

UOT 621315.592

NAZİLƏ MAHMUDOVA

CdSb₂S₄-ün ELEKTRİK KEÇİRİCİLİYİNİN ÖYRƏNİLMƏSİ

Kadmium asetat ilə sürmə(III) xloridin qarışığının qliserin mühitində tioasetamidlə qarşılıqlı təsirdən solvotermal üsulla kadmium tiostibitin alınması şəraiti müəyyən edilmişdir. Belə ki, proses 403 K temperaturda və 16 saat müddətində aparılmışdır. Alınan maddənin çıxımı 83-87% təşkil etmişdir. Birləşmənin kimyəvi, termoqravimetrik, morfoloji analizləri yerinə yetirilmiş, birləşmənin CdSb₂S₄ formuluna uyğun gəldiyi, hissəciklərinin nano- və mikroölçülərdə olduğu müəyyənləşdirilmişdir. CdSb₂S₄-ün elektrik keçiriciliyi öyrənilmişdir.

Açar sözlər: Kadmium asetat, sürmə(III)xlorid, kimyəvi analiz, termoqrafik analiz, nano- və mikro-hissəciklər, elektrik keçiricilik.

Son zamanlar metalların sulfidli üçlü birləşmələrinin yarımkeçirici kimi mikroelektro-nikada və günəş çeviriciləri kimi tətbiq imkanları genişləndiyindən onların sintezi və fiziki-kimyəvi parametrlərinin öyrənilməsinə maraq artmışdır. Bu da həmin yarımkeçirici materialların (xalkogenidlərin) alınma şəraitindən və mikrohissəciklərin ölçülərindən asılı olaraq, unikal xassələrinin meydana çıxmasından irəli gəlir. Buna görə də müasir materialşünaslıq və qeyri-üzvi kimya qarşısında lazım olan funksional xassələrə malik üçlü birləşmələrin alınması və onların fiziki parametrlərinin öyrənilməsi qarşıya məqsəd qoyulmuşdur.

Eyni zamanda alternativ və bərpa olunan enerji mənbələrinin öyrənilməsi və ondan istifadə edilməsi daha çox maraq kəsb edir. Bu sahədə ekoloji cəhətdən təmiz və tükənməyən resurs ehtiyatlarının olması Günəş enerjisindən istifadə edilməsi istiqamətində aparılan tədqiqatlar, yeni günəş batareyalarının yaradılması, onlardan istifadə edilməsi bütün dünyada ilbəl artır. Ancaq günəş batareyaları ilə alınan enerjinin ənənəvi yolla alınan enerjiden bəla başa gəlməsi, yeni daha ucuz və ekoloji cəhətdən təmiz materialların (günəş çeviricilərinin) yaradılmasını daha çox aktuallaşdırır. Buna görə də bir çox tədqiqatçılar günəş energetikasının gələcək inkişafını günəş elementlərinin hazırlanmasında, üçlü və dördlü birləşmələrin nazik təbəqələrinin tətbiqində görürlər. CdTe nazik təbəqəsi əsasında sənayedə istehsal olunan günəş elementləri 10% effektivə malikdirlər (f.i.ə. = 10%) və istehsal texnologiyası çox çətin [3].

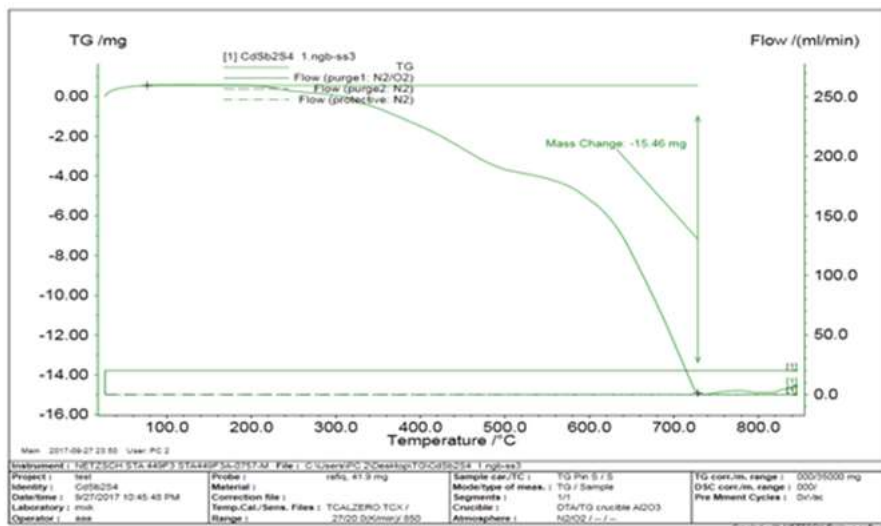
Ədəbiyyat materiallarını araşdırarkən aydın oldu ki, solvotermal üsulla CdSb₂S₄-ün alınmasına aid material ümumiyyətlə yoxdur. Ancaq Bosale və əməkdaşları ekvimolyar miqdarda sürmə(III) oksid, kadmium xlorid və tioasetamid qarışığını şüşə altlıq üzərinə püskürtməklə CdSb₂S₄-ün nazik təbəqəsini almışlar. Proses şüşə altlığa müxtəlif temperatur verməklə (200-500°C) və substratın temperaturunu 200°C-də saxlamaqla aparılmış, onun fiziki parametrləri öyrənilmişdir [1].

