



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014130704/03, 24.07.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
24.07.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 24.07.2014

(45) Опубликовано: 10.07.2015 Бюл. № 19

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2470897 C2, 27.12.2012. RU 2318262 C1, 27.02.2008. EP 2237288, 06.10.2010. US 20060051624 A1, 09.03.2006. JP 2005239513 A, 09.09.2005

Адрес для переписки:

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

(72) Автор(ы):

Дрокина Тамара Васильевна (RU),
Петраковский Герман Антонович (RU),
Резина Елена Геннадьевна (RU),
Великанов Дмитрий Анатольевич (RU),
Молокеев Максим Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ им. Л.В. Киренского
Сибирского отделения Российской академии
наук (RU)**

(54) СПИН-СТЕКольный МАГНИТный МАТЕРИАЛ

(57) Реферат:

Изобретение относится к разработке новых магнитных материалов с магнитным состоянием спинового стекла и может найти применение в химической промышленности и электронной технике, в частности, для разработки моделей новых типов устройств магнитной памяти. Спин-стекольный магнитный материал $\text{HoFeTi}_2\text{O}_7$ получен твердофазным синтезом из исходных компонентов Fe_2O_3 , TiO_2 и Ho_2O_3 при следующем

соотношении, мас. %: Fe_2O_3 - 18,63, TiO_2 - 37,28, Ho_2O_3 - 44,09. Техническим результатом изобретения является получение нового спин-стекольного магнитного материала, обладающего большой разностью намагниченности, обусловленной изменением условий охлаждения образца, а также низким поглощением нейтронов. Намагниченность спин-стекольного материала почти в 20 раз больше, чем у известного материала. 2 табл., 1 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2014130704/03, 24.07.2014

(24) Effective date for property rights:
24.07.2014

Priority:

(22) Date of filing: 24.07.2014

(45) Date of publication: 10.07.2015 Bull. № 19

Mail address:

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

(72) Inventor(s):

**Drokina Tamara Vasil'evna (RU),
Petrakovskij German Antonovich (RU),
Rezina Elena Gennad'evna (RU),
Velikanov Dmitrij Anatol'evich (RU),
Molokeev Maksim Sergeevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**FEDERAL'NOE GOSUDARSTVENNOE
BJuDZhetNOE UChREZHdENIE NAUKI
INSTITUT FIZIKI im. L.V. Kirenskogo
Sibirskogo otdelenija Rossijskoj akademii nauk
(RU)**(54) **SPIN GLASS MAGNETIC MATERIAL**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: spin glass magnetic material
HoFeTi₂O₇ is obtained via solid-phase synthesis from
starting components Fe₂O₃, TiO₂ and Ho₂O₃, in the
following ratio, wt %: Fe₂O₃ - 18.63, TiO₂ - 37.28,
Ho₂O₃ - 44.09.EFFECT: obtaining novel spin glass magnetic
material, having high magnetisation intensity difference
due change in sample cooling conditions, as well as
low neutron absorption; the magnetisation intensity of
the spin glass material is almost 20 times greater than
that of existing material.

2 tbl, 1 dwg

Изобретение относится к созданию новых материалов с магнитным состоянием спинового стекла, которое характеризуется "замороженным" пространственным распределением ориентации спиновых магнитных моментов и может найти применение в химической, атомной и электронной технике, в частности, для разработки моделей новых типов устройств магнитной памяти.

Одной из актуальных задач физики конденсированного состояния является поиск новых материалов с разнообразными магнитными свойствами и типами магнитного упорядочения, перспективных для использования в различных областях техники. Изучение свойств новых спин-стекольных магнитных материалов позволит расширить возможности их применения, в частности, как модельных систем для нейронных сетей в приоритетной области исследований моделей искусственного интеллекта.

Для спин-стекольного состояния характерны макроскопические необратимые эффекты: магнитная вязкость, магнитный гистерезис и связанные с ними явления магнитного последствия и памяти. Одним из основных свойств соединений с магнитным состоянием спинового стекла является зависимость магнитного момента от магнитной предыстории образца, что может использоваться для создания новых материалов магнитной памяти.

При охлаждении образца ниже определенной температуры $T=T_f$ - температуры замерзания намагниченность зависит не только от температуры, но и от условий охлаждения образца: в нулевом магнитном поле (ZFC) или в магнитном поле (FC). Разность намагниченностей $\Delta\sigma = \sigma_{FC} - \sigma_{ZFC}$ при фиксированных значениях внешнего магнитного поля H и температуры T может являться характеристикой пространства состояний в моделях памяти.

