

UOT: 537.312.6

ALİYƏ RZAYEVA, NAZİM SADIQOV

GÜMÜŞ MOLİBDEN SELENİDİN SULU MƏHLULLARDA SİNTEZİ

İşdə ammonium molibdat, gümüş nitrat və selen məhlullarının qarşılıqlı təsirindən AgMoSe_2 -in alınma şəraiti öyrənilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, reaksiya turş mühitdə gedir və çıxım 90-95% təşkil edir. Alınan gümüş molibden selenidin kimyəvi, termogravimetrik, rentgenfaza və morfoloji analizləri yerinə yetirilmişdir.

Açar sözlər: gümüş molibden selenid, rentgen analiz, termogravimetrik analiz, SEM analiz, hidrogen peroksid.

Giriş. İşdə Ag-MoSe_2 nazik təbəqəsi kvarts altlıqda maqnetron püskürmə üsulu ilə hazırlanmış və Ag dopinqinin nümunənin morfolojiyasına, optik və qeyri-xətti optik xüsusiyyətlərinə təsiri öyrənilmişdir. Təklif olunan Ag-MoSe_2 nazik təbəqəsi optoelektronik cihazlarda tətbiq üçün perspektivli bir namizəddir [1].

Bu yazıda, hidrotermal metodla alınmış Ag-MoSe_2 birləşməsinin nanokompozitlərinin mikropolyarlığı, morfolojiyası və kompozisiya xüsusiyyətləri rentgen difraksiyası (XRD), rentgen fotoelektron spektroskopiyası (XPS), tarama elektron mikroskopiyası (SEM), ötürücü elektron mikroskopu (TEM) ilə öyrənilmişdir [2].

Sulu məhlullardan kristal böyüməsi və hidrotermal sintez metodları yüksək temperatur, mürəkkəb konstruksiyalı avadanlıqlar və xüsusi şərait tələb etmədiyindən, işlərimizdə bu üsullardan istifadə etməyi nəzərdə tutmuşuq. Bu baxımdan ilk dəfə olaraq su mühitində ammonium molibdat, gümüş nitrat və selen məhlullarının qarşılıqlı təsirindən gümüş molibden selenidin alınma şəraiti öyrənilmişdir.

Təcrübi hissə. Tərkibində 96 mq ammonium molibdat olan 10 ml məhlul üzərinə 10 ml natrium selenosulfat (158 mq Se) məhlulu əlavə edib, distillə suyu ilə həcmi 30 ml-ə çatdırılır. Sonra qarışıqda tərkibində 214 mq gümüş nitrat olan 15 ml məhlul əlavə edilib, 60-70°C temperatura qədər qızdırılır. Alınmış gümüş molibden selenid süzgəc kağızından süzülür, distillə suyu ilə yuyulur. pH-ın yuxarı həddində (6-8) çıxım aşağı olmuşdur. Bu da nümunənin göstərilən pH-larda müəyyən miqdar həll olmasını göstərir. Ona görə də təcrübələr pH-ı 1-2 həddində aparılmışdır. Nümunə zəif turş mühitdə daha davamlıdır. Alınan birləşmənin fərdiliyini müəyyən etmək üçün bir sıra fiziki, kimyəvi analizlər yerinə yetirilmişdir.

Müzakirə və nəticələr. İlkin olaraq birləşmənin əmələ gəlməsinin pH-dan asılılığı öyrənilmişdir (cədvəl 1).

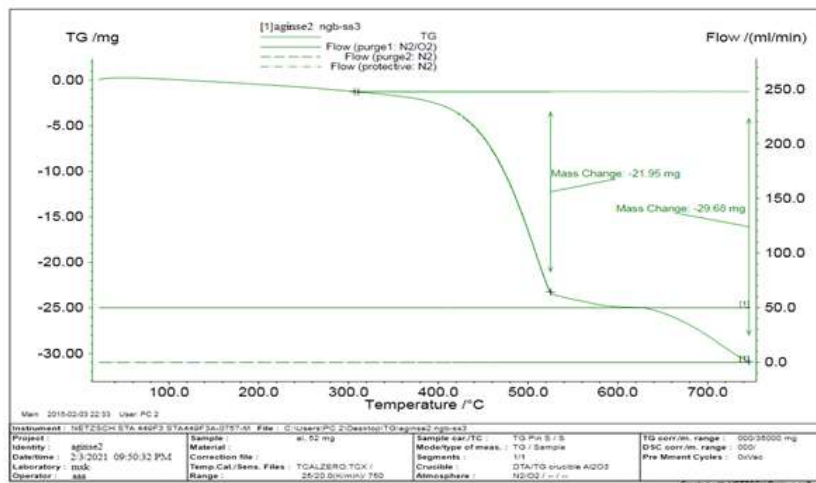
Cədvəl 1

 AgMoSe_2 birləşməsinin çıxımına mühitin pH-nın təsiri

Mühitin pH-ı	AgMoSe_2	
	q	%
6	0,1552	85,91
4	0,1550	93,82
2	0,1548	98,80
1	0,1546	99,60

Cədvəldən göründüyü kimi, pH-ın 1-2 qiymətində AgMoSe_2 -in çıxımı 98%-dən yuxarı olur. Deməli, reaksiya turş mühitdə yaxşı gedir.

