

**BAYRAM RZAYEV**  
 AMEA Naxçıvan Bölməsi  
 E-mail: aliye.rzaeva@mail.ru

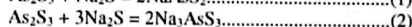
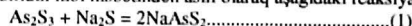
## **Pb<sub>2</sub>As<sub>2</sub>S<sub>5</sub> TƏRKİBLİ TİOBİRLƏŞMƏNİN HİDROTERMAL ÜSULLA ALINMASI ŞƏRAİTİNİN ARAŞDIRILMASI**

*İşdə natrium tioarsenitlə qurğuşun(II) nitratın su mühitində qarşılıqlı təsirdən alınan qurğuşun(II) tioarsenitin tədqiqi nəticələri verilir. Sublimə üsulu ilə təmizlənmiş arsen(III) sulfidə natrium sulfidən natrium tioarsenit alınmış və qurğuşun(II) nitratla təsir edərək reaktivlərin mol nisbətindən asılı olaraq müxtəlif tərkibli birləşmələr alınmışdır. Çöküntünün tərkibi və məhlula keçən arsenin miqdarı təyin edilmiş, çöküntünün tam çökməsinə mühit pH-nə təsiri öyrənilmiş, çöküntünün tərkibi tam kimyəvi analiz olunmuş, onun termoqramı çıxarılmış, rentgenfaza analizinə əsasən ştrixdiqramu tərtib edilmişdir. Nəticədə sabit tərkibli Pb<sub>2</sub>As<sub>2</sub>S<sub>5</sub> tiobirləşməsi alınmışdır.*

**Açar sözlər:** tioarsenit, qurğuşun(II) tioarsenit, çökdürmə, mühitin pH-ı, termoqram, rentgenfaza analizi.

Əksər ağır metal tioarsenitləri yarımqeçirici xassəlidirlər. Adətən onlar komponentlərin ekvimal nisbətə qarışığının sintezindən alınrlar [2, 3]. Ağır metalların su mühitindən hidrotermal üsulla alınması haqqında ədəbiyyatda məlumata çox az rast gəlinir.

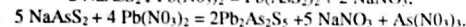
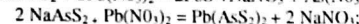
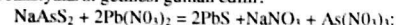
Bu işdə natrium tioarsenitlə qurğuşun(II) nitratın su mühitində qarşılıqlı təsirdən alınan qurğuşun(II) tioarsenitin tədqiqi nəticələri verilir. Tədqiqatı aparmaq üçün təmizlənmiş natrium sulfid, kimyəvi təmiz çəşidli qurğuşun(II) nitrat və Darıdağ auripigment mineralından alınmış və təmizlənmiş arsen(III) sulfiddən istifadə edilmişdir. Arsen(III) sulfidə natrium sulfidin mol nisbətindən asılı olaraq aşağıdakı reaksiyalar gedir:



Tənziklərdən görüldüyü kimi ikinci reaksiyada birinciyə nisbətən arsen(III) sulfidin bir moluna 3 mol natrium sulfid sərf olunur. Reaksiyaların düzgünlüyünü yoxlamaq üçün natrium sulfid təmizlənmiş və ondan türlü məhlul hazırlanmışdır. Natrium sulfidin qatılığı aşağıdakı kimi təyin edilmişdir: müəyyən həcm natrium sulfid məhlulu ammonium hidroksid mühitində qatı hidrogen peroksidlə oksidləşdirilmişdir. Məhlul quru qalıq alınana kimi buxarlandırılır və soyumağa buraxılır. Qalıq distillə suyunda həll edilir və sulfat ionları BaCl<sub>2</sub>-lə çökdürülür. Alınmış barium sulfatın kütləsinə əsasən ana məhlulda natrium sulfidin miqdarı hesablanır. Müəyyən miqdar arsen(III) sulfid üzərində hesablanmış həcm natrium sulfid məhlulu əlavə edilir. Bir neçə təcrübə ilə müəyyən edildi ki, natrium sulfidin arsen(III) sulfidə mol nisbəti 1,05:1-ə çatdıqda arsen(III) sulfid tamamilə həll olur. Bu onu göstərir ki, qarşılıqlı təsirdə olan komponentlərin ən az mol nisbətində NaAsS<sub>2</sub> tərkibli natrium tioarsenit əmələ gəlir. Natrium sulfidin artığını məhlulda qalmaması üçün natrium tioarsenit məhlulu bu qaydada hazırlanır: müəyyən miqdar arsen(III) sulfid məhlulu stəkana tökülür, üzərinə maqnit qarışdırıcısı ilə qarışdırmaqla hissələri 5%-li natrium sulfid məhlulu əlavə edilir. Natrium sulfid məhlulu arsen(III) sulfidin həll olmasına qədər əlavə edilir. Arsen(III) sulfid həll olduqda məh-

lulda az da olmuş olsa natrium sulfidin artığı qalır ki, bu da sonrakı çökdürmə prosesində işin gedişinə mane olur. Buna görə də stəkann dibində həmişə az miqdarda arsen(III) sulfidin artığı qalmalıdır.

