

## Rb<sub>1-x</sub>Na<sub>x</sub>NO<sub>3</sub> (x=0,025, 0,05) KRİSTALLARININ ALINMASI, RENTGENQRAFİK VƏ DTA ÜSULLARI İLƏ TƏDQIQI

N.M. NAMAZOVA

Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyasının Fizika İnstitutu,

Bakı, Az 1143, H.Cavid 131

natella.namazova@gmail.com

İzotermik kristallaşma üsulu ilə Rb<sub>1-x</sub>Na<sub>x</sub>NO<sub>3</sub> (x=0,025, 0,05) kristalları alınmış, rentgenoqrafik və DTA üsulları ilə tədqiq olunmuşdur. Müəyyən edilmişdir ki, nümunələr otaq temperaturunda triqonal quruluşa malik olub, ərimə temperaturuna kimi üç quruluş dəyişməsinə məruz qalırlar. Nümunələrdə Rb<sup>+</sup> ionlarının Na<sup>+</sup> ionları ilə qismən əvəz olunması çevrilmələrin sayını dəyişmir və çevrilmə temperaturuna nəzərə çarpacaq təsir göstərmir.

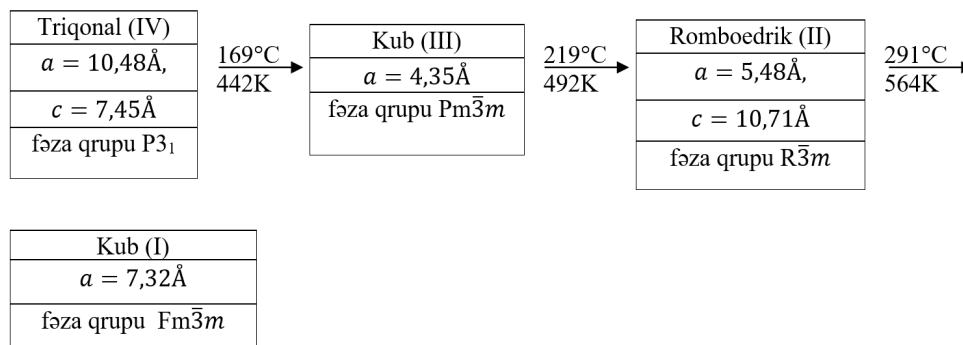
**Açar sözlər:** kristal, quruluş çevrilmələri, elektrolit, heksaqonal qəfəs, bərk məhlul.

**PACS:** 544223

Bərk cisimlər ionikası adlanan elm sahəsinin mühüm istiqamətlərindən olan bərk elektrolitlərin alınması günümüzün aktual problemlərindəndir. Hal-hazırda müxtəlif ionlar, o cümlədən qələvi metal kationları hesabına yüksək keçiriciliyə malik bərk elektrolitlər əldə olunmuşdur [1,2].

Qələvi metalların nitrat birləşmələri arasında RbNO<sub>3</sub>-ün III fazası (kubik) ən yüksək keçiriciliyə malik olub, 200°C-də 10<sup>-3</sup>Om<sup>-1</sup>sm<sup>-1</sup>-ə çatır (3, 4).

Məlumdur ki, RbNO<sub>3</sub>-də otaq temperaturundan ərimə temperaturuna kimi quruluş çevrilməsi aşağıdakı sxem üzrə gedir [5,6]:



IV→III polimorf çevrilmə nəticəsində bu kristalda keçiricilik 3 tərtib dəyişir. III→II çevrilmə nəticəsində əvvəlcə keçiricilik 1-1,5 tərtib kiçilir, sonra isə böyüyür. 29°C-də II→I quruluş çevrilməsilə bağlı olan bir sıçrayış müşahidə olunur və ərimə temperaturunda keçiricilik kəskin sürətdə artır (4).

