

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **12467**

(13) **С1**

(46) **2009.10.30**

(51) МПК (2006)

С 30В 29/10

С 04В 35/26

С 01G 29/00

(54)

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФЕРРИТА ВИСМУТА

(21) Номер заявки: а 20080939

(22) 2008.07.16

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

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

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

(56) YU J. et al. J. of Crystal Growth. - 2001. - V. 231. - P. 568-576.

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)

Способ получения феррита висмута, заключающийся в приготовлении шихты из оксидов Bi_2O_3 и Fe_2O_3 и проведении твердофазного синтеза с последующими нагревом выше температуры плавления и кристаллизацией, отличающийся тем, что готовят шихту, содержащую оксиды Bi_2O_3 и Fe_2O_3 в соотношении, соответствующем формуле $\text{Bi}_{2(1-y)}\text{Fe}_y\text{O}_3$, где $0,13 \leq y \leq 0,20$, твердофазный синтез проводят при температуре $(760 \pm 20)^\circ\text{C}$, а кристаллизацию осуществляют в печи с регулируемым температурным градиентом.

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 (BiFeO_3).

Известен способ получения феррита висмута с использованием твердофазных химических реакций из оксидов Bi_2O_3 и Fe_2O_3 . Смесь исходных оксидов Bi_2O_3 и Fe_2O_3 с небольшим недостатком от стехиометрии Bi_2O_3 гомогенизируют и проводят синтез при температуре 800°C в течение 5 ч [1].

Недостатком известного способа является наблюдаемая во всем объеме получаемого материала неоднородность феррита висмута, в котором присутствуют фазы $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{39}$ и $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$.

Наиболее близким по технической сущности к заявляемому изобретению является способ получения феррита висмута из исходных оксидов Bi_2O_3 и Fe_2O_3 , взятых в стехиометрическом соотношении, которые гомогенизируют, предварительно отжигают при 700°C и проводят синтез при температуре 840°C в течение 6 ч [2].

Недостатком прототипа является неоднородность феррита висмута, так как в процессе кристаллизации происходит перитектическое превращение феррита висмута, которое является одной из причин образования дополнительных фаз $\text{Bi}_{40}\text{Fe}_2\text{O}_{63}$ и $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$.

ВУ 12467 С1 2009.10.30

Задачей настоящего изобретения является получение феррита висмута однофазного состава.

Способ получения феррита висмута, заключающийся в приготовлении шихты из оксидов Bi_2O_3 и Fe_2O_3 и проведении твердофазного синтеза с последующими нагревом выше температуры плавления и кристаллизацией.

Новым, по мнению авторов, является то, что готовят шихту, содержащую оксиды Bi_2O_3 и Fe_2O_3 в соотношении, соответствующем формуле $\text{Bi}_{2(1-y)}\text{Fe}_{2y}\text{O}_3$, где $0,13 \leq y \leq 0,20$, твердофазный синтез проводят при температуре $(760 \pm 20)^\circ\text{C}$, а кристаллизацию осуществляют в печи с регулируемым температурным градиентом.

В силу особенностей Т-х фазовой диаграммы квазибинарной системы Bi_2O_3 - Fe_2O_3 при использовании оксидов Bi_2O_3 и Fe_2O_3 в соотношении, соответствующем формуле $\text{Bi}_{2(1-y)}\text{Fe}_{2y}\text{O}_3$ ($0,13 \leq y \leq 0,20$), первоначально кристаллизуется состав, соответствующий ферриту висмута, а состав жидкой фазы смещается в сторону от $\text{Bi}_{2(1-y)}\text{Fe}_{2y}\text{O}_3$ с $y = 0,20$ (состав $\text{Bi}_{1,60}\text{Fe}_{0,40}\text{O}_3$) 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 BiFeO_3 идет без перитектического превращения, хотя и с незначительным отклонением от стехиометрического состава BiFeO_3 .

Примеры конкретного применения способа получения феррита висмута.

Пример 1

Рассчитывали, взвешивали и гомогенизировали навеску общей массой 20 г, необходимую для получения 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 $y = 0,20$ (состав $\text{Bi}_{1,60}\text{Fe}_{0,40}\text{O}_3$).

Навеску, состоящую из оксидов висмута и железа, размещали в кварцевой ампуле. После загрузки ампулу помещали в вертикальную печь сопротивления с двумя независимо регулируемые зонами. Первоначально ампула с шихтой находилась в верхней зоне печи, где проводили твердофазный синтез сплава $\text{Bi}_{1,60}\text{Fe}_{0,40}\text{O}_3$ при температуре 775°C . После этого проводили нагрев сплава до температуры 845°C , при которой обеспечивается его перевод в жидкое состояние. Кристаллизацию расплава выполняли путем медленного опускания ампулы в нижнюю зону ($0,2$ мм/ч), находящуюся при температуре, меньшей температуры перитектической реакции разложения BiFeO_3 (780°C). С целью гомогенизации полученного соединения проводили изотермический отжиг при температуре 700°C в течение 240 часов. 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 $\text{Bi}_{1,74}\text{Fe}_{0,26}\text{O}_3$), механически отделяли и удаляли.

Полученное вещество представляло собой однородный слиток без включения дополнительных фаз состава, близкого к составу феррита висмута.

Пример 2

Рассчитывали, взвешивали и гомогенизировали навеску общей массой 20 г, необходимую для получения 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 в кварцевой ампуле. После загрузки ампулу помещали в вертикальную однозонную печь сопротивления, изготовленную таким образом, что на ее протяжении существует температурный градиент 10 - $30^\circ\text{C}/\text{см}$. После этого проводили синтез сплавов состава $\text{Bi}_{1,70}\text{Fe}_{0,30}\text{O}_3$ при температуре 760°C . Далее провели нагрев сплава до температуры 835°C , при которой обеспечивается его перевод в жидкое состояние. Кристаллизацию расплава выполняли путем медленного охлаждения всей печи со скоростью $5^\circ\text{C}/\text{ч}$ ниже температуры перитектической реакции разложения BiFeO_3 (780°C), при этом нижняя часть расплава, находящаяся при меньшей температуре, закристаллизовывалась в первую очередь. Для гомогенизации полученного

ВУ 12467 С1 2009.10.30

соединения проводили изотермический отжиг при температуре 700 °С 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 $\text{Bi}_{1,74}\text{Fe}_{0,26}\text{O}_3$), механически отделяли и удаляли.

Полученное вещество представляло собой однородный слиток без включения дополнительных фаз состава, близкого к составу феррита висмута.

Преимуществом заявляемого способа получения феррита висмута по сравнению с известными является возможность получения однофазных образцов феррита висмута.

Источники информации:

1. M. Valant, A.-K. Axelsson, N. Alford, Chem. Mater., 19, 5431-5436 (2007).
2. J. Yu, N. Koshikawa, Y. Arai, S. Yoda, H. Saitou, J. Cryst. Growth, 231, 568-576 (2001).

РЕПОЗИТОРИЙ БГПУ