

К. Т. МАКАРОВ

ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ МАГНИТНОЙ ВЯЗКОСТИ МОНОКРИСТАЛЛА МАРГАНЦЕВОГО ФЕРРИТА В КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ НАПРАВЛЕНИЯХ [100] И [110]

В работе исследовано поведение магнитной вязкости монокристалла марганцевого феррита в кристаллических направлениях [110] и [100] в интервале температур от -196° до точки Кюри.

Как известно [1, 2], марганцевый феррит претерпевает магнитное фазовое превращение в очень широкой температурной области, от $+20^\circ$ и приблизительно до -200° С. Поэтому представлялось весьма интересным изучить поведение магнитной вязкости этого феррита в интервале температур от -196° до точки Кюри в двух близких в магнитном отношении направлениях намагничивания [100] и [110].

Монокристалл марганцевого феррита состава, близкого к стехиометрическому (по шихте), был выращен методом Вернейля в Институте кристаллографии АН СССР.

Из ориентированного рентгенографически монокристалла с помощью ультразвука были вырезаны две прямоугольные рамки [3], стороны которых совпадали с кристаллографическими направлениями типа [100] и [110] (обр. 6 и 7 в [3]).

Для изучения поведения магнитной вязкости при изменении температуры образцы после отжига [4] нагревались в печи или охлаждались в парах жидкого азота. При фиксированных значениях температуры, контролируемой медь-константановой термопарой, снимались кривые зависимости магнитной вязкости τ и максимальной скорости изменения индукции $\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max}$ феррита от величины намагничивающего поля H .

На ферротестере при каждом значении температуры измерений снимались петли гистерезиса образцов, из которых определялись величины коэрцитивной силы H_c , остаточной индукции B_r и коэффициента прямоугольности петель B_r/B_m .

Поведение магнитной вязкости изучалось в импульсном режиме по методике, описанной в работе [5].

На рис. 1 (кривые 1) показаны кривые зависимости максимальной магнитной вязкости τ_{\max} от температуры для исследуемых образцов

[110] и [100] из Мп-феррита. Видно, что при понижении температуры от точки Кюри¹ до +20°С максимальная вязкость обоих образцов сначала увеличивается, достигая при +60°С наибольшего значения в этой области температур, а затем уменьшается. При дальнейшем понижении температуры до -196°С максимальные вязкости резко возрастают.

Анизотропия магнитной вязкости в области полей, сравнимых с коэрцитивной силой, с понижением температуры феррита также увеличивается (отношение $\tau_{\max}^{[110]}/\tau_{\max}^{[100]}$, характеризующее анизотропию вязкости [3], равное 0,5 при +180°С, достигает величины 1,33 при -196°С).

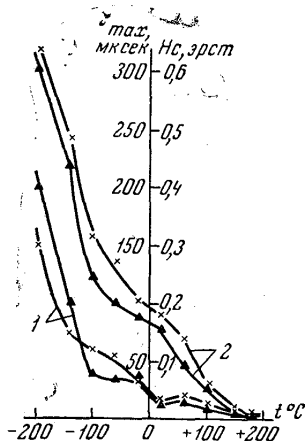


Рис. 1. Температурная зависимость максимальной магнитной вязкости τ_{\max} (1) и коэрцитивной силы H_c (2) для марганцевого феррита: \blacktriangle — образец [110], \times — образец [100]

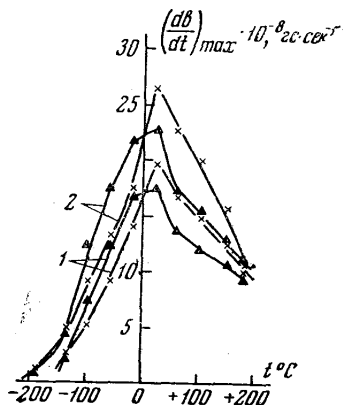


Рис. 2. Кривые $\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max} = f(t^\circ\text{C})$: 1 — $H=0,49$ эрст, 2 — $H=0,62$ эрст. Обозначения те же, что и на рис. 1

Сложный характер поведения максимальной магнитной вязкости в температурном интервале приблизительно от +60° до -140°С обусловлен, по-видимому, тем, что в этой температурной области изучаемый марганцевый феррит испытывает ферромагнитное фазовое превращение.

