

Корисна модель належить до галузі неорганічної хімії та неорганічного матеріалознавства, зокрема стосується способів вирощування монокристалів складних тетрарних гексахалькогіподифосфатів, які становлять особливий інтерес, оскільки є перспективними як матеріали для термоелектричних пристроїв.

Найближчим аналогом до запропонованої корисної моделі є спосіб вирощування монокристалів аргентум(I) бісмут(III) гексаселеногіподифосфату $\text{AgBiP}_2\text{Se}_6$ методом спрямованої кристалізації з розплаву [1]. Однак, температурний режим, використаний для вирощування $\text{CuBiP}_2\text{Se}_6$ значно відрізняється від температурного режиму, який використовується для вирощування $\text{AgBiP}_2\text{Se}_6$. Це обумовлено як різними температурами плавлення, так і різним характером їх кристалізації.

Задача корисної моделі полягає в одержанні нового матеріалу з низькою теплопровідністю.

Поставлена задача вирішується таким чином, що запропоновано спосіб вирощування $\text{CuBiP}_2\text{Se}_6$ методом спрямованої кристалізації з розплаву, що включає ступінчасте нагрівання вакуумованих кварцових ампул, які містять елементарні компоненти: вісмут, фосфор та селен, взяті у стехіометричному співвідношенні, в якому згідно з корисною моделлю, вирощують $\text{CuBiP}_2\text{Se}_6$ у вакуумованих кварцових ампулах методом спрямованої кристалізації з розплаву при температурі 860 K і витримці при цій температурі протягом 24 год, а також зони відпалу 630 K із подальшим відпалом протягом 48 год для гомогенізації розплаву одержаної шихти зі швидкістю вирощування 0,4-0,5 мм/год, після чого охолоджують монокристал до кімнатної температури зі швидкістю 4-5 K/год.

Спосіб здійснюють наступним чином:

Синтез $\text{CuBiP}_2\text{Se}_6$ для одержання монокристалів проводили з елементарних компонентів міді (99,9999 %), вісмуту (99,999 %), фосфору (99,9999 %) та селену (99,999 %) у вакуумованих до 0,13 Па кварцових ампулах. Режим синтезу включав у себе нагрівання зі швидкістю 50 K/год. до 860 K, що на 30 K вище температур плавлення сполуки та витримку при цій температурі протягом 48 год для зв'язування фосфору, селену з міддю та вісмутом з метою утворенням проміжних бінарних, тернарних та тетрарних проміжних фаз та гомогенізації розплаву. Охолодження здійснювали зі швидкістю 4-5 K/год.

Вирощування монокристалів $\text{CuBiP}_2\text{Se}_6$ кристалізацією з розплаву проводили у двозонній трубчатій печі опору з використанням кварцової ампули. Температура зони розплаву складала 860 K, зони відпалу - 630 K. Для гомогенізації розплаву проводилась 24-годинна витримка ампули в зоні розплаву. Вирощування монокристала складається з формування зародка в нижній конусоподібній частині ампули методом збірної рекристалізації протягом 24 год. та нарощування кристала на сформованому зародку. Оптимальна швидкість переміщення фронту кристалізації складала 0,4-0,5 мм/год, температура відпалу складала 630 K з витримкою при цій температурі 48 год, швидкість охолодження до кімнатної температури 4-5 K/год. У результаті були одержані монокристали довжиною 40-60 мм і діаметром 14-16 мм (фіг. 1).

Для одержання 10 г $\text{CuBiP}_2\text{Se}_6$ брали 0,786 г Cu, 2,586 г Bi, 0,766 г P, та 5,862 г Se і завантажували у кварцову ампулу довжиною 140-160 мм та діаметром 16-18 мм. Ампулу відкачували до залишкового тиску 0,13 Па і проводили синтез.

Однофазність одержаних монокристалів (фіг. 2) встановлено за допомогою мікроскопії спектроскопії [2, 3].

Корисна модель може бути використана при одержанні патенто захищеного фероїчного матеріалу з аномально низькою теплопровідністю при кімнатній температурі та наявністю антисегнетоелектричного фазового переходу при $T=135$ K.

Джерела інформації:

1. Патент № 153137 UA, МПК C30B9/00, C30B9/04, C30B29/46. Спосіб вирощування монокристалів аргентум(I) бісмут(III) гексаселеногіподифосфату $\text{AgBiP}_2\text{Se}_6$ методом спрямованої кристалізації з розплаву/ Сабов Вікторія Іванівна, Погодін Артем Ігорович, Філеп Михайло Йосипович, Малаховська Тетяна Олександрівна, Барчій Ігор Євгенович, Сабов Мар'ян Юрійович. - № u202204312, заяв. 14.11.2022; опуб. 25.05.2023, бюл. № 21/2023. - Найближчий аналог.

