

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)
Радиофизический факультет
Кафедра радиоэлектроники

Д.В. Вагнер, В.А. Журавлёв

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАМАГНИЧЕННОСТИ НАСЫЩЕНИЯ
И ПОЛЯ АНИЗОТРОПИИ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ
И ПОРОШКОВЫХ ФЕРРИМАГНЕТИКОВ
В ИМПУЛЬСНЫХ МАГНИТНЫХ ПОЛЯХ**

Учебно-методическое пособие

Томск
2022

РАССМОТРЕНО и УТВЕРЖДЕНО методической комиссией
радиофизического факультета

Протокол № 6/22 от 15.06.2022 г.

Председатель методической комиссии: профессор кафедры квантовой
электроники и фотоники, д-р физ.-мат. наук А.П. Коханенко

Рецензент: Доценко Ольга Александровна, кандидат физико-
математических наук, доцент кафедры радиоэлектроники ФГАОУ ВО
«Национальный исследовательский Томский государственный
университет»

В учебно-методическом пособии излагаются теоретические сведения о кривой намагничивания одноосных анизотропных магнетиков с большой величиной поля анизотропии, к которым применимо приближение независимых зерен. Приведена методика экспериментального определения намагниченности насыщения и поля анизотропии поликристаллических и порошковых образцов в сильных импульсных магнитных полях. Обсуждаются методы получения информации о полях анизотропии моно- и поликристаллических образцов путем определения положения сингулярности на полевых зависимостях намагниченности и ее производных по намагничивающему полю. Дано описание автоматизированной установки для измерения параметров магнитоупорядоченных материалов в импульсных магнитных полях, а также методики обработки результатов эксперимента.

Для студентов старших курсов, изучающих физику конденсированного состояния, радиофизику, физику магнитных явлений, аспирантов и специалистов-магнитологов.

СОСТАВИТЕЛИ: *Д.В. Вагнер, В.А. Журавлев*

СОДЕРЖАНИЕ

1 Цели работы	4
2 Порядок освоения методики измерения магнитных характеристик в импульсных магнитных полях	4
3 Контрольные вопросы	4
4 Правила выполнения измерений	5
5 Теоретическая часть	6
5.1 Теория кривой намагничивания в сильных магнитных полях	6
5.2 Метод сингулярной точки и определение полей анизотропии моно- и поликристаллических магнетиков	13
6 Описание экспериментальной установки и методика эксперимента	19
7 Методические указания по работе на измерительном комплексе	24
Список использованной литературы	25

1 ЦЕЛИ РАБОТЫ

Изучить основные теоретические сведения о кривой намагничивания одноосных анизотропных магнетиков с большой величиной поля анизотропии.

Освоить методику измерения магнитных характеристик в импульсных магнитных полях.

2 ПОРЯДОК ОСВОЕНИЯ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЯ МАГНИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В ИМПУЛЬСНЫХ МАГНИТНЫХ ПОЛЯХ.

2.1. Изучить литературу по теории кривой намагничивания в сильных магнитных полях (п.5.1 и рекомендованные литературные источники).

2.2. Изучить литературу по теории метода сингулярной точки, (п.5.2 и рекомендованные литературные источники).

2.3. Ознакомиться с методикой определения величины поля анизотропии из закона приближения намагниченности к насыщению.

2.4. Ознакомиться с методикой определения положения сингулярности на полевых зависимостях намагниченности и ее производных по полю.

2.5. Ознакомиться с программным комплексом для обработки экспериментальных данных.

2.6. Провести измерения намагниченности насыщения и поля анизотропии монокристаллического и поликристаллического образцов, предложенных преподавателем.

2.7. Провести обработку экспериментальных данных и интерпретировать полученные результаты.

3 КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

3.1. В чем отличие кривой намагничивания поликристаллического материала от соответствующей кривой монокристалла?

3.2. Как зависит от температуры амплитуда сингулярности в случае пренебрежимо малых констант анизотропии высших порядков?

3.3. Каковы пределы применимости приближения невзаимодействующих зерен?

3.4. Как повлияет на вид кривой намагничивания для направления трудного намагничивания наличие констант анизотропии высших порядков?

3.5. Каким образом можно определить абсолютное значение поля анизотропии из анализа кривой намагничивания в сильных полях?

4 ПРАВИЛА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1. К выполнению работы приступают, изучив соответствующий теоретический материал, изложенный в разделе 5 и рекомендованной литературе.

4.2. Необходимо усвоить последовательность калибровки установки и меры по правильному помещению исследуемого образца в измерительную ячейку.

4.3. Необходимо усвоить правила соблюдения техники безопасности при работе на данной установке и правила внутреннего распорядка.

4.4. Для выполнения работы студент должен получить допуск преподавателя.

4.5. Результаты измерений регистрируются в форме файлов данных на дискете и обрабатываются в дальнейшем в программе ORIGIN на ЭВМ.

4.6. Отчет о проделанной работе включает краткое описание работы, блок схему измерительного комплекса, экспериментальные графики и данные, полученные в результате их обработки.

5 ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Магнитное поле – эффективное средство воздействия на вещества или систему с целью исследования. Сильные магнитные поля достигаются проще всего в импульсном режиме.

Под сильными магнитными полями (СМП) будем понимать поля с индукцией от 1 до 100 Тл. Импульсная генерация таких полей технически значительно проще, чем генерация таких же сильных постоянных магнитных полей. Наличие новой цифровой измерительной техники с высоким амплитудным и временным разрешением позволяет проводить измерения в импульсных магнитных полях (ИМП) с малой погрешностью (0,1 – 0,4 %). ИМП находят широкое применение в исследованиях физических свойств материалов. Так, большой интерес представляет изучение намагниченности насыщения магнитоупорядоченных материалов.

