

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 12040

(13) С1

(46) 2009.06.30

(51) МПК (2006)

С 30В 29/10

С 04В 35/26

С 01G 29/00

(54)

ШИХТА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ФЕРРИТА ВИСМУТА

(21) Номер заявки: а 20080558

(22) 2008.04.28

(71) Заявитель: Государственное научно-производственное объединение "Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению" (ВУ)

(72) Авторы: Корзун Борис Васильевич; Соболев Валерий Романович; Волчик Татьяна Владимировна (ВУ)

(73) Патентообладатель: Государственное научно-производственное объединение "Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению" (ВУ)

(56) VALANT M. et al. Chem. Mater. - 2007. - V. 19. - № 22. - P. 5431-5436.

PRADHAN A.K. et al. J. Appl. Phys., 2005. V. 97, 093903.

JP 10303012 A, 1998.

US 2007/0029593 A1.

US 2006/0131627 A1.

(57)

Шихта для получения феррита висмута, представляющая собой механическую смесь Bi_2O_3 и Fe_2O_3 , отличающаяся тем, что содержит оксиды в соотношении, соответствующем формуле $\text{Bi}_{2(1-y)}\text{Fe}_{2y}\text{O}_3$, где $0,13 \leq y \leq 0,20$.

Изобретение относится к области электронной промышленности, в частности к технологии получения материалов для сенсорной техники, микроэлектроники, систем магнитной памяти, и направлено на получение однофазного материала феррита висмута.

Известной шихтой для получения феррита висмута (BiFeO_3) является шихта, представляющая собой механическую смесь исходных оксидов Bi_2O_3 и Fe_2O_3 в стехиометрическом соотношении $1\text{Bi}_2\text{O}_3:1\text{Fe}_2\text{O}_3$. Данную шихту используют при получении соединения BiFeO_3 методом прямого синтеза [1].

Недостатком известной шихты является то, что из-за образования BiFeO_3 по перитектической реакции и малой скорости такой гетерогенной реакции после затвердевания стехиометрического расплава в слитке обнаруживаются включения дополнительных фаз, что приводит к невозможности получения однофазного материала феррита висмута.

Наиболее близкой по технической сущности к заявляемому изобретению является шихта для получения феррита висмута нестехиометрического состава исходных оксидов с незначительным недостатком от стехиометрии оксида висмута Bi_2O_3 . Данная шихта представляет собой смесь Bi_2O_3 и Fe_2O_3 с небольшим недостатком от стехиометрии Bi_2O_3 , которую затем гомогенизируют в агатовой ступке, после чего проводят синтез [2].

Недостатком прототипа является то, что использование данной шихты не позволяет получить однофазные по составу слитки феррита висмута.

Задачей настоящего изобретения является разработка шихты, использование которой позволило бы получить феррит висмута однофазного состава.

Предложена шихта для получения феррита висмута, представляющая собой механическую смесь Bi_2O_3 и Fe_2O_3 .

Новым, по мнению авторов, является то, что шихта для получения феррита висмута содержит оксиды в соотношении, соответствующем формуле $\text{Bi}_{2(1-y)}\text{Fe}_{2y}\text{O}_3$, где $0,13 \leq y \leq 0,20$.

Шихта для получения феррита висмута находится в интервале таких составов, что при кристаллизации первичные кристаллы имеют состав феррита висмута. При таких условиях кристаллизации состав твердой фазы соответствует ферриту висмута, а состав жидкой фазы смещается в сторону от $\text{Bi}_{1,60}\text{Fe}_{0,40}\text{O}_3$ с $y = 0,20$ до эвтектики $\text{Bi}_{2(1-y)}\text{Fe}_{2y}\text{O}_3$ с $y = 0,13$ (состав $\text{Bi}_{1,74}\text{Fe}_{0,26}\text{O}_3$). При дальнейшем охлаждении кристаллизация идет хотя и с образованием твердой фазы незначительно меняющегося состава, но без перитектического превращения, что и обеспечивает получение образцов феррита висмута гомогенного состава.

Примеры конкретного использования шихты для получения феррита висмута.

Пример 1.

