

Температурная зависимость эффективного поля магнитной анизотропии и ширины линии ферромагнитного резонанса поликристаллических сложнзамещенных гексагональных магнитноодноосных ферритов в диапазоне частот 25–67 GHz

© С.В. Щербаков,¹ А.Г. Налогин,¹ В.Г. Костишин,¹ А.С. Семенов,¹ Н.Е. Адиатулина,¹
А.А. Алексеев,^{1,2} Е.А. Белоконь,^{1,2} А.В. Тимофеев,^{2,†} Д.Н. Читанов²

¹ АО „Научно-производственное предприятие „Исток им. Шокина“,
141190 Фрязино, Московская обл., Россия

² Национальный исследовательский технологический университет „МИСиС“,
119049 Москва, Россия

[†] e-mail: andtim2011@gmail.com

Поступило в Редакцию 12 апреля 2019 г.

В окончательной редакции 22 ноября 2019 г.

Принято к публикации 10 декабря 2019 г.

В диапазоне частот 25–67 GHz изучены температурные изменения эффективного поля магнитной анизотропии и ширины линии ферромагнитного резонанса образцов изотропного и анизотропного гексаферрита $\text{SrFe}_{11.2}\text{Al}_{0.1}\text{Si}_{0.15}\text{Ca}_{0.15}\text{O}_{19}$ и анизотропного гексаферрита $\text{BaFe}_{10.4}\text{Al}_{1.4}\text{Si}_{0.15}\text{Mn}_{0.1}\text{O}_{19}$, полученных методом керамической технологии с прессованием сырых заготовок в магнитном поле напряженностью 10 kOe. Исследования проведены в диапазоне температур +25–+85°C. Установлено, что в указанном температурном диапазоне изменение магнитной анизотропии составляет 9.8 Oe/°C для бариевого гексаферрита и 4.2 Oe/°C для стронциевого гексаферрита, а изменение ширины линии ферромагнитного резонанса — 12.2 Oe/°C для бариевого гексаферрита и 10–12.3 Oe/°C для стронциевого гексаферрита.

Ключевые слова: ферромагнитный резонанс, эффективное поле анизотропии, магнитная анизотропия, сложнзамещенные гексаферриты типа М.

DOI: 10.21883/JTF.2020.05.49179.161-19

Введение

Поликристаллические гексагональные ферриты с высокой степенью магнитной текстуры относятся к так называемым магнитноодноосным материалам. Характерным свойством таких материалов является высокое значение поля магнитной анизотропии [1]. Применение данных материалов в ферритовых сверхвысокочастотных (СВЧ) приборах резонансного типа позволяет уменьшить напряженность внешнего поля и, следовательно, габариты и вес магнитной системы [2].

Одними из основных параметров ферромагнитного резонанса (ФМР) в поликристаллических магнитноодноосных гексагональных ферритах (МОГФ) являются поле эффективной магнитной анизотропии (H_{Aeff}) и ширина линии ФМР (ΔH) [2]. Именно эти характеристики во многом определяют работу приборов СВЧ-электроники на гексаферритах, в частности, работу микрополосковых приборов (резонаторов, циркуляторов, фильтров и т.п.) см- и мм-диапазона длин волн на подложках гексаферритов с магнитной текстурой [2,3].

Важной информацией для любого ферритового прибора СВЧ-электроники является знание температурного диапазона допустимых изменений определенного набора основных эксплуатационных параметров.

Целью настоящей работы было изучение температурной зависимости эффективного поля магнитной анизотропии (H_{Aeff}) и ширины линии ФМР (ΔH) в диапазоне частот 25–67 GHz. Исследования проводились в диапазоне температур +25 до +85°C.

1. Методика экспериментальных исследований

1.1. Объекты исследований

Объектами исследования служили сложнзамещенные поликристаллические гексагональные ферриты бария и стронция с индуцированной магнитной текстурой. Образцы были получены методом керамической технологии с прессованием сырых заготовок в магнитном поле [1]. Технологическая схема получения образцов представлена на рис. 1.