Təcrübi hissə. Tərkibində 68,64 mq Cd olan 162,72 mq kadmium asetat, 278,76 mq kristallik SbCl₃-lə (148,08 mq Sb) qarışdırılaraq üzərinə 10 ml qliserin tökülür. Məhlul təcrübə qabına keçirilir və üzərinə 183,48 mq tioasetamidin qliserində məhlulunu əlavə etdikdən sonra məhlulun pH-ı 8-9 həddinə çatdırılır. Təcrübə qabı teflon küvetə yerləşdirilir, ağzı kip bağlanır və Speedwave four BERGHOF (Almaniya) mikrodalğalı elektrik qızdırıcısına qoyulur. Nümunə 403 K temperaturda 16 saat saxlanılır. Proses başa çatdıqdan sonra qarışıq soyudulur və üzərinə su əlavə edilib (pH = 7 həddində olur) zəif xlorid turşusu ilə azca turşulaşdırılır və

çöküntü şüşə süzgəcdən süzülür, sonra isə ultra təmiz su ilə yuyulur. Sonda nümunə etil spirti ilə yuyulduqdan sonra 333-343 K temperaturda vakuumda qurudulur. Kadmium stibium sulfidinin çıxımı 83-87% olur.

Proses yuxarı temperaturda aparıldıqda (423-433K) nümunə (CdSb_2S_4) həlledicidə bir qədər həll olur. Birləşmənin tərkibi (Cd:Sb:S) Almaniya istehsalı olan NETZSCH STA 449F349F3 cihazı ilə yanaşı, həmçinin kimyəvi analizlə də (həcmi və qravimetrik metodlarla) müəyyən edilmişdir. Kadmium sürmə sulfidinin nano- və mikrohissəciklərinin morfolojiyası elektron mikroskopu TEM (Hitachi TM-3000, Yaponiya) vasitəsi ilə öyrənilmişdir. Şəkillər yüksək həssaslıqlı DESKOPT ilə çəkilmişdir. Qadağan olunmuş zolağın eni isə CdSb_2S_4 -ün etil spirtində dispers məhlulunun U-5100 (Hitachi) spektrofotometrində çəkilmiş udma spektrinə əsasən hesablanmışdır.

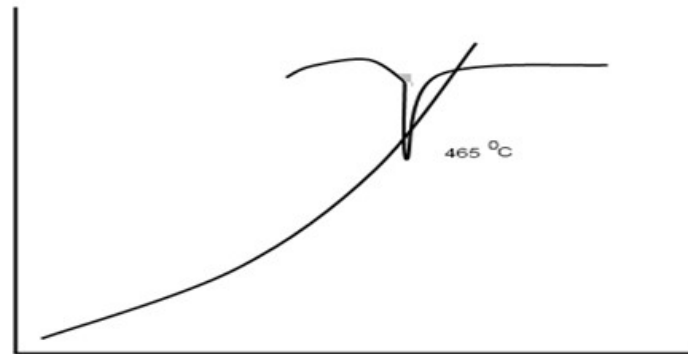
Müzakirə və nəticələr. Ədəbiyyat materiallarından məlumdur ki, xalkogenidlərin üzvi və su mühitində alınma üsullarından asılı olaraq tərkibləri fərqli olur, yəni müxtəlif stexiometriyaya uyğun birləşmələr alınır (MSb_2S_4 , $\text{M}_2\text{Sb}_2\text{S}_5$ və s.). Ona görə də solvotermal metodla alınmış nümunənin (CdSb_2S_4) NETZSCH STA 449F3 cihazında termoqravimetrik analizləri aparılmışdır. Təcrübələrin nəticələri şəkil 1-də verilir.



Şəkil 1. 403 K-də və 16 saat müddətində alınmış CdSb_2S_4 nanobirləşməsinin termoqravimetrik analizi.

