

В. И. ЧЕЧЕРНИКОВ, А. И. КАШЛИНСКИЙ

ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ РЕЗОНАНСНОГО ПОГЛОЩЕНИЯ В НИКЕЛЬ-ЦИНКОВЫХ ФЕРРИТАХ

Приводятся результаты исследования резонансного поглощения в поликристаллических никель-цинковых ферритах при различных температурах (20—300°). Вблизи ферромагнитной точки Кюри (θ_f) отмечено резкое уменьшение ширины линии поглощения (ΔH). При $T \approx \theta_f$ величина ΔH имеет минимальное значение.

1. Температурная зависимость резонансного поглощения в ферромагнитных полупроводниках — ферритах изучена до настоящего времени очень мало. Особый интерес представляют исследования вблизи ферромагнитной точки Кюри.

Из отдельных работ, выполненных как на поликристаллических [1, 2, 3], так и на монокристаллических образцах [3, 4], следует, что при приближении к θ_f зависимость ΔH от T очень сложна. Настоящая работа продолжает исследования температурной зависимости ширины линии резонансного поглощения в ферритах. В ней мы приводим результаты исследования температурной зависимости резонансного поглощения в никель-цинковых ферритах.

2. Исследование резонансного поглощения проводилось в трехсантиметровом диапазоне на спектрометре (разработанном в объединенном конструкторском бюро автоматики), блок-схема которого показана на рис. 1. Спектрометр работает по методу проходящей волны.

Энергия СВЧ от генератора 1, пройдя через ферритовые вентили 2 и 6, аттенюатор 3 и согласователь 4, попадает в объемный резонатор 5. При помощи витка 16, помещенного внутри резонатора, постоянное магнитное поле электромагнита 18 модулируется переменной составляющей частотой 1 мГц, получаемой от генератора 15. После резонатора энергия поступает в детектор 7, на котором выделяется сигнал. Этот сигнал после усилителя 8 подается на синхронный детектор 9, управляемый опорным напряжением. Амплитуда высокочастотной модуляции устанавливается значительно меньше ширины резонансной линии поглощения. При этом генератор пилообразных колебаний 17 осуществляет медленное изменение постоянного магнитного поля через резонансную линию, что позволяет на синхронном детекторе 9 выделить первую производную линии поглощения. Сигнал этой производной после усиления 10 подается на самопишущий потенциометр 11 для регистрации. Резонансную линию можно также наблюдать на экране осциллогра-

фа 20. В этом случае осуществляется модуляция постоянного магнитного поля частотой 50 гц (19).

Для повышения точности и стабильности работы спектрометра в схеме применима система автоматической подстройки частоты (АПЧ) клистрона на частоту резонатора. Для этого на отражатель клистрона 1 от генератора 14 подается небольшое напряжение (5—8 мв) частоты 550 кГц, осуществляя тем самым модуляцию СВЧ колебаний. Сигнал АПЧ выделяется на детекторе 7 и затем поступает на резонансный усилитель 12 и синхронный детектор 13, управляемый опорным напряжением, который получается от генератора автоподстройки 14. При определенном соотношении фазы опорного напряжения и фазы сигнала АПЧ на синхронном детекторе выделяется дополнительное постоянное напря-

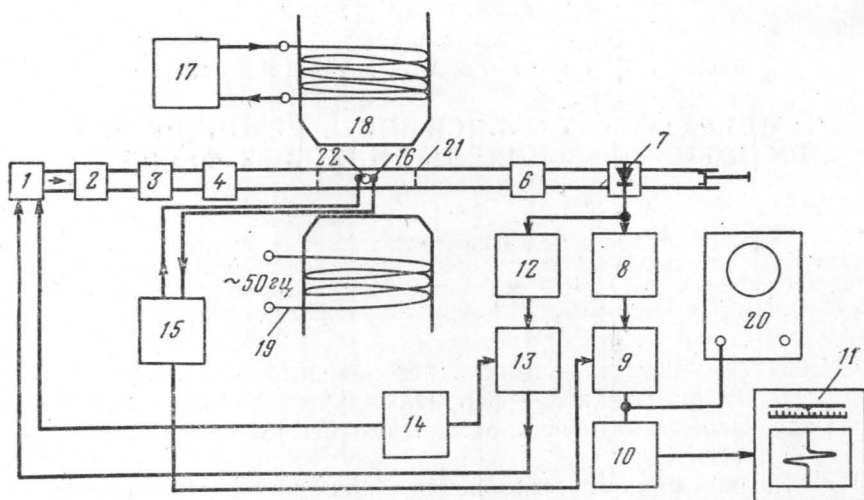


Рис. 1. Блок-схема спектрометра для изучения электронного парамагнитного резонанса

жение, величина и знак которого зависят от степени и знака расстройки клистронного генератора относительно резонатора. Это напряжение подается на отражатель клистрона 1, и оно подстраивает его на частоту рабочего резонатора. Чувствительность установки $5 \cdot 10^{11}$ моля дифенилпикрилгидрозила дает возможность наблюдения формы линии поглощения как вблизи точки Кюри, так и выше ее.