5.1 Теория кривой намагничивания в сильных магнитных полях

Намагничивание ферро – и ферримагнетиков при воздействии на них внешнего магнитного поля (H_0) происходит за счет трех процессов: смещения доменных границ, вращения вектора спонтанной намагниченности и парапроцесса. Намагниченность образца, первоначально находящегося в полностью размагниченном состоянии, при помещении его в поле увеличивается вначале за счет процессов смещения, обратимых и необратимых. При увеличении поля приблизительно до величины коэрцитивной силы вклад в намагниченность начинают давать и процессы вращения. Вблизи технического насыщения, которое наступает в сильных полях, превышающих в десять и более раз коэрцитивную силу, процессы смещения в основном заканчиваются и намагничивание магнетика почти целиком обусловлено процессами вращения вектора намагниченности ($\vec{M}$). При совпадении направления вектора намагниченности с направлением поля, что возможно при конечной величине H_0 лишь для некоторых направлений в кристалле (направлений симметрии), достигается так называемое техническое насыщение. Дальнейший рост намагниченности возможен только за счет парапроцесса – истинного намагничивания, связанного с

преодолением разориентации спинов за счет теплового движения намагничивающим полем.

Известно, что в области полей, где намагничивание происходит за счет процессов обратимого и необратимого смещения, форма кривой намагничивания зависит от вида доменной структуры, определяемой в значительной степени микроструктурой образца и его магнитной предысторией. В связи с этим при расчете кривых намагничивания в таких полях возникают большие трудности. В области сильных полей вычисления существенно упрощаются. При этом для полевой зависимости намагниченности удастся получить универсальное соотношение, не зависящее от индивидуальных свойств данного образца и известное как закон приближения к насыщению (ЗПН) по намагниченности. Интерес, который проявляют исследователи к этому явлению, обусловлен тем, что ЗПН может быть применен как интерполяционная формула для оценки значения намагниченности насыщения в полях конечной величины. С другой стороны, процессы вращения вектора M определяются энергией магнитной анизотропии, которая включает в себя магнитокристаллическую, магнитоупругую анизотропии и анизотропию формы образца. Поэтому знание закона, по которому меняется намагниченность в сильных полях, позволяет оценить из эксперимента величины констант, характеризующих вышеуказанные виды анизотропий. Отметим, что магнитная анизотропия является не единственным фактором, определяющим процессы намагничивания магнетиков в сильных магнитных полях. В поликристаллических и порошковых материалах имеются воздушные поры и немагнитные включения, вблизи которых возникают неоднородные размагничивающие поля, приводящие к дополнительным отклонениям локального вектора намагниченности от направления намагничивающего поля, т.е. $\vec{M} = \vec{M}(\vec{r})$, где $\vec{r}$ – радиус-вектор точки внутри образца. Это приводит к усложнению вида ЗПН. Влияние неоднородностей намагниченности насыщения особенно существенно для материалов с большой величиной намагниченности насыщения ($4\pi M_0$), сравнимой с величиной поля анизотропии (H_a), при этом заметную роль играет магнитное диполь – дипольное взаимодействие магнитных моментов. Если выполняется обратное соотношение $4\pi M_0 \ll H_a$, то магнитным взаимодействием можно пренебречь и решать задачу в так называемом приближении независимых (или невзаимодействующих) зерен.

Начало теории закона приближения намагниченности к насыщению было положено в 1931 г. Акуловым Н.С. [1]. В этой работе рассчитана полевая зависимость продольной намагничивающему полю компоненты вектора намагниченности в сильных полях. Им было рассмотрено влияние на процессы намагничивания только магнитокристаллической анизотропии (МКА) в моно – и поликристаллических материалах кубической симметрии. Остановимся на основных моментах данного расчета применительно к гексагональным кристаллам с одноосной анизотропией.

Будем считать, что доменная структура отсутствует и образец имеет сферическую форму. Полная энергия кристалла в этом случае будет состоять из зеемановской энергии в намагничивающем поле H_0 и энергии МКА:

$$U=U_{ze}+U_a = MH_0(\sin\Theta_H \sin\theta \cos(\Phi_H - \varphi)+\cos\Theta_H \cos\theta) + k_1\sin^2\theta + k_2\sin^4\theta + k_3\sin^6\theta, \quad (5.1)$$

где Θ_H и Φ_H – полярный и азимутальный углы намагничивающего поля, а θ и φ – углы вектора намагниченности в системе координат с осью z , совпадающей с гексагональной осью c кристалла, k_i – константа МКА i -го порядка. Проекция вектора намагниченности на направление намагничивающего поля, обычно измеряемая в эксперименте, равна:

$$M_H = M_0 \cos\gamma. \quad (5.2)$$

Здесь γ – угол между намагничивающим полем и вектором намагниченности. В определенной выше сферической системе координат $\cos\gamma$ можно представить в виде:

$$\cos\gamma = \sin\Theta_H \sin\theta \cos(\Phi_H - \varphi) + \cos\Theta_H \cos\theta. \quad (5.3)$$

В сильных полях угол γ мал, поэтому (5.3) можно представить в виде степенного ряда по малым величинам $\Delta\theta = \theta - \Theta_H$, $\Delta\varphi = \varphi - \Phi_H$. С точностью до величин второго порядка малости это разложение запишется:

$$\cos\gamma = 1 - (1/2)(\Delta\theta^2 + \Delta\varphi^2 \sin^2\theta) + \dots \quad (5.4)$$

