

Е. В. ЛЕБЕДЕВА, А. И. ПИЛЬЩИКОВ, Н. С. СЕДЛЕЦКАЯ

ВЛИЯНИЕ ЗЕРНА НА ПОТЕРИ СПИНОВЫХ ВОЛН В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ФЕРРИТАХ

Исследовано влияние поликристалличности и размеров зерен на потери спиновых волн в ферритах при параллельной накачке. Показано, что при определении ΔH_k поликристаллов нужно учитывать намагниченность зерен, а не намагниченность среднюю по образцу. Проведено сравнение ΔH_k моно- и поликристаллов одинаковых составов. Влияние размеров зерен на ΔH_k изучалось на ферритах, полученных методом горячего прессования и ферритах, спеченных обычным способом, но при разных $t_{обж}$. На MgCr и LiTi ферритах путем уменьшения $t_{обж}$ получено увеличение ΔH_k в 3 раза при возрастании диэлектрических потерь в 1,5—2 раза.

При изучении ферритов и разработке линейных с. в. ч. устройств важное место занимает вопрос создания материала, не меняющего своих свойств при повышении уровня мощности, т. е. материала с высоким порогом параметрического возбуждения спиновых волн.

Известно, что пороговое поле является функцией частоты ω , намагниченности M и параметра релаксации спиновых волн. Для случая параллельной накачки минимальное пороговое поле дается выражением

$$h_{пор} = \frac{\omega}{4\pi M\gamma} \min \frac{\Delta H_k}{\sin^2 \theta_k}, \quad (1)$$

где ΔH_k — ширина линии поглощения спиновых волн, θ_k — угол между вектором намагничивания и волновым вектором \vec{k} спиновой волны, γ — гиромагнитное отношение.

Таким образом, задача повышения порога ферритов данного диапазона фактически сводится к повышению ΔH_k или уменьшению $4\pi M$. Последнее в большинстве случаев является нежелательным, так как влечет за собой изменение магнитных свойств материала, а, следовательно, и параметров ферритовых устройств.

Увеличение ΔH_k в поликристаллических шпинелях и гранатах может быть достигнуто за счет изменения размеров зерен или за счет воздействия на состав зерна. В настоящей работе рассмотрено влияние поликристалличности и размеров зерен на порог возбуждения спиновых волн и ΔH_k .

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Исследование порога возбуждения спиновых волн проводилось методом параллельной накачки на частотах 9400 и 2850 мгц. Использовались системы ферритов, наиболее распространенные для данных диапазонов: шпинели Mn, MgMn, MgCr, MgAl, NiAl, Li с присадками

и гранаты Y_2O_3 , $YCaV$, $BiCaV$. Измерение порогового поля проводилось по известной импульсной методике [1], т. е. фиксировалась мощность, соответствующая появлению искажения импульса, прошедшего через резонатор с образцом. Использовались образцы в форме сфер и дисков, что не имеет существенного значения при исследовании неустойчивости спиновых волн методом параллельной накачки.

Пороговое поле $h_{пор}$ рассчитывалось по измеренным величинам мощности, поступившей в резонатор, и добротности резонатора с образцом. ΔH_k определялось по формуле (1) в точке минимума кривой $h_{пор}(H)$.

Такой метод определения ΔH_k для монокристаллов не вызывает сомнений, тогда как для поликристаллов появляется неопределенность из-за величины M . Действительно, в зависимости от того, какая намагниченность используется в расчете M средняя по образцу, или $M_{зерна}$, будут получены различные значения ΔH_k для поликристаллов.

Если исходить из предположения [2], что минимум $h_{пор}(H)$ определяется короткими спиновыми волнами с $k \geq 10^4$, а не длинными с $k \approx 0$, как предсказывает теория [1], то правильный расчет ΔH_k проводить по $M_{зерна}$, истинное значение которой не поддается прямому измерению и может быть определено с учетом плотности материала d .

Для выяснения этого вопроса был проведен эксперимент на искусственных поликристаллах, полученных из Mn -монокристалла путем дробления и последующего прессования со связкой. При этом величина намагниченности зерен оставалась постоянной и равной намагниченности монокристалла. Из-за малого количества исходного материала прессование велось вручную и образцы имели малую плотность, а следовательно низкую среднюю намагниченность. Тем не менее $h_{пор}$ в области минимума для монокристалла и крупнозернистого искусственного поликристалла совпали (рис. 1). Эти результаты подтверждают, что $h_{пор}$ определяется процессами, происходящими внутри каждого зерна, и для правильной оценки абсолютных значений ΔH_k поликристаллов нужно учитывать намагниченность зерна. Приводимые ниже значения ΔH_k для поликристаллов рассчитывались по намагниченности зерна $M_{зерна} = M_{френкелля}/d$. В отдельных случаях, когда рентгеновская плотность не была известна, расчет проводился по $M_{ср}$, что специально отмечается.

