

Р. В. ТЕЛЕСНИН, К. Т. МАКАРОВ

О ВЛИЯНИИ ОТЖИГА НА АНИЗОТРОПИЮ МАГНИТНОЙ ВЯЗКОСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ НЕКОТОРЫХ ФЕРРИТОВ

Изучено влияние отжига на анизотропию магнитной вязкости монокристаллических ферритов. Установлено, что в результате отжига анизотропия вязкости увеличивается в средних полях и уменьшается в сильных.

Известно, что термообработка (отжиг и охлаждение в отсутствие магнитного поля) может оказывать существенное влияние на свойства ферритов. При термообработке могут происходить процессы упорядочения (совершенствование кристаллической структуры), образования новых фаз, снятия внутренних напряжений и т. д.

Установлено, что в монокристаллах ферритов, подвергнутых отжигу, наблюдается изменение коэрцитивной силы и остаточной намагниченности, потерь на вращательный гистерезис, ширины линии ферромагнитного резонансного поглощения, электросопротивления и энергии активации, ширины доменов, толщины доменных границ, констант анизотропии и параметра кристаллической решетки [1—6].

Наша предыдущая работа [7] посвящена изучению анизотропии магнитной вязкости монокристаллов некоторых ферритов на образцах, не подвергавшихся никакой термообработке после их изготовления. Продолжением этого исследования является настоящая работа, в которой выясняется влияние термообработки (в отсутствие магнитного поля) на анизотропию магнитной вязкости монокристаллических магний-марганцевых, марганцевого и иттриевого ферритов.

Отжиг образцов

Монокристаллы ферритов, выращенные по методу Вернейля, обладают большими внутренними напряжениями по сравнению с кристаллами, выращенными из расплава [8]. Основным источником напряжений является температурный градиент в кристаллах при их получении по методу Вернейля, обуславливающий внутреннюю неоднородность состава синтезированных монокристаллов. Так как при этом каждый микробъем кристалла обладает своим параметром кристаллической решетки, то в местах соприкосновения смежных элементов структуры возникают упругие напряжения. Последние могут быть сняты, как показывает

опыт, путем отжига монокристалла в атмосфере (воздушной или специальной) при вакууме.

Образцы, вырезанные из монокристаллов ферритов в главных кристаллографических направлениях [111], [110] и [100], после изучения при комнатной температуре петель гистерезиса и зависимости магнитной вязкости от намагничивающего поля [7], были отожжены в воздушной атмосфере. Отжиг проводился при температурах, заведомо больших температуры Кюри для каждого феррита (см. табл. 1). Скорость подъема температуры составляла $\approx 200^\circ/\text{час}$. После выдержки при температуре отжига образцы медленно охлаждались вместе с печью.

Такой режим термообработки соответственно для каждого феррита был выбран с целью создания в монокристаллических образцах доменной структуры с наименьшим влиянием на нее остаточных напряжений и неоднородности кристаллической решетки (см. табл. 1). При этом предполагалось, что коренная перестройка доменной структуры приведет к изменению магнитной вязкости исследуемых ферритов.

После отжига с помощью ферротестера и импульсного генератора исследовались петли гистерезиса и зависимость магнитной вязкости τ монокристаллических ферритов от величины намагничивающего поля H .

Все измерения проводились при комнатной температуре.

Таблица 1

Режимы отжига ферритов

Феррит	Состав феррита (мол. %)	Норма образцов	Кристаллографич. направления	Температура выдержки (°C)	Время выдержки (час)
Магний-марганцевый I	24 MgO	1	[111]	330	5
	32 MnO 44 Fe ₂ O ₃	2	[100]		
Магний-марганцевый II	10 MgO	3	[111]	330	5
	40 MnO 50 Fe ₂ O ₃	5	[100]		
Марганцевый	состав, близкий к стехиометрическому MnFe ₂ O ₄	6	[110]	310	5
		7	[100]		
		7a	[100]		
Иттриевый феррит—гранат	состав, близкий к стехиометрическому 3Y ₂ O ₃ × 5Fe ₂ O ₃	8	[111]	300	6
		9	[110]		
		10	[100]		

Нумерация образцов соответствует [7]. Образец 4 (см. [7]) разрушился в процессе измерений. Образцы 8, 9 и 10 отжигались повторно.

Результаты эксперимента

В таблице 2 приведены значения коэрцитивной силы H_c , а на рис. 1—3 показаны кривые зависимости $\tau = f(H)$ для образцов [111], [110] и [100] из монокристаллов исследуемых ферритов до и после их отжига.

Из табл. 2 следует, что коэрцитивная сила всех исследуемых образцов ферритов уменьшилась после отжига.