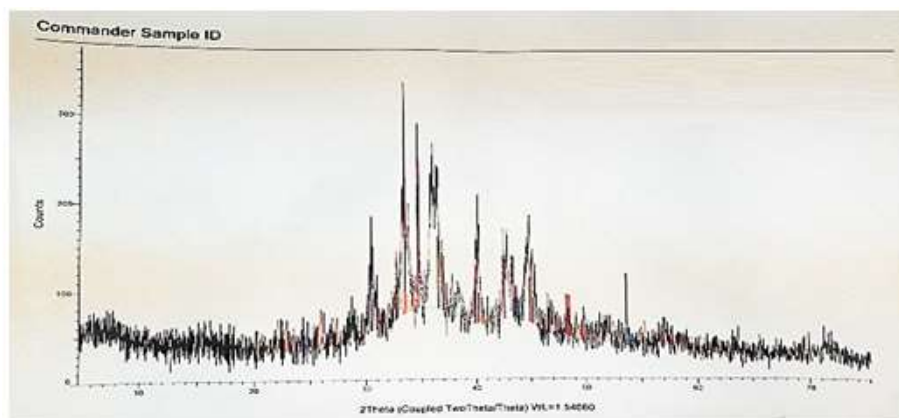
Su mühitində sintez olunmuş nümunələrin NETZSCH STA 449F3 cihazında termoqravimetrik analizi (havanın iştirakı ilə oksidləşməsi) aparılmışdır. Təcrübələrin nəticələri şəkil 1-də verilir.



Şəkil 1. AgMoSe₂-in dervatoqramı.

Şəkildən göründüyü kimi, 52 mq nümunə 350°C temperatúra kimi qızdırıldıqda kütlə itkisi baş vermir. Lakin 350-600°C temperatur intervalında kütlə itkisi 21,95 mq təşkil edir. Bu da nümunədə olan selenin miqdarına uyğun gəlir. 600-700°C temperatur aralığında olan kütlə itkisi oksidləşmədən sonra alınan molibden(VI) oksidin qismən sublimasiyasının hesabına baş vermişdir. Bu isə nümunənin AgMoSe₂ olduğunu göstərir.

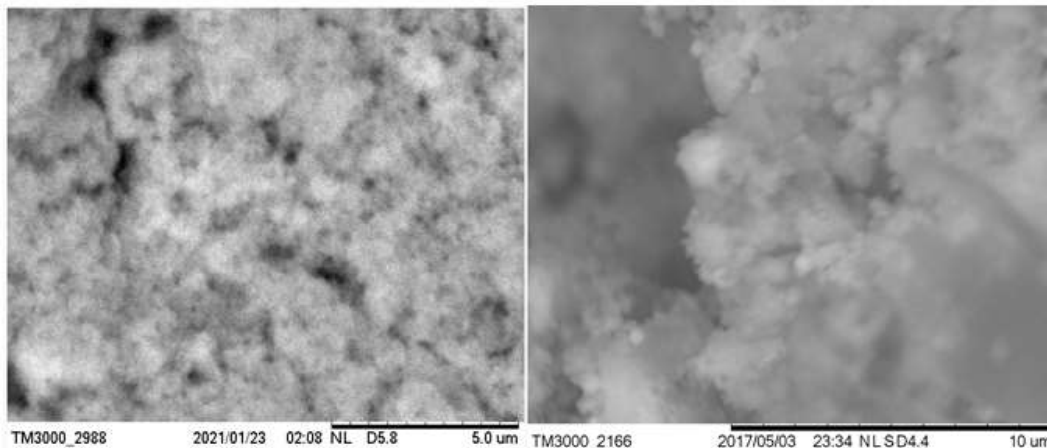
Daha sonra birləşmənin rentgen quruluş analizi Almaniyanın Bruker firmasının istehsalı olan D2 PHASER toz difraktometrində aparılmışdır. Şüalanmanın mənbəyi 40 kV gərginlik və 40 mA cərəyan şiddəti rejimində işləyən CuK α anodudur. Onun dalğa uzunluğu $\lambda = 1,5406$ Å, düşən rentgen şüaları ilə nümunə arasındakı bucaq $0 < 2\theta < 80^\circ$.



Şəkil 2. AgMoSe₂-in rentgenoqramı.

Rentgenfaza analizinin nəticələrindən aydın olmuşdur ki, piklərin ölçüləri standartla xeyli dərəcədə uyğunluq təşkil edir. Bu da alınan birləşmənin AgMoSe₂ olduğunu təsdiqləyir (şəkil 2).

