



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **93414** (13) **U**  
(51) МПК (2014.01)  
**C01G 9/00**  
**C01G 23/00**

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**

<b>(21)</b> Номер заявки: <b>u 2014 05266</b>	<b>(72)</b> Винахідник(и): <b>Гулай Любомир Дмитрович (UA),</b> <b>Шемет Василина Ярославівна (UA),</b> <b>Марчук Олег Васильович (UA),</b> <b>Пашинська Юлія Олександрівна (UA)</b>
<b>(22)</b> Дата подання заявки: <b>19.05.2014</b>	
<b>(24)</b> Дата, з якої є чинними права на корисну модель: <b>25.09.2014</b>	
<b>(46)</b> Публікація відомостей про видачу патенту: <b>25.09.2014, Бюл.№ 18</b>	<b>(73)</b> Власник(и): <b>ЛУЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ,</b> вул. Львівська, 75, м. Луцьк, 43018 (UA)

**(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ СПОЛУК ХАЛЬКОГЕНІДНИХ СИСТЕМ**

**(57) Реферат:**

Спосіб одержання сполук халькогенідних систем, який здійснюють нагріванням з наступним охолодженням вакуумованих кварцевих ампул, які містять розраховані кількості дрібнодисперсних елементарних компонентів, а саме сірки і перехідних металів. Сполуки додатково містять у своєму складі рідкісноземельні елементи та р-елементи IV групи.

**UA 93414 U**



Корисна модель належить до галузі неорганічної хімії та може бути застосована для синтезу нових матеріалів у ще недосліджених квазіподвійних та квазіпотрійних халькогенідних системах.

Відомий спосіб синтезу стабілізованих нанокристалів кадмій телуриду, що здійснюють в колоїдному розчині з прекурсорів кадмію, телуру та модифікатора в деіонізованій воді, який полягає в тому, що колоїдний розчин додатково містить етиленгліколь з концентрацією 9-11 %, як модифікатор використовують тіогліколеву кислоту з концентрацією  $4,6 \cdot 10^{-2}$ - $1,15 \cdot 10^{-1}$  моль/л, а синтез проводять впродовж 2-9 хв. [Пат. України №72767, клас C30B 7/00, C01G 11/00, 2012 р.].

Недоліком цього способу є те, що його можна використати лише для одержання нанокристалів однієї сполуки кадмій телуриду.

Відомий також спосіб одержання дисульфиду титану, який базується на приготуванні суміші порошоків металічного титану і дисульфиду титану в замкнутому об'ємі, нагрівання її і пропускання через нагріту суміш розрахованої кількості парів сірки, який здійснюють наступним чином: суміш порошоків металічного титану і дисульфиду титану готують в масовому співвідношенні 1:2,5 при дисперсності порошоків металічного титану 0,05-0,5 мм, а пропускання парів сірки здійснюють в вакуумі при 0,002-0,01 мм. рт. ст., через суміш, нагріту до температури 950-1000 °C [Пат. України №24148, клас C01G 23/00, 2007 р.].

Недоліком цього способу є використання складної технології одержання дисульфиду титану, здатність порошкоподібних речовин при тривалому зберіганні утворювати агломерати, що, відповідно, утруднює перебіг реакції.

Також відомий спосіб одержання сульфиду цинку, який здійснюють осадженням сульфиду цинку з кислого розчину сульфату цинку газоподібним сірководнем при перемішуванні при числі Рейнольдса 40000-100000. Розчин сульфату цинку використовують у вигляді емульсії зворотного типу з дисперсним середовищем із розчинника ряду бензолу, що містить 40-45 % мас, дисперсної фази, стабілізованої поверхнево-активною речовиною у кількості 4,8-6,3 % мас. [Пат. України №5289, клас C01G 9/00, 1994 р.].

Недоліком цього способу є те, що для синтезу використовують токсичні речовини, такі як сірководень та бензол.

