



(51) МПК
C04B 35/40 (2006.01)
C04B 35/462 (2006.01)
H01L 43/10 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C04B 35/462 (2006.01); *C04B 35/50* (2006.01); *C04B 35/6264* (2006.01); *C04B 2235/3232* (2006.01); *C04B 2235/3272* (2006.01); *C04B 2235/3224* (2006.01); *H01L 43/10* (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2017104363, 09.02.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
09.02.2017

Дата регистрации:
16.03.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 09.02.2017

(45) Опубликовано: 16.03.2018 Бюл. № 8

Адрес для переписки:

660036, г. Красноярск, Академгородок, 50, стр.
38, ИФ СО РАН, отдел патентной и
изобретательской работы

(72) Автор(ы):

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

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
научное учреждение "Федеральный
исследовательский центр "Красноярский
научный центр Сибирского отделения
Российской академии наук" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2470897 C2, 27.12.2012. WO
2001/023642 A2, 05.04.2001. US 6946085 B2,
20.09.2005. US 2006/0108619 A1, 25.05.2006.

(54) СПИН-СТЕКольНЫЙ МАГНИТНЫЙ МАТЕРИАЛ С СОДЕРЖАНИЕМ ИТТЕРБИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области разработки новых керамических редкоземельных оксидных 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 $\text{YbFeTi}_2\text{O}_7$ включает железо, титан, кислород и иттербий при следующем соотношении компонентов, ат. %: иттербий - 9,09; железо - 9,09; титан - 18,18; кислород - 63,64.

Способ получения иттербийсодержащего спин-стекольного материала включает приготовление шихты из оксидов Fe_2O_3 , Yb_2O_3 и TiO_2 , формование таблеток и их спекание в четыре этапа с максимальной температурой отжига 1250°C . Техническим результатом изобретения является получение нового магнитного материала с состоянием спинового стекла и содержащего редкоземельный элемент с низкими значениями сечения захвата тепловых нейтронов и удельного электросопротивления. 3 табл., 2 ил.

RU 2 647 544 C1

RU 2 647 544 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C04B 35/40 (2006.01)
C04B 35/462 (2006.01)
H01L 43/10 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C04B 35/462 (2006.01); *C04B 35/50* (2006.01); *C04B 35/6264* (2006.01); *C04B 2235/3232* (2006.01); *C04B 2235/3272* (2006.01); *C04B 2235/3224* (2006.01); *H01L 43/10* (2006.01)

(21)(22) Application: **2017104363, 09.02.2017**

(24) Effective date for property rights:
09.02.2017

Registration date:
16.03.2018

Priority:

(22) Date of filing: **09.02.2017**

(45) Date of publication: **16.03.2018** Bull. № 8

Mail address:

660036, g. Krasnoyarsk, Akademgorodok, 50, str. 38, IF SO RAN, otdel patentnoj i izobretatelskoj raboty

(72) Inventor(s):

**Drokina Tamara Vasilevna (RU),
Petrakovskij German Antonovich (RU),
Velikanov Dmitrij Anatolevich (RU),
Molokeev Maksim Sergeevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe nauchnoe uchrezhdenie "Federalnyj issledovatel'skij tsentr "Krasnoyarskij nauchnyj tsentr Sibirskogo otdeleniya Rossijskoj akademii nauk" (RU)

(54) **SPIN-GLASS MAGNETIC MATERIAL WITH THE CONTENT OF ITTERBIA**

(57) Abstract:

FIELD: technological processes.

SUBSTANCE: invention relates to the development of new ceramic rare-earth oxide materials with a magnetic spin glass state and can be applied in the chemical industry and electronic engineering, in particular, for the development of models of new types of magnetic memory devices. Spin-glass magnetic material $\text{YbFeTi}_2\text{O}_7$ includes iron, titanium, oxygen and ytterbium with the following component ratio, at%: ytterbium 9.09; iron – 9.09; titanium – 18.18; oxygen

– 63.64. Method for producing the ytterbium-containing spin-glass material includes the preparation of a charge of oxides Fe_2O_3 , Yb_2O_3 and TiO_2 , molding of tablets and their sintering in four stages with a maximum annealing temperature of 1,250 °C.

EFFECT: technical result of the invention is the production of a new magnetic material with a state of spin glass and containing a rare-earth element with low values of a capture cross-section and resistivity.

1 cl, 3 tbl, 2 dwg

C 1
4 4 4 4 4 4 4 4 4 4
RU

RU
2 6 4 7 5 4 4
C 1

Изобретение относится к области получения новых магнитных материалов, а именно оксидных керамических материалов с магнитным состоянием спинового стекла, характеризующихся вырожденным магнитным состоянием, и может найти применение в химической промышленности и электронной технике, в частности, для разработки
5 моделей новых типов устройств магнитной памяти.

