



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011110649/03, 21.03.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
21.03.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 21.03.2011

(43) Дата публикации заявки: 27.09.2012 Бюл. № 27

(45) Опубликовано: 27.12.2012 Бюл. № 36

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: Толпыгина Ирина, Спинтроника, [онлайн], Спинтроника at Научные работы учащихся.: Дата выкладки на сайт февраль 2011, [найдено 21.02.2012] Найдено из Интернет <URL <http://npk.gymn2.ru/physics/12/>. ПЕТРАКОВСКИЙ Г. и др. Состояние спинового стекла в кристалле ферригерманата бария $Ba_2Fe_2GeO_7$. - Физика твердого (см. прод.)

Адрес для переписки:

660036, г.Красноярск, Академгородок, 50, стр.38, ИФ СО РАН, патентный отдел

(72) Автор(ы):

Петраковский Герман Антонович (RU),
Дрокина Тамара Васильевна (RU),
Великанов Дмитрий Анатольевич (RU),
Шадрина Александра Леонидовна (RU),
Молокеев Максим Сергеевич (RU),
Степанов Геннадий Николаевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук (ИФ СО РАН) (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ САМАРИЙСОДЕРЖАЩЕГО СПИН-СТЕКЛЬНОГО МАГНИТНОГО МАТЕРИАЛА

(57) Реферат:

Изобретение относится к разработке новых материалов с магнитным состоянием спинового стекла - системы с вырожденным основным магнитным состоянием, которые могут быть полезны для химической, атомной промышленности и развития магнитных информационных технологий. Способ получения самарийсодержащего спин-стеклового магнитного материала включает приготовление шихты из выдержанных при температуре 105°C оксидов Fe_2O_3 , Sm_2O_3 и

TiO_2 , формирование таблеток под давлением около 10 кбар и их спекание методом твердотельной реакции. Спекание осуществляют в три этапа: на первом при температуре 1200°C в течение 24 час, на втором и третьем при температуре 1250°C в течение 24 часов, с нагревом печи со скоростью 150 град/час. После завершения каждого этапа синтеза таблетки вновь перетирают, прессуют и помещают в печь. Техническим результатом изобретения является получение материала, обладающего магнитным состоянием спинового стекла. 2 табл., 1 ил.

(56) (продолжение):

тела, 2006, т.48, № 10. RU 2318262 C1, 27.02.2008. RU 2101053 C1, 10.01.1998. JP 2005-239513 A, 08.09.2005. US 2004/0036571 A1, 26.02.2004.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C04B 35/40 (2006.01)
H01L 43/10 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2011110649/03, 21.03.2011**

(24) Effective date for property rights:
21.03.2011

Priority:

(22) Date of filing: **21.03.2011**

(43) Application published: **27.09.2012 Bull. 27**

(45) Date of publication: **27.12.2012 Bull. 36**

Mail address:

**660036, g.Krasnojarsk, Akademgorodok, 50, str.38,
IF SO RAN, patentnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Petrakovskij German Antonovich (RU),
Drokina Tamara Vasil'evna (RU),
Velikanov Dmitrij Anatol'evich (RU),
Shadrina Aleksandra Leonidovna (RU),
Molokeev Maksim Sergeevich (RU),
Stepanov Gennadij Nikolaevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
uchrezhdenie nauki Institut fiziki im. L.V.
Kirenskogo Sibirskogo otdelenija Rossijskoj
akademii nauk (IF SO RAN) (RU)**

(54) METHOD OF PRODUCING SAMARIUM-CONTAINING MAGNETIC SPIN GLASS MATERIAL

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to production of novel materials with a spin glass magnetic state - systems with a singular ground magnetic state, which can be useful in chemical and nuclear industry and for development of magnetic information technology. The method of producing samarium-containing magnetic spin glass magnetic material involves preparation of a mixture from Fe₂O₃, Sm₂O₃ and TiO₂ held at temperature of 105°C, moulding pellets

under pressure of about 10 kbar and sintering said pellets using a solid-state reaction technique. Sintering is carried out in three steps: at the first step at temperature of 1200°C for 24 hours, at the second and third steps at temperature of 1250°C for 24 hours, while heating the furnace at a rate of 150 degrees per hour. After each synthesis step, the pellets are once more milled, pressed and put into the furnace.