Направление вектора намагниченности определяется совместным действием внешнего магнитного поля, стремящегося повернуть M вдоль H_0 и магнитокристаллической анизотропии, отклоняющей M к ближайшей оси легкого намагничивания. Равновесная ориентация намагниченности (углы θ_0 , φ_0) определяется из условия минимума полной энергии (5.1):

$$\frac{\partial U}{\partial \theta} = 0, \quad \frac{\partial U}{\partial \varphi} = 0. \quad (5.5)$$

Поскольку энергия анизотропии от угла φ не зависит, то из второго уравнения получим $\varphi_0 = \Phi_H$, $\Delta\varphi = 0$. Из первого уравнения получаем условие равновесия в виде трансцендентного уравнения:

$$(1 + \alpha \sin^2 \theta_0 + \beta \sin^4 \theta_0) \sin 2\theta_0 = \frac{2H_0}{H_a} \sin(\Theta_H - \theta_0). \quad (5.6)$$

Здесь $\alpha = 2k_2/k_1$; $\beta = 3k_3/k_1$; $H_a = 2k_1/M_0$ – величина поля анизотропии. Если пренебречь вкладом от высших констант анизотропии (т.е. при $\alpha = \beta = 0$) то, в случае сильных полей ($H_0/H_a \gg 1$), разность $\Delta\theta = \theta_0 - \Theta_H$ будет мала и приближенное решение (5.6) может быть получено в виде:

$$\Delta\theta \approx -\frac{1}{2} \frac{H_a}{H_0} \sin 2\Theta_H. \quad (5.7)$$

Подставляя (5.7) в (5.4) и затем в (5.2), для закона приближения намагниченности к насыщению в сильных полях, произвольно ориентированных относительно гексагональной оси кристалла, получим выражение:

$$M_H = M_0 \left[1 - \frac{1}{8} \sin^2 2\Theta_H \left(\frac{H_a}{H_0} \right)^2 \right]. \quad (5.8)$$

Согласно (5.8), при намагничивании одноосного кристалла вдоль направлений симметрии, каковыми являются гексагональная ось C ($\Theta_H = 0$) и базисная плоскость ($\Theta_H = \pi/2$) в полях, больших поля анизотропии H_a , достигается магнитное насыщение, т.е. $M_H = M_0$.

Чтобы получить формулу ЗПН для поликристаллического или порошкового материала, необходимо усреднить (5.8) по всевозможным ориентациям намагничивающего поля относительно кристаллографических осей кристаллита – монокристаллического зерна. В общем случае при этом необходимо учесть распределение кристаллитов по форме и размерам, магнитное взаимодействие между ними и степень упорядоченности взаимной ориентации зерен – степень текстуры. Эта задача очень сложна, особенно в части, касающейся учета магнитного взаимодействия между кристаллитами.

Однако, как было отмечено выше, если $4\pi M_0 \ll H_a$, то магнитным взаимодействием можно пренебречь и решать задачу в приближении независимых (или невзаимодействующих) зерен. Учет распределения зерен по форме и размерам в этом случае также не существен. Отметим, что данное неравенство справедливо для большинства одноосных гексагональных ферромагнетиков. Таким образом, поликристаллический или порошковый материал в приближении независимых зерен (ПНЗ) представляет собой совокупность одинаковых, невзаимодействующих кристаллитов сферической формы, оси которых распределены в пространстве в соответствии с функцией, описывающей степень текстуры материала. Для одноосных кристаллов функция текстуры будет зависеть лишь от одного угла Θ . Выражение для продольной компоненты намагниченности поликристалла в ПНЗ запишется:

$$\overline{M_H} = \left\langle \int_0^1 M_H f(\Theta) d(\cos \Theta) \right\rangle_V. \quad (5.9)$$

Здесь $f(\Theta)$ – функция текстуры, а M_H определяется формулой (5.8). Угловые скобки обозначают усреднение по объему образца, причем в приближении независимых зерен оно сводится к тому, что

намагниченность насыщения кристаллита M_0 заменяется на намагниченность насыщения поликристалла, равную $\langle M_0 \rangle = M_0(1-p)$, где p – пористость образца. По определению, пористость – это отношение объема пор и немагнитных включений к объему образца. Для изотропного, нетекстурованного поликристалла $f(\Theta) = 1$ и вместо (5.9) получим формулу:

$$\overline{M}_H = \langle M_0 \rangle \left[1 - \frac{1}{15} \left(\frac{H_a}{H_0} \right)^2 \right]. \quad (5.10)$$

На рис. 5.1 представлены кривые намагничивания поликристаллического гексаферрита, рассчитанные по приближенной формуле (5.10) и путем численного расчета равновесного угла θ_0 из уравнения (5.6) при разных величинах намагничивающего поля с последующим усреднением согласно (5.9). При вычислениях считалось, что $\alpha = \beta = 0$. По оси абсцисс отложена величина намагничивающего поля, нормированного на поле анизотропии.

