

TiNO₃– In₂S₃ – H₂O SİSTEMİNDƏN TALLİUM(I) TİOİNDATIN ALINMASI

Ə.N.NURİYEV

AMEA Kimya Problemləri İnstitutu

B.Z.RZAYEV, A.B.RZAYEVA

AMEA Naxçıvan Bölməsi,
Təbii Ehtiyatlar İnstitutu

TiNO₃– In₂S₃ – H₂O sistemindən TlInS₂ tərkibli birləşmənin alınma şəraiti tədqiq edilmişdir. Müəyyən olunmuşdur ki, otaq temperaturunda mühitin pH-ı 1-4 olduqda götürülmüş In₂S₃-ün 3/4 hissəsi TlInS₂ birləşməsinə əmələ gətirir, 1/4-i isə indiumun nitrat duzu şəklində məhlulda qalır. Birləşmənin tərkib elementlərinə görə kimyəvi analizi onun formulunun TlInS₂-yə uyğun gəldiyini təsdiq etmişdir.

Изучено условие получения соединения состава TlInS₂ из системы TiNO₃– In₂S₃–H₂O. Выяснено, что при комнатной температуре, при pH=1-4, ¾ часть In₂S₃ участвует при образовании TlInS₂, ¼ часть в форме соответствующих солей остается в растворе. Анализ элементарного состава осадка подтвердил формулу TlInS₂.

The presented work is devoted to the condition of obtaining TlInS₂ compounds from the TiNO₃ – In₂S₃–H₂O system. It is established that at pH=1÷4 after the reaction the amount of the indium entering the solution is ¼ part of the total taken indium. The rest ¾ part are contained in TlInS₂. By the chemical analysis it is proved that the obtained compound is TlInS₂.

Birləşmələrin su mühitində alınması texnologiyasının sadəliyi, yüksək təmiz elementar maddələr tələb edilməməsi, elementlərdən sintez prosesində yüksək temperaturdan istifadə olunduğu halda su mühitində çökdürmə prosesinin otaq temperaturunda yerinə yetirilməsini aktual hesab etmək olar. Bunlar da birləşmənin alınma texnologiyasını asanlaşdırır, reaksiyaları daha sadə reaktorlarda aparmağa imkan verir, əmək və enerji sərfinə qənaət edilir. Bu üsulla birləşmələr toz şəklində alındığından onların tətbiq sahəsi daha geniş olur. Doğrudan da yarımqeçirici birləşmələrin nazik təbəqələrinin alınmasında istifadə olunan üsulların əksərində ilkin material olaraq əsas maddənin narın əzilmiş tozundan istifadə edilir: vakuumba buxarlandırma [1], elektroforetik çökdürmə [2], həlledicini buxarlandırmaqla əsas maddənin səthə oturdulması [3] və s. Bu baxımdan hidrokimyəvi metodla birbaşa toz şəklində alınan birləşmələrdən ilkin material kimi istifadə etməklə onların nazik təbəqələrinin alınmasını aktual hesab etmək olar.

TƏCRÜBİ HİSSƏ

İndium(III)sulfidə su mühitində tallium(I)nitratla təsir etdikdə mübadilə reaksiyası gedir və əlavə olunan TiNO₃-in miqdarından asılı olaraq müxtəlif tərkibli tioindatlar əmələ gəlir. Bu işdə məqsəd indiumun TlInS₂ tərkibli tiobirləşməsinin alınma şəraitinin öyrənilməsidir. İşdə təzə hazırlanmış indium(III)sulfiddən istifadə edilir. Bunun üçün indium(III)xlorid məhlulu asetat turşusu ilə turşulaşdırılır, 50-60° C-ə kimi qızdırılır və zəif axınla tam çökmə alınanadək hidrogen-sulfid buraxılır. Alınmış indium(III)sulfid kağız süzgəcdən süzülür, destillə suyu ilə sulfid ionları qurtarana kimi yuyulur. Çöküntü miqdarən çökdürülmə aparılmış stəkana keçirilir, üzərinə 50 ml destillə suyu və 0,2623 q In₂S₃-ə görə hesablanmış–6 ml 0,1 M TiNO₃ məhlulu əlavə edilir. İlk damladan indium(III)sulfidin açıq çəhrayı rəngli çöküntüsü tünd qəhvəyi rəngə çevrilir. Eyni zamanda kəlkəli In₂S₃ kristallik çöküntüyə keçir. Alınmış çöküntü 3 №li şüşə süzgəcdən süzülür, destillə suyu ilə yuyulur, 105-110° C-də quruducu şəkfdə sabit kütləyə gətirilir və çəkilir. Nəticələr cədvəl 1-də verilir.

Cədvəl 1.

