



УКРАЇНА

(19) UA (11) 49445 (13) A

(51) 6 C01B25/08

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВИДАЄТЬСЯ ПІД
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЬ
ВЛАСНИКА
ПАТЕНТУ

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ МОНОФОСФІДІВ Р- ТА D- ЕЛЕМЕНТІВ

1

2

(21) 2001128481

(22) 10 12 2001

(24) 16 09 2002

(46) 16 09 2002, Бюл. № 9, 2002 р.

(72) Стратійчук Денис Анатолійович, Лісняк Владислав Владиславович

(73) ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ІМ.
В.М. БАКУЛЯ НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК
УКРАЇНИ

(57) Спосіб отримання монофосфідів р- та d-

елементів, який передбачає змішування вихідних порошкоподібних компонентів, які містять фосфоровмісний компонент та порошки металів р- та d-елементів, здійснення їх синтезу при високих температурах, який відрізняється тим, що як вихідний фосфоровмісний компонент використовують принаймні один з метафосфатних розплавів лужних металів, а синтез здійснюють при температурі 923-1253 К протягом 5-15 годин

Винахід відноситься до області отримання фосфідів р- та d-елементів, а саме монофосфідів, що можуть використовуватись як функціональні матеріали в мікроелектроніці та напівпровідниковій техніці

Найбільш близький за технічною суттю до винаходу та широко розповсюджений спосіб отримання монофосфідів р- та d-елементів - метод прямої взаємодії порошку червоного фосфору з порошками металів /Руководство по неорганическому синтезу. Справ., под ред. Г. Брауэра М. Мир, 1986 Т.5 153с/, що передбачає змішування вихідних порошкоподібних компонентів, які містять фосфоровмісний компонент та порошки металів р- та d-елементів, здійснення їх синтезу при високих температурах (1073-1473К), при цьому як газ-носіє використовують вибухонебезпечний водень, процес триває 15-20 год

Основними недоліками вище приведеного способу отримання монофосфідів є високі температури синтезу, довготривалість, та необхідність в використанні вибухонебезпечного газу водню

Крім того неможливе направлене отримання саме монофосфідних фаз з заданим розміром монокристалів, оскільки процес триває в нерівноважних умовах та не досягається гомогенність середовища

В основу винаходу поставлено завдання тако-го удосконалення способу отримання монофосфідів р- та d-елементів, при якому за рахунок використання як вихідного фосфоровмісного компоненту, принаймні одного з метафосфатних розплавів лужних металів і значного зниження температури-

них границь синтезу забезпечується можливість направленого отримання монофосфідних фаз з заданим розміром монокристалів і досконалою кристалічною структурою, відсутністю дефектності упаковки, виключення

використання вибухонебезпечних газів і, як наслідок, поліпшення якості отримання монокристалів, забезпечення екологічності і зменшення енергозатрат

Поставлене завдання вирішується тим, що у спосіб отримання монофосфідів р- та d-елементів, який передбачає змішування вихідних порошкоподібних компонентів, які містять фосфоровмісний компонент та порошки металів р- та d-елементів, здійснення їх синтезу при високих температурах згідно винаходу як вихідний фосфоровмісний компонент використовують принаймні один з метафосфатних розплавів лужних металів, а синтез здійснюють при температурі 923-1253К

В запропонованому способі завдяки використанню метафосфатних розплавів лужних металів як середовища синтезу монофосфідів р- та d-елементів значно спрощується технологія синтезу, з'являється можливість направлено отримувати монофосфіди р- та d-елементів. Зниження температури синтезу, недоцільність використання вакуумної атмосфери, пов'язано з підвищеною в'язкістю метафосфатного розплаву та процесами активації метафосфатним розплавом поверхні металів

На кресленні представлена схема градієнтної установки для отримання монофосфідів р- та d-елементів яка містить: термопару 1, тефлоновий

(13) A

(11) 49445

(19) UA

уплотнювач 2, титанову уплотнюючу фольгу 3, трубку з нержавіючої сталі 4, охолоджуючу сорочку (зона конденсації монофосфідів) 5, муфельну піч шахтного типу 6, вихідну суміш порошків металів р- та d-елементів та метафосфатного розплава лужного металу 7, корундовий тигель 8, трубку із спеченого корунда 9, Приклад 1