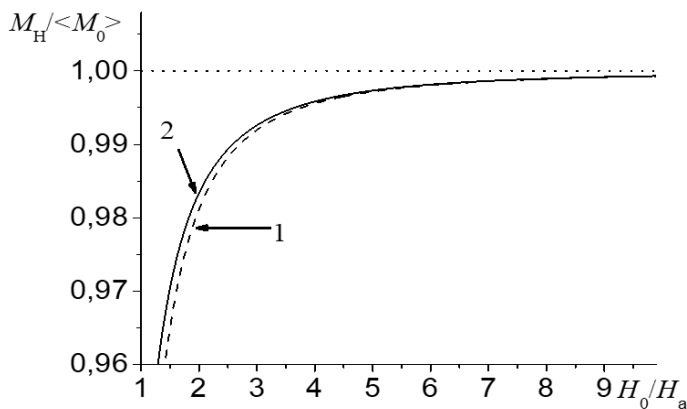


Рис. 5.1. Кривые намагничивания поликристалла: кривая 1 – численный расчет, кривая 2 – расчет по приближенной формуле (5.10)

Из рис. 5.1 видно, что при отношениях H_0/H_a , больших 4, приближенный и численный расчеты дают близкие результаты. Если формулу (5.10) представить в координатах:

$$y = \left(1 - \overline{M}_H / \langle M_0 \rangle\right) H_0^2 = f(H_0), \quad (5.11)$$

то ее график будет представлять собой прямую линию, параллельную оси абсцисс и отсекающую от оси y отрезок $y_0 = (H_a)^2/15$. Таким образом, если из эксперимента определены кривая намагничивания поликристалла и величина намагниченности насыщения $\langle M_0 \rangle$, то, представив экспериментальные данные в виде (5.11) и проведя соответствующую экстраполяцию на нулевые поля, можно по величине отсекаемого от оси y отрезка определить поле анизотропии

$$H_a = \sqrt{15y_0}. \quad (5.12)$$

Результаты сравнения, приближенного и численного решений для кривой намагничивания поликристалла в координатах (5.11) представлены на рис. 5.2.

Согласно рис. 5.1, приближенное решение является асимптотой, к которой «точное» в рамках модели независимых зерен решение стремится при неограниченном увеличении намагничивающего поля.

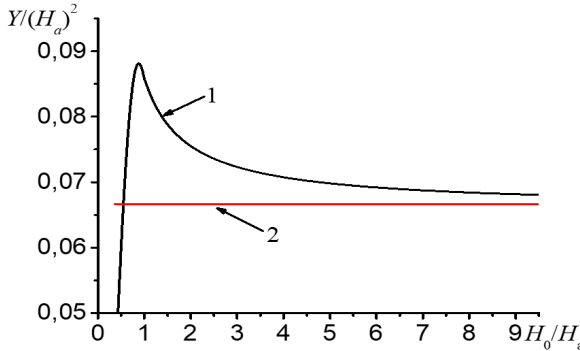


Рис. 5.2. Сравнение численного (кривая 1) и приближенного (прямая 2) решений в координатах (5.11). По оси ординат отложены величины y , нормированные на квадрат поля анизотропии

Относительная разность между этими решениями, $\delta = (y_{\text{точ.}} - y_{\text{прибл.}})/y_{\text{точ.}}$, в процентах, представлена на рис. 5.3.

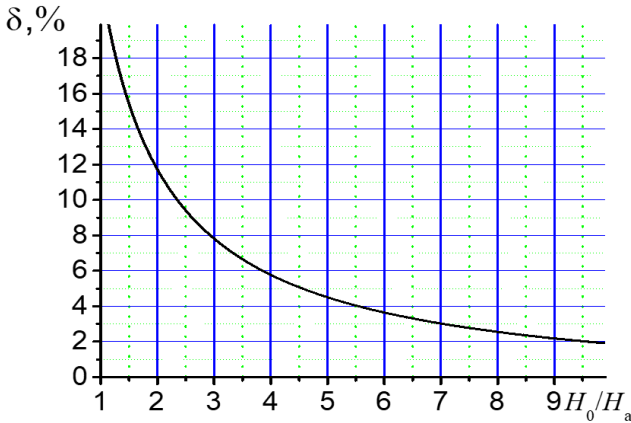


Рис. 5.3. Относительная разность между численным и приближенным решениями

5.2 Метод сингулярной точки и определение полей анизотропии моно- и поликристаллических магнетиков

Хорошо известно, что кривая намагничивания $M(H)$ монокристаллического образца при приложении внешнего поля вдоль направления трудного намагничивания имеет излом при намагничивающем поле, равном полю анизотропии, обусловленный тем, что при $H < H_a$ намагниченность является функцией поля ($M = f(H)$), а при $H > H_a$ $M(H) = \text{const}$.

Если образец представляет собой поликристалл с произвольным распределением кристаллитов, то кривая $M(H)$ становится гладкой функцией, которая на первый взгляд не имеет особых точек. Однако, и в поликристаллическом образце существуют кристаллиты, ориентированные осями трудного намагничивания вдоль внешнего поля или с небольшим отклонением относительно этого направления. Это обстоятельство дает основание полагать, что можно определить сингулярную точку если не непосредственно на кривой намагничивания, то, по крайней мере, на ее производных по намагничивающему полю $d^n M/dH^n$. При этом вид сингулярности и

необходимый порядок дифференцирования определяются симметрией кристаллических осей магнетика (рис. 5.4).