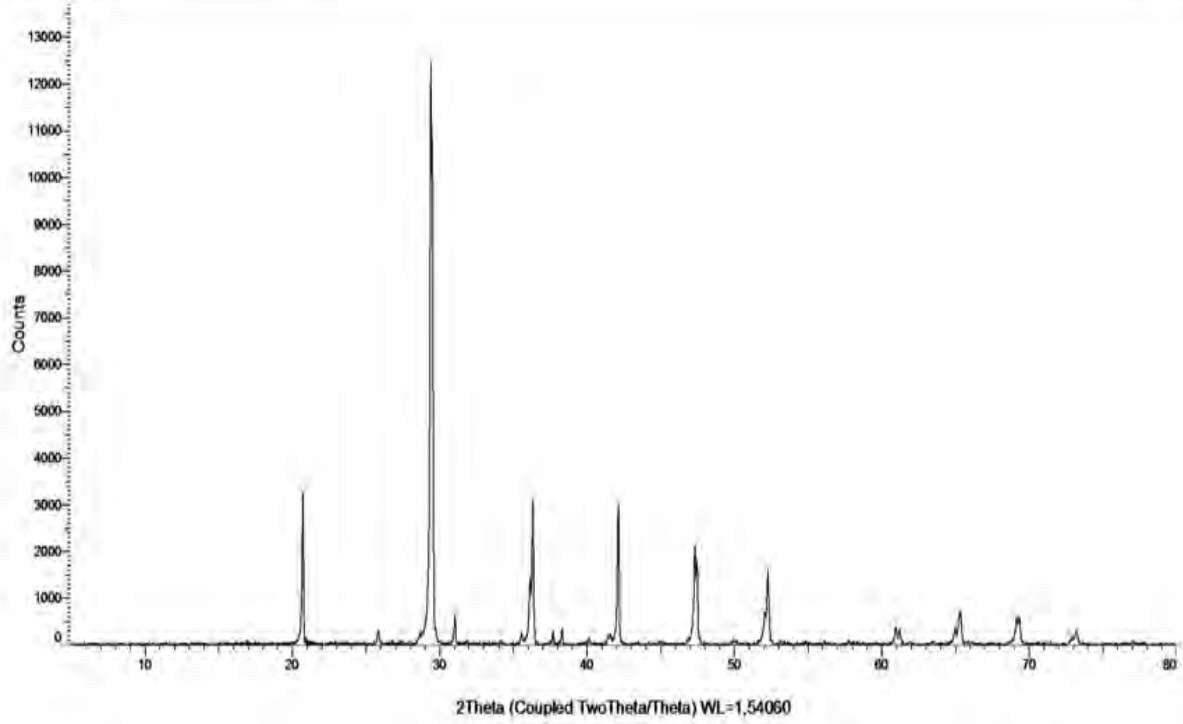
Rubidium ionlu bərk elektrolitlərin geniş tətbiqlərini, o cümlədən atom reaktorlarında tətbiqi imkanlarını nəzərə alaraq, təqdim olunan işdə RbNO<sub>3</sub>-də Rb<sup>+</sup>ionlarının Na<sup>+</sup> ionları ilə qismən əvəzlənməsi, yüksək elektrik keçiriciliyə malik III fazanın mövcud olma intervalının genişlənməsi və bu əvəz olunmanın quruluş çevrilmələrinə təsiri araşdırılmışdır. (8)-ə görə CsNO<sub>3</sub> RbNO<sub>3</sub>-dəki bərk məhlulunda Cs duzlarının ~25 mol% miqdarında RbNO<sub>3</sub>-də mövcud olan II və I modifikasiyalar sıradan çıxır, yüksək temperatur modifikasiyası kimi III modifikasiya qalır.

[2]-yə görə Na<sup>+</sup> ionları ilə keçiriciliyi təmin olunan elektrolitlərə son zamanlar xüsusi diqqət yetirildiyindən, təqdim olunan işdə NaNO<sub>3</sub>-ün RbNO<sub>3</sub>-dən bərk məhlul kristalları yetişdirilmiş və həmin nümunələrdə rentgendifraktometrik və DSC tədqiqatları aparılmışdır (şəkil 1a).