EFFECT: obtaining material with a spin glass magnetic state.

2 tbl, 1 dwg

Изобретение относится к разработке способа получения нового материала с магнитным состоянием спинового стекла - системы с вырожденным магнитным состоянием, которые могут быть полезны для химической промышленности и развития магнитных информационных технологий, а содержание в материале самария, поглощающего нейтроны, делает его полезным материалом атомной техники.

Известно монокристаллическое соединение CuGa_2O_4 [G.A.Petrakovskii, K.S.Aleksandrov, L.N.Bezmaternikh, S.S.Aplesnin, B.Roesli, F.Semadeni, A.Amato, C.Baines, J.Bartolome, M.Evangelisti. Spin-glass state in CuGa_2O_4 . Phys. Rev. B, 63, 184425 (2001)] с "замороженным" пространственным распределением ориентации спиновых магнитных моментов системы магнитных ионов в области низких температур, называемого состоянием спинового стекла, синтезированного из раствора в расплаве

Это соединение характеризуется сложностью технологического процесса изготовления монокристаллического соединения, является трехэлементным, не содержит редкоземельных ионов, что обедняет понимание физики состояния спинового стекла и потенциальных применений.

Известно четырехкомпонентное оксидное соединение - монокристалл ферригерманат бария ($\text{Ba}_2\text{Fe}_2\text{GeO}_7$), проявляющее магнитное состояние спинового стекла [Г.Петраковский, Л.Безматерных, И.Гудим, О.Баюков, А.Воротынов, А.Бовина, Р.Шимчак, М.Баран, К.Риттер. ФТТ, т.48, №10 (2006)], выращен методом раствор-расплавной кристаллизации.

К недостаткам можно отнести сложность технологического процесса синтеза монокристаллического соединения, а также низкую величину намагниченности.

Наиболее близким к заявленному изобретению по технической сущности является способ синтеза керамического соединения $\text{SmFeGe}_2\text{O}_7$ с состоянием спинового стекла [Толпыгина И. Спинтроника. Научные работы учащихся (<http://nprk.gvmn2.ru/physics/12/>) (прототип), использующий твердотельную реакцию из исходных окислов Fe_2O_3 , Sm_2O_3 и TiO_2 , выдержанных при температуре 105°C .

Техническим результатом изобретения является разработка способа получения поликристаллического четырехкомпонентного магнитного материала с состоянием спинового стекла.

Технический результат достигается тем, что в способе получения самарий-содержащего спин-стекольного магнитного материала, включающем приготовление шихты из выдержанных при температуре 105°C оксидов Fe_2O_3 , Sm_2O_3 и TiO_2 , формирование таблеток и их спекание методом твердотельной реакции, новым является то, что таблетки формируют под давлением около 10 кбар, отжиг осуществляют в три этапа: на первом при температуре 1200°C в течении 24 час, на втором и третьем при температуре 1250°C в течении 24 час, с нагревом печи со скоростью 150 град/час, причем после завершения каждого этапа синтеза таблетки вновь перетирают, прессуют и помещают в печь.

Признаки, отличающие заявляемое решение от прототипа, не выявлены при изучении данной и смежных областей техники и, следовательно, обеспечивают заявляемому техническому решению соответствие критериям «новизна» и «изобретательский уровень».

