

Корисна модель належить до галузі неорганічної хімії та неорганічного матеріалознавства, зокрема способів вирощування монокристалів тетрарних галогенсульфідів, окремі представники з яких є перспективними суперіонними матеріалами з високою катіонною провідністю у твердому стані.

Найближчим аналогом до корисної моделі є спосіб вирощування монокристалів $\text{Ag}_7\text{SiS}_5\text{I}$ методом спрямованої кристалізації з розплаву [1]. Однак, температурний режим та метод, використаний для вирощування $\text{Ag}_7\text{SnS}_5\text{I}$ відрізняється від температурного режиму, який використовується для вирощування $\text{Ag}_7\text{SiS}_5\text{I}$. Це обумовлено як різними температурами плавлення $\text{Ag}_7\text{SnS}_5\text{I}$ та $\text{Ag}_7\text{SiS}_5\text{I}$, так і різним характером їх кристалізації.

Задача корисної моделі полягає в одержанні нового суперіонного матеріалу з високою катіонною провідністю у твердому стані.

Поставлена задача вирішується таким чином, що запропоновано спосіб вирощування $\text{Ag}_7\text{SnS}_5\text{I}$ методом спрямованої кристалізації з розплаву-розчину, який включає ступінчасте нагрівання вакуумованих кварцових ампул, що містять вихідні компоненти: срібло, станум, сірку та аргентум йодид взяті у стехіометричному співвідношенні, зі швидкістю 100 K/год. до 723 K та витримку при цій температурі протягом 48 год. для гомогенізації розплаву одержаної шихти, швидкість вирощування монокристалів 0,4-0,5 мм/год. і здійснюють подальше вирощування монокристалів у вакуумованих кварцових ампулах методом спрямованої кристалізації з розплаву-розчину при температурі зони розплаву 1123 K протягом 140 год., далі проводять відпал при температурі 800 K протягом 72 год., після чого охолоджують монокристал до кімнатної температури зі швидкістю 5 K/год.

Спосіб реалізується таким чином.

Синтез $\text{Ag}_7\text{SnS}_5\text{I}$ для одержання монокристалів проводили з елементарних компонентів срібла (99,999 %), стануму (99,9999 %), сірки (99,9999 %) та попередньо синтезованого та очищеного аргентуму йодиду у вакуумованих до 0,13 Па кварцових ампулах. Режим синтезу включав у себе ступінчасте нагрівання зі швидкістю 100 K/год. до 723 K та витримку при цій температурі протягом 48 год., подальше підвищення температури до 1123 K зі швидкістю 50 K/год. та 72-годинну витримку при цій температурі. Охолодження здійснювали в режимі виключеної печі.

Вирощування монокристалів $\text{Ag}_7\text{SnS}_5\text{I}$ кристалізацією з розплаву-розчину проводили у двозонній трубчатій печі опору з використанням кварцової ампули протягом 140 год. Температура зони розплаву складала 1123 K. Для гомогенізації розплаву проводилась 48-годинна витримка ампули в зоні розплаву. Вирощування монокристала складається з формування зародка в нижній конусоподібній частині ампули методом збірної рекристалізації протягом 48 год. та нарощування кристала на сформованому зародку. Оптимальна швидкість переміщення фронту кристалізації складала 0,4-0,5 мм/год., температура відпалу складала 800 K з витримкою при цій температурі 72 год., швидкість охолодження до кімнатної температури 5 K/год. В результаті одержані монокристали довжиною 30-40 мм і діаметром 12 мм (фіг. 1).

Для одержання 10 г $\text{Ag}_7\text{SnS}_5\text{I}$ брали 5,575 г Ag, 1,022 г Sn, 1,381 г S та 2,022 г AgI 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 досліджено за допомогою рентгенофазового аналізу (фіг. 2) [2, 3]. Встановлено, що сполука $\text{Ag}_7\text{SnS}_5\text{I}$ кристалізується в орторомбічній сингонії, просторова група F-43m, a-10,807 Å; Z=4.

