

<sup>1</sup>E. V. NƏSİROV, fizika ü. f. d.; <sup>2</sup>V. İ. NƏSİROV, f. r. e. d.:  
<sup>2</sup>A. G. RZAYEVA, fizika ü. f. d.

<sup>1</sup>Heydər Əliyev adına Azərbaycan Ali Hərbi Məktəbi,

<sup>2</sup>Azərbaycan Dövlət Pedaqoji Universiteti,

E-mail: [emin-nasirov@inbox.ru](mailto:emin-nasirov@inbox.ru)

## *Cu<sub>1.90</sub>In<sub>0.10</sub>S* MONOKRİSTALINDA POLİMORFİZM

Məqalədə *Cu<sub>1.90</sub>In<sub>0.10</sub>S* birləşməsinin sintezi, monokristalın yetişdirilməsi və rentgenoqrafik üsulla nümunədə otaq temperaturundan ərimə temperaturuna kimi rombik-heksaqonal-ÜMK sxemi üzrə iki quruluş faza çevrilməsinin baş verməsi aradılmışdır.

**Açar sözlər:** quruluş çevrilməsi, polimorfizm, modifikasiya, kristal quruluş, kristal qəfəs, bərk məhlul.

Cu-S sistem birləşmələrinin tədqiqi uzun müddətdir ki, alimlərin diqqətini cəlb etmişdir. Bu sistem birləşmələrin kristal qəfəsinin karkası kükürd atomlarına aid olub, metal atomları üçbucaqlı və tetraedrik boşluqlar üzrə kükürd atomları arasında statik paylanır. Metal atomları mütəhərrik olub, xarici şəraitdən, yəni temperatur və təzyiqdən asılı olaraq həmin boşluqlar boyu asanlıqla hərəkət edə bilirlər. Bu şərait və onunla əlaqəli çoxsaylı quruluş çevrilmələri quruluş qeyri-sabitliyinə, bu birləşmələrin fiziki-kimyəvi xassələrinin, xüsusilə quruluş çevrilmələrinin xüsusiyyətlərinin dəyişməsinə gətirib çıxarır [1, s. 662-665].

Qeyd edək ki, mis xalkogenidləri yüksək diffuziya əmsallı ion keçiriciliyinə malik olduqlarından onlardan superkeçiricilərin, elektrolitik sensorların və başqa cihazların hazırlanmasında istifadə olunur. Digər tərəfdən, Cu-S sistem birləşmələrində ayrı-ayrı modifikasiyaların stabilləşməsi prosesinin və bu prosesin kristalloqrafik aspektlərinin araşdırılması verilmiş xassəli quruluşların alınması perspektivlərini aşkar edir [2]. Həmin maddələrin fiziki-kimyəvi xassələrinin, quruluş çevrilmələrinin öyrənilməsi və mis atomlarının digər element atomları ilə qismən izomorf əvəzlənməsinin bu xassələrə təsirinin tədqiqi böyük elmi və praktiki əhəmiyyətə malikdir. Məhz buna görə də apardığımız tədqiqat işinin davamı olaraq təqdim olunan iş də *Cu<sub>1.90</sub>In<sub>0.10</sub>S* monokristallarında polimorf çevrilmələrin mexanizminin tədqiqinə həsr olunmuşdur [3].

Tədqiq olunan nümunə Cu<sub>2</sub>S-də Cu ionlarının In atomları ilə qismən əvəz olunması nəticəsində alınmışdır. Cu<sub>2</sub>S müxtəlif illərdə müxtəlif alimlər tərəfindən tədqiq olunmuşdur. Müəyyən edilmişdir ki, bu kristalda otaq temperaturundan ərimə temperaturuna kimi rombik-heksaqonal-ÜMK sxemi üzrə iki polimorf çevrilmə baş verir [4].

Tədqiq olunanın tərkibin homogen nümunəsini əldə etmək üçün birbaşa sintez, yəni ilkin komponentlərin kimyəvi qarşılıqlı təsirindən istifadə olunmuşdur. Sintez üçün aşağıdakı təmizlikdə ilkin elementlər götürülmüdü: Cu-99.998, In-99.990 və OĞÇ markalı kükürd. Tələb olunan tərkibi əldə etmək üçün ilkin maddələr tərzidə çəkilərək uyğun miqdarlarda kvarts ampulaya doldurulmuşdur. Ampulanın havası 0,193 Pa təzyiqə kimi sorulmuşdur. Sintez prosesi 800-1150°C temperatur intervalında aparılmışdır. Homogenləşdirmək məqsədilə nümunə 100 saat müddətində 800°C temperaturda saxlanılmışdır [5].