На рис. 1 видно, что для магниймарганцевого феррита I максимум магнитной вязкости в направлении легкого намагничивания увеличился в результате отжига (обр. 1), а в направлении трудного остался неизменным (обр. 2). Максимальные значения вязкости обоих образцов до и после отжига, т. е. $\tau_{[111]}^{\max}$ и $\tau_{[100]}^{\max}$, наблюдается при одной и той же величине намагничивающего поля. При этом отношение $\frac{\tau_{[111]}^{\max}}{\tau_{[100]}^{\max}}$ до отжига равно 2,4, а

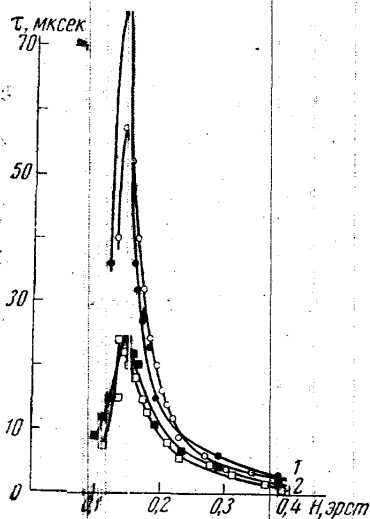


Рис. 1. Зависимость магнитной вязкости τ от намагничивающего поля H для магниймарганцевого феррита I: 1 — образец 1; 2 — образец 2; \square , \square — до отжига, \circ , \bullet — после отжига

после — 3,1. Отсюда следует, что анизотропия магнитной вязкости этого феррита в области средних полей, сравнимых с коэрцитивной силой, возросла после термообработки.

Отжиг образцов 3 и 5 (направления $[111]$ и $[100]$, табл. 1) из магниймарганцевого феррита II (рис. 2, а) привел к сдвигу максимумов вязкости, наблюдаемых при одном и том же значении поля, в сторону слабых полей. Максимальная вязкость образца 3 возросла при этом, а образца 5 — уменьшилась. Отношение $\frac{\tau_{[111]}^{\max}}{\tau_{[100]}^{\max}}$ до и после отжига равно

соответственно 1,9 и 3,5, т. е. анизотропия вязкости феррита II в области средних полей увеличилась. Из рис. 2, а видно также, что в области сильных полей анизотропия вязкости данного феррита после отжига уменьшилась.

Очень большое влияние оказал отжиг на вязкость образцов $[110]$ и $[100]$ из марганцевого феррита (рис. 2, б; обр. 6 и 7): в результате произошло значительное возрастание максимумов вязкости $\tau_{[110]}^{\max}$ и $\tau_{[100]}^{\max}$ и сдвиг последних в сторону слабых полей. Здесь так же, как и для магниймарганцевого феррита II (рис. 2, а), в области средних полей после отжига наблюдается большая анизотропия магнитной вязкости, а в области сильных — меньшая.

Отжиг образцов 8, 9 и 10 из монокристалла феррита—граната иттрия при 300°C в течение 6 час не дал заметных результатов. По этой причине образцы были вновь отожжены при 600°C в течение 2 час.

Таблица 2

Изменение коэрцитивной силы монокристаллических ферритов под влиянием отжига

Номера образцов (табл. 1)	H_c , эрст	
	до отжига	после отжига
1	0,18	0,14
2	0,175	0,13
3	0,19	0,13
5	0,175	0,09
6	0,26	0,16
7	0,29	0,18
7а	0,29	—
8	0,49	0,12
9	0,46	0,08
10	0,45	0,11

В результате повторного отжига ход кривых вязкости этих образцов изменился (см. рис. 3): максимумы увеличились и сдвинулись в сторону меньших полей (кривые вязкости до отжига см. в [7], рис. 4, б). В области коэрцитивной силы (средние поля) имеет место новое соотношение $\tau_{[100]}^{\max} > \tau_{[110]}^{\max} > \tau_{[111]}^{\max}$ (до отжига — $\tau_{[100]}^{\max} > \tau_{[110]}^{\max} = \tau_{[111]}^{\max}$). В области сильных полей можно видеть уменьшение величины анизотропии вязкости.