Використовували принаймні хоча б один з метафосфатних розплавів лужних металів, додавали до нього порошки металів р- та d-елементів в мольному співвідношенні з урахуванням наступних хімічних рівнянь

- $3M'PO_3 + 13/3Al \rightarrow 5/3Al_2O_3 + M'_3PO_4 + 1/4P_4 + AlP$
 (1), (M'=Li, Na, K, Rb, Cs)
 $3M'PO_3 + 13/3Cr \rightarrow 5/3Cr_2O_3 + M'_3PO_4 + 1/4P_4 + CrP$
 (2), (M'=Li, Na, K, Rb, Cs)
 $3M'PO_3 + 7/2Nb \rightarrow 5/2NbO_2 + M'_3PO_4 + 1/4P_4 + NbP$
 (3), (M'=Li, Na, K, Rb, Cs)
 $3M'PO_3 + 7/2Mo \rightarrow 5/2MoO_2 + M'_3PO_4 + 1/4P_4 + MoP$
 (4), (M'=Li, Na, K, Rb, Cs)
 $3M'PO_3 + 7/2W \rightarrow 5/2WO_2 + M'_3PO_4 + 1/4P_4 + WP$ (5),
 (M'=Li, Na, K, Rb, Cs),

здійснювали синтез шляхом температурної

обробки отриманої суміші при температурі 1100K, на протязі 7-8год, реакцію проводять в атмосфері азоту (аргону) в градієнтній установці представленій на кресленні. Для цього подрібнену вихідну суміш метафосфатного розплава та порошків металів р- та d-елементів вносили до реактора в корундовий тигель 8. Після заповнення системи інертним газом (аргоном) та здійснення нагрівання п в печі шахтного типу 6 до заданої температури 1100K, контролювали останню за допомогою термомпари 1. Витримку при заданих умовах здійснювали в межах 7-8год до появи моно або полікристалічних фаз монофосфідів р- та d-елементів.

Спосіб було здійснено також при граничних значеннях температури (п 2-3) і при виході за температурні межі (п 4-5), а також при тих самих умовах, за прототипом (п 6)

Дані зведено в таблицю (додається)

Як видно з таблиці, саме при пропонованих режимах відбувається отримання високоякісних монофосфідів р- та d-елементів протягом значного зменшення часу на 15-75 %

Таблиця

Об'єкт випробувань	№ п/п	Температура синтезу, К	Показники ефективності		примітки
			розміри моно-кристалів, мм	тривалість синтезу год	
Пропанований спосіб	1	1100	0,1-0,7	7-8	-
	2	923	0,2-0,5	10-15	
	3	1253	0,2-1,3	5-6	
	4	800	-	-	
	5	1370	0,1-1,3	5-6	взаємодія відсутня
Спосіб за прототипом	6	1073-1473	0,5-0,7	15-20	випаровування метафосфатного розплава
					неоднорідність спікання

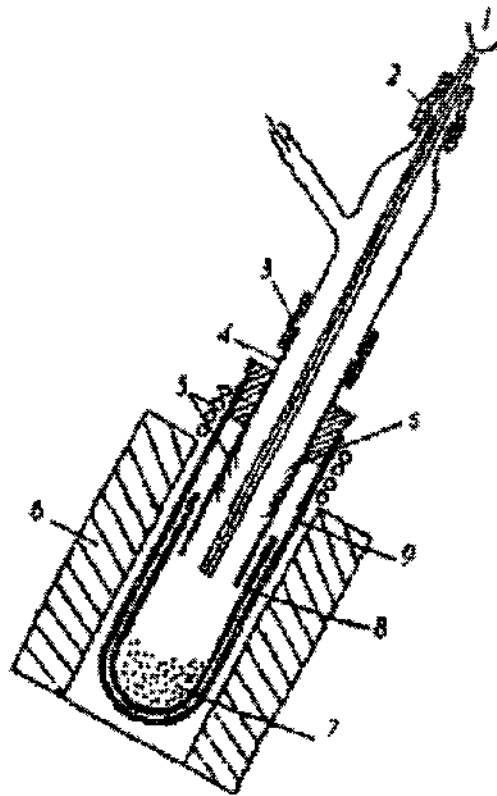


Fig.

ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)
вул. Сим'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна
(044) 456 – 20 – 90

ТОВ «Міжнародний науковий комітет»
вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна
(044) 216 – 32 – 71