Sintez olunan nümunənin monokristalını yetişdirmək üçün Bricmen və ifrat soyutma üsullarının kombinasiyasından istifadə olunmuşdur. T=300K temperaturda çəkilən laueqram alınan nümunənin monokristal (şəkil 1), mikroskopik tədqiqat isə birləşməli olduğunu göstərir (şəkil 2).



Şəkil 1

Şəkil 2

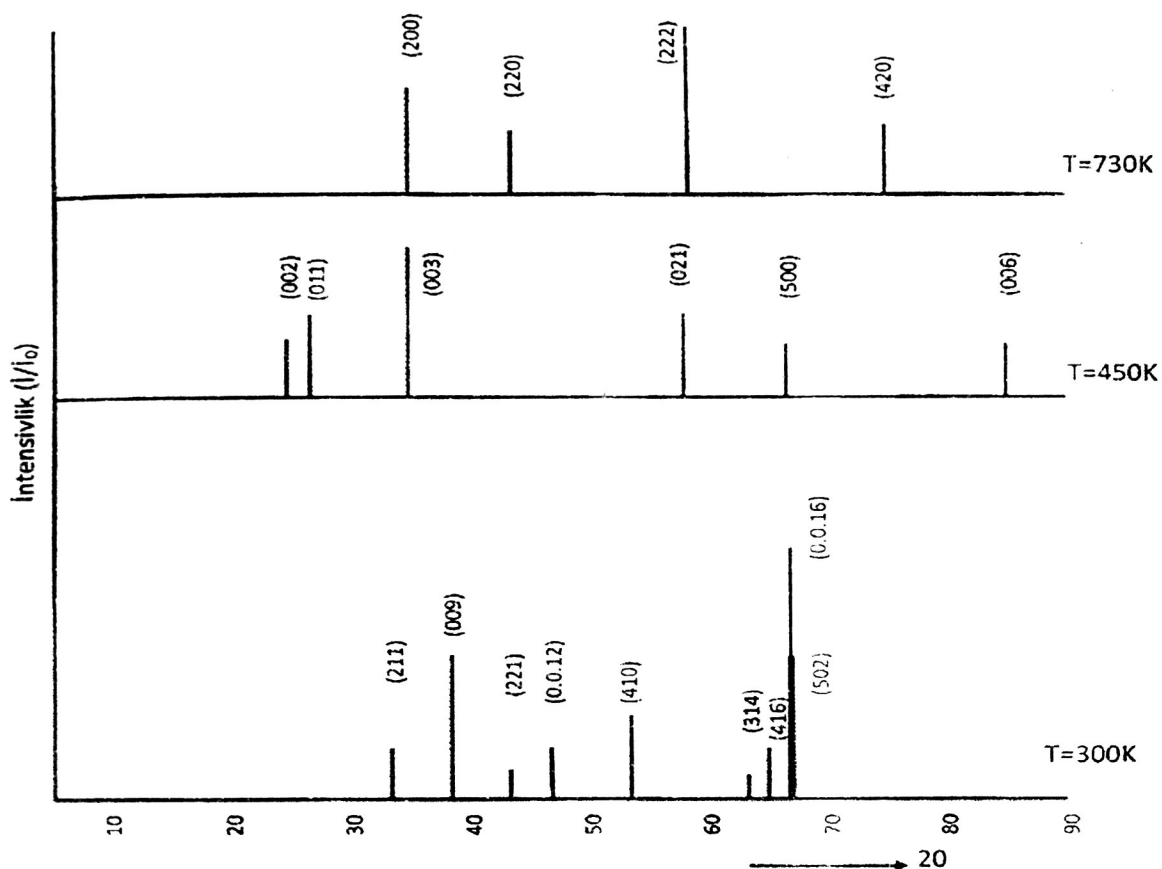
$Cu_{1.90}In_{0.10}S$  kristalında quruluş fəza çevrilmələri qızdırıcı ilə təmin olunmuş DRON -3M rentgen difraktometrində,  $CuK_{\alpha}$  şüalanmasında  $\lambda=1,5418\text{\AA}$  dalğa uzunluğunda  $10^{\circ}\leq 2\theta\leq 100^{\circ}$  intervalında aparılmışdır. Bu tədqiqatları aparmaq üçün yetişdirilən kristallardan  $1\times 4\times 6$  mm ölçülü nümunələr hazırlanmışdır.