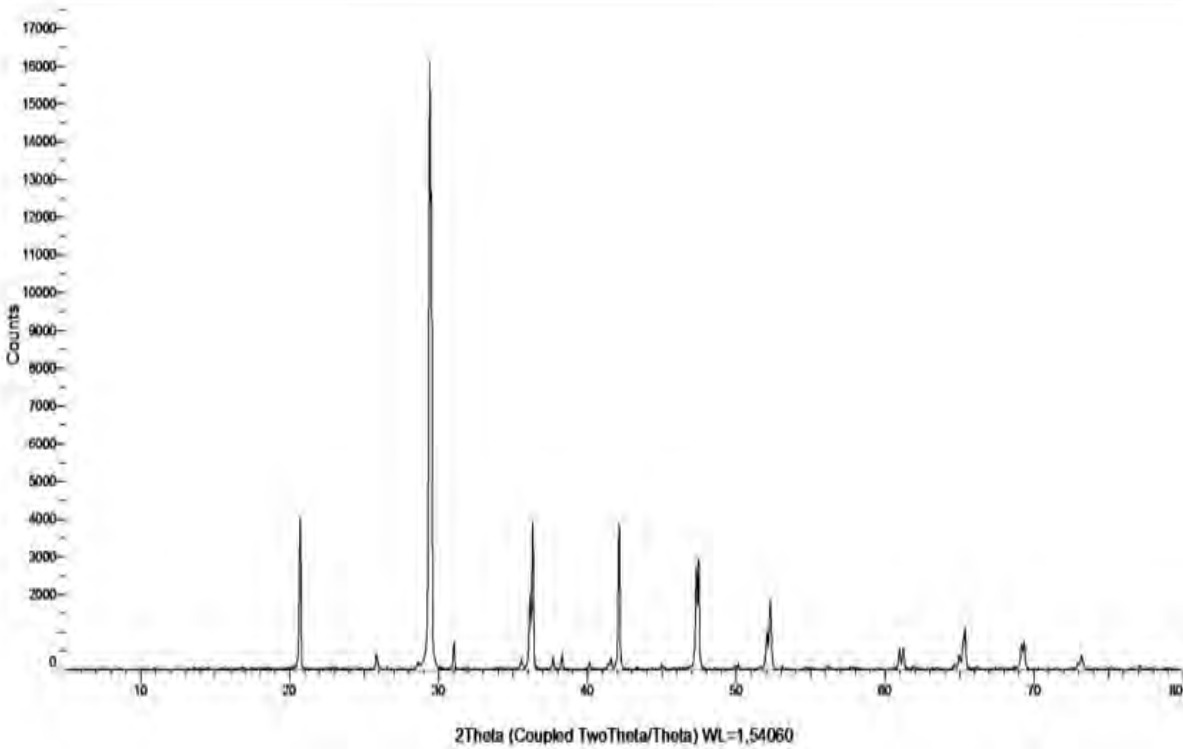
Tədqiq olunan nümunələr "Ç.D.A." tipli RbNO<sub>3</sub> və "XÇ" tipli NaNO<sub>3</sub>-ün suda məhlulundan izotermik kristallaşma üsulu ilə alınmışdır. Alınan kristalların təmizliyini təmin etmək üçün onlar bir neçə dəfə kristallaşmağa məruz qoyulmuşlar.

Təcrübələrin birinci hissəsində alınan nümunələrdə otaq temperaturunda rentgendifraktometrik tədqiqatlar aparılmışdır. Həmin tədqiqatlar Bruker firmasının ADVANCE 8 tipli rentgen difraktometrində 10°≤2θ≤80° bucaq intervalında aparılmışdır (λ=1.5406Å). Alınan difraksiya əksolunmalarının təhlilindən görünür ki, tədqiq olunan nümunələr otaq temperaturunda triqonal qəfəsə malikdir və RbNO<sub>3</sub>-də Rb<sup>+</sup> ionlarının Na<sup>+</sup> ionları ilə qismən əvəz olunması kristal qəfəsin parametrlərinin çox cüzi dəyişməsinə səbəb olmuşdur. Nümunə üçün qeyd edək ki, Rb<sub>0,975</sub>Na<sub>0,025</sub>NO<sub>3</sub> kristalının otaq temperaturunda triqonal qəfəsi üçün  $a=10.45\text{Å}$ ,  $c=7.42\text{Å}$  alınmışdır. Rentgenoqrafik tədqiqatlardan alınan difraktoqramlar şəkil 1a (Rb<sub>0,975</sub>Na<sub>0,025</sub>NO<sub>3</sub> üçün) və 1 b-də (Rb<sub>0,95</sub>Na<sub>0,05</sub>NO<sub>3</sub> üçün) verilmişdir.

Nümunələrdə DTA tədqiqatları DSK 2004 F1 qurğusunda aparılmışdır. Kristal 10K/dəq sürətlə qızdırılmış və işçi qaz kimi Ar götürülmüşdür. Qazın sistemdə axın sürəti 20 ml/dəq olmuşdur.



Şəkil 1a.  $\text{Rb}_{0.975}\text{Na}_{0.025}\text{NO}_3$  kristalından otaq temperaturunda alınan difraktoqram.

