



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **83344** (13) **U**

(51) МПК (2013.01)

C30B 15/00**C30B 29/22** (2006.01)**C30B 29/30** (2006.01)ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**

(21) Номер заявки: u 2013 00150	(72) Винахідник(и): Поздєєв Володимир Григорович (UA), Агарков Костянтин Володимирович (UA), Поздєєв Іван Володимирович (UA)
(22) Дата подання заявки: 03.01.2013	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.09.2013	(73) Власник(и): ДНІПРОПЕТРОВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ОЛЕСЯ ГОНЧАРА, пр. Гагаріна, 72, м. Дніпропетровськ, 49010 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.09.2013, Бюл.№ 17	

(54) СПОСІБ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ $\text{BiV}_{0,92}\text{Nb}_{0,08}\text{O}_4$ **(57) Реферат:**

Спосіб вирощування монокристалів $\text{BiV}_{0,92}\text{Nb}_{0,08}\text{O}_4$ включає приготування шихти із суміші оксидів, двостадійного відпалу при температурах 1000 і 1100 К протягом 6 год., плавлення шихти при температурі 1250-1280 К, витримки розплаву протягом 1-3 годин та вирощування за методом Чохральського. У шихту додають 8 мол. % п'ятиокису ніобію, кристали вирощуються зі швидкістю витягування 0,1-0,6 мм/год. та обертання 5-20 об/хв.

UA 83344 U

Корисна модель належить до галузі вирощування штучних кристалів і може бути використана як матеріал для приладів функціональної електроніки та пасивної оптики.

Поліморфні сполуки із загальною формулою ABO_4 , де А - тривалентні катіони (Bi, Sb, Y та інші), В п'ятивалентні катіони (V, Nb, Ta) широко використовуються у функціональній електроніці, лазерній техніці та нанотехнологіях. В науковій та патентній літературі описано застосування кераміки та тонких плівок $BiVO_4$ як ефективних іонно-електронних провідників, фотокаталізаторів при розщепленні води та органічних сполук [1-4].

Монокристали $BiVO_4$ мають значне двозаломлення ($\Delta n = 0,45$ при $\lambda = 0,6$ мкм), що дуже важливо для матеріалів пасивної оптики. У літературі описаний спосіб вирощування кристалів $BiVO_4$ за методом Чохральського [5], який вибрано як прототип. Цей спосіб включає приготування шихти із стехіометричної суміші оксидів Bi_2O_3 та V_2O_5 марки "осч", двостадійного відпалу шихти при температурах 1000 і 1100 К протягом 6 год., плавлення шихти при температурі 1250-1280 К, витримки розплаву протягом 1-3 год. та вирощування кристалу за методом Чохральського зі швидкістю витягування 3-6 мм/год., обертання - 60 об/хв. Перевагою цього способу є здатність отримати монодомений кристал достатньо великих розмірів (довжиною 5 см та діаметром 2 см). Головним недоліком цього методу є те, що вирощені кристали мають сегнетоеластичний фазовий перехід при температурі 528 К з тетрагональної у моноклінну модифікацію, а також доменну структуру при нормальних умовах, яка може негативно впливати на їх оптичну якість.

Для корисної моделі поставлена задача: на основі $BiVO_4$ отримати монокристал гарної оптичної якості з тетрагональною симетрією при нормальних умовах, розміром більш ніж 3 см^3 та без двійників.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі вирощування кристалів, який включає приготування шихти із суміші оксидів з двостадійним відпалом, плавлення шихти, витримки розплаву та вирощування за методом Чохральського згідно з корисною моделлю приготування шихти здійснюється з додавкою 8 мол. % п'ятиокису ніобію і вирощування кристалу здійснюється витягуванням з розплаву на затравку зі швидкістю витягування 0,1-0,6 мм/год. та обертання 5-20 об/хв.

Отримані кристали $BiV_{0,92}Nb_{0,08}O_4$ мають тетрагональну симетрію, об'єм більш 3 см^3 , прозорі та без двійників.

Заявлений спосіб здійснюється таким чином. Оксиди Bi_2O_3 , V_2O_5 , Nb_2O_5 , марки "особливо чисті" навішуються в співвідношенні: 50 мол. % Bi_2O_3 , 42 мол. % V_2O_5 і 8 мол. % Nb_2O_5 та змішуються на етиловому спирту. Суміш пресують у таблетку та нагрівають у платиновій чашці до температури 1000 К і витримують протягом 6 годин. Після охолодження таблетка роздрібнюється та шихта знову розтирається на етиловому спирту. Потім її знову пресують у таблетку та нагрівають у платиновому тиглі до температури 1100 К і витримують протягом 6 годин. Після чого температуру підвищують до 1250-1280 К. При цьому шихта плавиться і розплав витримують протягом 1-3 годин. Вирощування за методом Чохральського здійснюється шляхом витягування затравки з розплаву зі швидкістю 0,1-0,6 мм/год. та її обертання зі швидкістю 5-20 обертів/хв. Результати експериментального визначення швидкості витягування та обертання та їх впливу на якість кристалів наведено у таблиці. Отриманий результат відповідає прикладу 2.