§ 1. Сравнение свойств моно- и поликристаллов на высоком уровне мощности

Многочисленные экспериментальные исследования неустойчивости спиновых волн показали, что в поликристаллах и монокристаллах близких составов ΔH_k в большинстве случаев почти одинаковые, тогда как ширина линии однородной прецессии ΔH , более чем на порядок превышает ΔH_k и ΔH поликристалла, всегда много больше ΔH монокристалла. Такой результат очевиден, если считать, что в условиях минимума $h_{пор}(H)$ возбуждаются спиновые волны с длиной, меньшей размеров зерен поликристалла. В этом случае поверхностные неоднородности, поры и неоднородности, связанные с поликристаллическостью материала и приводящие к увеличению ΔH , не должны влиять на ΔH_k . Для коротких спиновых волн пропадает различие между моно- и поликристаллом с достаточно крупным зерном ($\sim 10 \mu$). В результате ΔH_k моно- и поликристаллов одинаковых составов почти совпадают [3].

На рис. 2 представлены значения ΔH_k для марганцевых моно- и поликристаллов с различным содержанием MnO . В табл. 1 приведены параметры материалов.

Для всех составов наблюдалось малое различие в ΔH_k моно- и поликристаллов, хотя ΔH различались на порядок.

Аналогичный результат был получен на магниймарганцевых ферритах (рис. 3). В этом случае ΔH_k существенно зависит от анизотропии

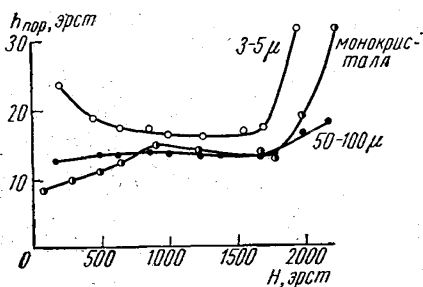


Рис. 1. Зависимость порогового поля от внешнего постоянного поля для марганцевого монокристалла и искусственных поликристаллов. Частота 9400 мГц

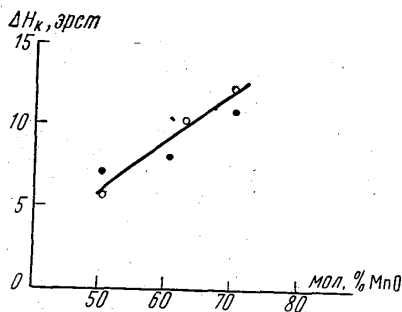


Рис. 2. Зависимость ΔH_k марганцевых моно- и поликристаллов от содержания MnO. ○ — монокристалл, ● — поликристалл

монокристалла. Представленные результаты соответствуют значениям ΔH_k , измеренным по основным кристаллографическим осям. Здесь же приведена зависимость ΔH_k от состава для поликристаллов. Как видим, ΔH_k поли- и монокристаллов близки друг к другу.

Следует отметить, что для монокристаллов с малой ΔH (гранаты, Li-феррит) совпадение ΔH_k с ΔH_k поликристаллов аналогичных составов наблюдается редко (см. табл. 2). Причины такого расхождения могут быть различные. Так, исследованный поликристалл Li имел удельное сопротивление $\rho \sim 10^3$ ом·см, что свидетельствует о большом содержании ионов Fe^{2+} ; ΔH_k моно- и поликристаллов YIG сильно изменяется за счет редкоземельных примесей в исходном сырье; BiCaV поликристаллы очень чувствительны к изменению температурного режима при спекании. Все эти причины, а также отсутствие контроля за качеством и составом зерна, затрудняют получение монокристаллов и зерен поликристаллов с идентичными свойствами и вносят неопределенность при сравнении их ΔH_k .

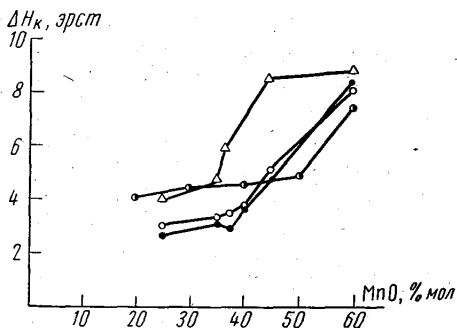


Рис. 3. Зависимость ΔH_k магниймарганцевых моно- и поликристаллов от содержания MnO. ΔH_k монокристалла дано для трех главных кристаллографических осей: \triangle — [111], ● — [110], ○ — [100]; ● — поликристалл

§ 2. Влияние размеров зерен на ΔH_k

Присутствие в материале неоднородностей, соизмеримых с длиной спиновой волны, вызывает дополнительное рассеяние, увеличивает скорость затухания этих волн и приводит к росту ΔH_k . Одним из способов

увеличения ΔH_k является создание материала с мелким зерном. Изучение условий нестабильности спиновых волн в искусственных марганцевых поликристаллах на частоте 9400 мГц показало, что с приближением размеров зерен к 3—1 м начинается заметный рост $h_{\text{пор}}$ (см. рис. 1), что является результатом повышения ΔH_k .