В связи с неослабляющим интересом к поиску новых материалов, перспективных для использования в различных областях техники, целенаправленное получение веществ с разнообразными магнитными свойствами и типами магнитного упорядочения является одной из актуальных задач физики конденсированного состояния. Разработка и создание
10 магнитных материалов, в том числе оксидных соединений, содержащих редкоземельные элементы и элементы переходных металлов, требует исследования их свойств. Среди методов изучения важным является нейтронография, позволяющая дать информацию о магнитной структуре материала, о магнитных фазовых состояниях и их изменении.

Известно оксидное соединение $GdFeTi_2O_7$, содержащее редкоземельный элемент,
15 [Г.А. Петраковский, Т.В. Дрокина, Д.А. Великанов, О.А. Баюков, М.С. Молокеев, А.В. Каргашев, А.Л. Шадрин, А.А. Мицук ФТТ 54, 1701 (2012)], обладающее свойствами спинового стекла.

Этот материал содержит гадолиний, существенно поглощающий нейтроны (сечение захвата нейтронов 44000 барн) и имеющий высокое электрическое сопротивление (141
20 $\text{ом}\cdot\text{см}\cdot 10^{-6}$).

Наиболее близким аналогом, принятым за прототип, является самарийсодержащий спин-стекольный магнитный материал $SmFeTi_2O_7$ [патент RU №2470897 C2, МПК C04B 35/40, опубл. 27.12.2012], в состав которого входят магнитные ионы железа и самария,
25 а также титан и кислород при следующем соотношении ат. %: Fe - 9,09; Ti - 18,18; O - 63,64; Sm - 9,09.

Недостатком известного технического решения является содержание самария, характеризующегося высоким поглощением нейтронов, затрудняющим применение нейтронографии для исследования свойств, и большим электросопротивлением.

Техническим результатом изобретения является получение нового магнитного материала с состоянием спинового стекла и содержащего редкоземельный элемент с низкими значениями сечения захвата тепловых нейтронов и удельного электросопротивления.
30

Указанный технический результат достигается тем, что в спин-стекольном магнитном материале, включающем железо, титан, кислород и редкоземельный элемент, новым является то, что в качестве редкоземельного элемента содержится иттербий, при следующем соотношении компонентов, ат. %: иттербий - 9,09; железо - 9,09; титан - 18,18; кислород - 63,64.
35

Сопоставительный анализ с прототипом позволяет сделать вывод, что заявляемое изобретение отличается от известного составом, содержит иттербий с низким сечением захвата нейтронов, допускающим проведение нейтронографических исследований, и с лучшей электропроводностью среди лантаноидов.
40

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".
45

Замещение в составе известного технического решения самария на иттербий позволяет устранить указанные недостатки прототипа. В формировании магнитного состояния участвуют два вида магнитных ионов: редкоземельный ион Yb^{3+} и ион железа Fe^{3+} .

Заявляемый материал обладает магнитным состоянием спинового стекла, содержит иттербий, слабо поглощающий нейтроны (сечение захвата нейтронов иттербия составляет 36 барн, в сравнении, самарий - 6800 барн) и характеризующийся низким удельным электрическим сопротивлением ($27 \text{ ом} \cdot \text{см} \cdot 10^{-6}$, в сравнении, для самария удельное электрическое сопротивление - $88 \text{ ом} \cdot \text{см} \cdot 10^{-6}$).

Способ получения иттербийсодержащего спин-стекольного магнитного материала представляет собой твердофазный синтез. В качестве исходных компонентов используются оксиды Fe_2O_3 , TiO_2 и Yb_2O_3 при следующем соотношении, мас. %:

Fe_2O_3 - 18,29; TiO_2 - 36,58; Yb_2O_3 - 45,13.

Исходные соединения, составляющие шихту, перед развеской высушиваются, затем смешиваются и перетираются с добавлением этилового спирта. Из приготовленной шихты формируются таблетки под давлением около 10 кбар диаметром 10 мм и толщиной 1,5-2,0 мм. Полученные таблетки отжигают в печи в четыре этапа (табл. 1). Максимальная температура каждого отжига 1250°C . После завершения каждого этапа синтеза таблетки перетираются, прессуются и помещаются в печь для последующего отжига.

Содержание элементов в материале $\text{YbFeTi}_2\text{O}_7$ показано в таблице 2.

Заявляемое техническое решение иллюстрируется следующим:

Анализ синтезированных образцов (фиг. 1) осуществлялся с помощью рентгеновской дифракции. Порошковая рентгенограмма $\text{YbFeTi}_2\text{O}_7$ снята при комнатной температуре на дифрактометре D8 ADVANCE фирмы Bruker, используя линейный детектор VANTEC и $\text{Cu-K}\alpha$ излучение. В таблице 3 приведены результаты уточнения кристаллической структуры соединения $\text{YbFeTi}_2\text{O}_7$ и основные параметры рентгеновского эксперимента. Данные исследования методом рентгеновской дифракции показали, что кристаллическая решетка соединения $\text{YbFeTi}_2\text{O}_7$ характеризуется ромбической пространственной группой Pcnb .