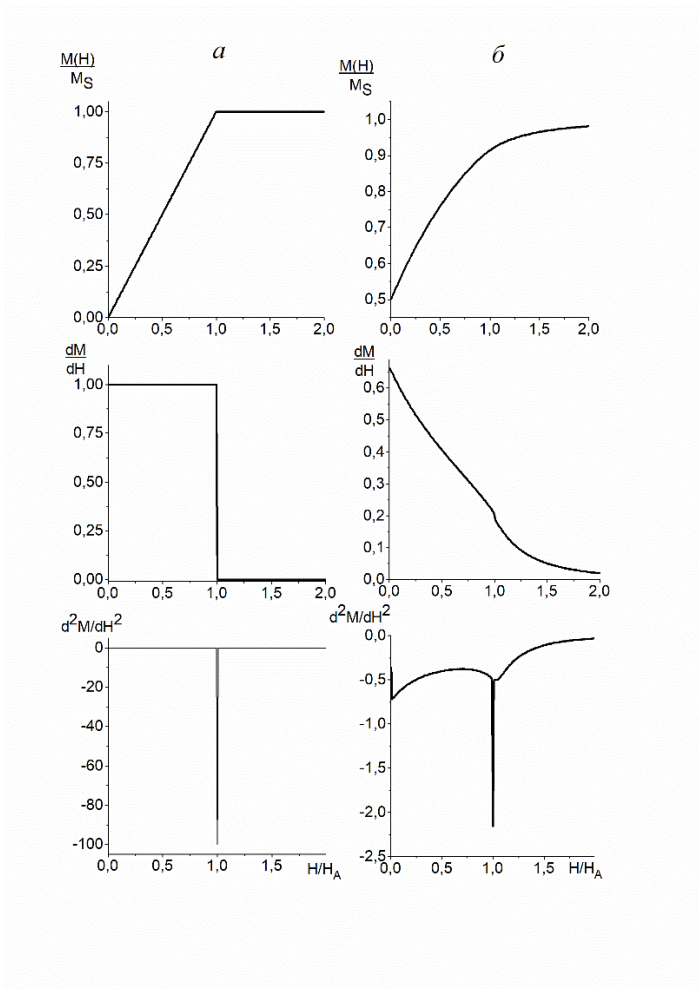


Рис. 5.4. Полевые зависимости намагниченности и ее производных
a – монокристалл, *б* – поликристалл

Поликристаллический образец рассматривается как ансамбль не взаимодействующих кристаллитов, распределение осей трудного намагничивания которых описывается функцией распределения W . Каждый кристаллит представляет собой эллипсоид, так что в целом образец во внешнем поле намагничён однородно. Усреднение по кристаллитам проводится не для всех возможных направлений трудной оси, а лишь в небольшом интервале около направления трудного намагничивания и в окрестности поля анизотропии H_a . При этом выражение для энергии магнитной кристаллографической анизотропии записывается в системе координат, в которой ось закреплена в направлении трудного намагничивания.

Безразмерная величина намагничённости в направлении внешнего поля представляется в виде [3]:

$$m = [M_s - M_s \cos(\vec{M}_s \wedge \vec{H})] / M_s = 1/2 [(x - a)^2 - (y - b)^2],$$

где a, b, x, y – направляющие косинусы поля H и намагничённости M_s . Если записать величину поля, нормированного на поле анизотропии:

$$h = (H - |H_a|) / |H_a|,$$

то получим выражение для намагничённости кристаллитов, ориентированных вблизи трудного направления:

$$\langle m(h) \rangle = \int_{\Sigma} m(a, b, h) W(a, b) da db,$$

где Σ – область малых отклонений от направления трудного намагничивания.

В случае одноосных кристаллов и учета двух констант МКА выражение для энергии анизотропии будет иметь вид:

$$E_k = K_1 \sin^2 \Theta + K_2 \sin^4 \Theta + \dots,$$

где Θ – угол между осью C кристалла и намагничённостью.

При выборе направления гексагональной оси C вдоль оси x выражение для энергии кристалла во внешнем поле принимает вид: ($\Theta = \pi/2$ – трудное направление лежит в базисной плоскости)

$$E_k = K_1 - (K_1 + 2K_2) x^2 + K_2 x^4 - M_s H (ax + cz),$$

где x , z и a , c – направляющие косинусы векторов M и H . Условие равновесной ориентации намагниченности при этом принимает вид:

$$\begin{aligned} dM/dH &= a - hx - Lx^3 = 0, \\ L &= (K_1 + 6K_2) / 2 (K_1 + 2K_2). \end{aligned}$$

Намагниченность образца будет:

$$\langle m(h) \rangle = 2\pi W(\pi/2) \int_{x_0}^{x_1} (3Lx^4 + hx^2) dx,$$

где верхний предел интегрирования произволен и может считаться непрерывным, а нижний предел

$$x_0 = [(\lvert h \rvert - h) / 2L]^{1/2}.$$

Окончательное выражение для намагниченности в этом случае принимает вид:

$$\langle m(h) \rangle = W(\pi/2) C_p [(\lvert h \rvert - h) 2]^{5/2} - F(h),$$

где $C_p = 8\pi/15 ((2 + 4\eta)/(1 + 6\eta))^{3/2}$, $\eta = K_2/K_1$. Это выражение состоит из двух членов, причем первое слагаемое имеет особенность второй производной d^2M/dh^2 , а второе слагаемое и все его производные являются непрерывными функциями h . Пик на зависимости d^2m/dh^2 наблюдается при $h=0$, т.е. $H=H_a$. Амплитуда сингулярности d^2m/dh^2 (отклонение второй производной в точке $H=H_a$ от монотонной кривой) определяется коэффициентом C_p , то есть функцией отношения констант МКА различного порядка.

В случае, если направление трудного намагничивания лежит вдоль гексагональной оси C ($\Theta=0$) получается выражение для полевой зависимости намагниченности:

$$\langle m(h) \rangle = W(0) C_a [\lvert h \rvert - h]^4 + F(h),$$

где $C_a = \pi/3/(1 + 4\eta)$.

