



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **163114** (13) **U**
(51) МПК (2026.01)
C30B 9/00
C30B 13/00
C30B 13/04 (2006.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ
ДЕРЖАВНА ОРГАНІЗАЦІЯ
"УКРАЇНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
ОФІС ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ ТА ІННОВАЦІЙ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2024 05808	(72) Винахідник(и): Гомоннай Олександр Васильович (UA), Погодін Артем Ігорович (UA), Роман Іван Юрійович (UA), Філеп Михайло Йосипович (UA), Кохан Олександр Павлович (UA)
(22) Дата подання заявки: 09.12.2024	
(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: 28.05.2026	
(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: 27.05.2026, Бюл.№ 21	(73) Володілець (володільці): ІНСТИТУТ ЕЛЕКТРОННОЇ ФІЗИКИ НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ, вул. Університетська, 21, м. Ужгород, 88017 (UA)

(54) СПОСІБ ВИРОЩУВАННЯ ТВЕРДИХ РОЗЧИНІВ СКЛАДУ $\text{Ag}_3\text{As}_{0.8}\text{Sb}_{0.2}\text{S}_3$ МЕТОДОМ СПРЯМОВАНОЇ КРИСТАЛІЗАЦІЇ З РОЗПЛАВУ-РОЗЧИНУ

(57) Реферат:

Спосіб вирощування твердого розчину складу $\text{Ag}_3\text{As}_{0.8}\text{Sb}_{0.2}\text{S}_3$ методом спрямованої кристалізації з розплаву-розчину, за яким нагрівають вакуумовані кварцові ампули із попередньо синтезованих тернарних сульфідів Ag_3AsS_3 та Ag_3SbS_3 , взятих у стехіометричних співвідношеннях, зі швидкістю 100 К/год до температури 810 К і витримкою при цій температурі протягом 72 год, для гомогенізації розплаву одержаної шихти. Здійснюють подальше вирощування монокристалів у вакуумованих кварцових ампулах методом спрямованої кристалізації з розплаву при температурі 810 К протягом 48 год далі проводять відпал при температурі 623 К протягом 420 год. Швидкість вирощування кристала складає 0,1 мм/год, охолоджують монокристал до кімнатної температури зі швидкістю 5 К/год.

UA 163114 U

Корисна модель належить до галузі неорганічної хімії та неорганічного матеріалознавства, зокрема стосується технології вирощування монокристалів тетрарних сульфідів, окремі представники з яких є перспективними матеріалами для нелінійної оптики.

Відомим є спосіб з вирощування Ag_3SbS_3 методом спрямованої кристалізації з розплаву [1].
5 Однак, температурний режим, використаний для вирощування $\text{Ag}_3\text{As}_{0.8}\text{Sb}_{0.2}\text{S}_3$ значно відрізняється від температурного режиму, який використовують для вирощування Ag_3SbS_3 . Це обумовлено як різними температурами плавлення $\text{Ag}_3\text{As}_{0.8}\text{Sb}_{0.2}\text{S}_3$ та Ag_3SbS_3 , так і різним характером їх кристалізації.

Найближчий аналог до запропонованої корисної моделі не відомий заявнику.

10 В основу корисної моделі поставлено задачу одержати новий матеріал для оптичного детектування в інфрачервоному спектральному діапазоні.

Поставлена задача вирішується в способі вирощування твердого розчину складу $\text{Ag}_3\text{As}_{0.8}\text{Sb}_{0.2}\text{S}_3$ методом спрямованої кристалізації з розплаву-розчину, в якому нагрівають вакуумовані кварцові ампули із попередньо синтезованих тернарних сульфідів Ag_3AsS_3 та Ag_3SbS_3 , взятих у стехіометричних співвідношеннях, зі швидкістю 100 К/год до температури 810 К і витримкою при цій температурі протягом 72 год, для гомогенізації розплаву одержаної шихти і здійснюють подальше вирощування монокристалів у вакуумованих кварцових ампулах методом спрямованої кристалізації з розплаву при температурі 810 К протягом 48 год далі проводять відпал при температурі 623 К протягом 420 год при цьому швидкість вирощування кристала складає 0,1 мм/год, після чого охолоджують монокристал до кімнатної температури зі швидкістю 5 К/год.