Hidrogen ionları qatılığının tallium(I) tioindatın alınmasına təsiri

Götürülmüşdür In ₂ S ₃ ,q	Əlavə edilmiş 0,1 M TiNO ₃ məhlulu, ml	Çökdürmədə mühitin son pH-ı	Tallium(I) tioindatın kütləsi,q		In ₂ S ₃ -ün tioindata çevrilmə tamlığı,%
			nəzəri hesb.	praktiki tapılmış.	
0,2623	12,10	1	0,4628	0,4615	99,70
--	--	2	--	0,4610	99,62
--	--	3	--	0,4620	99,80
--	--	4	--	0,4647	100,42
--	--	5	--	0,5471	118,22

Nəticələrdən görünür ki, pH-ın 4-dən yuxarı qiymətində tallium(I)tioindatın kütləsi nəzəri gözləniləndən artıq olur. Süzüntülərin analizi göstərdi ki, pH=1-4 olduqda məhlulda indium ionları olur. pH-ın 4-dən yuxarı qiymətlərində isə əksinə süzüntüyə indium ionları keçmir. Indium hidrokksidin çökmə pH-nı yoxladıqda məlum oldu ki, o pH=4-dən yuxarı olduqda əmələ gəlir. Deməli, mübadilə reaksiyasında indium(III)

sulfiddəki indiumun bir hissəsi üçlü birləşmənin əmələ gəlməsində iştirak edir, qalan hissə isə indium(III)hidroksidə çevrilərək əsas çöküntüyə qarışır. Bunu yoxlamaq üçün pH-ın aşağı (1-3) qiymətində çökdürmə aparılmış və məhlula keçən indium $In(OH)_3$ şəklində ammoniyakla çökdürülərək metodika [4] üzrə təyin edilmişdir (cədvəl 2).

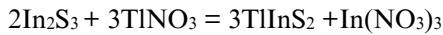
Cədvəl 2.

Çökdürmə prosesində məhlula keçən indiumun miqdarının təyini

Götürülmüşdür In_2S_3 , q	TlInS ₂ -nin kütləsi, q		Məhlula keçən In-un miqdarı (In_2S_3 hesabı ilə), q	
	nəzəri	praktiki	nəzəri	praktiki
0,3022	0,5332	0,5312	0,0755	0,1521

Qeyd: Alınmış nəticələr dörd paralel aparılmış təcrübələrin orta qiymətidir.

Alınan nəticələr əsasında aparılmış hesablamalar göstərmişdir ki, götürülmüş indium(III)sulfidin 3/4-ü birləşmənin əmələ gəlməsində iştirak etmiş, qalan 1/4 hissəsi isə indium(III)nitrat şəklində məhlula keçmişdir. Bunu nəzərə alaraq reaksiyanın tənliyini aşağıdakı kimi yazmaq olar:



Alınan birləşmənin tərkibinə bir daha əmin olmaq üçün, müəyyən miqdar çöküntü alınmış sabit kütləyə gətirilənə qədər qurudulduqdan sonra nümunə götürülərək elementlərə görə analiz edilmişdir. Süzüntü ölçülü kolbaya keçirilərək reaksiyadan ayrılan indiumun təyini üçün istifadə olunur.

Analiz aşağıdakı qaydada aparılmışdır. Nümunə qatı nitrat turşusunda parçalanır. Bu zaman tallium və indium nitratlara, kükürd isə oksidləşərək sulfat ionuna keçirlər. Nitrat turşusunun artığı buxarlandırılır. Ayrılmış duzlar qarışığı destillə suyunda həll edilərək kolbaya keçirilir. Məhluldan müəyyən həcm götürüb indium ammoniyakla çökdürülür. Təyinat metodika [4] üzrə aparılır. Əsas çöküntünün süzüntüsündəki indiumun miqdarı da bu metodika ilə yerinə yetirilir. Indium(III)hidroksid süzülüb ayrıldıqdan sonra onun süzüntüsündə tallium metodika [5] üzrə təyin edilir. Sulfat ionlarını təyin etmək üçün parçalanma məhlulundan müəyyən həcm götürüb barium-xloridlə çökdürülərək qravimetrik təyin edilir (cədvəl 3).

Analizin nəticələri göstərir ki, elementlərin təcrübi tapılan miqdarları nəzərdə tutulan TlInS₂ formuluna görə hesablanmış rəqəmlərə tamamilə uyğun gəlir.

Cədvəl 3

Tallium(I)tioindatın elementar analizi

Nümunə, q	Tərkibdə elementlər, %					
	Tl		In		S	
	tap.	hesab.	tap.	hesab.	tap.	hesab.
0,4324	0,2318	0,2300	0,1275	0,1294	0,0742	0,0730

[1]. H. Neumann, G.Kühn, B.Shumann. Adamantine ternary epitaxial layers // Progress in Crystal Growth and Characterization. 1980 vol 3. № 2/3. p.157-178.
 [2]. C.X.Qiu and I.Shih. Investigation of electrodeposited CuInSe₂ films. // Canadian Journal of Physics, 1987. vol 65, p.1011-1014.

[3]. K.Singh. Photoresponse of metal /As₂S₃/ Metal devices //Turkish Journal of Physics. 1997 vol 21, №12. p.1247-1254.
 [4]. В.Ф.Гиллебранд, Г.З.Лендель, Г.А.Брайт, Д.И.Гофман Практическое руководство по неорганическому анализу. М.: Химия, 1966, с. 547.
 [5]. Г.Шарло Методы аналитической химии. М.: Химия, 1965, с. 711.

Daxil olunub: 01.07.2007