Исследование резонансного поглощения проводилось в интервале температур от 20 до 350°. Нагревались образцы 21 воздухом, который нагревался вне резонатора и продувался через него. Схема установки для получения указанных температур дана на рис. 2.

Сжатый воздух через регулирующий вентиль 2 и воздушный фильтр 3 поступает на панель дистанционного управления 4, которое обеспечивает постоянное давление воздуха. Затем воздух, пройдя через поплавковый ротаметр 5, поступает в металлическую трубку 7, которая помещается в электрическую печь 6. Здесь металлическая трубка вместе с воздухом нагревается до 1000°. Горячий воздух идет в кварцевую трубку 8 с исследуемым образцом 10, который нагревается до нужной температуры. Величина температуры зависит от скорости протекания воздуха на участке печь—резонатор. С помощью этого метода можно получить температуру до 600°, при этом почти полностью устраняются нежелательные искажения поля.

3. В настоящей работе исследовались смешанные никель-цинковые ферриты следующего состава: $0,5 \text{ NiO} \cdot 0,5 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$; $0,4 \text{ NiO} \cdot 0,6 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$; $0,3 \text{ NiO} \cdot 0,7 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$ и $0,2 \text{ NiO} \cdot 0,8 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$.

Ферриты прессовались под давлением 3 м/см^2 из шихты, полученной из порошков окислов Fe_2O_3 , NiO и ZnO . Затем они спекались при температуре 1300° в течение 3 часов с последующим медленным охлаждением вместе с печью. Для исследования брались образцы сферической формы с хорошей степенью полировки. Опыты показали, что ширина линии существенно зависит от диаметра сферы. Минимальный диаметр сферы составлял $0,5 \text{ мм}$. С увеличением диаметра сферы ширина линии росла, и при диаметре $1,5 \text{ мм}$ она увеличивалась почти в два раза. Из ферри-

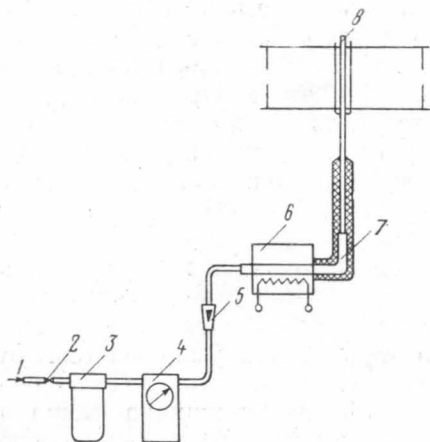


Рис. 2. Схема установки для получения высоких температур

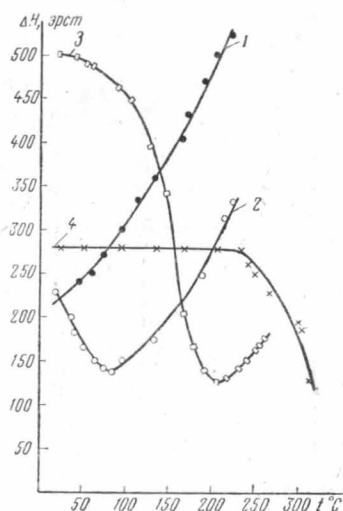


Рис. 3. Температурная зависимость ширины резонансной линии поглощения для ферритов: 1— $0,2 \text{ NiO} \cdot 0,8 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$; 2— $0,3 \text{ NiO} \cdot 0,7 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$; 3— $0,4 \text{ NiO} \cdot 0,6 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$; 4— $0,5 \text{ NiO} \cdot 0,5 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$

та одного состава, как правило, изготовлялось несколько сфер диаметром $0,5 \text{ мм}$, которые изучались в одинаковом интервале температур. Исследования показали, что результаты измерения для различных образцов практически совпадают.

На рис. 3 по данным наших измерений представлена температурная зависимость ширины резонансной линии поглощения для всех исследованных нами ферритов. У ферритов состава $0,3 \text{ NiO} \cdot 0,7 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$ и $0,4 \text{ NiO} \cdot 0,6 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$ на кривой $\Delta H = f(T)$ наблюдаются резкие минимумы, лежащие соответственно при 85 и 200° . У феррита состава $0,5 \text{ NiO} \cdot 0,5 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$ ширина линии до 230° практически остается постоянной, а затем начинает заметно уменьшаться. У феррита состава $0,2 \text{ NiO} \cdot 0,8 \text{ ZnO} \text{ Fe}_2\text{O}_3$ с повышением температуры ширина линии возрастает. Проведенные измерения ферромагнитной точки Кюри на магнитометре показали, что у первых двух ферритов значение температур точек Кюри равны 86 и 195° . У двух других ферритов Θ_f лежат соответственно выше 300° и ниже комнатной температуры. Отсюда следует, что у исследованных нами никель-цинковых ферритов ширина линий

резонансного поглощения имеет минимальное значение в районе точки Кюри. При более высоких температурах ($T > \Theta_f$) ширина линии возрастает. Что касается формы кривой зависимости первой производной поглощения ($\frac{d\chi'}{dH_0}$) от поля H_0 , то она с температурой претерпевает существенное изменение (рис. 4). При температурах выше и ниже точки Кюри форма линии несимметрична. Интенсивность поглощения при $T > \Theta_f$ сильно падает.