Arsen(III) sulfidə natrium sulfidə təsir edərək (As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> + Na<sub>2</sub>S = 2NaAsS<sub>2</sub>) natrium tioarsenit alınmış və ona qurğuşun(II) nitratla təsir etdikdə reaktivlərin nisbətindən asılı olaraq aşağıdakı reaksiyaların gətirməsi güman edilir:



Birinci reaksiya gedərsə xarakter qara rəngli qurğuşun(II) sulfid çöküntüsü alınmalı və arsenin hamısı məhlula keçməlidir. Lakin təcrübədə qəhvəyi rəngli çöküntü alınır. Süzünütyə isə gözlənilən miqdardan az arsen keçir.

İkinci reaksiyaya görə məhlula arsen keçməməlidir. Lakin süzünütdə arsen olur. Üçüncü reaksiyanın düzgünlüyünü aydınlaşdırmaq üçün alınan çöküntünün kütləsini çəkməklə və məhlula keçən arsenin miqdarını təyin etməklə aşağıdakı təcrübə aparılmışdır: 10 ml natrium arsenit məhluluna (T<sub>As</sub> = 0, 012 q/ml) qurğuşun(II) nitrat məhlulu əlavə edilir. Alınan çöküntü çəkisi məlum 2 №-li Şotta putandan süzülür, distillə suyu ilə qurğuşun ionları qurtarana kimi yuyulur, 110°C-də sabit kütləyə gətirilib çəkilir. Eyni zamanda məhlula keçən arsen təyin edilir (cədvəl 1).

**Cədvəl 1**

**Alınan çöküntünün və məhlula keçən arsenin miqdarının təyini**

Natrium tioarsenit, ml	Qurğuşun(II) tioarsenit, q		Məhlula keçən arsenin miqdarı, q	
	alınmış.	hesab.	alınmış.	hesab.
10	0.4637	0.4642	0.0238	0.0240
".."	0.4638	".."	0.0237	".."
".."	0.4636	".."	0.0236	".."
".."	0.4640	".."	0.0237	".."

Cədvəldəki rəqəmlərə əsasən müəyyən edilmişdir ki, məhlula keçən arsenin miqdarı götürülən ümumi miqdarın 1/5-ni təşkil edir. Eyni zamanda alınan qurğuşun tioarsenitin kütləsi reaksiya tənyinə əsasən nəzəri hesablanmış miqdara müvafiq gəlir.

Seriya təcrübələrlə mühitin pH-ni çöküntünün tam çökməsinə və tərkibinə təsiri yoxlanılmışdır. Məhlulun pH-ni aşağı salmaq üçün 1:10 durulaşdırılmış nitrat turşusundan istifadə edilir (cədvəl 2).

**Cədvəl 2**

**Mühit pH-nın qurğuşun(II) tioarsenitin tam çökməsinə təsiri**

Tioarsenit, ml	Mühitin son pH-ı	Qurğuşun(II) tioarsenit alınmışdır	
		q	%
5,0	9	0.2608	112.53
".."	7	0.2688	11.65
".."	4	0.2306	99.87
".."	2	0.2314	99.83

Cədvəldən görüldüyü kimi, mühitin pH-ı 4-dən çox olduqda qurğuşun(II) hidroksidin əmələ gəlməsi hesabına çöküntünün kütləsi artır. Ona görə də çökdürməni pH-nı 4-dən aşağı qiymətlərində aparmaq lazımdır.

Təcrübələrlə müəyyən edilmişdir ki, çökdürməni 60°C-dən yuxarı temperaturda apardıqda nisbətən aşağı nəticələr alınır.

pH = 2 və temperatur 20°C-də alınmış qurğuşun(II) tioarsenitdən müəyyən miqdar götürülmüş, 110°C-də sabit kütləyə qədər qurudulmuş və tərkib elementlərə görə analiz edilmişdir. Nümunə ammoniyak mühitində qatı hidrogen peroksidlə parçalanır, məhlul müəyyən həcmə keçirilir. Məhluldan müəyyən həcm götürülərək qurğuşun sulfat şəklində, digər həcmdə sulfat ionu barium sulfat formasında, süzültdə isə arsen yodometrik metodla təyin edilir [1]. Nəticələr cədvəl 3-də verilir.

Cədvəl 3

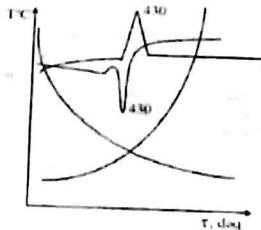
**Qurğuşun(II) tioarsenitin element analizi**

Qurğuşun(II) tioarsenit nümunəsi, q	Təyin olunan elementlər, %					
	Pb		As		S	
	tap.	hesab.	tap.	hesab.	tap.	hesab.
0.7224	57.21	57.19	20.60	20.68	22.04	22.12

Nəticələrə əsasən qurğuşun(II) tioarsenitin empirik formulı –  $Pb_2As_2S_5$  çıxarılmışdır.