Таблица 1

Состав, мол. %		$4\pi M, \text{гс}$	$\Delta H, \text{эрсг}$	$\rho, \text{ом}\cdot\text{см}$	Размер зерен, м
монокристаллы	50MnO 50Fe ₂ O ₃	5000	42	5÷10	—
	63,5MnO 36,5Fe ₂ O ₃	3200	19	10 ⁴	—
	70MnO 30Fe ₂ O ₃	2500	28	—	—
поликристаллы	50MnO 50Fe ₂ O ₃	4850	340	4,3·10 ³	50
	60MnO 40Fe ₂ O ₃	3900	—	8,8·10 ⁵	—
	70MnO 30Fe ₂ O ₃	2550	270	10 ⁶	25

Таблица 2

Материал	$\Delta H_k, \text{эрсг}$
Ylg монокристаллы	0,7÷2
поликристаллы	2÷6
BiCaV монокристалл	0,5
поликристаллы	2÷5
Li монокристалл	1
поликристалл	12

Хорошо известны результаты повышения порога за счет использования метода горячего прессования [4—8]. Проведенные на частоте 2850 мГц измерения $h_{\text{пор}}$ для стандартных MgCr и LiTi ферритов и ферритов, полученных горячим прессованием, дали результаты, представленные в табл. 3.

Полученные данные свидетельствуют о значительном подъеме $h_{\text{пор}}$ и ΔH_k при уменьшении зерен до 1—0,7 м, что, естественно, не является пределом.

Основным недостатком исследованных образцов после горячей прессовки были большие диэлектрические и магнитные потери, затрудняющие их использование в устройствах. Поэтому разработка метода получения мелкого зерна должна сопровождаться подбором технологических условий, обеспечивающих минимальные потери [6—8]. Так, Бленкеншип и Хант [6] за счет уменьшения зерна MgMn-феррита от 10—12 до 1—1,5 м добились увеличения ΔH_k в 4 раза при сохранении низких диэлектрических потерь ϵ''/ϵ' 2,5·10⁻⁴, постоянных ΔH и $4\pi M$. Авторам работы [8] за счет удачного сочетания метода горячего прессования и добавок Со к Ni-ферриту удалось получить повышение порога более, чем в 7 раз при малых диэлектрических потерях и возрастании магнитных потерь всего лишь в 2 раза.

Таблица 3

Феррит	Размер зерен, м	$4\pi M, \text{гс}$	$h_{\text{пор}}, \text{эрсг}$	$\Delta H_k, \text{эрсг}$ (по $M_{\text{ср}}$)
MgCr	5	600	6	3,5
	0,7	750	20	15
LiTi	15—20	650	6	4
	1—2	650	14	9

Таблица 4

Температура обжига, °С	$t_{\text{п.м.}}$, сс	Коэффициентная сила	ρ , ом·см	d , г/см ³	ΔH , эрст	ϵ''
1250	600	8,8	10 ⁹	3,57	200	0,25
1270	—	—	—	3,99	150	—
1300	850	5,1	10 ⁶	4,43	75	0,1
1350	860	4,9	10 ⁶	4,39	60	0,1
1380	900	4,6	10 ⁵	4,38	75	0,14

Таблица 5

Температура обжига, °С	$t_{\text{п.м.}}$, сс	d , г/см ³	ΔH , эрст	Размер зерен
950	510	3,13	315	—
1000	520	3,36	274	1—2 μ (есть 5 μ)
1050	560	3,72	195	10 μ (есть 2—5 μ)
1100	590	3,92	187	10—12 μ

§ 3. Влияние изменений стандартной технологии на ΔH_h

Применение метода горячего прессования требует специального оборудования и новой технологии. Поэтому интересно знать, что могут дать изменения технологических условий при обычном спекании.

На частоте 2850 мГц были проведены измерения $h_{\text{пор}}$ на поликристаллах MgCr и LiTi ферритов при изменении температуры обжига, длительности обжига и времени помола исходного материала. Результаты измерения $h_{\text{пор}}$ и ΔH_h для MgCr ферритов от температуры обжига представлены на рис. 4. Таблица 4 дает представление о изменении статических и с. в. ч. параметров материала.

Изучение микроструктуры показало, что с ростом $t_{\text{обж}}$ увеличивается размер зерен от 1—2 до 10—20 μ . При этом наиболее резкое увеличение размеров зерен происходит в интервале 1270—1300°С. Именно выше этих температур и начинается более плавный ход $h_{\text{пор}}$.