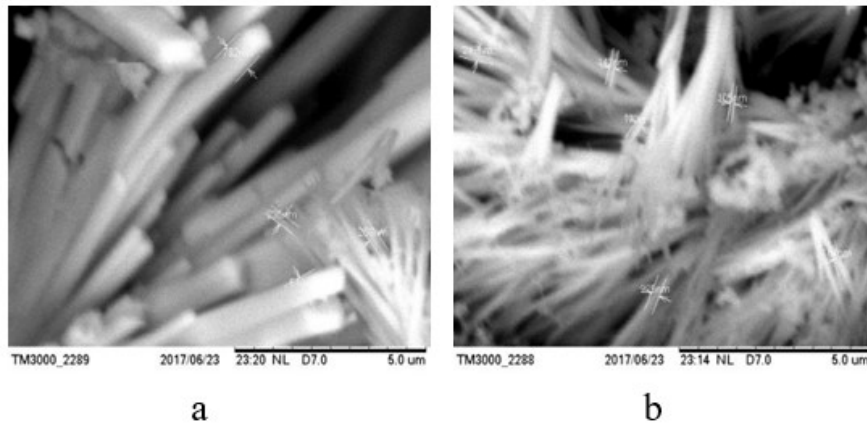
Şəkildən göründüyü kimi nümunə 20-850°C temperaturna kimi qızdırılmışdır. Kütlə itkisi 300-730°C temperatur intervalında baş vermiş və 15,45 mq təşkil etmişdir. Kütlə itkisi nümunədə olan kükürdün ayrılması hesabına baş verir. Analiz üçün götürülmüş 55.8 mq nümunədə nəzəri olaraq 14,78 mq kükürd vardır. Kükürdün təcrübi və nəzəri miqdarları təqribən eyni olduğundan birləşmənin CdSb_2S_4 formuluna uyğun gəldiyini söyləmək olar. Eyni zamanda nümunə kimyəvi analiz edilmişdir və alınan nəticələr nümunənin CdSb_2S_4 formuluna uyğun gəldiyini göstərir [4].

Alınan CdSb_2S_4 nümunəsi diferensial-termiki analiz edilmişdir. Şəkil 2-dən göründüyü kimi nümunə 738 K temperaturda əriyir və proses zamanı sistemdə ancaq bir maddə əmələ gəlir (şəkil 2).



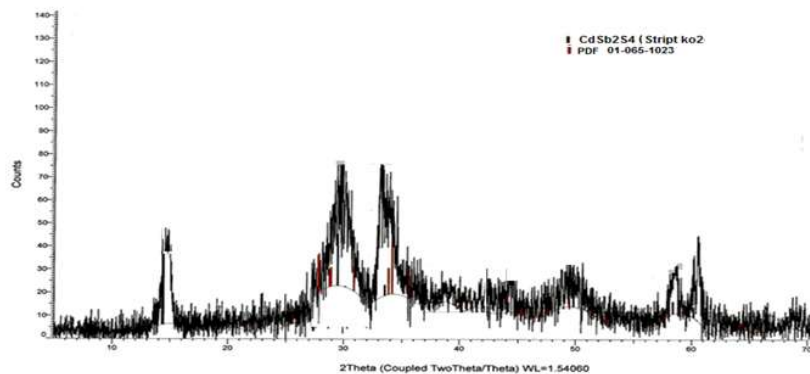
Şəkil 2. Kadmium tiostibitin differensial-termiki analizinin termoqramması.

Qliserin mühitində alınan (CdSb_2S_4) nano- və mikrohissəciklərin əmələ gəlməsinə, böyüməsinə və formalaşmasına temperaturun təsiri (383, 403, 413, K) öyrənilmiş və alınan hissəciklərin Hitachi TM-3000 elektron mikroskopunda şəkilləri çəkilmişdir (şəkil 3).



Şəkil 3. (a) 403K temperaturda və (b) 413 K temperaturda 16 saat ərzində alınmış CdSb_2S_4 -ün nanoçubuqları: böyümə 5,0 μm .

CdSb_2S_4 -ün hissəciklərinin faza analizi rentgen toz difraktometrinin köməyi ilə tədqiq edilmişdir. Kadmium tiostibitin rentgenoqramında meydana çıxan piklərin intensivliyi və vəziyyəti PDF standartları ilə tam uyğunluq təşkil edir.