Если в гексагональном ферримагнетике реализуется конус трудного намагничивания ($K_1 > 0$, $K_1 + 2K_2 < 0$), то выражение для зависимости намагниченности от поля сохраняется, изменяется лишь коэффициент, определяющий величину амплитуды сингулярности:

$$C_e = [\pi(-1-2\eta)^{3/2}/162\sqrt{2} (1+\eta)^3 (-\eta)^{1/2}].$$

Таким образом по данным о величине поля анизотропии H_a и амплитуды сингулярности $h_s = \left| \frac{d^2 m}{dh^2} \right|_{h=2} - \left| \frac{d^2 m}{dh^2} \right|_{h \rightarrow 0, \infty}$, возможно определение по крайней мере двух констант анизотропии, (K_1 и K_2).

Т а б л и ц а 1

Зависимости H_a и h_s от отношения констант анизотропии и типа магнитного порядка одноосных магнетиков

Тип анизотропии	H_a	h_s
Ось легкого намагничивания	$2 K_1/M_s$	$8\pi/15 * ((2+4\eta)/(1+6\eta))^{3/2}$
Плоскость легкого лёгкого намагничивания	$-2(K_1+2K_2)/M_s$	$\pi/3 * (1-4\eta)^2$
Конус легкого лёгкого намагничивания	$-2K_1(K_1+2K_2)/(K_2M_s)$	$\pi(-1-2\eta)^{3/2}/(162\sqrt{2}(1+\eta)^2*(-\eta)^{1/2})$

На рис. 5.4 а изображены схематически полевые зависимости нормированной намагниченности $m(h)$, ее первой и второй производных по полю для монокристаллического одноосного магнетика при намагничивании в трудном направлении, ($K_1 > 0$), а на рис. 5.4 б – поликристалл. Рис. 5.4 наглядно демонстрирует происхождение сингулярности на высшей производной даже в случае поликристалла с произвольно ориентированными зёрнами.

Расчеты кривых намагничивания для магнетиков кубической сингонии, а также некоторых других типов симметрии осей трудного намагничивания показали, что для поликристаллических магнетиков возможно определение величины поля анизотропии по особой точке на полевой зависимости второй производной по полю, если направление трудного намагничивания является осью симметрии

второго порядка. Для других типов симметрии «трудной оси» порядок дифференцирования должен быть повышен. В таблице 1.2 приведены данные о порядке производной намагниченности по полю, допускающей определение положения сингулярности, то есть определение величины поля магнитной кристаллографической анизотропии, для магнетиков с различными структурами.

Т а б л и ц а 2

Порядок производной намагниченности по полю

Пример реализации	Структура	Симметрия направления трудного намагничивания	Порядок производной
Базисная плоскость $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$	Гексагональная	Ось второго порядка	2
$\langle 110 \rangle \text{ Fe, Ni}$	Кубическая	Ось второго порядка	2
$\langle 111 \rangle \text{ Fe}$	Кубическая	Ось третьего порядка	5
$\langle 100 \rangle \text{ Ni}$	Кубическая	Ось четвертого порядка	3
Ось C для $\text{Co}_2\text{—Y}$	Тригональная	Ось шестого порядка	3
Ось C для $\text{Zn}_2\text{—Y}$	Тригональная	Цилиндрическая симметрия	3
CoZn—W	Гексагональная	Поверхность трудного намагничивания	3
$\text{Fe}_{3-x}\text{Co}_x\text{O}_4$	Кубическая	Ось четвертого порядка	4

6 ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Автоматизированный комплекс для исследования магнитных характеристик в импульсных магнитных полях, содержит блок формирования импульса поля, импульсный соленоид, систему измерительных катушек, блок преобразования и усиления сигнала и аналого-цифровой преобразователь L-154 подключенный к персональному компьютеру. в качестве системы измерительных катушек используются три измерительные катушки, изготовленные из медного провода диаметром 0,2 мм, которые размещены коаксиально, катушки N_1 и N_3 включены навстречу катушке N_2 с одинаковым потокоцеплением и разнесены друг от друга на расстояние, достаточное для исключения явления взаимоиндукции. В качестве источника импульсного намагничивающего поля используется разряд батареи конденсаторов, который позволяет получить магнитное поле величиной до 100 кЭ.

Для измерения основной магнитной характеристики – величины намагниченности насыщения использована стандартная методика измерения намагниченности в импульсном магнитном поле, достаточно подробно описанная в монографии Д.Б. Монтгомери [2]. Для получения импульсного магнитного поля напряженностью до $12 \cdot 10^{-6}$ А/м использовался разряд батареи конденсаторов емкостью 22500 мкф на соленоид. Максимальное напряжение 1000 В, запасенная энергия 11,5 кДж. Образцы помещаются в специально изготовленные формы из фторопласта в виде цилиндра. Первая форма предназначена для измерения наноразмерных порошковых материалов (частицы порошка менее 1 мкм), диаметр формы $d = 4,40$ мм, длина $l = 10$ мм. Вторая форма предназначена для измерения микроразмерных порошковых материалов (размер частиц более 1 мкм), диаметр формы $d = 3$ мм, длина $l = 10$ мм. Форма с образцом магнетика помещается внутрь системы из трех катушек – в область однородного магнитного поля. Измерительная катушка N_2 имеет 600 витков, катушки N_1 и N_3 по 300 витков. Компенсационные катушки N_1 и N_3 с одинаковым потокоцеплением изготовлены из медного провода диаметром 0,2 мм. При отсутствии магнитного образца на выходе фиксируется нулевой уровень сигнала. Помещение исследуемого образца в измерительную катушку приводит к нарушению компенсации датчика и наведённая

образцом ЭДС будет пропорциональна производной по времени от намагниченности образца M :

$$U(t) \propto \left(\frac{dM}{dH} \right) \frac{dH}{dt} = \chi \frac{dH}{dt},$$

где $\chi = dM / dH$ – дифференциальная магнитная восприимчивость. Интегрируя напряжение с датчика, получаем напряжение, пропорциональное магнитному моменту образца (строго говоря, проекции момента на ось датчика).