Alınan birləşmənin morfolojiyasını təyin etmək üçün həmin maddənin nano- və mikro-hissəciklərinin ölçüləri elektron mikroskopunun (TM-300 Hitachi electron mikroskopu) köməyi ilə müəyyənləşdirilir.



Şəkil 3. AgMoSe₂-in morfolojiyası.

Müəyyən olunmuşdur ki, adi şəraitdə alınan birləşmə pambıqvarı formada olmaqla nano- və mikrohissəciklər ölçüsündə olmuşdur (şəkil 3).

Birləşmənin suda, mineral turşularda və hidrogen peroksiddə həllolması öyrənilmişdir (cədvəl 2).

Cədvəl 2

Gümüş molibden selenidin turşulara qarşı münasibəti

Suda həllolma qab., mol/l	Birləşmənin həllolma hasilı	HCl 3M-da həllolma, mol/l	H ₂ SO ₄ 2M-da həllolma, mol/l	HNO ₃ 2M-da həllolma, mol/l	H ₂ O ₂ 15%-li məh.-da həllolma, mol/l
3·10 ⁻⁶	1,08·10 ⁻¹⁶	1,1·10 ⁻⁶	1,12·10 ⁻⁵	3,4·10 ⁻⁵	həll olur

Cədvəldən göründüyü kimi AgMoSe₂ yuxarıda qeyd olunan maddələrə qarşı davamlıdır. Lakin birləşmə 15-20%-li hidrogen peroksiddə məhlulunda tam həll olur.

Həmçinin birləşmənin kimyəvi analizi aşağıdakı metodika üzrə yerinə yetirilmişdir. 0,3872 q sabit kütləyə gətirilmiş gümüş molibden selenid 1:1 nisbətində durulaşdırılmış hidrogen peroksiddə paçalanır. Parçalanmadan alınan duzlar qarışığı məhluldan ayrılana qədər buxarlandırılır. Gümüş(I) ionları xloridlə çökdürülür. Qalan işlər məlum metodika üzrə yerinə yetirilir. Süzüntüdə molibden oksixinolin metodu ilə təyin edilir. Selen ana məhluldan hidrok-sid amminlə çökdürülərək təyin edilir. Nəticələr cədvəl 3-də verilir.

Cədvəl 3

AgMoSe₂ birləşməsinin element tərkibi

Nümunə, q	Tərkibdə elementlər, q					
	Ag		Mo		Se	
	təcrübi	nəzəri	təcrübi	nəzəri	təcrübi	nəzəri
0,362	0,098	0,108	0,085	0,096	0,147	0,158

Beləliklə, araşdırmalar nəticəsində ilk dəfə olaraq su mühitində gümüş molibden selenid birləşməsinin alınması şəraiti öyrənilmiş, göstərilən analiz üsulları ilə əldə olunan birləşmənin fərdiliyi müəyyən edilmiş və kimyəvi formulunun AgMoSe_2 -ə uyğun gəldiyi təsdiq edilmişdir.

ƏDƏBİYYAT

1. Bao Sh.-B., Bao Ch., Hai-Quan Yo.L. Nonlinear saturated absorption properties of Ag-MoSe_2 films by co-sputtering // Materials Letters, v. 285, 2021, 15 February, <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.129190>
2. Luo Yu., Zhang D., Fan X. Hydrothermal Fabrication of Ag-Decorated Oxide Ternary Hybrid for H_2S Gas Sensing // IEEE Sensors Journal (IF 3.073), Pub Date: 2020-07-03, DOI: 10.1109 /jsen.2020.3006983.

AMEA Naxçıvan Bölməsi

E-mail: aliye.rzaeva@mail.ru,

AMEA Geologiya və Geofizika İnstitutu

Aliya Rzayeva

SYNTHESIS OF SILVER MOLYBDENUM SELENIDE IN AQUEOUS SOLUTION

The paper studied the conditions of AgMoSe_2 production by interaction of ammonium molybdate, silver nitrate and selenic solution. It is found that the reaction proceeds in acid medium. And the yield is 90-95%. The chemical, thermographic and morphological analyses of the obtained compound AgMoSe_2 are carried out.

Keywords: silver molybdenum selenide, X-Ray analysis, thermographic analysis SEM, hydrogen peroxide.

Алия Рзаева

СИНТЕЗ СЕРЕБРА МОЛИБДЕН СЕЛЕНИДА В ВОДНОМ РАСТВОРЕ

В работе изучены условия получения AgMoSe_2 взаимодействием молибдата аммония, нитрата серебра и раствора селена. Установлено, что реакция идет в кислой среде и выход составляет 90-95%. Проведен химический, термографический и морфологический анализ полученного соединения AgMoSe_2 .

Ключевые слова: селенид молибдена серебра, рентгеноструктурный анализ, термографический анализ, анализ СЭМ, перекись водорода.

(AMEA-nın müxbir üzvü Əliəddin Abbasov tərəfindən təqdim edilmişdir)

Daxil olma tarixi: İlkin variant 17.05.2021

Son variant 16.06.2021