Спосіб здійснюють наступним чином:

Синтез твердого розчину складу $\text{Ag}_3\text{As}_{0.8}\text{Sb}_{0.2}\text{S}_3$ для одержання монокристалів проводили з попередньо синтезованих тернарних халькогенідів Ag_3AsS_3 та Ag_3SbS_3 , взятих у стехіометричних співвідношеннях у вакуумованих кварцових ампулах.

Режим синтезу включав у себе ступінчасте нагрівання зі швидкістю 100 К/год до 810 К та витримкою при цій температурі протягом 72 год. Охолодження здійснювали в режимі виключеної печі.

Вирощування монокристалів твердого розчину складу $\text{Ag}_3\text{As}_{0.8}\text{Sb}_{0.2}\text{S}_3$ кристалізацією з розчину-розплаву проводили у вертикальній двозонній трубчатій печі опору з використанням кварцової ампули. Температура зони розплаву складала 810 К, зони відпалу - 623 К. Для гомогенізації розплаву проводилась 48-годинна витримка ампули у зоні розплаву. Вирощування монокристалу складається з формування зародку в нижній конусоподібній частині кварцової ампули методом збірної рекристалізації протягом 48 год та нарощування кристала на сформованому зародку. Оптимальна швидкість переміщення фронту кристалізації складала 0,1 мм/год, швидкість охолодження до кімнатної температури - 5 К/год. За такою методикою були одержані монокристали $\text{Ag}_3\text{As}_{0.8}\text{Sb}_{0.2}\text{S}_3$ темно-червоного кольору з металевим блиском довжиною 30-40 мм і діаметром 12 мм (фіг. 1).

Методом рентгенофазового аналізу (фіг. 2), за допомогою програми EXPO 2014 та DICVOL 04 [2, 3], проведено дослідження порошків одержаного монокристалу та встановлено, що твердий розчин складу $\text{Ag}_3\text{As}_{0.8}\text{Sb}_{0.2}\text{S}_3$ кристалізують в тригональній сингонії, просторова група $R\bar{3}c$, розраховано відповідні значення параметрів ґратки: $a=10,8621 \text{ \AA}$, $c=8,7127 \text{ \AA}$ $Z=6$. Густина, визначена методом гідростатичного зважування становить 5620 кг/м^3 .

Корисна модель може бути використана при одержанні патентозахищеного матеріалу для оптичного детектування в інфрачервоному спектральному діапазоні.

Джерела інформації:

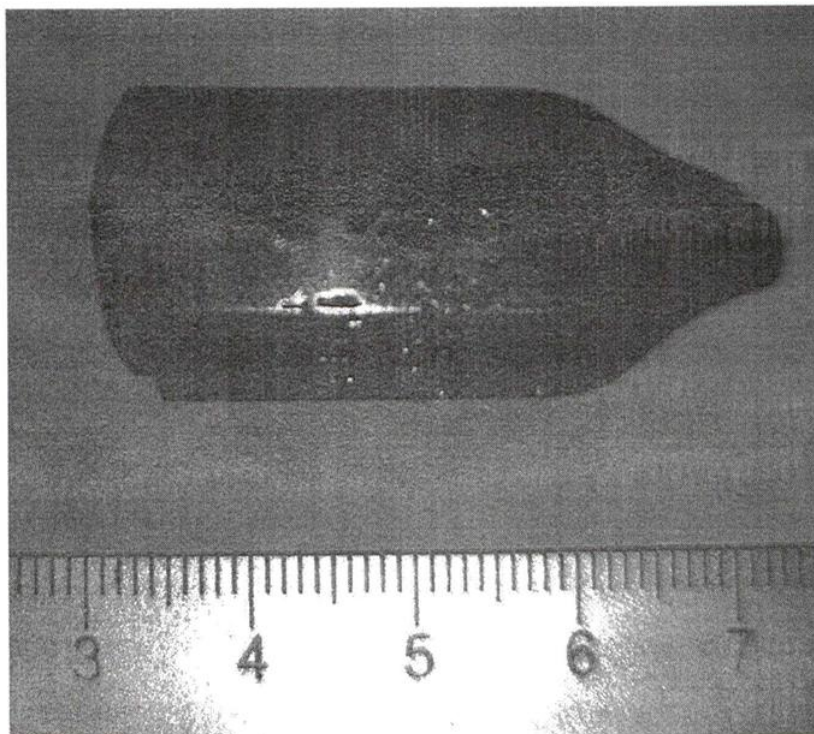
1. Rudysh, M.Ya., Myronchuk G.L., Fedorchuk A.O., Marchuk O.V., Kordan V.M., Kohan O.P., Myronchuk D.B., Smitiukh, O.V. Electronic structure and optical properties of the Ag_3SbS_3 crystal: experimental and DFT studies. Physical Chemistry Chemical Physics. 2023. 25(34). P. 22900-22912.
50 - Найближчий аналог.