Одно из следствий существования магнитного превращения — наличие в данном феррите магнитной вязкости двух типов [7] (рис. 1, кривые 1): вязкости 1-го типа, наблюдаемой в интервале температур приблизительно от +20°С до T_c , и 2-го — ниже +20° и до -196°С.

Возрастание магнитной вязкости 1-го типа при уменьшении температуры образцов от T_c до +60°С вызвано уменьшением скорости смещения доменных границ, которое, вероятно, обусловлено ростом влияния процесса диффузии электронов между ионами двух- и трехвалентного железа (наличие в образцах примесных ионов Fe^{2+} является следствием синтеза феррита по методу Вернейля).

Уменьшение магнитной вязкости этого типа ниже +60°С вызвано, возможно, тем, что ниже этой температуры начинает появляться упорядоченное распределение ионов Fe^{2+} и Fe^{3+} , находящихся в одинаковых кристаллографических положениях. При этом намагниченность в каж-

¹ Температура Кюри данного феррита, равная +186°С, определялась по моменту исчезновения импульса перемагничивания и его вторичному появлению на экране осциллографа соответственно при возрастании и убывании температуры образцов [6].

дом домене стабилизируется в определенном направлении [8], что в конечном счете приводит к стабилизации доменных границ. Об этом свидетельствует уменьшение максимальной скорости изменения индукции в обоих образцах с понижением температуры от $+20^\circ$ до -196° С (рис. 2). Из кривых рис. 2 видно, что интенсивный процесс стабилизации доменных границ в образцах начинается при температуре около $+20^\circ$ С и продолжается вплоть до -196° С. Ниже -140° С стабилизация несколько замедляется, по-видимому, вследствие установления дальнего магнитного порядка в большей части объема образца.

Следствием процесса стабилизации доменных границ в этой температурной области является также резкое возрастание коэрцитивной силы в образцах (рис. 1, кривые 2). Из графиков видно далее, что в области магнитного превращения (точнее, в интервале от $+20^\circ$ до -100° С) рост H_c при понижении температуры слегка замедляется.

Появление и резкий рост магнитной вязкости 2-го типа в области температур от $+20^\circ$ до -196° С можно объяснить, по-видимому, воздействием магнитной одноосной анизотропии, возникающей в данном феррите в результате процесса направленного упорядочения ионов Fe^{2+} и Fe^{3+} [8].

Процесс упорядоченного распределения ионов Fe^{2+} и Fe^{3+} осуществляется путем диффузии электронов, об этом свидетельствуют величины энергии активации, вычисленные нами из измерений магнитной вязкости. В интервале температур от $+180^\circ$ до -20° С величина энергии активации E составляет 0,20 эв для образца [110] и 0,15 эв для образца [100]. В промежутке от -20° и до -196° С для обоих образцов $E=0,01$ эв.

В области температур до превращения (см. рис. 1 кривые 1) (от $+60^\circ$ С до T_c) $\tau_{\max}^{[100]} > \tau_{\max}^{[110]}$, а при температурах ниже области превращения (от -140° до -196° С) $\tau_{\max}^{[100]} < \tau_{\max}^{[110]}$. Это можно объяснить, если предположить, что при температурах примерно от 0° С до T_c образец [110] перемagnичивается как путем смещения доменных границ, так и в значительной степени вращением векторов намагниченности доменов, а образец [100] — в основном путем смещения доменных границ. Другими словами, мы предполагаем, что в исследуемом феррите в этой температурной области направлением трудного намагничивания является ось [110], а промежуточного — [100]. В области низких температур (ниже 0° С) эти оси меняются местами: ось [100] становится направлением трудного намагничивания, а [110] — промежуточного. Этот эффект «переключения» осей [100] и [110], ранее наблюдавшийся в никелевом феррите [9], связан, вероятно, с тем, что в монокристаллах состава, соответствующего формуле $Mn_xFe_{3-x}O_4$, при $0,6 < x < 0,8$ первая константа анизотропии K_1 меняет знак и становится положительной при комнатной температуре [10—14].