Таблиця

Приклад №	Швидкість витягування, мм/год.	Швидкість обертання, об/хв.	Результат
1	0,1	5	Кристалічна буля задовільної якості, поверхня протравлена парами розплаву, можуть бути двійники.
2	0,2	10	Кристали гарної оптичної якості, без двійників.
3	0,6	20	Кристали можуть мати включення бульбашок.
4	0,1	20	Кристалічна буля задовільної якості, але можуть бути бульбашки та двійники.

Продовження таблиці

Приклад №	Швидкість витягування, мм/год.	Швидкість обертання, об/хв.	Результат
5	0,2	20	Кристалічна буля може мати включення бульбашок на вісі обертання.
6	0,6	25	Кристалічна буля має двійники.
7	1	10	Буля має двійники та непрозорі включення.
8	1	25	Затравка постійно відривається від розплаву.

Приклад 2. Оксиди Bi_2O_3 , V_2O_5 , Nb_2O_5 , марки "особливо чисті" у співвідношенні: 50 мол. % Bi_2O_3 , 42 мол. % V_2O_5 і 8 мол. % Nb_2O_5 (232,98 гр., 76,39 гр. та 21,26 гр. відповідно) розтирались у етиловому спирті, пресувались у таблетку та нагрівались у платиновій чашці до температури 1000 K і витримувались протягом 6 годин. Після охолодження таблетка розтиралась на етиловому спирту знов пресувалась у таблетку та нагрівалась у платиновому тиглі до температури 1100 K і витримують протягом 6 годин. Після чого температуру підвищували до 1270 K. При цьому шихта плавилась і розплав витримували протягом 3 годин. Потім здійснювалось вирощування кристалів $\text{BiV}_{0,92}\text{Nb}_{0,08}\text{O}_4$ за методом Чохральського зі швидкістю обертання затравки - 10 об/хв. та швидкістю витягування - 0,2 мм/год. Охолодження розплаву під час вирощування здійснювалось протягом 4 годин зі швидкістю 0,8 K/год., а потім, до кінця росту, зі швидкістю 0,4 K/год. Охолодження кристалу після відриву від розплаву здійснювалось зі швидкістю 15 K/год. до 900 K, а потім - 50 K/год. до кімнатної температури. Отриманий за таким прикладом кристал гарної оптичної якості був червоно-брунастого відтінку, мав діаметр 2 см та довжину 4 см та не містив двійників. Такі кристали можуть бути ефективними матеріалами для пристроїв функціональної електроніки та пасивної оптики.

Джерела інформації:

1. Photochemical decomposition of water on nanocrystalline BiVO_4 film electrodes under visible light/ Kazuniro Sayama and oth// The Royal Society of Chemistry-2003. - P. 2908-2909.
2. The two elements antennas using BiNbO_4 as the substrate/ Di Zhou, Wei Wu, Hong Wang, Yansheng Jiang, Xi Yao// Material Science and Engineering: A. - July 2007. - V. 460-461-P. 652-655.
3. Water-splitting using photocatalytic porphyrin-nanotube composite devices/ Shelnutt and oth.// United States Patent No. 7.338.590.-2008.
4. Chemical co-precipitation synthesis of luminescent $\text{Bi}_x\text{Y}_{1-x}\text{VO}_4\text{:Re}$ ($\text{Re}=\text{Eu}^{3+}$, Dy^{3+} , Er^{3+}) phosphors from hybrid precursors/ Bing Yan, Xue-Quing Su// Journal of Non-Crystalline Solids.-2006. V.352, Issue 1. - P. 3275-3279.
5. Сегнетоэластические свойства монокристаллов ванадата висмута// Мнушкина И.В.// Дисс. на соиск. степени кандидата физ.-мат. наук. Днепропетровск, 1984, 129 с.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб вирощування монокристалів $\text{BiV}_{0,92}\text{Nb}_{0,08}\text{O}_4$, що включає приготування шихти із суміші оксидів, двостадійного відпалу при температурах 1000 і 1100 K протягом 6 год., плавлення шихти при температурі 1250-1280 K, витримки розплаву протягом 1-3 годин та вирощування за методом Чохральського, який **відрізняється** тим, що у шихту добавляють 8 мол. % п'ятиокису ніобію, кристали вирощуються зі швидкістю витягування 0,1-0,6 мм/год. та обертання 5-20 об/хв.

Комп'ютерна верстка Л. Ціхановська

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601