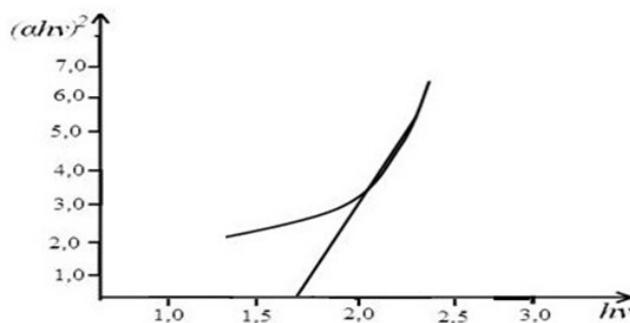


Şəkil 4. CdSb_2S_4 -ün rentgenoqramı.

CdSb₂S₄ nanobirləşməsinin etil spirtində $2,50 \cdot 10^{-4}$ mol/l qatılıqlı məhlulu hazırlanmış və onun udma spektri U-5100 Hitachi spektrofotometrində çəkilməmişdir. Udma spektrinə əsasən birləşmənin qadağan olunmuş zonasının enini müəyyən etmək üçün nisbi vahidlərlə $(\alpha h\nu)^2$ -f $(h\nu)$ asılılığı qurulmuşdur. Çünki spektrin fundamental udma oblastında udma əmsalı fotonun enerjisi ilə aşağıdakı münasibətdədir:

$$\alpha = \frac{A_0}{h\nu} (h\nu - E_g^0)$$

Tənlilyə əsasən aparılmış hesablamalara və onun əsasında qurulmuş əyriyə görə nümunənin qadağan olunmuş zonasının eninin $E_g^0 = 1,68$ eV olduğu müəyyən edilmişdir (şəkil 5).



Şəkil 5. $(\alpha h\nu)^2$ -f $(h\nu)$ asılılığı.

Bu, alınan birləşmənin (CdSb₂S₄) yarımkeçirici xassəli olduğunu göstərir və ədəbiyyat materialında göstərilən qiymətlərə uyğun gəlir [2].

ƏDƏBİYYAT

1. Bhosale C.H., Uplane M.D., Patil P.S., Lokhande C.D. Characterization of sprayed CdSb₂S₄ thin-films by photoelectrochemical method // Indian Journal of Pure & Applied Physics, 1994, v. 32 (3), pp. 267-269.
2. Venkatarathnam A., Subba Rao G.V. // Mat. Chem. and Phys., 1987, v. 16, s. 145.
3. Плеханов С.И., Наумов А.В. Оценка возможностей роста производства солнечных элементов на основе CdTe, ClGS и GaAs/Ge в период 2010-2025 гг. ОАО НПП «КБАХТ», 2010. http://alternativenergy.ru/solnechnaya_energetika/132-proizvodstvo-solnechnyh-elementov.html.
4. Коростелев П.П. Титриметрический и гравиметрический анализ в металлургии: Справочник. Москва: Металлургия, 1985, 320 с.

AMEA Naxçıvan Bölməsi

E-mail: nazile.mahmudova.2017@mail.ru

Nazile Mahmudova

THE STUDY OF ELECTRIC CONDUCTIVITY OF CdSb_2S_4

Obtaining conditions of CdSb_2S_4 by the solvothermal method in glycerol medium by the interaction of thioacetamide with a mixture of cadmium acetate and chloride (III) antimony was studied. The process was carried out at a temperature of 403 K for 16 hours. The yield of the obtained substance was 83-91%. Chemical, thermographic and morphological analyzes were performed and it was found that the compound obtained corresponds in the formula CdSb_2S_4 and the crystals are presented in the form of nano- and microcrystals.

Keywords: *cadmium acetate, antimony chloride (III), chemical analysis, thermographic analysis, nano- and microparticles, electric conductivity.*

Назиля Махмудова

ИЗУЧЕНИЕ ЭЛЕКТРОПРОВОДИМОСТИ CdSb_2S_4

Изучены условия получения CdSb_2S_4 сольвотермальным методом в среде глицерина взаимодействием тиоацетамида с смесью кадмия ацетата и хлорида(III) сурьмы. Процесс проводился при температуре 403 К в течение 16 часов. Выход полученного вещества составил 83-91%. Выполнены химический, термографический и морфологический анализы, и установлено, что полученное соединение соответствует формуле CdSb_2S_4 , и кристаллы соединения представлены в виде нано- и микрочастиц.

Ключевые слова: *кадмий ацетат, хлорид(III) сурьмы, химический анализ, термографический анализ, нано- и микрочастицы, электропроводимость.*

(AMEA-nın müxbir üzvü Vəli Hüseynov tərəfindən təqdim edilmişdir)

Daxilolma tarixi: İlkin variant 26.05.2021

Son variant 22.06.2021