Otaq temperaturunda aparılan çəkilişlər zamanı ( $T=300\text{K}$ ) tədqiq olunan nümunədən 10 difraksiya əks olunmaları müşahidə edilmiş və bu əks olunmaların parametrləri  $a=5,96\text{\AA}$ ,  $b=4,205\text{\AA}$ ,  $c=21,51\text{\AA}$  fəza qrupu  $A_{bm}2$  olan rombik qəfəsdə indeksləşir. Kristalın vəziyyəti dəyişmədən hər 10K-dən bir çəkilişlər aparılmış və 450K temperatura kimi difraksiya əks olunmalarının intensivliyində və sayında heç bir dəyişiklik müşahidə olunmamışdır.  $T\geq 450\text{K}$  olduqda rombik qəfəsə aid olan difraksiya əks olunmaları sıradan çıxır və altı yeni difraksiya əks olunmaları müşahidə olunur. Həmin əks olunmaların parametrləri  $a=6,892\text{\AA}$ ,  $c=7,038\text{\AA}$ , fəza qrupu  $P6_3/mmc$  olan heksaqonal qəfəsdə indeksləşir. Kristalın vəziyyətini dəyişmədən sonrakı qızdırılması göstərir ki,  $T\geq 780\text{K}$  temperaturda yeni difraksiya əks olunmaları müşahidə olunur ki, bunlar da qəfəs parametri  $a=4,252\text{\AA}$ , fəza qrupu  $Fm\bar{3}m$  olan ÜMK qəfəsdə indeksləşir. Kristalın erimə temperaturuna kimi ( $T=1410\text{K}$ ) qızdırılması yeni difraksiya əks olunmalarının meydana gəlməsinə səbəb olmamışdır.

Cədvəldə  $Cu_{1.90}In_{0.10}S$  kristalından alınan difraktoqramın hesabı verilmişdir (Şüalanma :  $CuK_{\alpha}=1.5418\text{\AA}$ , rejim: 35kV, 10mA, filtr:Ni).

| Temperatur parametrləri T,K | $2\theta$ | $\theta$ | $\sin\theta$ | deks,Å | $I/I_0$ | hkl  | Kristal qəfəs parametrləri  |
|-----------------------------|-----------|----------|--------------|--------|---------|------|---|
| 300                         | 32°34'    | 16°17'   | 0,2802       | 2,765  | 15      | 211  | Rombik<br>$a=5,90\text{\AA}$<br>$b=4,205\text{\AA}$<br>$c=21,51\text{\AA}$<br>Fəza qrupu<br>$A_{bm}2$ |
|                             | 37°36'    | 18°48'   | 0,3223       | 2,390  | 30      | 009  |   |
|                             | 43°36'    | 21°46'   | 0,3712       | 2,076  | 10      | 221  |   |
|                             | 49°42'    | 24°51'   | 0,4226       | 1,832  | 18      | 0012 |   |
|                             | 51°26'    | 25°48'   | 0,4338       | 1,776  | 30      | 402  |   |
|                             | 57°48'    | 28°34'   | 0,4883       | 1,594  | 10      | 410  |   |
|                             | 62°42'    | 31°21'   | 0,5287       | 1,480  | 5       | 324  |   |
|                             | 63°54'    | 31°57'   | 0,5792       | 1,456  | 20      | 416  |   |
|                             | 64°36'    | 32°18'   | 0,5344       | 1,441  | 100     | 0016 |   |
|                             | 66°18'    | 33°9'    | 0,5469       | 1,408  | 70      | 501  |   |
| 450                         | 25°18'    | 12°39'   | 0,2189       | 3,519  | 25      | 002  | Heksaqonal<br>$a=6,892\text{\AA}$<br>$c=7,038\text{\AA}$<br>fəza qrupu $P6_3/mmc$ .                   |
|                             | 26°24'    | 13°12'   | 0,2281       | 3,319  | 30      | 0,11 |   |
|                             | 35°10'    | 17°35'   | 0,2954       | 2,608  | 60      | 0,03 |   |
|                             | 56°12'    | 28°6'    | 0,4710       | 1,635  | 45      | 021  |   |
|                             | 64°48'    | 32°23'   | 0,5450       | 1,438  | 25      | 500  |   |
|                             | 86°18'    | 42°9'    | 0,7448       | 1,034  | 15      | 006  |   |
| 780                         | 30°48'    | 15°24'   | 0,2056       | 2,90   | 40      | 200  | Üzü mərkəzlənmiş<br>kub<br>$a=4,257\text{\AA}$<br>fəza qrupu $Fm\bar{3}m$                             |
|                             | 45°16'    | 22°38'   | 0,3145       | 2,449  | 20      | 220  |   |
|                             | 57°18'    | 28°39'   | 0,4792       | 1,507  | 100     | 222  |   |
|                             | 72°44'    | 36°22'   | 0,5930       | 1,290  | 40      | 420  |   |