Как мы уже отмечали, у некоторых ферритов при приближении к точке Кюри наблюдается аномальное возрастание ширины линии ферромагнитного резонансного поглощения.

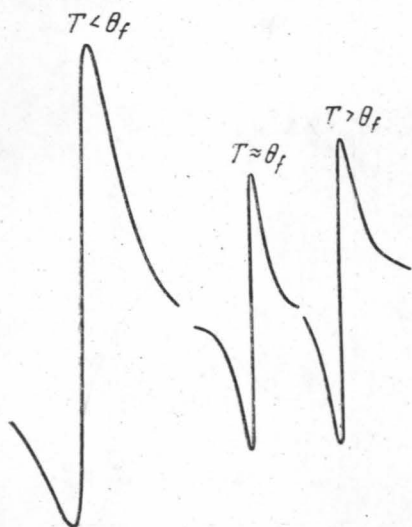


Рис. 4. Форма кривой первой производной поглощения от поля для феррита $0,3 \text{ NiO} \cdot 0,7 \text{ ZnO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$

В работе [5] сделана попытка теоретически объяснить это явление на основе учета тепловых флуктуаций самопроизвольной намагниченности, которые приводят к разбросу резонансных частот. К. П. Белов [6] высказал предположение, что эти флуктуации не являются главной причиной, приводящей к уширению линии. По его мнению, основную роль вблизи точки Кюри играют неоднородности в структуре ферритов.

Как показали наши исследования, ширина линии резонансного поглощения в никель-цинковых ферритах вблизи точки Кюри уменьшается. Можно предположить, что в исследованных нами ферритах ширина линии поглощения вблизи точки Кюри, вероятно, определяется кристаллографической магнитной анизотропией и пористостью образцов. При этом, конечно, следует также учитывать и указанные выше

причины. У поликристаллических образцов ширина линии поглощения записывается в виде

$$\Delta H_{\text{пол}} = \Delta H_{\text{мон}} + \frac{|K_1|}{I_s} + 4\pi I_s (1 + \eta), \quad (1)$$

где $\Delta H_{\text{мон}}$ — ширина линии для отдельного кристалла, K_1 — первая константа магнитной анизотропии, I_s — самопроизвольная намагниченность, η — относительная плотность образца (измеренная по отношению к «рентгеновской» плотности).

Для наших образцов, которые имеют невысокую относительную плотность, третий член в соотношении (1) значительно больше первого и его роль является преобладающей. Это наиболее ярко проявляется вблизи Θ_f , где $I_s \rightarrow 0$. Кроме того, на вид зависимости ΔH и T может влиять величина константы K_1 , которая при $T \rightarrow \Theta_f$ стремится к нулю быстрее, чем I_s [7]. По этим причинам ширина линии резонансного поглощения в никель-цинковых ферритах уменьшается в области температуры Кюри и при $T \approx \Theta_f$ имеет минимальное значение.

Следует отметить, что вблизи Θ_f нет резкого увеличения ΔH , как это имеет место, например, у ферритов-гранатов [2]. Такой вид зависимости, по-видимому, объясняется тем, что у никель-цинковых ферритов наблюдается очень широкая переходная область (150—200°) [8], которая

на порядок больше, чем у ферритов-гранатов ($8-10^\circ$) [9]. В последнем случае ΔH вблизи Θ_f резко растет [2].

Кроме этого на рост ΔH при температурах больше их точки Кюри, влияет, вероятно, и спин — решеточное взаимодействие, которое также приводит к уширению линии резонансного поглощения.

ЛИТЕРАТУРА

1. La Grav R. C., Spencer E. G. J. App. Phys. (suppl.), **30**, 4, 185, 1959.
2. Rodrique C., Wolf W. P., Hogan C. L. Proc. IRE Trans on Microwave Theory and Techniques, **6**, 8, 31, 1958.
3. Белов К. П., Белов В. Ф. ЖЭТФ, **38**, № 6, 1908, 1960. «Физика металлов и металловедения», **III**, вып. 5, 1425, 1961.
4. Гуревич А. Г., Гублер И. Е., Титова А. Г. «Физика твердого тела», **3**, вып. 1, 19, 1961.
5. Скродцкий Г. В., Курбатов Л. В. «Физика металлов и металловедения», **10**, вып. 3, 1960.
6. Белов К. П. ЖЭТФ, **40**, № 2, 711, 1961.
7. Nealy D. Phys. Rev., **86**, 1009, 1952.
8. Чечерников В. И., Волков Ю. Д. «Вестн. Моск. ун-та», сер. матем., мех., астрон., физ., химии, № 2, 101, 1959.
9. Чечерников В. И., Учайкина Р. Ф. «Вестн. Моск. ун-та», сер. физики, астрономии, № 3, 37, 1960.

Поступила в редакцию
24. I 1963 г.

Кафедра
магнетизма