Известен спин-стекольный магнитный материал $GdFeTi_2O_7$ [Г.А. Петраковский, Т.В. Дрокина, Д.А. Великанов, О.А. Баюков, М.С. Молокеев, А.В. Карташев, А.Л. Шадрин, А.А. Мицук ФТТ 54, 1701 (2012)], содержащий железо, титан, кислород и гадолиний, при следующем соотношении, мас. %: Fe - 13,27; Ti - 22,75; O - 26,61; Gd-37,37.

Этот материал имеет низкую величину разности намагниченностей ($\Delta\sigma = 0.501689$ emu/g при $T=2$ К, $H=0,05$ Т) и высокое поглощение нейтронов гадолинием (сечение захвата тепловых нейтронов 46617 барн).

Наиболее близким аналогом, принятым за прототип, является спин-стекольный магнитный материал $SmFeTi_2O_7$ [патент RU №2470897 C2, C04B 35/40 (2011), содержащий железо, титан, кислород и самарий, при следующем соотношении, мас. %: Fe - 13,49; Ti - 23,13; O - 27,06; Sm - 36,32.

Недостатком этого технического решения является относительно малая величина разности намагниченности ($\Delta\sigma = 0.058667$ emu/g при $T=2$ К, $H=0,05$ Т) и высокое поглощение нейтронов самарием (сечение захвата - 6800 барн).

Техническим результатом изобретения является получение нового магнитного материала $HoFeTi_2O_7$ с магнитным состоянием спинового стекла, обладающего сравнительно большой разностью намагниченности и низким поглощением нейтронов.

Указанный технический результат достигается тем, что спин-стекольный магнитный материал $HoFeTi_2O_7$ получен твердофазным синтезом из исходных компонентов Fe_2O_3 , TiO_2 и Ho_2O_3 при следующем соотношении, мас. %: Fe_2O_3 - 18,63, TiO_2 - 37,28, Ho_2O_3 - 44,09.

Сопоставительный анализ с прототипом позволяет сделать вывод, что заявляемое изобретение отличается от известного составом и характеристиками (большей разностью намагниченности и низким сечением захвата нейтронов (сечение захвата тепловых

нейтронов гольмием - 65 барн, что позволяет проведение нейтронографических исследований). Признаки, отличающие заявляемое решение от прототипа, не выявлены при изучении данной и смежных областей техники и, следовательно, обеспечивают заявленному техническому решению соответствие критериям "новизна" и "изобретательский уровень".

Замещение в составе известного технического решения самария на гольмий позволяет устранить указанные недостатки прототипа. Заявленный материал обладает магнитным состоянием спинового стекла, формируемым магнитными ионами Fe^{3+} и Ho^{3+} , слабо поглощает нейтроны и обладает сравнительно большой разностью намагниченности.

Спин-стекольный магнитный материал $HoFeTi_2O_7$ получен твердофазным синтезом. В качестве исходных компонентов используются оксиды Fe_2O_3 , TiO_2 и Ho_2O_3 при следующем соотношении, мас. %:

Fe_2O_3 - 18,63

TiO_2 - 37,28

Ho_2O_3 - 44,09

Исходные компоненты, составляющие шихту, перед развеской высушиваются в течении 6 часов при температуре $105^\circ C$, 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 диаметром 10 мм и толщиной 1,5-2,0 мм. Таблетки помещаются в алундовый тигель и отжигаются в печи. Нагрев печи осуществляется со скоростью 150 град/час и регулируется программным регулятором. Температура в печи измеряется с помощью платинородиевых термопар с точностью $0,1^\circ C$. Охлаждение печи происходит естественным путем.

Синтез производится в четыре этапа (табл. 1). Максимальная температура отжига $1250^\circ C$. После завершения каждого этапа синтеза таблетки вновь перетираются, прессуются и снова помещаются в печь для последующего отжига. Химический и фазовый состав полученных образцов контролируется методом рентгеноструктурного анализа, а также с помощью оптического микроскопа после каждого отжига.

№ отжига	Температура отжига, $^\circ C$	Длительность отжига, час
1	1200	16
	1250	8
2	1200	16
	1250	8
3	1200	16
	1250	8
4	1200	16
	1250	8

Заявляемое техническое решение иллюстрируется следующим:

В таблице 2 приведены параметры кристаллической ячейки соединения $HoFeTi_2O_7$, определенные с помощью рентгеноструктурного анализа при комнатной температуре.