Отжиг оказал влияние и на величину максимальной скорости изменения индукции $\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max}$, зависимость которой от напряженности

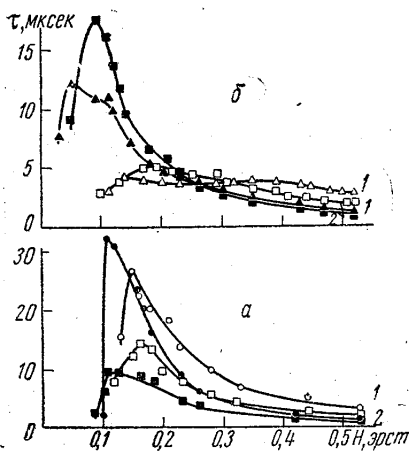


Рис. 2. Зависимость $\tau=f(H)$ для ферритов: а — магниймарганцевого II (1 — образец 3, 2 — образец 5); б — марганцевого (1 — образец 6, 2 — образец 7). Обозначения те же, что на рис. 1

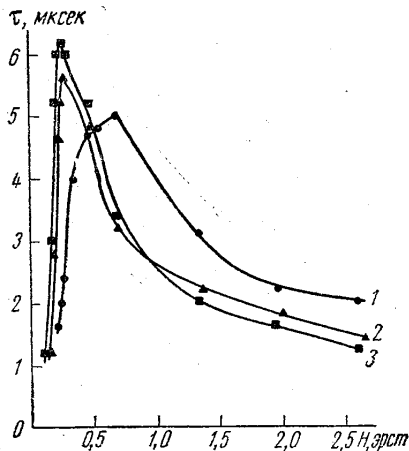


Рис. 3. Зависимость $\tau=f(H)$ для феррита — граната иттрия (после отжига): 1 — образец 8, 2 — образец 9, 3 — образец 10

намагничивающего поля H как до, так и после термообработки снималась для всех исследуемых нами ферритов.

Максимальная скорость изменения индукции вычислялась по известной формуле

$$\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max} = \frac{U_{\max} \cdot 10^9}{WS} \left[\frac{ec}{\text{сек}} \right],$$

где U_{\max} — максимальная амплитуда напряжения выходного сигнала (ВВ), W — число витков измерительной обмотки, S — площадь поперечного сечения образца (см^2).

Измерения показали прежде всего, что $\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max}$ различна в разных кристаллографических направлениях, т. е. анизотропна. Изменение этой характеристики под действием отжига качественно одинаково во всех образцах. Для иллюстрации на рис. 4 представлены кривые зависимости $\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max} = f(H)$ до и после отжига для магниймарганцевого феррита II. Из рисунка видно, что в результате отжига максимальная скорость изменения индукции увеличилась, а значения намагничивающего поля, при которых на кривых наблюдается излом [9], уменьшились.

В области сильных полей можно заметить возрастание величины анизотропии $\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max}$.

Из монокристалла марганцевого феррита вместе с образцами [110] и [100] была вырезана еще одна рамка [100] (обр. 7а, табл. 1). Для выяснения влияния термообработки при более высокой температуре на магнитную вязкость марганцевого феррита образец 7а после снятия петли гистерезиса и зависимости $\tau=f(H)$ отжигался в воздушной атмосфере при $+610^\circ\text{C}$ в течение 6 час с последующим медленным охлаждением с печью. После отжига изучалась зависимость магнитной вяз-

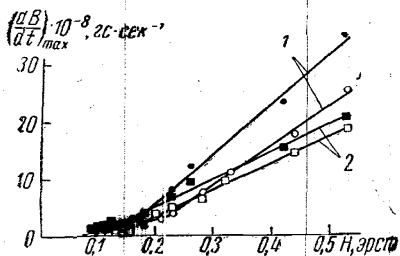


Рис. 4. Зависимость максимальной скорости изменения индукции $(dB/dt)_{\max}$ от намагничивающего поля H для магниймарганцевого феррита II. Обозначения те же, что и на рис. 1

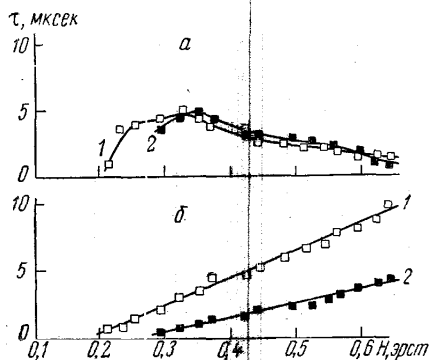


Рис. 5. Характеристики импульсного перемангничивания образца 7а из марганцевого феррита: а — $\tau=f(H)$, б — $(dB/dt)_{\max}=f(H)$. Обозначения те же, что на рис. 1

кости, а также максимальной скорости изменения индукции от намагничивающего поля.

На рис. 5 показаны кривые вязкости (а) и максимальной скорости изменения индукции (б) образца 7а до и после отжига. Видно, что в результате термообработки максимум вязкости по величине почти не изменился, но слегка сдвинулся в сторону возрастания поля. Ход кривой магнитной вязкости после отжига (II) в области средних и сильных полей почти совпадает с ходом последней до отжига (I). Перемангнивание образца после отжига начинается при более высоких значениях намагничивающего поля, что свидетельствует об увеличении его коэрцитивной силы. Скорость изменения индукции $\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max}$ под действием термообработки уменьшилась (рис. 5, б, кривая 2).