Можно предположить, что в нашем феррите константа проходит через нуль в температурном промежутке между -20° и 0° С, становясь положительной при 0° С $< t < T_c$ (авторы работы [13] нашли, что при $x = 0,73$ кривая $K_1 = f(t^\circ$ С) проходит через нуль приблизительно при -20° С). В пользу такого предположения свидетельствует поведение кривых температурной зависимости остаточной индукции и коэффициента прямоугольности петель гистерезиса образцов (рис. 3), а также ранее рассмотренных графиков $\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max}$ (см. рис. 2). Выше температуры -20° С $B_r^{[100]} > B_r^{[110]}$

(рис. 3, кривые 1), а ниже -20° С $B_r^{[100]} < B_r^{[110]}$. При -20° С эти кривые пересекаются между собой, т. е. $B_r^{[100]} = B_r^{[110]}$. Коэффициент прямоугольности

петель B_r/B_m (рис. 3, кривые 1) с уменьшением температуры от точки Кюри до -20°C быстро возрастает в обоих образцах, причем $(B_r/B_m)_{[100]} > (B_r/B_m)_{[110]}$.

При -20°C кривые B_r/B_m испытывают излом. Ниже этой температуры рост B_r/B_m уже незначителен. Ниже -55°C $(B_r/B_m)_{[100]} < (B_r/B_m)_{[110]}$. На графиках рис. 2 можно видеть, что при температуре $-5^\circ + 0^\circ\text{C}$:

$$\left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max}^{[100]} = \left(\frac{dB}{dt}\right)_{\max}^{[110]}$$

Для марганцевого феррита в той области температур, в которой возможна перемена знака первой константы анизотропии, наблюдается локальный минимум коэрцитивной силы [15, 16]. В нашем случае в этой температурной области коэрцитивная сила обоих образцов несколько

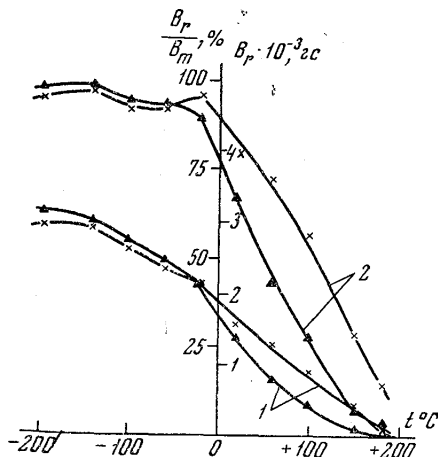


Рис. 3. Зависимость остаточной индукции B_r (1) и коэффициента прямоугольности петли гистерезиса V_r/V_m (2) от температуры. Обозначения те же, что и на рис. 1

замедляет свой рост (рис. 1, кривые 2).

Таким образом, «точка изотропии» ($K_1=0$) феррита находится в температурном интервале $-20-0^\circ\text{C}$ (рис. 3, кривые 2). Можно сделать вывод, что начиная с температуры -20°C и ниже петля гистерезиса каждого образца под влиянием появившейся магнитной одноосной анизотропии становится прямоугольной. Это видно также из осциллограмм на рис. 4.

При температуре $+60^\circ\text{C}$ (рис. 4, а) петля образца [100] более прямоугольная, чем образца [110]. При $+20^\circ\text{C}$ петля образца [100] приобретает перминварный характер (рис. 4, б), тогда как петля [110] остается пологой (начало процесса стабилизации доменных границ в образце [100] выражено в более явной форме). С понижением температуры до -20°C петли становятся прямоугольными (рис. 4, в). Для обоих образцов при этой температуре характерна ступенчатая форма внутренних загибов петель (это связано, вероятно, с изменением знака K_1). При температуре

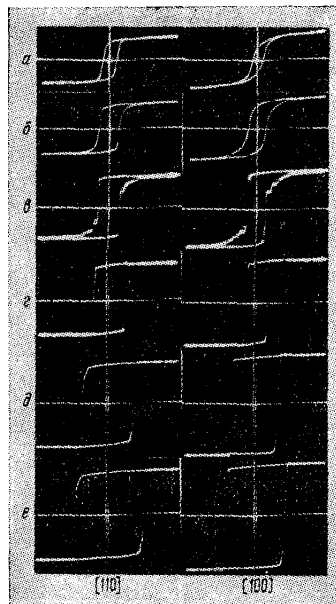


Рис. 4. Петли гистерезиса образца [100] (левый столбец) и образца [110] (правый столбец) из марганцевого феррита при различных температурах: а — $+60^\circ$, б — $+20^\circ$, в — -20° , г — -60° , д — -140° , е — -196°C

—60°С петли обладают одинаковой степенью прямоугольности (рис. 4, *г*), а также рис. 3, кривые 2). С дальнейшим понижением температуры до —140°С на внешнем загибе петли образца [100] появляется закручение (рис. 4, *д*), которое увеличивается с понижением температуры до —196°С (рис. 4, *е*). При этих температурах наилучшей прямоугольностью обладает петля образца [110] (см. также рис. 3, кривые 2).

