin ərintilərinin DTA nəticələri, mikrobərkliyin və sıxlıqlarının tərkibdən asılılığı

| Tərkib, mol % |      | Termiki qızma effektləri, °C | Sıxlıq, q/sm <sup>3</sup> | Fazaların mikrobərkliyi, MPa |                        |         |
|---------------|------|------------------------------|---------------------------|------------------------------|------------------------|---------|
| InTe          | CaTe |                              |                           | I (α)                        | II CaInTe <sub>2</sub> | III (β) |
|               |      |                              |                           | P=0.15 H                     |                        |         |
| 100           | 0.0  | 696                          | 6.29                      | 970                          | –                      | –       |
| 97            | 3.0  | 650,690                      | 6.30                      | 1000                         | –                      | –       |
| 95            | 5.0  | 680                          | 6.20                      | 1100                         | –                      | –       |
| 90            | 10   | 640,680                      | 6.09                      | 1100                         | –                      | –       |
| 85            | 15   | 640                          | 5.97                      | Evtek.                       | Evtek.                 | –       |
| 80            | 20   | 640,690                      | 5.89                      | –                            | –                      | –       |
| 70            | 30   | 640, 690,960                 | 5.70                      | –                            | 1660                   | –       |
| 60            | 40   | 640, 690, 1150               | 5.50                      | –                            | 1660                   | –       |
| 50            | 50   | 690, 1280                    | 5.37                      | –                            | 1650                   | –       |
| 40            | 60   | 690                          | 5.11                      | –                            | 1700                   | 1100    |
| 30            | 30   | 690                          | 4.90                      | –                            | 1800                   | 1100    |
| 20            | 80   | 690                          | 4.72                      | –                            | 1800                   | 1150    |
| 10            | 90   | 690                          | 4.54                      | –                            | –                      | 1150    |
| 0,0           | 100  | 1510                         | 4.33                      | –                            | –                      | 1060    |

InTe-CaTe sisteminin likvidusu InTe əsasında alınmış  $\alpha$ -bərk məhlulun, CaInTe<sub>2</sub> birləşməsinin və CaTe əsasında alınmış  $\beta$ -bərk məhlulun öz mayesi ilə tarazlıqda olan monovariant əyriləri ilə hüdudlanmışdır. Sistemdə InTe və CaTe arasında əmələ gələn ikili evtektikanın tərkibi 15 mol % CaTe –a, əriməsi isə 640°C-dir. 0-3 mol % CaTe, 97.5-100 mol % CaTe qatılıq intervalında birfazlı ərintilər kristallaşırlar. 3-50 mol % CaTe və 50-97.5 mol % CaTe qatılıq intervalında isə

solidus xəttindən aşağıda uyğun olaraq ( $\alpha$  + CaInTe<sub>2</sub>)-dən və ( $\beta$  + CaInTe<sub>2</sub>)-dən ibarət ikifazlı ərintilər kristallaşırlar

InTe-CaTe sisteminin ərintilərinin bəzi fiziki-kimyəvi xassələri cədvəldə verilmişdir.

Ərintilərin mikrobərkliklərinin hesablanması zamanı mikrobərkliyin üç müxtəlif qiyməti alınmışdır. Mikrobərkliyin (970-1100) MPa qiyməti InTe əsasında alınmış  $\alpha$  – bərk məhlulun mikrobərkliyinə, (1650-1800) MPa qiyməti yeni CaInTe<sub>2</sub> mikrobərkliyinə və (1060-

1150) MPa qiyməti isə CaTe əsasında alınmış  $\beta$  InTe-CaTe sisteminin ərintilərinin sıxlıqları – bərk məhlulun mikrobərkliklərinə uyğun gəlir. kəskin dəyişməyib, monoton artır (cədvəl).

#### ƏDƏBİYYAT

1. Родокина В.В. Кальций его соединения и сплавы. // М.: Металлург. 1967. С.61-64.
2. Georgobiani A.N., Tagiev V.C., İzzatov V.M., Jabbarov R.B. // Cryst. Res. Technol. 1996. V. 31. P. 849-852.
3. Гулиев Т.Н., Ягубов Н.И. Сб. трудов “Синтез и свойства неорганических соединений”. Баку. 1984. С. 3-8.
4. Ягубов Н.И. Авт. на соис. уч. степени к.х.н. 1990. 186 л.
5. Алиев И.И., Мусаева Р.Л., Ягубов Н.И. и др.// Журн. неорган. химии. 2009. Т. 54. № 8. С. 1398-1400.
6. Федоров П.И., Мохосоев М.В., Алексеев Ф.П. Химия галлия, индия и таллия. Сибирское отделение. Новосибирск: Наука.1977. 224 с.

#### **ФАЗОВЫЕ РАВНОВЕСИЯ В СИСТЕМЕ InTe- CaTe**

**Р.Л.Мусаева , И.И.Алиев, А.А.Алиев, Ф.А.Новрузова**

*Методами физико-химического анализа (ДТА, РФА, МСА, а также путем измерения микротвердости и определения плотности) изучены фазовые равновесия в системе InTe-CaTe и построена ее диаграмма состояния. Установлено, что система является квазибинарным сечением тройной системы Ca-In-Te. При соотношении компонентов InTe и CaTe 1:1 образуется инконгруентно плавящееся соединение  $\text{CaInTe}_2$  при  $690^\circ\text{C}$ . На основе исходных компонентов обнаружены области растворимости, достигающие до 3 мол.% на основе InTe и 2.5 мол. % на основе CaTe.*

#### **PHASE EQUILIBRIUMS IN InTe-CaTe SYSTEM**

**R.L.Musayeva, I.I.Aliyev, A.A.Aliyev, F.A.Novruzova**

*Phase equilibriums in InTe-CaTe system have been identified by means of physical-chemical analysis (DTA, RFA, MSA), the measurement of micro hardness and density determination and a diagram of conditions built. It revealed that the system is a quasi-binary section of the ternary system Ca-In-Te. At ratio InTe and CaTe 1:1 there arises incongruently fused compound  $\text{CaInTe}_2$  at  $690^\circ\text{C}$ . Areas of solubility reaching 3 mol% on the basis of InTe and 2,5 mol% on the basis of CaTe have been identified to comply with initial components.*