



УКРАЇНА

(19) UA (11) 66536 (13) U
(51) МПК (2011.01)
С30В 7/00ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту(54) СПОСІБ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ $K_2CO_xNi_{1-x}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

1

2

(21) u201107080

(22) 06.06.2011

(24) 10.01.2012

(46) 10.01.2012, Бюл.№ 1, 2012 р.

(72) ПОЛОВИНКО ІГОР ІВАНОВИЧ, РИХЛЮК
СЕРГІЙ ВІКТОРОВИЧ, КОМАН ВОЛОДИМИР
БОГДАНОВИЧ, ЛОНДАР ТАРАС ОЛЕКСАНДРО-
ВИЧ(73) ЛЬВІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИ-
ТЕТ ІМЕНІ ІВАНА ФРАНКА

(57) Спосіб вирощування монокристалів

 $K_2Co_xNi_{1-x}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$,що включає випаровування вихідного розчину,
який **відрізняється** тим, що вихідний розчин ви-
паровують при кімнатній температурі упродовж 40-
60 діб, причому складові розчину вибирають у та-
кому співвідношенні компонентів (моль): K_2SO_4 - 1;
 $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ - 0-1; $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ - 1-0.

Корисна модель належить до галузі кристало-
графії, може використовуватись як фільтри ульт-
рафіолетового випромінювання.

Відомий спосіб вирощування монокристалів
 KH_2PO_4 [А. св. SU 1619750 А1 С30В 7/00 С30В
29/14]. Кристали вирощують при постійній швидко-
сті росту із точкової затравки Т-подібної форми
шляхом збільшення перенасичення при зниженні
температури водного розчину. При цьому розчин
попередньо перегрівають при температурі 75-80
°С протягом 1-3 діб при неперервному перемішу-
ванні.

Недоліком даного способу вирощування є те,
що він довготривалий та енергозатратний.

Найближчим за технічною суттю є спосіб ви-
рощування монокристалів гексагідрат сульфату
цезію-нікелю, які застосовуються як оптичні фільт-
ри ультрафіолетового випромінювання [патент RU
2357020 С2 С30В 7/08, С30В 29/10].

Монокристал гексагідрату сульфату цезію-
нікелю $Cs_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$, який призначений для
застосування як фільтра ультрафіолетового ви-
промінювання у приладах виявлення джерел ви-
сокотемпературного полум'я. Монокристал ви-
рощують з вихідного розчину способом
охолодження. Попередньо вихідний розчин і кри-
сталізатор із заздалегідь розміщеним всередині
нього затравковим кристалом перегрівають на 8-9
°С вище температури насичення розчину. Потім
заливають розчин у кристалізатор, протягом 10-40
хвилин знижують температуру розчину до темпе-
ратури, меншої температури насичення на 0,1-0,5
°С. Вихідний розчин починають перемішувати че-
рез 30-90 хвилин після зливання у каталізатор.
Термостабілізують вихідний розчин при вказаній

температурі упродовж 20-28 годин, після чого
здійснюють поетапне зниження температури роз-
чину, причому на першому етапі температуру роз-
чину знижують протягом 2-4 діб на 0,5-2 °С, а на
другому етапі температуру вихідного розчину зни-
жують протягом 40-50 діб із швидкістю від 0,6 °С
до 4 °С на добу, після закінчення другого етапу
розчин зливають, знижують температуру всереди-
ні кристалізатора до кімнатної і потім витягують
монокристал з кристалізатора. Зниження темпера-
тури всередині кристалізатора після зливу вихід-
ного розчину ведуть протягом 24-28 діб.

Основним недоліком даного способу вирощу-
вання є те, що технологічно важко добитися потрі-
бних умов для вирощування кристалів. Оскільки
використовується спосіб пониження температури,
який вимагає складної регулюючої та термостату-
ючої апаратури.

Корисна модель ставить перед собою задачу
удосконалити спосіб вирощування монокристалів
 $K_2Co_xNi_{1-x}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ шляхом підбору відповідно-
го матеріалу, яким слугують монокристали так
званих солей Туттона $K_2Co_xNi_{1-x}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$, що
дасть змогу, змінюючи параметр x , заздалегідь
отримати спектральні характеристики кристалів і
спростити процес.

