

Стецьків А.О.

*кандидат хімічних наук, доцент,
завідувач кафедри,*

Івано-Франківський національний медичний університет

Павлюк В.В.

доктор хімічних наук, професор,

Львівський національний університет імені Івана Франка

ВИВЧЕННЯ КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ СТАНІДУ YbNa_4Sn_6

Перші дослідження взаємодії компонентів у потрійних системах РЗМ–Na–Sn відбулись порівняно нещодавно й описані авторами [1; 2]. У цих працях повідомлено про існування станідів складу EuNa_8Sn_6 , $\text{EuNa}_{10}\text{Sn}_{12}$ та $\text{YbNa}_{10}\text{Sn}_{12}$. В публікаціях [3-5] досліджено кристалічну структуру тернарних сполук Nd_4NaSn_4 , $\text{Eu}_5\text{Na}_4\text{Ge}_4$ та $\text{Yb}_5\text{Na}_4\text{Ge}_4$. Кристалічну структуру всіх зазначених вище сполук систем РЗМ–Na–{Ge, Sn} досліджено методом монокристалу.

Метою нашої роботи було продовження вивчення взаємодії компонентів у системі Yb–Na–Sn та дослідження кристалічної структури одержаної тернарної сполуки YbNa_4Sn_6 .

Сплави виготовляли у два етапи, використовуючи для синтезу метали наступної чистоти: натрій – 0,9997, іттербій > 0,9998, станум – 0,9999 масових часток основного компоненту. Під час першого етапу шихту із наважок чистих компонентів нагрівали в індукційній печі у танталовому тиглі до температури 400 °С та витримували протягом 4 годин.

Під час другого етапу нагрівали сплави до температури 800°С та витримували протягом 1 години. Контроль маси сплавів шляхом порівняння маси шихти з масою сплаву не проводили, оскільки тигель був герметично запаяний, що унеможливило будь-які втрати.

Гомогенізуючий відпал проводили при температурі 200°С протягом трьох тижнів. Сплави поміщали в танталові контейнери і запаювали у кварцові ампули з попередньою евакуацією повітря. Відпал проводили у муфельній печі типу МП-60 з автоматичним регулюванням температури з точністю $\pm 5^\circ\text{C}$. Відпалені сплави гартували у вазеліновому маслі кімнатної температури, не розбиваючи ампул.

Контроль гомогенності і рівноважності зразків здійснювали рентгенографічно. Сплави зберігали під шаром індиферентного масла, попередньо очищеного та зневодненого. Фазовий аналіз проводили, використовуючи дифрактограми зразків, отримані на порошкових дифрактометрах URD-6 (CuK_α -випромінювання).

Монокристал правильної призматичної форми відібрали зі зразку складу $\text{Yb}_{10}\text{Na}_{35}\text{Sn}_{55}$. Дослідження методами Лауе та Вейссенберга підтвердили належність його структури до гексагональної сингонії. Масив рентгенівських дифракційних даних отримали за кімнатної температури на автоматичному монокристальному дифрактометрі XCALIBUR (MoK_α -випромінювання,

графітовий монохроматор, w-метод сканування). Структуру визначили прямими методами в просторовій групі $R\bar{6}3/mmc$ з використанням комплексу програм SHELX-97 [6].

Отримані монокристалічні дані показують, що утворений станід належить до гексагональної просторової групи $R\bar{6}3/mmc$ і кристалізується в структурному типі $CaNa_4Sn_6$ (символ Пірсона hP22). Параметри комірки приймають наступні значення: $a = 1,00532(2)$ нм, $c = 0,71246(1)$ нм.

Елементарна комірка структури та координаційні многогранники атомів показані на рис. 1. Координаційні многогранники (КМ) атомів іттербію – 16-вершинники (гексагональна призма із центрованими базовими гранями), а КМ атомів стануму – десятивершинник (деформована тригональна призма із центрованими боковими гранями та одним ребром). Для атомів натрію характерна пентагонально- і тригонально-призматична координація.