На фиг. 2 показана температурная зависимость магнитного момента заявляемого иттербийсодержащего соединения. Измерения проведены в магнитном поле $H=0,05 \text{ Т}$. Масса образца $m=0.045 \text{ г}$. Результаты магнитных измерений показали, что наблюдается разница зависимостей FC (охлаждение образца в магнитном поле $H=0,05 \text{ Т}$) и ZFC (охлаждение образца в нулевом магнитном поле). Таким образом, магнитный момент зависит от магнитной предыстории образца при температурах ниже температуры замерзания $T_f = 4,5 \text{ К}$. Это является характерной особенностью веществ со спин-стекольным магнитным состоянием.

Таким образом, заявляемый материал, полученный из оксидов железа, титана, иттербия обладает магнитным состоянием спинового стекла и содержит иттербий с низкими значениями электросопротивления и сечения захвата нейтронов.

Полученный новый магнитный материал, отвечающий формуле $\text{YbFeTi}_2\text{O}_7$, расширяет класс соединений с магнитным состоянием спинового стекла.

Таблица 1.

Режим температурной обработки при изготовлении
иттербийсодержащего спин-стекольного магнитного материала

№ отжига	Температура отжига, °С	Длительность отжига, час.
1	1200	24
2	1200	16
	1250	8
3	1200	16
	1250	8
4	1200	16
	1250	8

Таблица 2.

Содержание элементов в материале $\text{YbFeTi}_2\text{O}_7$

Содержание элементов, ат. %			
Yb	Fe	Ti	O
9,09	9,09	18,18	63,64

Таблица 3.

Основные параметры рентгеновского эксперимента и результаты уточнения кристаллической структуры соединения $\text{YbFeTi}_2\text{O}_7$

Пр.гр.	$Pcnb$
$a, \text{Å}$	9.8116(1)
$b, \text{Å}$	13.5106(1)
$c, \text{Å}$	7.31303(7)
$V, \text{Å}^3$	969.42(2)
Z	8
$D_x, \text{г/см}^3$	6.025
$\mu, \text{мм}^{-1}$	92.430
2θ -интервал, $^\circ$	5-140
Число рефлексов	927
Число уточняемых параметров	74
$R_{\text{wp}}, \%$	1.841
$R_p, \%$	1.717
$R_{\text{exp}}, \%$	0.671
$GOF (\chi)$	2.743

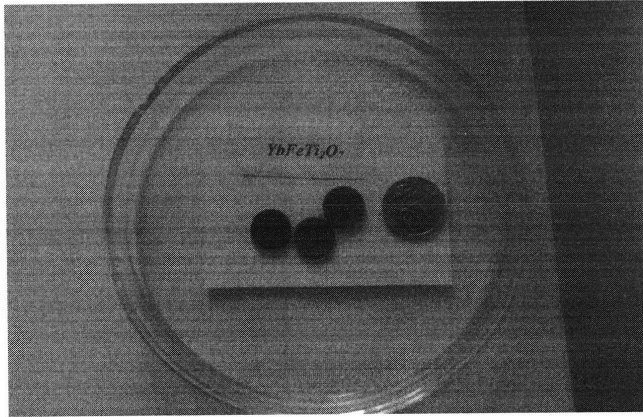
Примечание: a, b, c — параметры элементарной ячейки; V — объем ячейки; Z — число формульных единиц в ячейке; D_x — вычисленная плотность; μ — коэффициент поглощения; факторы недовольности: R_{wp} — весовой профильный, R_p — профильный, R_{exp} — ожидаемый; $GOF (\chi)$ — качество подгонки.

(57) Формула изобретения

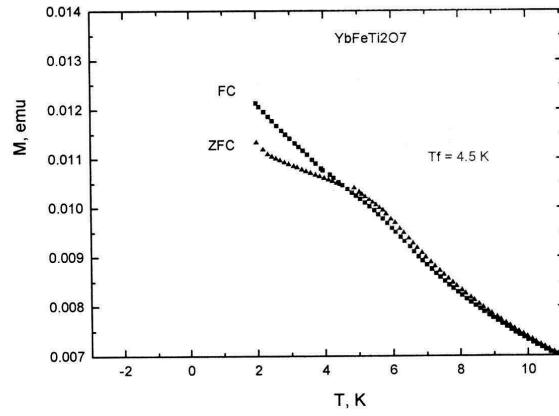
Спин-стекольный магнитный материал с содержанием иттербия, включающий железо, титан, кислород и редкоземельный элемент, отличающийся тем, что в качестве редкоземельного элемента содержит иттербий при следующем соотношении компонентов, ат. %:

иттербий	9,09
железо	9,09
титан	18,18
кислород	63,64

1/1 СПИН-СТЕКОВЫЙ МАГНИТНЫЙ МАТЕРИАЛ
С СОДЕРЖАНИЕМ ИТТЕРБИЯ



Фиг. 1



Фиг. 2