Рассчитывали, взвешивали и гомогенизировали навеску общей массой 20 г, необходимую для синтеза феррита висмута, исходя из того, что шихта содержит оксиды Bi_2O_3 и Fe_2O_3 в соотношении, соответствующем формуле $\text{Bi}_{2(1-y)}\text{Fe}_{2y}\text{O}_3$ с $y = 0,13$ (состав $\text{Bi}_{1,74}\text{Fe}_{0,26}\text{O}_3$).

Навеску, состоящую из оксидов висмута и железа, размещали в кварцевой ампуле. После загрузки ампулу помещали в вертикальную печь сопротивления с двумя независимо регулируемые зонами. Длину ампулы подбирали таким образом, что вначале ампула с шихтой находилась в верхней зоне печи. После этого проводили синтез соединения BiFeO_3 , варьируя скорости нагрева шихты и выдержки при температурах реакций, и с целью получения однородного расплава осуществляли нагрев ампулы. Кристаллизацию расплава выполняли путем медленного опускания ампулы в нижнюю зону (0,1-0,2 мм/ч), находящуюся при температуре, меньшей температуры перитектической реакции образования BiFeO_3 (1058 К). С целью гомогенизации полученного соединения проводили изотермический отжиг при температуре 973 К в течение 240 ч. По завершении синтеза отключали печь, и охлаждение полученных слитков происходило вместе с печью. Верхнюю часть слитка, закристаллизовавшуюся в последнюю очередь и включавшую в себя фазу, соответствующую эвтектическому составу $\text{Bi}_{2(1-y)}\text{Fe}_{2y}\text{O}_3$ с $y = 0,13$ (состав $\text{Bi}_{1,74}\text{Fe}_{0,26}\text{O}_3$), удаляли. Полученное вещество представляло собой однородный по составу слиток без включения дополнительных фаз.

Пример 2.

Рассчитывали, взвешивали и гомогенизировали навеску общей массой 20 г, необходимую для синтеза феррита висмута, исходя из того, что шихта содержит оксиды Bi_2O_3 и Fe_2O_3 в соотношении, соответствующем формуле $\text{Bi}_{2(1-y)}\text{Fe}_{2y}\text{O}_3$ с $y = 0,15$ (состав $\text{Bi}_{1,70}\text{Fe}_{0,30}\text{O}_3$).

Навеску, состоящую из оксидов висмута и железа, размещали его в кварцевой ампуле. После загрузки ампулу помещали в вертикальную однозонную печь сопротивления, изготовленную таким образом, что на ее протяжении существует температурный градиент 10-20 К/см. После этого проводили синтез соединения BiFeO_3 , варьируя скорости нагрева шихты и выдержки при температурах реакций, и с целью получения однородного расплава осуществляли нагрев ампулы. Кристаллизацию расплава выполняли путем медленного охлаждения всей печи со скоростью 1-10 К/ч ниже температуры перитектической реакции образования BiFeO_3 (1058 К), при этом нижняя часть расплава, находившаяся при меньшей температуре, закристаллизовывалась в первую очередь. Для гомогенизации полученного соединения проводили изотермический отжиг при температуре 973 К в течение 240 ч. По завершении синтеза отключали печь, и охлаждение полученных слитков происходило вместе с печью. Верхнюю часть слитка, закристаллизовавшуюся в последнюю очередь и включавшую в себя фазу, соответствующую эвтектическому составу

ВУ 12040 С1 2009.06.30

$\text{Bi}_{2(1-y)}\text{Fe}_{2y}\text{O}_3$ с $y = 0,13$ (состав $\text{Bi}_{1,74}\text{Fe}_{0,26}\text{O}_3$), удаляли. Полученное вещество представляло собой однородный по составу слиток без включения дополнительных фаз.

Преимуществом заявляемой шихты для получения феррита висмута по сравнению с известными является возможность получения однофазных образцов феррита висмута и простота в исполнении.

Источники информации:

1. Achenbach G.D., Am J. Ceram. Soc. 50, 437 (1967).
2. Valant M., Axelsson A.-K., Alford N. Chem. Mater. - № 19. - P. 5431-5436. - 2007.

РЕПОЗИТОРИЙ БГПУ