Корисна модель може бути використана при одержанні патентозахищеного суперіонного матеріалу з високою катіонною провідністю при кімнатній температурі.

Джерела інформації:

1. Патент України на винахід № 119623 "Спосіб вирощування $\text{Ag}_7\text{SiS}_5\text{I}$ методом спрямованої кристалізації з розплаву" МПК С30В 9/00, С30В 13/00, С30В 13/04. № а201805699; заявл. 22.05.2018.; опубл. 10.07.2019., Бюл. № 13. Погодін А.І., Кохан О.П., Філеп М.Й., Студеняк І.П. - Найближчий аналог.

2. D. Louer, A. Boulfif. Indexing with the successive dichotomy method, DICVOL04 // Materials Structure. - 2004. - vol. П. - P. 79.

3. A. Altomare, C. Cuocci, C. Giacovazzo, A. Moliterni, R. Rizzi, N. Corriero, A. Falcicchio, EXPO2013: a kit of tools for phasing crystal structures from powder data, J. Appl. Crystallogr. 46 (2013) 1231-1235.



Fig. 1

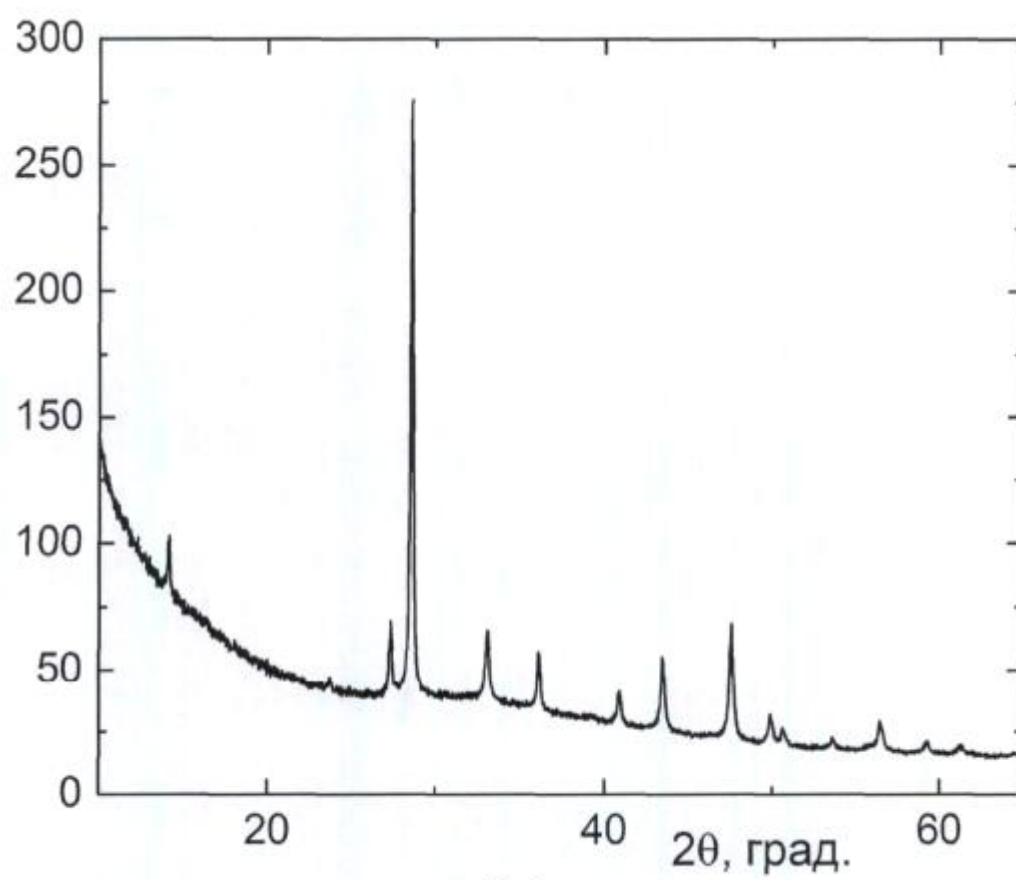


Fig. 2