



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
H01F 1/01 (2006.01); C04B 35/495 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2017146909, 28.12.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
28.12.2017

Дата регистрации:
26.10.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 28.12.2017

(45) Опубликовано: 26.10.2018 Бюл. № 30

Адрес для переписки:

660036, г. Красноярск, Академгородок, 50, стр.
38, ФИЦ КНЦ 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 2592867 C1, 27.07.2016. RU
2245846 C2, 10.02.2005. RU 2178206 C2,
10.01.2002. US 2003104239 A1, 05.06.2003.

(54) **ОКСИДНЫЙ КЕРАМИЧЕСКИЙ МАГНИТНЫЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ НАТРИЯ, ВАНАДИЯ, ЖЕЛЕЗА И НИКЕЛЯ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к разработке новых материалов, которые могут быть полезны для химической промышленности, материаловедения, спинтроники. Оксидный керамический магнитный материал содержит кислород, железо и ванадий и дополнительно натрий и никель при следующем соотношении компонентов, ат. %: железо - 10,53;

никель - 5,26; натрий - 5,26; ванадий - 15,79; кислород - 63,16. Изобретение позволяет создавать материал с нескомпенсированным магнитным моментом, сохраняющимся при комнатной температуре, и возможностью управления им с помощью внешнего магнитного поля. 2 ил., 2 табл.

RU 2 670 973 C1

RU 2 670 973 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
H01F 1/01 (2006.01)
C04B 35/40 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
H01F 1/01 (2006.01); *C04B 35/495* (2006.01)

(21)(22) Application: **2017146909, 28.12.2017**

(24) Effective date for property rights:
28.12.2017

Registration date:
26.10.2018

Priority:

(22) Date of filing: **28.12.2017**

(45) Date of publication: **26.10.2018** Bull. № 30

Mail address:

**660036, g. Krasnoyarsk, Akademgorodok, 50, str.
38, FITS KNTS 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 byudzhethnoe
nauchnoe uchrezhdenie "Federalnyj
issledovatel'skij tsentr "Krasnoyarskij nauchnyj
tsentr Sibirskogo otdeleniya Rossijskoj akademii
nauk" (RU)**

(54) **SODIUM, VANADIUM, IRON AND NICKEL BASED CERAMIC OXIDE MAGNETIC MATERIAL**

(57) Abstract:

FIELD: chemical industry.

SUBSTANCE: invention relates to development of new materials that may be useful for chemical industry, materials science, spintronics. Oxide ceramic magnetic material contains oxygen, iron and vanadium, and additionally sodium and nickel in the following ratio of components, at. %: iron – 10.53; nickel – 5.26;

sodium 5.26; vanadium – 15.79; oxygen – 63.16.

EFFECT: invention allows creation of a material with an uncompensated magnetic moment, which remains at room temperature, and the ability to control it using an external magnetic field.

1 cl, 2 dwg, 2 tbl

Изобретение относится к разработке магнитных соединений, которые могут быть полезны для химической промышленности, материаловедения, спинтроники как новые материалы с возможностью управления величиной магнитного момента с помощью внешнего магнитного поля.

5 Известен оксидный материал - поливанадат $\text{Cu}_{13}\text{Fe}_4\text{V}_{10}\text{O}_{44}$, в состав которого входят магнитные ионы меди и железа [J. Turek, G. Zolnierkiewicz at el. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 382, 2015, 71-77].

Недостатком этого материала является низкая температура магнитного фазового перехода и антиферромагнитное упорядоченное состояние (температура Нееля $T_N=2.7$ К).

10 Наиболее близким к заявленному изобретению по технической сущности является пятикомпонентное оксидное соединение поливанадат $\text{LiCuFe}_2(\text{VO}_4)_3$, характеризующееся антиферромагнитным типом магнитного порядка [Дрокина Т.В., Петраковский Г.А. и др. ФТТ, 2016, 58 (10). Стр. 1913-1920]. В состав данного соединения входят элементы, в том числе магнитные ионы меди и железа, при следующем соотношении компонентов, ат. %: железо - 10,53; медь - 5,26; литий - 5,26; ванадий - 15,79; кислород - 63,16.

К недостаткам прототипа можно отнести антиферромагнитный тип магнитного упорядочения спиновой системы и низкую температуру магнитного фазового перехода (температура Нееля $T_N=7$ К).

20 Задача, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является разработка материала, отличающегося качественным и количественным составом и обладающего нескомпенсированным магнитным моментом при комнатной температуре.

Техническим результатом изобретения является получение нового оксидного керамического материала на основе натрия, ванадия, железа и никеля с

25 нескомпенсированным магнитным моментом, сохраняющимся при комнатной температуре, и возможностью управления им с помощью внешнего магнитного поля.