В качестве исходных компонентов для гексаферрита стронция использовались окись железа Fe_2O_3 марки „ч.д.а.“ ТУ 6-09-5346-87, окись алюминия Al_2O_3 марки „ч.д.а.“ ТУ 6-09-426-75, углекислый кальций CaCO_3 марки „ос.ч.“ 16-2 ТУ 6-09-895-77, оксид кремния SiO_2 марки „ч.д.а.“ ГОСТ 9428-73 и карбонат стронция SrCO_3 марки „ч.“ ТУ 6-09-4165-84. Карбонат стронция при температуре 1100–1200°C разлагается на оксид стронция

Магнитные параметры полученных объектов исследования и особенности технологии их получения

Образец	Состав	H_A , kOe	B_r , Gs	$4\pi M_s$, Gs	H_{cB} , kOe	H_{cJ} , kOe	ρ , g/cm ³	f , %	ΔH , kOe
ГС-8-0*	SrFe _{11.2} Al _{0.1} Si _{0.15} Ca _{0.15} O ₁₉	22	2270	3460	1.3	2.2	4.951	9.0	5.0
ГС-8-1**	SrFe _{11.2} Al _{0.1} Si _{0.15} Ca _{0.15} O ₁₉	22	3460	3730	1.5	2.0	4.962	82.3	3.63
ГБ-9***	BaFe _{10.4} Al _{1.4} Si _{0.15} Mn _{0.1} O ₁₉	22	2840	3000	2.4	3	5.009	81.5	2.6

Характеристики: H_A — поле магнитной анизотропии [kOe]; $4\pi M_s$ — намагниченность насыщения [Gs]; B_r — остаточная магнитная индукция [Gs]; H_{cB} — коэрцитивная сила по индукции [kOe]; H_{cJ} — коэрцитивная сила по намагниченности [kOe]; ρ — плотность [g/cm³]; f — степень магнитной текстуры [%]; ΔH — ширина линии ФМР [kOe].

Условия технологии: * — давление прессования $P_{\text{press}} = 8$ МПа, магнитное поле в процессе прессования $H = 0$ kOe; ** — давление прессования $P_{\text{press}} = 8$ МПа, магнитное поле в процессе прессования $H = 10$ kOe; *** — давление прессования $P_{\text{press}} = 8$ МПа, магнитное поле в процессе прессования $H = 10$ kOe.

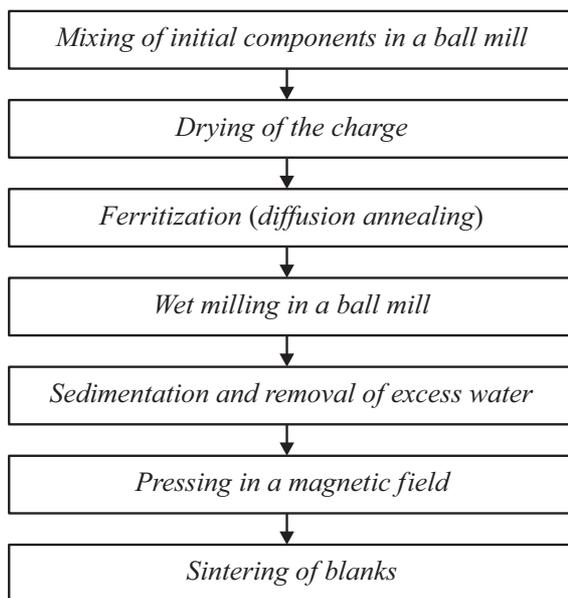


Рис. 1. Технологическая схема изготовления образцов.

SrO и углекислый газ CO₂. Карбонат стронция был взят в виду его большей по сравнению с оксидом стронция реакционной способности. Для бариевого гексаферрита: окись железа Fe₂O₃ марки „ч.д.а.“ ТУ 6-09-5346-87, окись алюминия Al₂O₃ марки „ч.д.а.“ ТУ 6-09-426-75, углекислый марганец MnCO₃ марки „ч“ ГОСТ 7205-77 и барий углекислый BaCO₃ марки „ч.д.а.“ ГОСТ 4158-80.

Полученные спеченные образцы представляли собой призмы размерами 50 × 25 mm и толщиной 10 mm. После спекания и естественного охлаждения образцов вместе с печкой в течение 24 h проводилась их шлифовка и полировка по стандартной методике [3]. Для исследований из полученных призм путем механической обработки (резка, шлифовка и полировка) по стандартным отработанным методикам [3] были изготовлены сферы Ø 1–3 mm и тонкие пластины.

Состав и особенности технологии изготовления гексаферритов указаны в таблице.

1.2. Методики исследований

Петли магнитного гистерезиса полученных образцов регистрировались на модифицированном вибромагнитометре ВМ-07. Использовались образцы в виде сфер.