2. A. Zoppi, C. Lofrumento, E. Mario Castellucci and M. Grazia Migliorini. Micro-Raman technique for phase analysis on archaeological ceramics, Europe/World, 2002, Vol. 141.5, 16-21.

3. U. Schroeder, R. Sachdeva, P.D. Lomenzo, B. Xu, M. Materano, T. Mikolajick, A. Kersch. Using Raman spectroscopy and x-ray diffraction for phase determination in ferroelectric mixed $\text{Hf}_{1-x}\text{Zr}_x\text{O}_2$ -based layers. J. Appl. Phys. 7 2022; 132 (21): 214104.

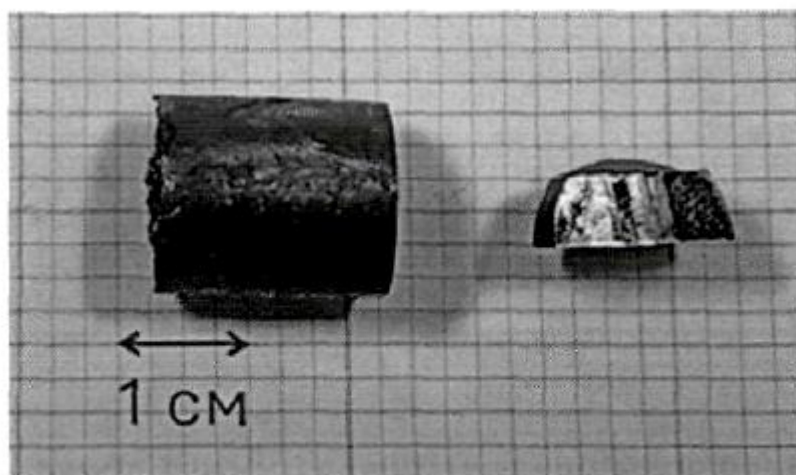


Fig. 1

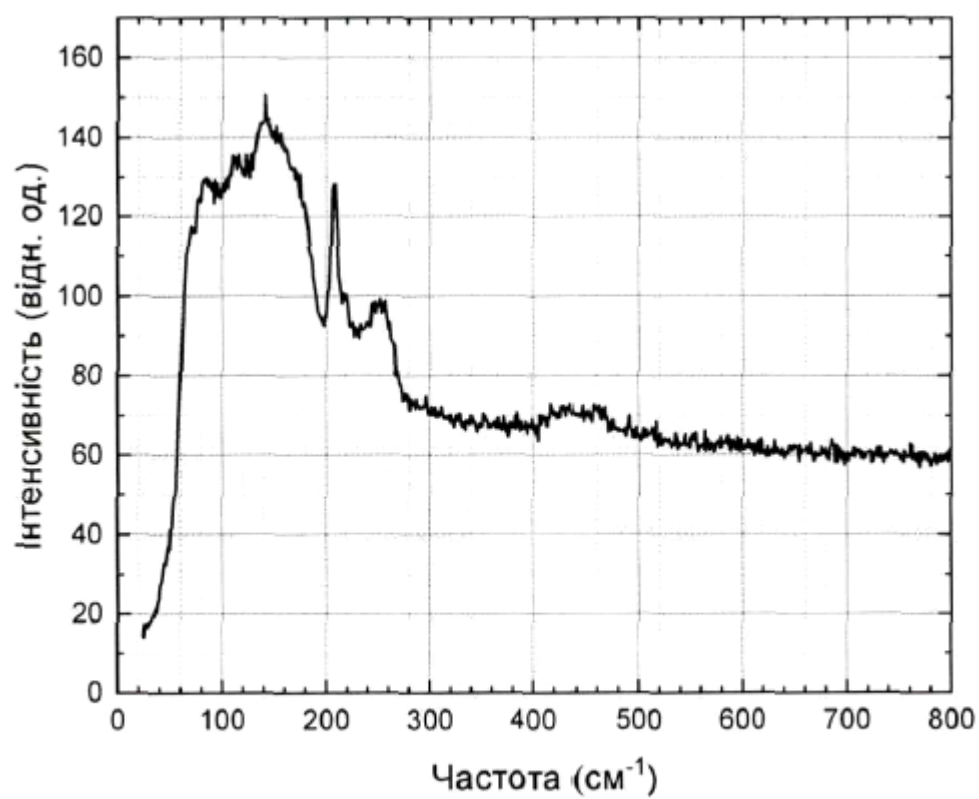


Fig. 2