Технический результат достигается тем, что в оксидном керамическом магнитном материале на основе натрия, ванадия, железа и никеля, включающем железо и ванадий,

30 новым является то, что дополнительно содержит натрий и никель, при следующем соотношении компонентов, ат. %: железо - 10,53; никель - 5,26; натрий - 5,26; ванадий - 15,79; кислород - 63,16.

Сопоставительный анализ с прототипом позволяет сделать вывод, что заявляемое изобретение отличается от известного качественным и количественным составом,

35 обуславливающим изменение типа магнитного порядка. Эти отличия позволяют сделать вывод о соответствии заявляемого технического решения критерию «новизна».

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

40 Изобретение осуществляется следующим образом. Указанное соединение - многокомпонентный ванадат $\text{NaNiFe}_2(\text{VO}_4)_3$, обладающее нескомпенсированным магнитным моментом при комнатной температуре и допускающее возможность управления величиной магнитного момента с помощью внешнего магнитного поля, было приготовлено методом твердофазного синтеза из стехиометрических смесей

45 Na_2CO_3 (20.29 вес. %), Fe_2O_3 (30.58 вес. %), V_2O_5 (34.83 вес. %) и NiO (14.30 вес. %).

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 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 два этапа (Таблица 1). После завершения первого отжига таблетки перетираются, смесь снова формируется в таблетки, которые помещаются в печь для второго отжига.

Таблица 1.

10 Режим температурной обработки при изготовлении поликристаллического соединения $\text{NaNiFe}_2(\text{VO}_4)_3$

№ отжига	Температура отжига, °С	Длительность отжига, час.
1	600	24
2	640	24

15 Анализ синтезированных образцов осуществлялся с помощью рентгеновской дифракции. Порошковая рентгенограмма материала $\text{NaNiFe}_2(\text{VO}_4)_3$ снята при комнатной температуре на дифрактометре D8 ADVANCE фирмы Bruker, используя линейный детектор VANTEC и Cu-K α излучение. На рентгенограмме не было обнаружено рефлексов, соответствующих фазам примесей.

20 В таблице 2 приведены основные параметры рентгеновского эксперимента и результаты уточнения кристаллической структуры соединения $\text{NaNiFe}_2(\text{VO}_4)_3$. Кристаллическая решетка соединения $\text{NaNiFe}_2(\text{VO}_4)_3$ характеризуется триклинной пространственной группой $P1(-)$.

25 **Таблица 2.** Основные параметры рентгеновского эксперимента и результаты уточнения кристаллической структуры соединения $\text{NaNiFe}_2(\text{VO}_4)_3$.

Пр.гр.	$P1(-)$
$a, \text{Å}$	6.7559 (1)
$b, \text{Å}$	8.1309 (2)
$c, \text{Å}$	9.8098 (2)
$\alpha, ^\circ$	106.346 (2)
$\beta, ^\circ$	104.300 (2)
$\gamma, ^\circ$	102.143 (2)
$V, \text{Å}^3$	477.83 (2)
2θ интервал, °	5-120
Число рефлексов	1473
Число уточн. парам.	160
$R_{wp}, \%$	0.97
$R_p, \%$	0.87
$R_B, \%$	0.42
χ^2	1.50

45 Примечание. $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$ - параметры ячейки; V - объем ячейки; факторы недостоверности: R_{wp} - весовой профильный, R_p - профильный, R_B - интегральный; χ^2 - качество подгонки.

Намагниченность синтезированного материала $\text{NaNiFe}_2(\text{VO}_4)_3$ измерялась SQUID- и вибрационным магнетометрами.

На фиг. 1 приведена кривая температурной зависимости магнитного момента $M(T)$ соединения $\text{NaNiFe}_2(\text{VO}_4)_3$. На фиг. 2 показана зависимость магнитного момента M образца $\text{NaNiFe}_2(\text{VO}_4)_3$ от магнитного поля H . Можно видеть, что магнитный момент сохраняется до комнатной температуры, и приложение магнитного поля приводит к изменению магнитного момента.

Таким образом, новый ванадат $\text{NaNiFe}_2(\text{VO}_4)_3$ обладает магнитным моментом, что подтверждают измерения температурной $M(T)$ и полевой $M(H)$ зависимостей магнитного момента, причем эффект сохраняется при комнатной температуре (фиг. 1, 2).

Полученный новый материал, отвечающий формуле $\text{NaNiFe}_2(\text{VO}_4)_3$, расширяет ряд материалов, допускающих возможность управления величиной магнитного момента внешним магнитным полем при высоких температурах.

(57) Формула изобретения

Оксидный керамический магнитный материал на основе натрия, ванадия, железа и никеля, включающий железо и ванадий, отличающийся тем, что дополнительно содержит натрий и никель, при следующем соотношении компонентов, ат. %:

железо - 10,53;
никель - 5,26;
натрий - 5,26;
ванадий - 15,79;
кислород - 63,16.