Для проведения температурных исследований использовались образцы в виде плоской правильной призмы с квадратным основанием с линейными размерами не более 1.5 × 1.5 mm, толщиной 0.25 mm, с осью текстуры, перпендикулярной основанию призмы. Исследуемые образцы приклеивались на подложки из поликора (Al₂O₃) с помощью клея ТЭК-1. Затем подложки с приклеенными образцами нагревались до температуры $T = 100^\circ\text{C}$ на паяльной плитке „Магистр“ (рис. 2).



Рис. 2. Стенд для измерения зависимости $H_{\text{эфф}}$ и ΔH от температуры в диапазоне от +25 до +85°C.

Далее в образцах в диапазоне частот от 25 до 67 GHz с использованием микрополосковой линии передачи проводилось последовательное измерение значения частот на резонансной линии ФМР каждого из исследуемых образцов по уровню измерения, соответствующему половинному значению поглощенной мощности (f_1 и f_2). Одновременно осуществлялось измерение температуры остывающих образцов с помощью инфракрасного термометра „Fluke 568“.

Далее по формулам (1)–(5) рассчитывалась резонансная частота (f_r), эффективное поле магнитной анизотропии (H_{Aeff}), ширина линии ферромагнитного резонанса (ΔH).

$$f_r = \frac{f_1 + f_2}{2}. \quad (1)$$

Образец намагничен, измерения без внешнего поля:

$$H_{\text{Aeff}} = \frac{f_r}{\gamma} + \frac{1}{2} (3N - 1) 4\pi M_r. \quad (2)$$

Образец намагничен, измерения с внешним магнитным полем:

$$H_{\text{Aeff}} = \frac{f_r}{\gamma} + \frac{1}{2} (3N - 1) 4\pi M_0 - H_0. \quad (3)$$

Образец размагничен:

$$H_{\text{Aeff}} = \frac{f_r}{\gamma} + \xi 4\pi M_s, \quad (4)$$

$$\Delta H = \frac{f_2 - f_1}{\gamma}, \quad (5)$$

где γ — гиромагнитное отношение, $4\pi M_r$ — остаточная намагниченность исследуемого образца, H_0 — напряженность внешнего магнитного поля, N — размагничивающий фактор по оси, перпендикулярной основанию призмы (для сплющенного эллипсоида вращения

$$N = \frac{1}{1 - \vartheta^2} \cdot \left[1 - \frac{\vartheta}{\sqrt{1 - \vartheta^2}} \cdot \arccos \vartheta \right],$$

где ϑ — отношение высоты эллипсоида к диаметру).

2. Результаты экспериментальных исследований

Полученные данные представлены на рис. 3 и 4. На рис. 3 представлены графики зависимости эффективного поля магнитной анизотропии H_{Aeff} исследованных гексаферритов ГБ-9, ГС-8-0 и ГС-8-1 от температуры, на рис. 4 — зависимость ширины линии ФМР ΔH исследованных гексаферритов ГБ-9, ГС-8-0 и ГС-8-1 от температуры, измеренные в диапазонах частот (60.62–66.67) GHz, (44.77–60.74) GHz и (44.41–62.20) GHz соответственно.

Как видно из рис. 3, с ростом температуры поле эффективной магнитной анизотропии гексаферритов

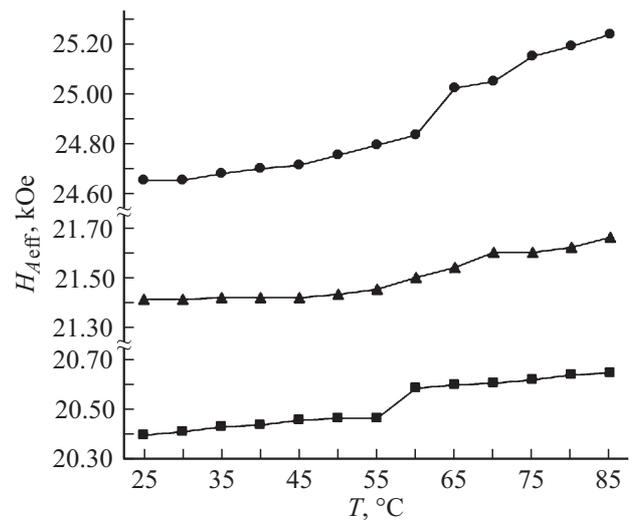


Рис. 3. Зависимости эффективного поля магнитной анизотропии H_{Aeff} гексаферритов ГБ-9, ГС-8-0 и ГС-8-1 от температуры, измеренные в диапазонах частот 60.62–66.67 GHz, 44.77–60.74 GHz и 44.41–62.20 GHz соответственно. Кружки — ГБ-9, квадраты — ГС-8-0, треугольники — ГС-8-1.