Поставлена задача вирішується так, що у спо-
собі вирощування монокристалів $K_2Co_xNi_{1-x} \cdot$
 $(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$, що містить випаровування з водного
розчину, за яким вихідний розчин випаровують при
кімнатній температурі упродовж 40-60 діб, причому
складові розчину вибирають у такому співвідно-
шенні компонентів (моль): K_2SO_4 - 1; $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ -
0-1; $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ - 1-0.

(19) UA (11) 66536 (13) U

З літературних джерел невідомо використання солей K_2SO_4 , $CoCl_2 \cdot 6H_2O$, $NiCl_2 \cdot 6H_2O$. Автори вперше запропонували досить простий спосіб вирощування кристалів із суміші запропонованих солей. Кристали вирощуються з водного розчину при кімнатній температурі. Дані умови доволі легко реалізуються на практиці. У кристалах $K_2Co_xNi_{1-x}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ параметр x може приймати значення від 0 до 1. Змінюючи параметр x , можна заздалегідь отримати спектральні характеристики кристалів, що дасть змогу передбачити область застосування даного кристалу.

Фіг. 1 Спектри поглинання кристалів $K_2Co_xNi_{1-x}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ для $x=0$; 0,4; 0,8; 1, де

- $x=1$,
- $x=0,4$,
- △ $x=0,8$,
- + $x=0$.

Фіг. 2 Схема пристрою для вирощування кристалу, де

- 1 - розчин для вирощування кристалів,
- 2 - монокристалічні затравки,
- 3 - нагрівальний елемент,
- 4 - вода,
- 5 - змішувач води,
- 6 - термодавач,
- 7 - схема керування нагрівальним пристроєм.

Спосіб можна проілюструвати прикладом.

Розчин готують у дистильованій воді при температурі 50 °С. У хімічний стакан попередньо зваживши по $10,00 \pm 0,01$ г додають солі K_2SO_4 , $CoCl_2 \cdot 6H_2O$, $NiCl_2 \cdot 6H_2O$, відповідні мольні маси яких наведені у табл. 1. Підчас приготування розчину рідину безперервно перемішують. Після отримання насиченого розчину його фільтрують з використанням знезоленого фільтрувального паперу з середнім діаметром пор $1 \div 2,2$ мкм. Після чого насичений розчин переливають в посудину установки для вирощування кристалів, яка зображена на Фіг. 2.

Змішані кристали $K_2Co_xNi_{1-x}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ ($x=0$; 0,4; 0,8; 1) вирощують способом повільного випаровування при кімнатній температурі з водного розчину суміші солей K_2SO_4 , $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ і $NiCl_2 \cdot 6H_2O$. Ці речовини беруть у співвідношеннях, що наведені у таблиці 1. Для зменшення кількості нерозчинних домішок вихідний розчин фільтрують за допомогою знезолених паперових фільтрів із середнім діаметром пор 1,0-2,2 мкм. Оптично чисті та однорідні кристали вирощують протягом 40-60 днів. Спектри даних кристалів знімають на спектрометрі spесoсrd M40. Отримані результати представлені на Фіг. 1.

Таблиця 1.

Мольні співвідношення солей для вирощування відповідних змішаних кристалів

$K_2Co_xNi_{1-x}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$	K_2SO_4 , моль	$CoCl_2 \cdot 6H_2O$, моль	$NiCl_2 \cdot 6H_2O$, моль
$x=0$	1	-	1
$x=0,2$	1	0,2	0,8
$x=0,4$	1	0,4	0,6
$x=0,6$	1	0,6	0,8
$x=0,8$	1	0,8	0,2
$x=1$	1	1	-

Наведені експериментальні дані і спектральні характеристики підтверджують отримання передбачуваного технічного результату.