Сигнал, пропорциональный величине намагничивающего поля, снимается с однослойной катушки с небольшим числом витков ($N_4 = 4$) и воспроизводится непосредственно на экране дисплея компьютера. После усиления сигналы подаются на входы аналого-цифрового преобразователя L-154.

Основное преимущество метода заключается в том, что измерительные катушки расположены таким образом, что поля, создаваемые одними катушками системы, не влияют на другие.

Блок схема автоматизированного комплекса показана на рис. 6.1.

Градуировка импульсного магнитного поля проводится с помощью индуктивного магнитного датчика [4]. Калибровка комплекса по величине магнитного момента проводится на образцах Ni чистотой не менее 99,90 %. Значения относительной намагниченности насыщения данного образца представлены на рис. 5.4. Анализ погрешности измерения показал, что суммарная статистическая погрешность измерения намагниченности составляет 3 %, погрешность в определении величины намагничивающего поля не более 2 %.

Для контроля компенсации в системе катушек перед каждым измерением производится разряд конденсаторов на соленоиде с системой катушек без образца. Параллельно снимается сигнал с однослойной катушки с небольшим числом витков ($N_4 = 4$), пропорциональный величине намагничивающего поля. Сигналы отображаются на мониторе персонального компьютера.

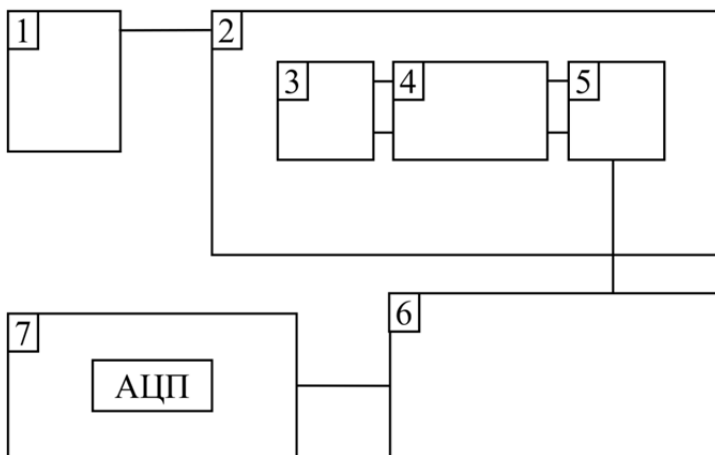


Рис. 6.1. Блок–схема автоматизированного комплекса для исследования магнитных характеристик в импульсных магнитных полях: 1 – блок формирования импульса магнитного поля; 2 – импульсный соленоид; 3, 5 – компенсационные катушки; 4 – измерительная катушка; 6 – блок преобразования и усиления сигнала; 7 – аналого-цифровой преобразователь в слоте персонального компьютера

Магнитное поле создаётся с помощью соленоида, питающегося импульсным электрическим током. Последний может быть получен различными способами, среди которых наиболее популярен метод заряда конденсаторной батареи на соленоид. На рис. 6.2 представлена схема установки с ёмкостным накопителем.

Запасённая в конденсаторной батарее энергия преобразуется при разряде через соленоид в энергию магнитного поля:

$$\left(\frac{1}{2}\right)CU_0^2 = \left(\frac{1}{2}\right)\int \mu_0 H^2 dv + E_d.$$

Здесь C – ёмкость батареи; U_0 – начальное напряжение на конденсаторах; H – напряженность магнитного поля в момент времени, когда напряжение на батарее обращается в нуль; E_d –

энергия, затраченная на нагрев соленоида и проводящих проводов; интегрирование ведётся по всему пространству. В случае, когда затухание в контуре мало, т.е. $R \ll \sqrt{L/C}$ (R и L – сопротивление и индуктивность цепи), разряд имеет осциллирующий характер – именно этот вариант применяется в эксперименте.

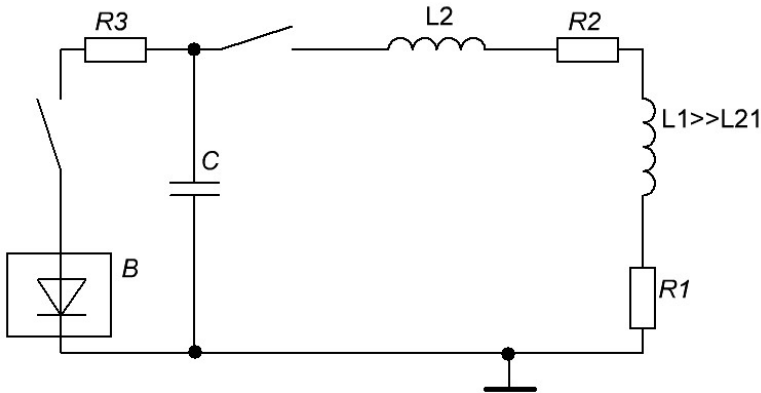


Рис. 6.2. Электрическая схема установки с ёмкостным накопителем для получения сильных магнитных полей

L_1 и R_1 – индуктивность и сопротивление соленоида;
 L_2 и R_2 – индуктивность и сопротивление подводящих проводов;
 C – ёмкость конденсаторной батареи; R_3 – зарядное сопротивление;
 B – высоковольтный выпрямитель

Временная зависимость тока, протекающего через соленоид, описывается выражением

$$I = \frac{U_0}{\omega L} \exp\left(-\frac{R}{2L}t\right) \sin(\omega t),$$

где $\omega = \omega_0 \sqrt{1 + \gamma^2}$; $\omega_0 = 1/\sqrt{LC}$; $\gamma = (1/2)R\sqrt{C/L}$.