При измерениях магнитной вязкости марганцевого феррита в области температур ниже 0°С наблюдался эффект перемагничивания с «задержкой» [17]. Суть его в том, что при температуре образца равной или ниже некоторой $t_{кр}$ импульс перемагничивания при постепенном нарастании намагничивающего поля (от $H=0$) появляется на экране осциллографа скачком, при $H=H_s$, где H_s — поле старта [18]. При этом в данном феррите первое измеренное значение τ является наибольшим из всех последующих, т. е. представляет собой максимальную магнитную вязкость τ_{max} . Перемагничивание образца прерывается также скачком при плавном уменьшении поля до $H=H_0$, где H_0 — критическое поле, причем $H_0 < H_s$. Если температура образца выше критической, то описанный эффект не наблюдается. В наших образцах уже при —20°С наблюдалось скачкообразное появление и исчезновение импульса перемагничивания.

Явление перемагничивания с «задержкой» можно объяснить тем, что в образцах феррита, находящихся при температуре $t_{кр}$ и ниже, процессы смещения доменных границ тормозятся силами, возникающими вследствие стабилизации границ.

Можно предположить, что между явлением «задержки» перемагничивания и изменением знака первой константы анизотропии феррита существует определенная связь, заключающаяся в трансформации в области фазового перехода кристаллической решетки и соответственно в радикальной перестройке доменной структуры.

В заключение автор выражает благодарность проф. Р. В. Телеснину за помощь в работе и ряд ценных замечаний.

ЛИТЕРАТУРА

1. Okamura T., Simoizaka J. Phys. Rev., 83, 664, 1951.
2. Белов К. П., Никитин С. А. «Кристаллография», 5, вып. 5, 726, 1960.
3. Телеснин Р. В., Макаров К. Т. «Физика металлов и металловед», 20, вып. 3, 349, 1965.
4. Телеснин Р. В., Макаров К. Т. «Вестн. Моск. ун-та», сер. физ., астроном., № 6, 18, 1967.
5. Телеснин Р. В., Курицына Е. Ф. Сб. «Ферриты». Минск, Изд-во АН БССР, 1960, стр. 320.
6. Ефимова А. М. Реферат кандид. диссертации. МГУ, 1962.
7. Телеснин Р. В., Ефимова А. М. Сб. «Физические и физико-химические свойства ферритов». Минск, Изд-во АН БССР, 1966, стр. 216.
8. Neel L. J. Appl. Phys., 30, Suppl., No. 4, 3 S, 1959.
9. Аскоченский А. А., Перекалина Т. М. ЖЭТФ, 43, вып. 3, 841, 1962.
10. Poyoner R. F., Shafer M. W. J. Appl. Phys., 30, Suppl., No. 4, 315 S, 1959.
11. Funafogava Z., Miyata N., Usami S. J. Phys. Soc. Japan, 14, No. 11, 1583, 1959.
12. Pearson R. F. J. Appl. Phys., 31, Suppl., No. 5, 160 S, 1960.
13. Белов К. П., Залесский А. В. «Изв. АН СССР», сер. физич., 25, № 12, 1434, 1961.
14. Gerber R., Vichr M. «Чехосл. физич. журнал», 14, № 11, 888, 1964.
15. Zitka V., Roskovec V. «Чехосл. физич. журнал», 13B, № 11, 858, 1963.
16. Röss E. Z. angew. Physik. 18, No. 5—6, 553, 1965.
17. Шамаев Ю. М., Немцов М. В. «Вопросы радиоэлектроники», сер. III, вып. 9, 115, 1962.
18. Вонсовский С. В., Шур Н. С. Ферромагнетизм. М., Гостехиздат, 1948.

Поступила в редакцию
10.7 1968 г.

Кафедра
общей физики для физиков