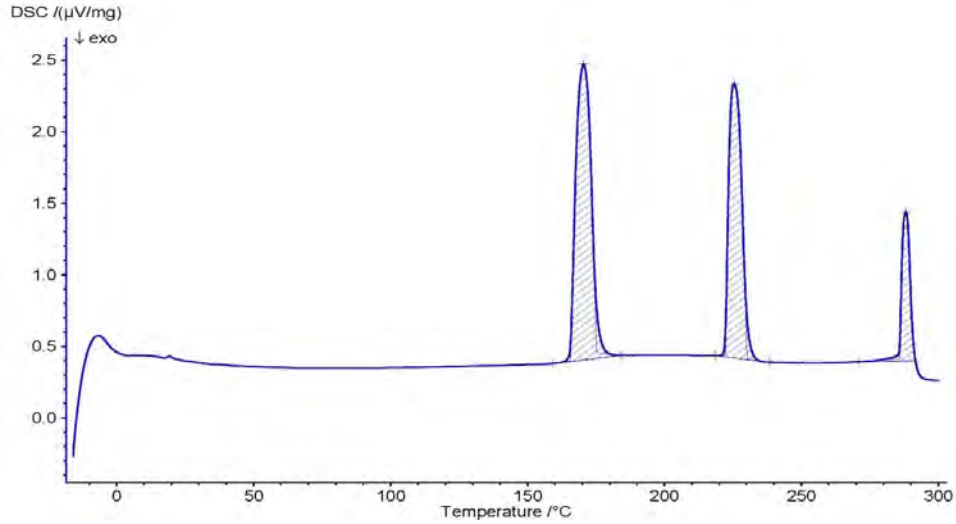


Şəkil 1 b.  $\text{Rb}_{0.95}\text{Na}_{0.05}\text{NO}_3$  kristalından otaq temperaturunda alınan difraktoqram.

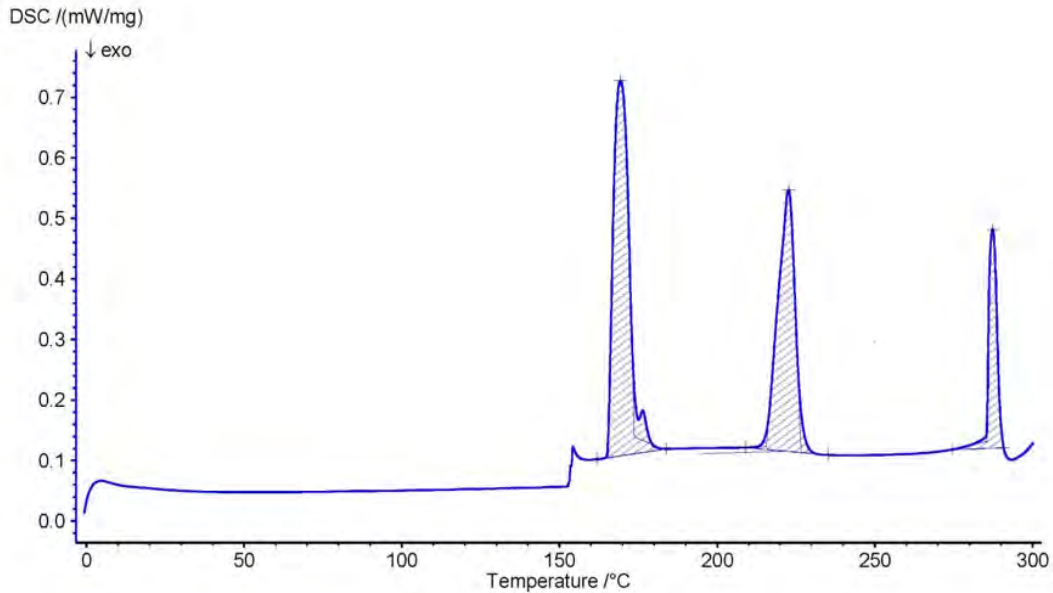
Təcrübə zamanı  $\text{Rb}_{0.975}\text{Na}_{0.025}$  kristalının derivatoqramında üç endoeffekt müşahidə edilmişdir (şəkil 2a). Həmin effektlərin mərkəzi pikləri  $175.3^\circ\text{C}$ ,  $222.2^\circ\text{C}$  və  $285.5^\circ\text{C}$  temperaturalarda müşahidə olunmuşdur. Müşahidə olunan endoeffektlərin  $82.505\mu\text{V}/\text{mq}$ ,  $64.889\mu\text{V}/\text{mq}$  və  $23.007\mu\text{V}/\text{mq}$  olmuşdur.  $\text{Rb}_{0.975}\text{Na}_{0.025}\text{NO}_3$  bərk məhlul kristallarında

isə həmin endoeffektlər  $165.5^\circ\text{C}$ ,  $215.6^\circ\text{C}$  və  $285.5^\circ\text{C}$  temperaturalarda baş vermişdir (şəkil 2b). Həmin endoeffektlərin entalpiyası uyğun olaraq  $22.38\text{C}/\text{q}$ ,  $16.67\text{C}/\text{q}$  və  $6.77\text{C}/\text{q}$  olmuşdur.