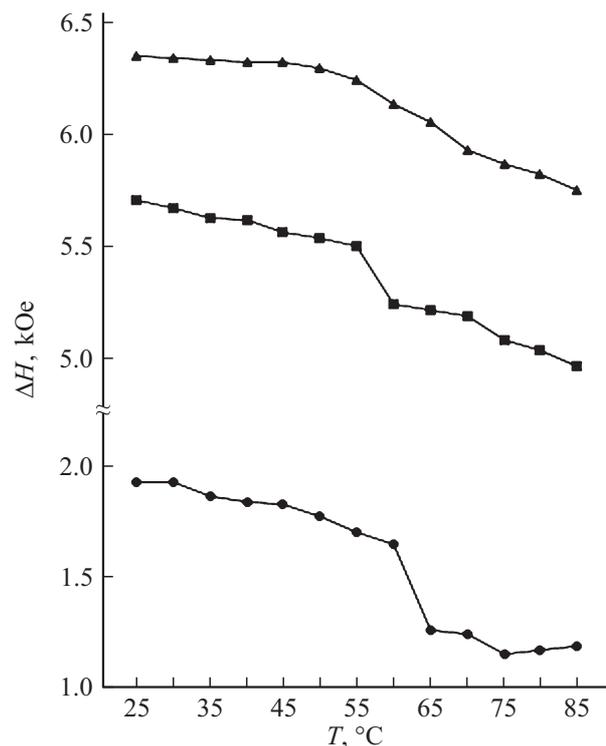


Рис. 4. Зависимости ширины линии ФМР ΔH гексаферритов ГБ-9, ГС-8-0 и ГС-8-1 от температуры, измеренные в диапазонах частот 60.62–66.67 GHz, 44.77–60.74 GHz и 44.41–62.20 GHz соответственно. Маркеры кривых те же, что на рис. 3.

всех трех составов растет. Для всех трех составов на графиках температурной зависимости H_{Aeff} можно выделить два участка: участок в области температур

25–55°C (участок 1), где скорость роста магнитной анизотропии меньшая, и участок в области температур 55–85°C (участок 2), где скорость роста магнитной анизотропии большая. Характерно, что для гексаферрита ГБ-9 скорость роста $H_{\text{эфф}}$ на участке является максимальной для трех исследованных гексагональных ферритов, а ГС-8-0 — минимальной.

Как видно из рис. 4, значение ширины линии ФМР ΔH объектов исследования всех трех составов уменьшается с ростом температуры нагрева. Как и для зависимостей $H_{\text{эфф}} = f(T)$, для зависимостей $\Delta H = f(T)$ можно выделить те же два температурных участка, причем на участке 2 скорость уменьшения ширины линии ФМР выше.

Для подтверждения достоверности проведенных температурных исследований в настоящей работе также была проведена оценка степени влияния диэлектрических параметров исследуемых гексаферритов ($\epsilon_f = 16\text{--}17$) на измеряемые характеристики в диапазоне частот из-

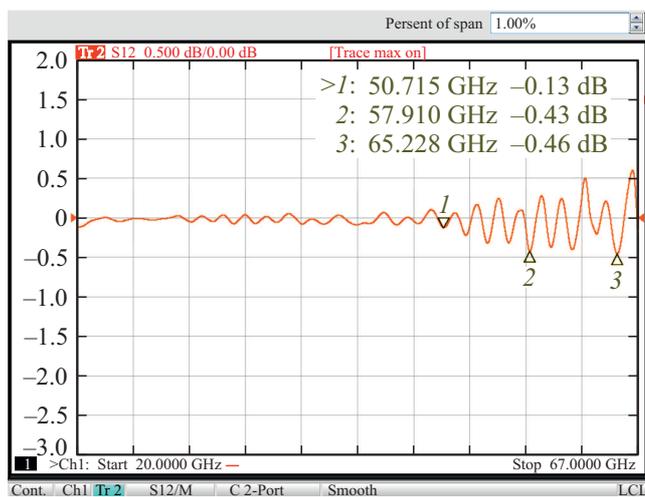


Рис. 5. АЧХ МПЛ с образцом из керамики ТМ-15 ($\epsilon = 15$, $\text{tg } \delta_\epsilon = 2 \cdot 10^{-4}$).