Обсуждение результатов

При повышении температуры монокристалла феррита, находящегося в метастабильном состоянии, т. е. испытывающего большие внутренние напряжения, тепловое движение помогает решетке кристалла перейти в более равновесное состояние, достигаемое путем перераспределения катионов



Распределение катионов при предельной температуре отжига будет более или менее случайным. Если выдержка при данной температуре

достаточна по времени, то процесс диффузии ионов в основном успевает завершиться, и при медленном охлаждении последние распределяются более упорядоченно. Внутренняя неоднородность кристалла по содержанию компонентов и остаточные напряжения уменьшаются.

После перехода через точку Кюри в монокристалле появляется доменная структура, которая в процессе формирования при медленном охлаждении приобретает конфигурацию, отличную от исходной (до отжига). Новая магнитная структура характеризуется меньшим значением свободной энергии кристалла, так как неоднородности и напряжения решетки перестают играть заметную роль. Этим, по-видимому, объясняется уменьшение коэрцитивной силы H_c (табл. 2) и увеличение максимальной дифференциальной восприимчивости $(\chi_d)_{\max}$ монокристаллических образцов. По первому правилу [11] рост $(\chi_d)_{\max}$ приводит к увеличению максимального значения вязкости. Поскольку с уменьшением H_c перемагничивание образцов начинается при меньших напряженностях поля, наблюдаемые максимумы вязкости и изломы на кривых $\tau=f(H)$ и $\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max}=f(H)$ смещаются в сторону слабых полей.

Незначительная величина магнитной вязкости в области сильных полей [12] еще более уменьшается после термообработки вследствие возрастания роли процессов вращения в данном диапазоне с уменьшением H_c . При этом скорость перемагничивания τ^{-1} и, следовательно, максимальная скорость изменения индукции $\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max}$ увеличиваются, что и наблюдается на опыте.

Так как в области средних полей преобладают главным образом процессы смещения, а в области сильных — вращения, то в результате отжига большая анизотропия магнитной вязкости имеет место в средних полях, а меньшая — в сильных. Это объясняется, вероятно, тем, что отжиг оказывает сильное влияние на скорость смещения доменных границ вследствие изменения в процессе термообработки кристаллической структуры феррита, и незначительное — на процессы вращения векторов намагниченности, которые связаны главным образом со свойствами самого вещества и не зависят от структуры.

Ухудшение магнитных свойств образца 7а (рис. 5) из феррита марганца под влиянием высокотемпературного отжига объясняется следующим образом. При нагревании до 610°C и медленном охлаждении от этой температуры марганцевый феррит распадается на окиси железа и марганца в результате перехода части двухвалентного марганца в трехвалентное состояние [13]. В кристалле выпадает вторая фаза — свободная окись железа ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Появление включений гематита означает увеличение числа и размеров неоднородностей, а также напряжений в решетке феррита. Эти факторы приводят к возрастанию коэрцитивной силы, уменьшению скорости перемагничивания и, вследствие этого, максимальной скорости изменения индукции.

ЛИТЕРАТУРА

1. Судаков Н. И., Генделев С. Ш., Дрокин А. И. «Физика твердого тела», 7, 2362, 1965.
2. Дерюгин И. А., Данилов В. В. «Физика твердого тела», 7, 3588, 1965.
3. Завета К., Свирина Е., Маликова О. «Физика твердого тела», 4, 3593, 1962.
4. Перекалина Т. М., Аскочинский А. А., Санников Д. Г. ЖЭТФ, 40, 441, 1961.
5. Дрокин А. И., Синегубов В. И. ЖЭТФ, 49, 713, 1965.

6. Дрокин А. И., Судаков Н. И., Генделев С. Ш. «Вопросы радиоэлектроники», сер. III, вып. 3, 52, 1964.
7. Телеснин Р. В., Макаров К. Т. «Физика металлов и металловед.», 20, вып. 3, 349, 1965.
8. Генделев С. Ш. ДАН СССР, 153, 679, 1963.
9. Ефимова А. М. «Физика металлов и металловед.», 4, 2675, 1962.
10. Мень А. Н., Орлов А. Н. «Физика металлов и металловед.», 1, вып. 3, 410, 1955.
11. Телеснин Р. В. «Уч. зап. МГУ», вып. 162, физика, кн. 6, 51, 1952.
12. Телеснин Р. В. «Изв. АН СССР», сер. физич., 16, 455, 1952.
13. Латш В. В., Сахнович Ц. М., Сомин Б. Х. Сб. «Ферриты». Минск, Изд. АН БССР, 1960, стр. 170.

Поступила в редакцию
31. 8 1956 г.

Кафедра магнетизма