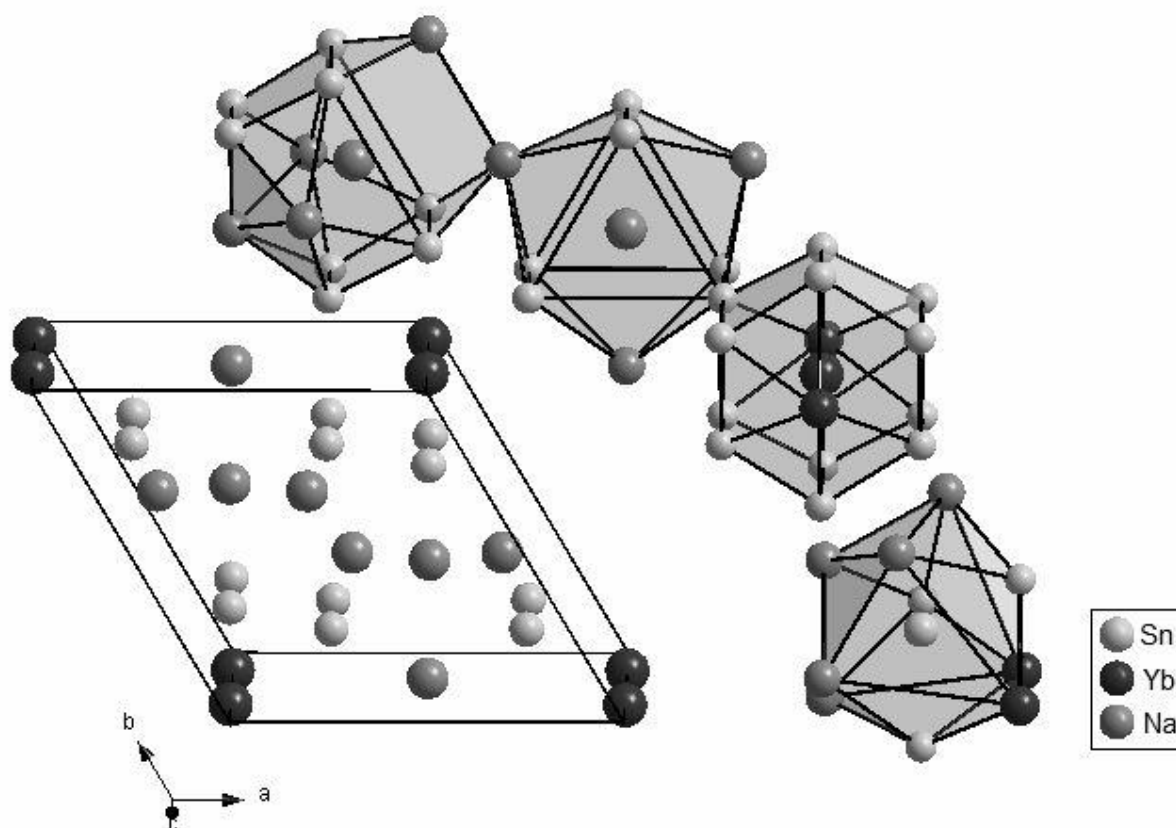


Рис. 1. Структура сполуки $YbNa_4Sn_6$ та КМ атомів

Список використаних джерел:

1. Todorov I., Sevov S.C. Heavy-metal aromatic rings: cyclopentadienyl anion analogues $Sn_5(6-)$ and $Pb_5(6-)$ in the Zintl phases Na_8BaPb_6 , Na_8BaSn_6 , and Na_8EuSn_6 // *Inorganic Chemistry*. – 2004. – Vol. 43(20). – P. 6490-6494.
2. Todorov I., Sevov S.C. In search of benzene-like $Sn_6(6-)$: synthesis of Na_4CaSn_6 with interconnected cyclohexane-like $Sn_6(6-)$ // *Inorganic Chemistry*. – 2006. – Vol. 45(11). – P. 4478-4483.
3. Стецьків А.О., Павлюк В.В. Кристалічна структура R_4NaSn_4 ($R = La, Ce, Pr, Nd, Sm, Gd, Tb, Dy$). // *Наук. вісник Ужгород. ун-ту (Сер. Хімія)*, 2014, № 2(32). – С. 23-27.

4. Стецьків А.О. Кристалічна та електронна структура сполуки $\text{Yb}_5\text{Na}_4\text{Ge}_4$. // Вісник Прикарп. нац. ун-ту ім. Василя Стефаника. Серія Хімія. – Івано-Франківськ: 2015. – Вип. XIX. – С. 50-54.
5. Стецьків А.О. Синтез та дослідження кристалічної структури сполуки $\text{Eu}_5\text{Na}_4\text{Ce}_4$. // Науковий вісник Ужгородського університету (Серія Хімія). – 2015, № 1 (33). – С. 22–27.
6. Sheldrick G.M. SHELXL-97. Program for crystal structure refinement // University of Göttingen. Germany, 1997.