Полученный результат не является специфическим для MgCr-системы. На рис. 5 представлены аналогичные результаты для LiTi-ферритов. Основные параметры материала приведены в табл. 5. Для этих ферритов интенсивное укрупнение зерен происходит в интервале 1000—1050°С. Подобное изменение микроструктуры наблюдалось в интервале 1200—1250°С при спекании LiAl-ферритов [9].

Помимо описанных экспериментов, исследовались образцы MgCr-ферритов, для которых изменение $t_{\text{обж}}$ сопровождалось изменением времени обжига, так что размер зерен и плотность оставались почти постоянными. В этих условиях заметного различия в ΔH_h получено не было.

Как и следовало ожидать, не дало результатов и изменение времени помола исходного порошка литийтитанового феррита, так как в спеченном состоянии все образцы имели одинаковые плотность, намагниченность и размеры зерен.

Все это позволяет сделать заключение, что в условиях обычного спекания можно добиться повышения $h_{\text{пор}}$ и ΔH_h , если изменения технологических условий сопровождаются значительным уменьшением размеров зерен спеченного феррита. На MgCr и LiTi ферритах путем уменьшения температуры обжига удалось повысить порог более чем в 3 раза при возрастании диэлектрических потерь примерно в 1,5—2 раза.

При обсуждении результатов мы исходили из того, что развитие нестабильности спиновых волн происходит внутри каждого отдельного зерна. Поэтому очень важным становится качество самого зерна: его состав, пористость, отсутствие включений другой фазы. Рассмотрение шлифов показывает, что зерна в большинстве случаев пористые. Это

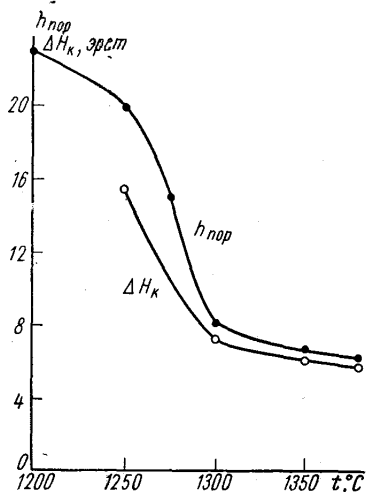


Рис. 4. $h_{\text{пор}}$ и ΔH_k в зависимости от температуры обжига магний-хромового феррита

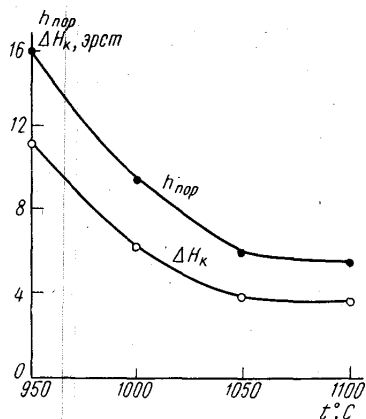


Рис. 5. $h_{\text{пор}}$ и ΔH_k в зависимости от температуры обжига литий-титанового феррита

может являться дополнительным источником рассеяния спиновых волн и приводить к увеличению скорости их релаксации, повышению ΔH_k . Действительно, Бежерс отмечал, что на никельцинковых ферритах наблюдалось возрастание ΔH_k за счет изменения пористости зерен при неизменном их размере. Различные способы воздействия на качество зерна, приводящие к изменению ΔH_k , будут рассмотрены в отдельной работе.

Авторы выражают глубокую благодарность сотрудникам лабораторий В. Я. Дубоссарской и И. И. Сильвестрович за предоставленные образцы и результаты статических измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. Schlömann E., Green J. J., Milano V. J. Appl. Phys., 31, No. 5, 386 S, 1960.
2. Пильщиков А. И., Лебедева Е. В. «Физика твердого тела», 7, вып. 11, 3320, 1965.
3. Лебедева Е. В., Пильщиков А. И., Юрьева Е., «Физика твердого тела», 9, вып. 1, 317, 1967.
4. Malinofsky W. W., Babbitt R. W. J. Appl. Phys., 32, 2375, 1961.
5. Green J. J., Waugh J. S., Healy B. J. J. Appl. Phys., 35, 1006, 1964.
6. Blankenship A. C. Huntt R. L. J. Appl. Phys., 37, No. 3, 1066, 1966.
7. Wantuch E., Lepore D. J. Appl. Phys., 37, No. 3, 1079, 1966.
8. Paladino A. E., Waugh J. S., Green J. J., Booth A. E. J. Appl. Phys., 37, 3371, 1966.
9. Vassiliev A. E., Lagrange A. IEEE Trans. Magnet., 2, No. 4, 707, 1966.

Поступила в редакцию
3.7 1967 г.

Кафедра
радиотехники