В момент первого максимума ток равен [5]

$$I_{\max} = \frac{U_0}{\sqrt{L/C}} \exp\left(-\frac{R}{2L\omega} \operatorname{arctg} \frac{2L\omega}{R}\right).$$

Здесь $L = L_1 + L_2$; $R = R_1 + R_2$; L_1 , R_1 и L_2 , R_2 – индуктивности и сопротивления соленоида и подводящих проводов. Для эффективного преобразования запасённой энергии в энергию магнитного поля необходимо уменьшить потери в подводящих проводах, т.е. создавать такие конструкции, в которых L_2 и R_2 малы по сравнению с L_1 и R_1 . Условие малости потерь в самом импульсном магните записывается следующим образом:

$$R_1 / 2L_1 \ll 1 / \sqrt{LC}.$$

Амплитуду поля можно связать с максимальным током через соленоид [6]:

$$B_m = (\mu_0 N I_{\max} / r_1) \varphi(\alpha, \beta)$$

Здесь N – число витков в соленоиде; r_1 – внутренний радиус соленоида; $\alpha = r_2 / r_1$; $\beta = b / r_1$; r_2 и b – внешний радиус и половина длины соленоида. Функция $\varphi(\alpha, \beta)$ описывает зависимость поля от формы соленоида, причём её конкретный вид характеризуется типом обмотки.

В самом общем случае для нахождения тока в простейшей LRC -цепи (рис. 6.2), которая соответствует схеме установки с ёмкостным накопителем, необходимо решить систему из двух дифференциальных уравнений

$$L \frac{d^2 I}{dt^2} + 2 \frac{dI}{dt} \frac{dL}{dt} + I \frac{d^2 L}{dt^2} + [R_0 + R(T)] \frac{dI}{dt} + \frac{1}{C} I = 0;$$

$$\frac{dT}{dt} = \frac{I^2(t) R(T)}{D_0 v c(T)},$$

где R_0 и $R(T)$ – температурно-независимая и температурно-зависимая части сопротивления цепи; T – температура проводника; D_0 , v и $c(T)$ – соответственно плотность, объём и удельная теплоёмкость проводника.

Соленоиды, предназначенные для многократной генерации импульсных полей, обычно незначительно меняют свою геометрию во время импульса, так что изменением их индуктивности от удельной теплоёмкости можно пренебречь. То же самое можно сказать и о зависимости удельной теплоёмкости от геометрии соленоида и о её изменениях в течении импульса.

7 МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО РАБОТЕ НА ИЗМЕРИТЕЛЬНОМ КОМПЛЕКСЕ

1. Подготовить образцы для измерения в форме цилиндра с размерами: высота не более 6 мм, диаметр не более 3 мм. Взвесить образцы на аналитических весах.

2. Включить блок формирования импульса поля и персональный компьютер. Прогреть все устройства в течение не менее 0,5 часа.

3. Поместить систему из трёх катушек (далее датчик) без образца в область однородного поля импульсного соленоида, (центр соленоида ± 2 см.).

4. Зарядить батарею конденсаторов до напряжения необходимого значения напряжения (50 В – 6,5 кЭ; 100 В – 13 кЭ; 150 В – 19,5 кЭ; 200 В – 26 кЭ).

5. Разрядить батарею конденсаторов и сохранить файл данных, зарегистрированных АЦП, присвоив ему соответствующее имя (например, empty.dat).

6. Закрепить исследуемый образец на держателе и поместить его внутрь датчика.

7. Повторно зарядить батарею конденсаторов до напряжения необходимого значения напряжения.

8. Разрядить батарею конденсаторов и сохранить файл данных, зарегистрированных АЦП, присвоив ему соответствующее имя (например, sample.dat).

9. Извлечь держатель с образцом из датчика.

9. Обработать файлы данных, используя программу EXCEL, построить графики кривой намагниченности исследуемого материала и рассчитать величину поля анизотропии.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Akulov N.S. Über den Verlauf der Magnetisierungskurve in starken Feldern / N.S. Akulov. // Zeitschrift für Phys. Phys. – 1931. – V. 69, Is. 11–12. – P. 822–831. DOI: 10.1007/BF01339465
2. Монтгомери Д.Б. Получение сильных магнитных полей с помощью соленоидов. – М: Мир, 1976. – 365 с.
3. Asti G. and Rinaldi. S. Singular points in the magnetization curve of a polycrystalline ferromagnet / G. Asti, S. Rinaldi. // Journal of Applied Physics. – 1974. – V. 45, P. 3600–3610. DOI: doi.org/10.1063/1.1663823
4. Кнопфель У.Г. Сверхсильные импульсные магнитные поля. – М: Мир, 1972. – 280 с.
5. Страховский Г.М., Кравцов Н.В. Сильные магнитные поля // Успехи физ. наук. – 1960. – Т. 70, № 4. – С. 693–714.
6. Монтгомери Д.Б. Получение сильных магнитных полей с помощью соленоидов: Пер. с англ. / Под ред. Н.Е. Алексеевского М.: Мир, 1971. – 360 с.

Издание подготовлено в авторской редакции

Подписано в печать 08.07.2022 г.

Отпечатано на участке цифровой печати
Издательства Томского государственного университета
634050, г. Томск, пр. Ленина, 36, тел. (3822) 529-849.
E-mail: rio.tsu@mail.ru

Заказ № 5078 от «06» июля 2022 г. Тираж 50 экз.