Tədqiq olunan nümunələrin DTA əyrilərində müşahidə olunan endotermik effektlər kristal quruluşunun dəyişməsi ilə izah oluna bilər.



Şəkil 2a. Rb<sub>0.975</sub>Na<sub>0.025</sub>NO<sub>3</sub> kristalında qızdırılma zamanı alınan derivatoqram.



Şəkil 2b. Rb<sub>0.95</sub>Na<sub>0.05</sub>NO<sub>3</sub> kristalında qızdırılma zamanı alınan derivatoqram.

Beləliklə, təcrübi nəticələrin təhlili göstərir ki, RbNO<sub>3</sub> kristalında Rb<sup>+</sup> ionlarının Na<sup>+</sup> ionları ilə qismən əvəz olunması alınan kristalda quruluş çevrilmələrinin sayını dəyişmir və çevrilmə temperaturuna nəzərə çarpacaq dərəcədə təsir göstərmir. RbNO<sub>3</sub>-un ən yüksək keçiriciliyə (digər

modifikasiyalarla müqayisədə) malik III modifikasiyanın dayanıqlıq temperatur intervalı ~10K artır. Bu əvəzləmənin keçiriciliyə təsirini təyin etmək üçün şübhəsiz ki, nümunənin elektrik xassələrini ölçmək tələb olunur.

- |   |   |
|---|---|
| <p>[1] <i>Е.И. Бурмакин.</i> Твердые электролиты с проводимостью по катионам щелочных металлов, Москва, Наука, 1992, 226 с.</p> <p>[2] <i>А.К. Иванов-Щиц.</i> Ионика твердого тела, В2Т, т. 2. Изд. С. Петерб. Унив-тс, 2010, 1000с.</p> <p>[3] <i>Н.Р. Уваров.</i> Со АН СССР, сер. хим. наук. №17, стр. 27-31, 1981</p> <p>[4] <i>А.М. Мурин.</i> Ж. Физ-химии, 1974, т. 48, №7, стр. 1766-1768, 1974.</p> | <p>[5] <i>В.М. Насиров, Э.В. Насиров, Ю.Г. Асадов.</i> Морфология III ↔ II ↔ I превращений в нитрате рубидия, Изв. АН Азерб., 2006, ТХХVIX, V.5, стр. 145-149.</p> <p>[6] <i>В.М. Nəsirov, E.V. Nəsirov, Y.Q. Əsədov.</i> Ж. АJP Fizika, 2006, Cild XII, №4, s.20-24.</p> <p>[7] <i>G.Sh.Shelhtman etc.</i> Inorg. Mater, 2010, v. 46, p. 534-539.</p> <p>[8] <i>E.S. Schelemper, W.C.Hamilton.</i> Phase formation in the system RbNO<sub>3</sub>-CsNO<sub>3</sub>. J. Chem.Sol., 1966, №45, p. 4498-4502.</p> |
|---|---|

N.M. NAMAZOVA

**N.M. Namazova**

**Rb<sub>1-x</sub>Na<sub>x</sub>NO<sub>3</sub>(x=0,025, 0,05) RESEARCH OF ACQUISITION OF CRYSTALS,  
X-RAY AND DTA METHODS**

Rb<sub>1-x</sub>Na<sub>x</sub>NO<sub>3</sub> crystals obtained by isothermal crystallization of the initial components were studied by X-ray diffraction and DTA methods. It was found that the samples have a rhombic structure at room temperature. As the temperature rises to melting, structural changes are observed. Partial substitution of Na ions for Rb ions does not significantly affect the temperature transformations of the structure.

**Н.М. Намазова**

**ПОЛУЧЕНИЕ Rb<sub>1-x</sub>Na<sub>x</sub>NO<sub>3</sub> (x=0,025, 0,05) КРИСТАЛЛОВ И ИХ ИССЛЕДОВАНИЯ  
РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИМ СПОСОБОМ И СПОСОБОМ ДТА**

Рентгенографическими и ДТА методами исследованы кристаллы Rb<sub>1-x</sub>Na<sub>x</sub>NO<sub>3</sub>, полученные путем изотермической кристаллизации исходных компонентов. Было установлено, что при комнатной температуре образцы имеют ромбическую структуру. При повышении температуры до плавления наблюдаются структурные изменения. Частичное замещение ионов Rb ионами Na существенно не влияет на температурные преобразования структуры.

*Qəbul olunma tarixi: 24.11.2020*