2. Louër D. Indexing with the successive dichotomy method, DICVOL04. Materials Structure. 2004. 11(2). P. 79.

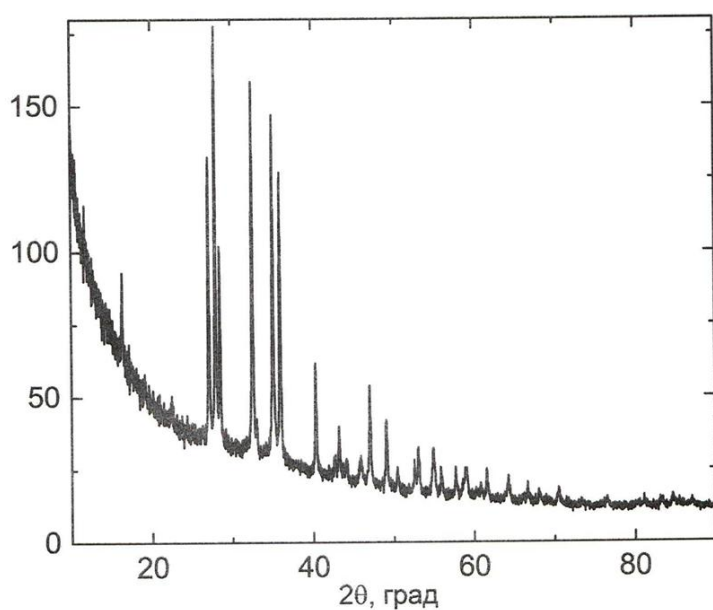
3. A. Altomare, C. Cuocci, C. Giacovazzo, A. Moliterni, R. Rizzi, N. Corriero, A. Falcicchio, EXPO2013: a kit of tools for phasing crystal structures from powder data, J. Appl. Crystallogr. 2013. 46. P. 1231-1235.
55

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- Спосіб вирощування твердого розчину складу $\text{Ag}_3\text{As}_{0.8}\text{Sb}_{0.2}\text{S}_3$ методом спрямованої кристалізації з розплаву-розчину, за яким нагрівають вакуумовані кварцові ампули із попередньо синтезованих тернарних сульфідів Ag_3AsS_3 та Ag_3SbS_3 , взятих у стехіометричних співвідношеннях, зі швидкістю 100 K/год до температури 810 K і витримкою при цій температурі протягом 72 год, для гомогенізації розплаву одержаної шихти і здійснюють подальше вирощування монокристалів у вакуумованих кварцових ампулах методом спрямованої кристалізації з розплаву при температурі 810 K протягом 48 год, далі проводять відпал при температурі 623 K протягом 420 год, при цьому швидкість вирощування кристала складає 0,1 мм/год, після чого охолоджують монокристал до кімнатної температури зі швидкістю 5 K/год.



Фиг. 1.



Фиг. 2.