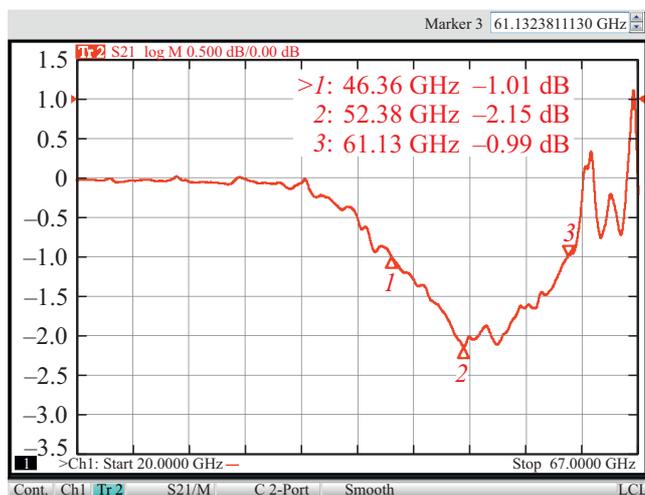


Рис. 6. Спектр ФМР гексаферрита ГС-8-0.



Рис. 7. Спектр ФМР гексаферрита ГС-8-1.



Рис. 8. Спектр ФМР гексаферрита ГБ-9.

мерения. С этой целью был изготовлен образец из керамики марки ТМ-15 ($\epsilon \approx 15$, $\text{tg } \delta_\epsilon = 2 \cdot 10^{-4}$) с размерами $1.5 \times 1.5 \times 0.25$ mm (такими же, как у исследованных образцов гексаферритов) и с помощью анализатора цепей Agilent N5227A измерена амплитудно-частотная характеристика (АЧХ) микрополосковой линии (МПЛ) с этим образцом (рис. 5).

Как видно из рис. 5, резонансных явлений в диапазоне частот от 20 до 67 GHz не наблюдается. Изменения АЧХ образца находятся в пределах ± 0.5 dB, что связано с интерференцией волн в образце и не имеет явно выраженного резонансного характера.

Резонансные кривые образцов из исследованных гексаферритов (рис. 6–8) имеют поглощение порядка 3 dB. Таким образом, можно утверждать, что приведенные кривые ферромагнитного резонанса образцов определяются в основном явлением поглощения при ФМР. Степень влияния диэлектрических параметров на использованных частотах, по нашим оценкам, незначительна.

Заключение и выводы

Проведенные исследования позволили установить, что сложнзамещенные поликристаллические гексагональные ферриты стронция и бария изученных составов, полученные по керамической технологии с прессованием сырых заготовок в магнитном поле, обладают набором параметров (поле магнитной анизотропии, степень магнитной текстуры), достаточным для применения их в качестве подложек для невзаимных микрополосковых ферритовых приборов см- и mm-диапазонов длин волн, а также хорошей термостабильностью.

1) В ходе проведенных исследований было установлено, что изменение эффективного поля анизотропии (H_{Aeff}) в интервале температур от +25 до +85°C составляет:

- для образцов из гексаферрита ГБ-9 — 0.59 кОе (9.8 Ое/°C);
- для образцов из гексаферрита ГС-8-0 — 0.25 кОе (4.2 Ое/°C);
- для образцов из гексаферрита ГС-8-1 — 0.25 кОе (4.2 Ое/°C).

2) В ходе проведенных исследований было установлено, что изменение ширины линии ферромагнитного резонанса (ΔH) в интервале температур от +25 до +85°C составляет:

- для образцов из гексаферрита ГБ-9 — 0.73 кОе (12.2 Ое/°C);
- — для образцов из гексаферрита ГС-8-0 — 0.74 кОе (12.3 Ое/°C);
- — для образцов из гексаферрита ГС-8-1 — 0.6 кОе (10 Ое/°C).

Финансирование работы

Работа выполнена в рамках соглашения (между Минобрнауки РФ и НИТУ „МИСиС“) о предоставлении субсидии № 14.575.21.0030 от 27 июня 2014 г. (RFMEFI57514X0030), прикладных научных исследований АО „НПП „Исток им. Шокина“ „Гексаферрит“ и гранта президента РФ № МК-1041.2017.8.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Летюк Л.М., Костишин В.Г., Гончар А.В. Технология ферритовых материалов магнитоэлектроники. М.: МИСиС, 2005. 352 с.
- [2] Куничев А.В., Подольский А.В., Сидоров И.Н. Ферриты. Магниты и магнитные системы. М.: ЛИК, 2004. 358 с.
- [3] Яковлев Ю.М., Генделев С.Ш. Монокристаллы ферритов в радиоэлектронике. М.: Сов. радио, 1975. 360 с.