$Pb_2As_2S_5$ -in müxtəlif temperaturda (20-50°C) suda həllolma qabiliyyəti təyin edilmişdir. Alınan rəqəmlərə görə birləşməni suda çətin həll olan birləşmələr qrupuna aid etmək olar.

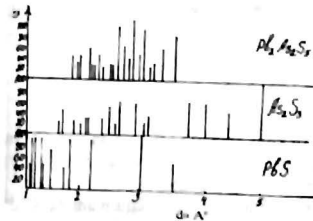
$Pb_2As_2S_5$ -in termoqramı çıxarılmış və şəkil 1-də verilmişdir.



Şəkil 1.  $Pb_2As_2S_5$ -nin termoqramı.

Şəkillərdə əyrilərdən görünür ki, qızma və soyuma əyrilərində bir pik vardır ki, bu da (430°C) birləşmənin ərime və bərkimə temperaturlarını göstərir.

Birləşmənin fərdiliyi eyni zamanda onun rentgenoqramının çıxarılması və buna əsasən tərtib olunmuş ştrixdiaqrama görə də müəyyən edilmişdir.  $Pb_2As_2S_5$ -in ştrixdiaqramı  $As_2S_3$  və  $PbS$ -in məlum ştrixdiaqramları ilə müqayisədə verilmişdir (şəkil 2).



Şəkil 2.  $Pb_2As_2S_5$ -nin ştrixdiaqramı.

Ştrixdiaqramdan göründüyü kimi, üçlü birləşmə xətlərinin intensivliyinə və müstəvi arası məsafələrə görə bir-birindən fərqlənirlər.

**ƏDƏBİYYAT**

1. Корякин А.К., Ангелов И.И. Чистые химические вещества. Москва: Химия, 1974, 351 с.
2. Лазарев В.Б., Беруль С.И., Салов А.В. Тройные полупроводниковые соединения в системах  $A^IVB^VC^VI$ . Москва: Наука, 1982, 148 с.
3. Нанобашвили Л.А., Вагнадзе Е.С., Моргиладзе Л.Г., Путкарадзе Н.В. и др. / Сернистые соединения индия, германия, галлия, олова и сурьмы. Ч. II, Тбилиси: Мецниереба, 1974, с. 6-7.

**Bayram Rzayev**

**ИССЛЕДОВАНИЕ УСЛОВИЙ ПОЛУЧЕНИЯ ТИОСОЕДИНЕНИЯ СОСТАВА  $Pb_2As_2S_5$  ГИДРОТЕРМАЛЬНЫМ СПОСОБОМ**

В работе приводятся результаты исследования тиаосенита свинца(II), полученного при взаимодействии тиаосенита натрия с нитратом свинца(II). Очищенный возгонкой сульфид мышьяка(III) растворяется в сульфиде натрия. Получается тиаосенит натрия. На последний действуют нитратом свинца(II). В зависимости от мольного соотношения реактивов получаются различные по составу соединения. Определены состав осадка и количество перешедшего в раствор мышьяка, изучено влияние pH среды на полноту осаждения осадка, проведен полный химический анализ состава осадка, снята его термограмма, на основе рентгенофазового анализа составлена штрих-диаграмма. В результате получено тиосоединение со стабильным составом  $Pb_2As_2S_5$ .

**Ключевые слова:** тиаосенит, тиаосенит свинца(II), осаждение, pH среда, термограмма, рентгенофазовый анализ.

**Bayram Rzayev**

**INVESTIGATION OF OBTAINING CONDITION OF  $Pb_2As_2S_5$  STRUCTURED THIOCOMBINATION WITH HYDROTHERMAL METHOD**

The results of a study of lead thioarsenite(II) obtained by the interaction of sodium thioarsenite with lead(II) nitrate are presented in the paper. The arsenic(III) sulfide purified by sublimation dissolves in sodium sulphide. Then sodium thioarsenite is obtained. The latter is effected by lead (II) nitrate, and different compounds are obtained depending on the molar ratio of the reagents. The composition of the sediment and the amount of arsenic passed into the solution have been determined, the effect of pH on sedimentation completeness has been studied, complete chemical analysis of the sediment composition has been carried out, its thermogram has been taken, and a feature diagram has been made on the basis of X-ray phase analysis. As a result, the stable structured thiocompound of  $Pb_2As_2S_5$  has been obtained.

**Keywords:** thioarsenite, lead(II) thioarsenite, precipitation, pH medium, thermogram, X-ray phase analysis.

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