Найбільш близький до запропонованої корисної моделі - спосіб синтезу нової поліморфної модифікації моноссульфиду титану, який здійснюють нагріванням вакуумованих до тиску 0,13 Па кварцових ампул, що містять дрібнодисперсні елементарні компоненти сірки та титану у стехіометричному співвідношенні, до максимальної температури. При цьому нагрівання здійснюють у безперервному режимі, максимальна температура синтезу становить  $1173 \pm 25$  K, а охолодження здійснюють у режимі виключеної печі. Продуктом синтезу є моноссульфід титану, що кристалізується у структурному типі  $\text{CdI}_2$ . Використання винаходу дозволяє одержувати фазово однорідний моноссульфід титану нової поліморфної модифікації [Пат. України №74445, клас C01G 1/12, C01B 17/20, C30B 29/12, C01G 23/00, 2005 р.].

Недоліком вищезгаданого способу є його використання для одержання вузького спектра сполук.

В основу даної корисної моделі поставлене завдання вдосконалити спосіб одержання сполук халькогенідних систем завдяки оптимізації режиму синтезу та отримати новий результат, який полягає у одержанні нових халькогенідних сполук, які утворені бінарними напівпровідниковими сполуками, компонентами яких виступають РЗМ, р- та d- елементи I, II груп, р-елементи III, IV груп періодичної системи елементів Д.І. Менделєєва та халькогени (р-елементи VI групи).

Поставлена задача вирішується за рахунок того, що у способі одержання сполук халькогенідних систем, який здійснюють нагріванням з наступним охолодженням вакуумованих кварцових ампул, які містять розраховані кількості дрібнодисперсних елементарних компонентів, а саме сірки і перехідних металів, новим є те, що у запропонованому способі сполуки додатково містять у своєму складі рідкісноземельні елементи та р-елементи IV групи; ампули після відпалу загартовують у холодній воді; для сульфідних систем при нагріванні застосовують проміжну витримку за температури 670 K.

Спосіб здійснюють наступним чином: розраховані кількості вихідних компонентів високого ступеня чистоти (0,999-0,99999 мас. част, елементів) зважують з точністю  $\pm 0,0001$  г на аналітичних терезах. Загальна маса наважки становить 1-2 г. Завантаження у кварцовий контейнер здійснюють за допомогою кальки для запобігання прилипанню частинок речовини до внутрішньої поверхні контейнера у верхній його частині. Вакуумують контейнер до залишкового тиску  $10^{-3}$  Па і герметизують його на киснево-газовому пальнику. Для сульфідних систем ампули зі зразками поміщають у піч шахтного типу та нагрівають зі швидкістю нагріву 30 K/год. до температури 670 K та витримують при цій температурі 72 год. для повного зв'язування сірки. Це зменшує тиск пари сірки, який може привести до вибуху за високих температур. Ампули зі зразками селенідних та телуридних систем нагрівають у печі шахтного типу зі швидкістю нагріву

30 К/год. Максимальна температура синтезу становить 1420 К. При цій температурі зразки витримують 4 години. Після чого їх охолоджують до 770 (870) К із швидкістю 10 К/год. Гомогенізаційний відпал проводять при температурі 770 (870) К протягом 240 годин. Після відпалу ампули зі зразками загартовують в холодній воді.

5 Перевагою даної корисної моделі є те, що, в першу чергу, її можна використовувати для синтезу широкого спектру не лише бінарних, а й тернарних і тетрарних сполук. Запропонований спосіб дозволяє синтезувати значні кількості чистих речовин шляхом прямого синтезу з елементарних компонентів. У переважній більшості випадків одержано монокристали достатньої якості для дослідження кристалічної структури методом монокристалу.

10

#### ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Спосіб одержання сполук халькогенідних систем, який здійснюють нагріванням з наступним охолодженням вакуумованих кварцових ампул, які містять розраховані кількості дрібнодисперсних елементарних компонентів, а саме сірки і перехідних металів, який

15

**відрізняється** тим, що сполуки додатково містять у своєму складі рідкісноземельні елементи та р-елементи IV групи.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що ампули після відпалу загартовують у холодній воді.

20

3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що для сульфідних систем при нагріванні застосовують проміжну витримку за температури 670 К.

---

Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

---

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