Пространственная группа	$Pcnb$
Параметры элементарной ячейки	Значения параметров элементарной ячейки
$a, \text{ \AA}$	9.8353 (2)

b, Å	13.5572 (2)
c, Å	7.3497 (1)
V, Å ³	980.01 (3)
Примечание: a, b, c - параметры ячейки; V - объем ячейки	

5

На фиг. 1 показана температурная зависимость магнитного момента заявляемого соединения $\text{HoFeTi}_2\text{O}_7$ (охлаждение образца в магнитном поле $H=0,05$ Т (FC) и без поля $H=0$ Т (ZFC)). Магнитные измерения образцов $\text{HoFeTi}_2\text{O}_7$ выполнены на магнитометре

10

MPMS-XL в интервале температур 2-300 К и в магнитном поле 500 Ое. Масса образца $m=0.015$ г. Из фиг. 1 следует, что магнитный момент соединения $\text{HoFeTi}_2\text{O}_7$ зависит от магнитной предыстории образца при температурах ниже температуры замерзания $T_f=4,5$ К. Это является характерной особенностью магнитных образцов с магнитным

15

состоянием спинового стекла. Сравнительный анализ показывает, что интервал изменения намагниченности $\Delta\sigma$ заявляемого технического решения больше, чем у прототипа. Например, при температуре $T=2$ К $\Delta\sigma$ заявляемого гольмийсодержащего спин-стекольного магнитного материала почти в 20 раз больше, чем у прототипа.

20

Замещение в составе известного технического решения самария на гольмий позволяет увеличить разность намагниченности $\Delta\sigma$ (для $\text{HoFeTi}_2\text{O}_7$ $\Delta\sigma=1.113467$ emu/g, для $\text{SmFeTi}_2\text{O}_7$ $\Delta\sigma=0.058667$ emu/g при $T=2$ К, $H=0,05$ Т) и снизить поглощение тепловых нейтронов (сечение захвата нейтронов для гольмия составляет 65 барн, для самария - 6800 барн).

25

Таким образом, заявляемый материал, полученный из оксидов железа, титана и гольмия, в магнитном состоянии спинового стекла при фиксированных температуре и магнитном поле обладает широким интервалом изменения намагниченности при различных условиях охлаждения образца, а также содержит элемент Ho с низким сечением захвата нейтронов, что расширяет ряд материалов с магнитным состоянием

30

спинового стекла и обогащает их свойства.

Формула изобретения

Спин-стекольный магнитный материал $\text{HoFeTi}_2\text{O}_7$, полученный твердофазным синтезом из исходных компонентов Fe_2O_3 , TiO_2 и Ho_2O_3 , при следующем соотношении,

35

мас. %:

Fe_2O_3 - 18,63

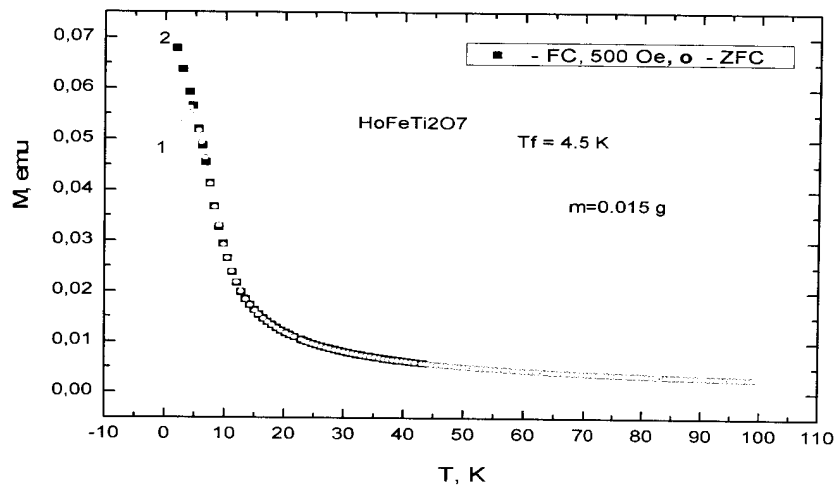
TiO_2 - 37,28

Ho_2O_3 - 44,09

40

O - 24,14.

45



Фиг. 1