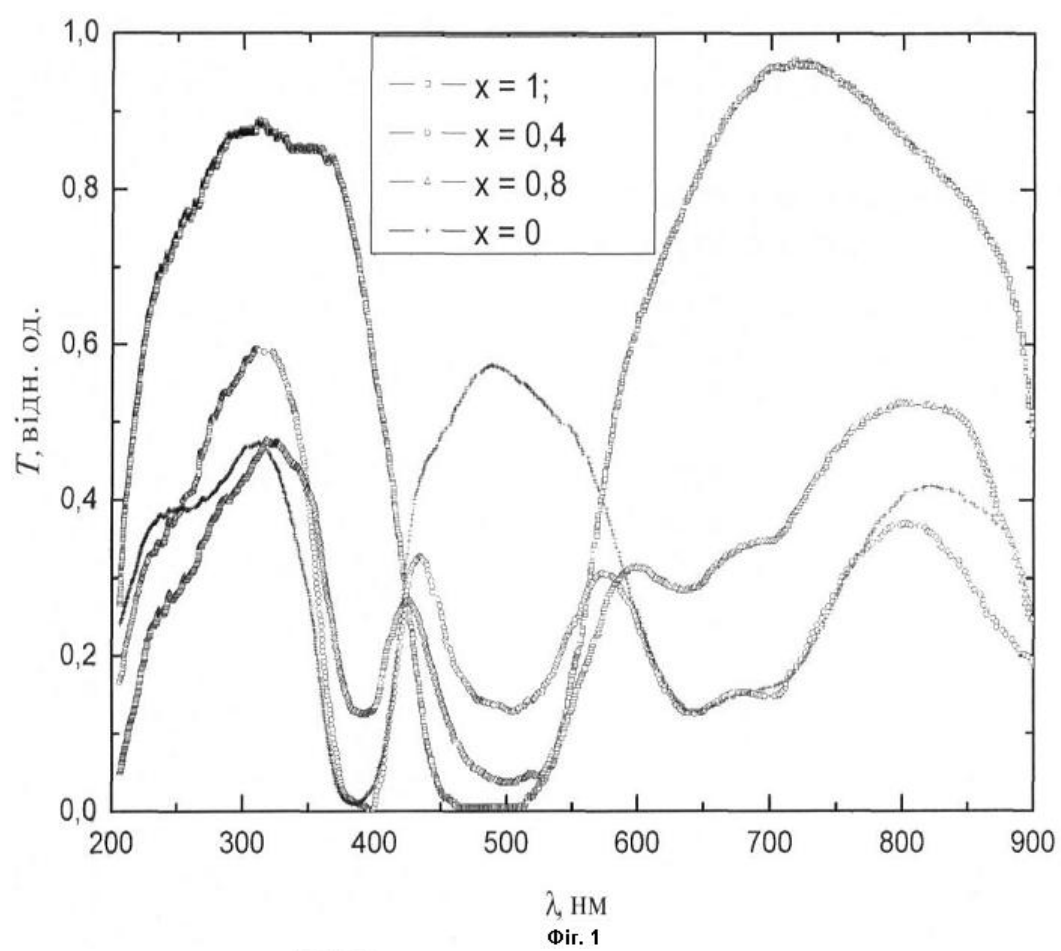


Fig. 1

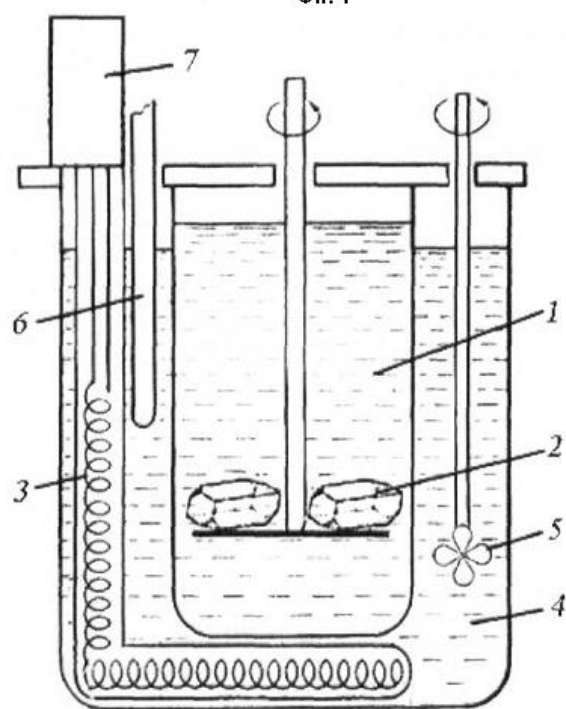


Fig. 2

