



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **147678** (13) **U**
(51) МПК (2021.01)
C30B 9/00
C30B 9/04 (2006.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО
"УКРАЇНСЬКИЙ ІНСТИТУТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

<p>(21) Номер заявки: u 2021 00201</p> <p>(22) Дата подання заявки: 20.01.2021</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: 03.06.2021</p> <p>(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: 02.06.2021, Бюл.№ 22</p>	<p>(72) Винахідник(и): Панченко Сергій Володимирович (UA), Вовк Руслан Володимирович (UA), Камчатна Світлана Миколаївна (UA), Хаджай Георгій Ярославович (UA)</p> <p>(73) Володілець (володільці): УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ЗАЛІЗНИЧНОГО ТРАНСПОРТУ, площа Фейербаха, 7, м. Харків-50, 61050 (UA)</p> <p>(74) Представник: Проректор з наукової роботи Вакуля Гліб Леонідович</p>
---	---

(54) СПОСІБ ВИРОЩУВАННЯ КРИСТАЛІВ $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ З РІЗНИМ СТУПЕНЕМ ВІДХИЛЕННЯ ВІД КИСНЕВОЇ СТЕХІОМЕТРІЇ

(57) Реферат:

Спосіб вирощування кристалів $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ з різним ступенем відхилення від кисневої стехіометрії включає отримання суміші початкових компонентів (Y_2O_3 , $BaCO_3$ і CuO , всі марки ОСЧ взяті в атомному співвідношенні $Y:Ba:Cu=2:25:73$), декарбонізацію шляхом відпалу при $850\text{ }^\circ\text{C}$, причому для процесу гомогенізації і наступного вирощування шляхом зниження температури поміщають в золотий тигель і нагрівають в печі до температури $965\text{ }^\circ\text{C}$. Розплав витримують при цій температурі протягом двох годин, а потім знижують температуру із швидкістю $2\text{ }^\circ\text{C}/\text{год.}$ до температури $870\text{ }^\circ\text{C}$, причому градієнт температур уздовж тигля складає біля $3\text{ }^\circ\text{C}/\text{см.}$ Піч вимикають і розплав з вирощеними кристалами охолоджують до кімнатної температури. Крім цього, проводять додатковий відпал кристалів в атмосфері кисню або на повітрі при температурах $420\text{-}650\text{ }^\circ\text{C}$ протягом від двох до трьох діб.

UA 147678 U

Корисна модель належить до матеріалознавства, а саме стосується способів отримання досконалих бездомішкових кристалів високотемпературних надпровідників.

Існуючий спосіб вирощування, що описано в патенті на корисну модель 131979 СПОСІБ ВИРОЩУВАННЯ БЕЗДОМІШКОВИХ МОНОКРИСТАЛІВ, номер заявки: u201808190, дата подання заявки: 25.07.2018, патент опубліковано 11.02.2019, бюл. № 3/2019, МПК С30В 9/00; винахідники: Вовк Руслан Володимирович; Геворкян Едвін Спартакович; Камчатна Світлана Миколаївна; Білецький Володимир Іванович. Власник: УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ЗАЛІЗНИЧНОГО ТРАНСПОРТУ, включає отримання суміші початкових компонентів (Y_2O_3 , $BaCO_3$ і CuO , всі марки ОСЧ узяті в атомному співвідношенні $Y:Ba:Cu=2:25:73$), декарбонізацію шляхом відпалу при $850\text{ }^\circ\text{C}$, а для процесу гомогенізації і наступного вирощування шляхом зниження температури поміщають в золотий тигель і нагрівають в печі до температури $965\text{ }^\circ\text{C}$, причому розплав витримують при цій температурі протягом двох годин, а потім знижують температуру із швидкістю $2\text{ }^\circ\text{C}/\text{год.}$ до температури $870\text{ }^\circ\text{C}$, при цьому градієнт температур уздовж тигля складає біля $3\text{ }^\circ\text{C}/\text{см}$, а піч вимикають і розплав з вирощеними кристалами охолоджують до кімнатної температури.

Недоліки існуючого способу - це труднощі, які полягають в наступному. Кристали $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, які були отримані після вирощування та охолодження, мають тетрагональну структуру та дефіцит кисню $\delta > 0,2$. Відомо, що в кристалах зі зниженим вмістом кисню надпровідні характеристики пригнічені. Наприклад, при $\delta > 0,1$ критична температура менша за 90 K .

В основу корисної моделі поставлено задачу вдосконалення способу вирощування кристалів $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ з різним ступенем відхилення від кисневої стехіометрії та виготовлення дослідних зразків із різним вмістом кисню δ .

Поставлена задача вирішується тим, що, згідно з корисною моделлю, для отримання кристалів з пониженим вмістом кисню, проводять їх додаткове відпалювання в атмосфері кисню або на повітрі при температурах $420\text{-}650\text{ }^\circ\text{C}$ протягом від двох до трьох діб.

Для отримання орторомбічної фази із близьким до стехіометричного ($\delta < 0,1$) вмістом кисню проводили їх відпалювання протягом трьох діб в потоці кисню при температурі $420\text{ }^\circ\text{C}$. Після насичення киснем кристали мали орторомбічну кристалічну структуру з параметрами ґратки $a=0,3833\text{ нм}$, $b=0,3898\text{ нм}$ та $c=1,17\text{ нм}$, що було визначено рентгеноструктурними дослідженнями. Необхідно відзначити, що у процесі тетра-орто переходу відбувається утворення двійників, які мінімізують пружну енергію кристала, про що докладніше також буде сказано нижче. Після такої термообробки кристалів їх критична температура складала близько 92 K , при ширині надпровідного переходу $\Delta T_c \approx 0,3\text{ K}$.

Корисну модель пояснює фото кристалів, які отримані за описаним способом на поверхні закристалізованого розплаву (розмір клітинок масштабної лінійки $1 \times 1\text{ мм}$).

Для отримання кристалів з пониженим вмістом кисню проводили їх додаткове відпалювання в атмосфері кисню або на повітрі при температурах $420\text{-}650\text{ }^\circ\text{C}$ протягом від двох до трьох діб. Вміст кисню δ визначали за часом та температурою відпалювання в потоці кисню, згідно з відповідними градувальними таблицями. Для чистих від домішкових елементів кристалів цей метод дозволяє визначити вміст кисню з точністю до $0,03$. Грубішу оцінку для вмісту кисню (з точністю до $0,1$) можна отримати по відомій залежності критичної температури від параметра δ .

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб вирощування кристалів $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ з різним ступенем відхилення від кисневої стехіометрії, що включає отримання суміші початкових компонентів (Y_2O_3 , $BaCO_3$ і CuO , всі марки ОСЧ взяті в атомному співвідношенні $Y:Ba:Cu=2:25:73$), декарбонізацію шляхом відпалу при $850\text{ }^\circ\text{C}$, причому для процесу гомогенізації і наступного вирощування шляхом зниження температури поміщають в золотий тигель і нагрівають в печі до температури $965\text{ }^\circ\text{C}$, при цьому розплав витримують при цій температурі протягом двох годин, а потім знижують температуру із швидкістю $2\text{ }^\circ\text{C}/\text{год.}$ до температури $870\text{ }^\circ\text{C}$, при цьому градієнт температур уздовж тигля складає біля $3\text{ }^\circ\text{C}/\text{см}$, а піч вимикають і розплав з вирощеними кристалами охолоджують до кімнатної температури, який **відрізняється** тим, що проводять додатковий відпал кристалів в атмосфері кисню або на повітрі при температурах $420\text{-}650\text{ }^\circ\text{C}$ протягом від двох до трьох діб.