Beləliklə, təcrübələr göstərmişdir ki, otaq temperaturundan ərimə temperaturuna kimi  $Cu_{1.90}In_{0.10}S$  kristalında rombik-heksaqonal-ÜMK sxemi üzrə iki quruluş çevrilməsi baş verir. Alınan difraktoqramın hesabı nəticəsində qurulmuş ştrixqram şəkil 3-də göstərilmişdir.



Şəkil 3.  $Cu_{1.90}In_{0.10}S$  kristalından alınan ştrixqram

İki polimorf çevrilmədən sonra soyudulan nümunədə ÜMK-heksaqonal-rombik ardıcılığı ilə əks istiqamətdə quruluş çevrilmələri baş verir və bu zaman temperatur histerezisi müşahidə edilmir.

### ƏDƏBİYYAT

1. Хансен, М. Структура двойных сплавов / М.Хансен, К. Андрейко. - Москва: Металлург, - 1962. - 693 с.
2. Djurle, S. An x-ray study on the sistem Cu-S // Actae chem Scand, - 1958. - V12, - №7. - p.1415-1427.
3. Nəsirov, V.I., Abbasova, F.N.  $Cu_{1.96}In_{0.04}S$  monokristallarının yetişdirilməsi və rentgenoqrafik tədqiqi // Fizikanın aktual problemləri Respublika Konfransının materialları, - Bakı: - 2005. - s.117-120.

4. Evans, H. The crystal structure of low chalcosite and agturletcte / H.Evans. - Z.Kristal 150, - 1979. - p.229-329.

5. Рустамов, Л. Полиморфные превращения в  $Cu_{1,80}Te$  / Л.Рустамов, Ю.Асадов, Г.Гасанов // - Баку: Доклады АН Аз ССР, - 1989. №7, - с.22.

#### SUMMARY

<sup>1</sup>E. V. NASIROV, doctor of philosophy in physics;

<sup>2</sup>V. İ. NASIROV, doctor of physical and mathematical sciences;

<sup>2</sup>A. G. RZAYEVA, doctor of philosophy in physics

<sup>1</sup>Azerbaijan Higher Military School named after Heydar Aliyev,

<sup>2</sup>Azerbaijan State Pedagogical University,

E-mail: [emin-nasirov@inbox.ru](mailto:emin-nasirov@inbox.ru)

#### POLYMORPHISM IN $Cu_{1,90}In_{0,10}S$ MONOCRYSTAL

Crystals of  $Cu_{1,90}In_{0,10}S$  have been synthesized and grown. It was established by X-ray diffraction that structural transformations occur in the crystal under study from room temperature to the melting temperature according to the rhombic → hexagonal → cubic scheme.

**Key words:** structural transformations, polymorphism, modification, crystal structure, crystal lattice, solid solution.

#### РЕЗЮМЕ

<sup>1</sup>НАСИРОВ Э. В., доктор философии по физике;

<sup>2</sup>НАСИРОВ В. И., доктор физико-математических наук;

<sup>2</sup>РЗАЕВА А. Г., доктор философии по физике

<sup>1</sup>Азербайджанское высшее военное училище имени Гейдара Алиева,

<sup>2</sup>Азербайджанский Государственный Педагогический Университет.

Электронная почта: [emin-nasirov@inbox.ru](mailto:emin-nasirov@inbox.ru)

#### ПОЛИМОРФИЗМ В МОНОКРИСТАЛЛАХ $Cu_{1,90}In_{0,10}S$

В работе синтезированы и выращены кристаллы  $Cu_{1,90}In_{0,10}S$ . Рентгенографическим методом установлено что в исследуемом кристалле от комнатной до температуры плавления происходят структурные превращения по схеме ромбическая → гексагональная → кубическая.

**Ключевые слова:** структурные превращения, полиморфизм, модификация, кристалльная структура, кристалльная решетка, твердый раствор.

Məqalə redaksiyaya daxil olmuşdur: 21.09.21