Способ получения спин-стекольного материала ($\text{SmFeTi}_2\text{O}_7$) представляет собой синтез реакцией в твердой фазе с участием окислов: Fe_2O_3 (10,23 вес.%), Sm_2O_3 (48,81 вес.%) и TiO_2 (40,96 вес.%), которые перед развеской высушиваются в течении 6 часов при температуре 105°C . Шихта составляется с учетом фактического содержания основного вещества в материале.

Исходные соединения, составляющие шихту, смешиваются и перетираются вручную пестиком в ступке с добавлением этилового спирта. Из приготовленной шихты с помощью пресс-формы формируются таблетки под давлением около 10 кбар с диаметром 10 мм и толщиной 1,5-2,0 мм. Таблетки помещаются в алундовый тигель и отжигаются в печи. Нагрев печи, регулируемый программным регулятором, осуществляется со скоростью 150 град/час. Температура в печи измеряется с помощью термопар (платино-платино-родиевые) с точностью 0,1°C. Перепад температур в рабочей области не превышает 5°C. Охлаждение печи происходит естественным путем. Отжиг проводится в три этапа (табл.1). После завершения каждого этапа синтеза таблетки вновь перетираются, прессуются и снова помещаются в печь.

Таблица 1		
Режим температурной обработки технологического процесса изготовления поликристаллического $\text{SmFeTi}_2\text{O}_7$		
№ отжига	Температура отжига, °C	Длительность отжига, час.
1	1200	24
2	1250	24
3	1250	24

Химический и фазовый состав образцов контролируется методом рентгеноструктурного анализа, а также с помощью оптического микроскопа (табл.2).

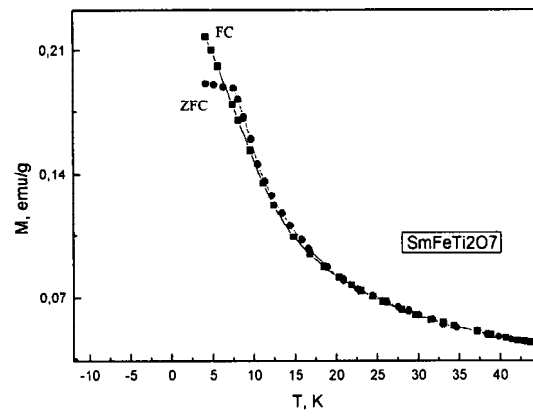
Таблица 2						
Содержание элементов в самарий-содержащем спин-стекольном материале						
Вещество	Кристаллическая решетка	Содержание элементов, ат.%				
Самарий-содержащий цирконолит	Орторомбическая, пространственная группа Pcnb	Sm 9,09	Fe 9,09	Ti 18,18	O 63,64	Примеси

Полученный материал - $\text{SmFeTi}_2\text{O}_7$ обладает магнитным состоянием спинового стекла. Состояние спинового стекла в $\text{SmFeTi}_2\text{O}_7$ с температурой замерзания $T_f=7$ К подтверждают измерения температурной зависимости магнитного момента (фиг.1), где показано, что намагниченность образца зависит от термической предыстории (охлаждение образца в магнитном поле $H=0,05$ Т (FC) и без поля $H=0$ (ZFC)).

Способ получения материала, отвечающего формуле $\text{SmFeTi}_2\text{O}_7$, расширяет возможности синтеза материалов с магнитным состоянием спинового стекла.

Формула изобретения

Способ получения самарийсодержащего спин-стекольного магнитного материала, включающий приготовление шихты из выдержанных при температуре 105°C оксидов Fe_2O_3 , Sm_2O_3 и TiO_2 , формирование таблеток и их спекание методом твердотельной реакции, отличающийся тем, что таблетки формируют под давлением около 10 кбар, отжиг осуществляют в три этапа: на первом при температуре 1200°C в течение 24 ч, на втором и третьем при температуре 1250°C в течение 24 ч, с нагревом печи со скоростью 150 град/ч, причем после завершения каждого этапа синтеза таблетки вновь перетирают, прессуют и помещают в печь.



Фиг.1