

УДК 548:537.611.44

## ШИРИНА ЛИНИИ ФЕРРОМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА В ПОРОШКАХ ЧАСТИЦ “ЯДРО–ОБОЛОЧКА”

© 2017 г. Л. А. Чеканова<sup>1</sup>, С. В. Комогорцев<sup>1</sup>\*, Е. А. Денисова<sup>1,2</sup>, Л. А. Кузовникова<sup>3</sup>,  
И. В. Немцев<sup>1</sup>, Р. Н. Ярославцев<sup>1,2</sup>, Р. С. Исхаков<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт физики имени Л.В. Киренского, Федеральный исследовательский центр  
“Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук”, Красноярск

<sup>2</sup>Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования  
Сибирский федеральный университет, Красноярск

<sup>3</sup>Красноярский институт железнодорожного транспорта — филиал Федерального государственного  
бюджетного образовательного учреждения высшего образования  
“Иркутский университет путей сообщения”, Красноярск

\*E-mail: komogor@iph.krasn.ru

В порошках композиционных частиц “ферромагнитное ядро – неферромагнитная оболочка” с различной толщиной немагнитной оболочки исследована зависимость ширины линии ферромагнитного резонанса. Установлено, что увеличение толщины оболочки приводит к уменьшению ширины линии ферромагнитного резонанса в несколько раз до величин сопоставимых с шириной линии в покрытиях состава аналогичного составу ядра частиц. Наблюдаемый эффект обсуждается как следствие подавления неоднородности размагничивающих полей в порошке магнитных частиц.

DOI: 10.7868/S0367676517030097

### ВВЕДЕНИЕ

Ширина линии ферромагнитного резонанса (ФМР) в порошках, состоящих из частиц 3-*d*-металлов, может достигать нескольких килоэрсед. Для кубических фаз в сплавах на основе Fe, Co и Ni это значительно превышает не только ширину линии в монокристаллах, но и в несколько раз превосходит ожидаемую ширину линии в поликристаллических образцах [1]. Дело здесь в том, что диполь-дипольное взаимодействие между соседними частицами значительно влияет как на ориентацию вектора намагниченности, так и на величину работы по намагничиванию отдельной частицы. Кроме того, диполь-дипольное взаимодействие приводит к слипанию частиц с образованием кластеров различной формы и размера. Эффективное магнитное поле, в котором находится частица порошка, в значительной степени определяется размагничивающим полем, которое зависит от размера и формы кластера частиц, а также от положения частицы внутри кластера. Неоднородность локальных эффективных полей в конечном итоге приводит к очень широкой линии ферромагнитного резонанса. При измерении резонансного поглощения электромагнитных волн в порошке эту неоднородность практически невозможно контролировать, что резко снижает информационную ценность метода ферромагнитного резонанса при изучении магнитных по-

рошков. Структура взаимного расположения частиц в магнитных порошках плохо изучена и, кроме того, зависит от многих факторов, включая предысторию разного рода воздействий на порошок. Все это приводит к практической невозможности точного теоретического учета такой неоднородности в ширину линии ферромагнитного резонанса. В данной работе мы изолировали магнитные частицы порошка с помощью немагнитной оболочки для того, чтобы уменьшить диполь-дипольное взаимодействие между ними до такого уровня, чтобы влияние неоднородности эффективного поля в ансамбле частиц было меньше влияния неоднородности внутри частиц. Задача работы – выявление эффекта такой оболочки на ширину линии ферромагнитного резонанса.

### ЭКСПЕРИМЕНТ

Мы исследовали два способа покрытия частиц: химическое осаждение немагнитной оболочки на частицы магнитного порошка, засыпанного в раствор (*A*), и химическое осаждение на частицы магнитного порошка, только что полученного в растворе по сценарию гомогенного зародышеобразования (*B*). Образование кластеров отдельных частиц может принципиально отличаться при использовании разных способов покрытия частиц.

Для приготовления серии типа (А) использовали готовый порошок Co-P, размельченный в ступке, известной массы, который замешивали в растворе до образования однородной взвеси, а затем покрывали медной оболочкой химическим осаждением из раствора следующего состава:  $\text{CuSO}_4$  – 12 г/л; трилон Б – 25 г/л; формалин – 25 мл/л; NaOH – 12 рН. Зная массу навески порошка и массу медного купороса в растворе, рассчитали соотношение между двумя фазами.

Для приготовления серий типа (В) сначала синтезировался порошок (Co(P), CoNi(P), CoFe(P) либо Fe(P)) из раствора следующего состава:  $\text{NiSO}_4$  – 5 г/л;  $\text{CoSO}_4$  – 25 г/л (на примере частиц CoNi(P));  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$  – 40 г/л;  $\text{NaH}_2\text{PO}_2$  – 200 г/л. После полного прохождения реакции раствор отстаивали несколько минут для удаления частиц крупного размера. Затем доливали второй раствор ( $\text{NiSO}_4$  – 30 г/л;  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  – 30 г/л;  $\text{NaH}_2\text{PO}_2$  – 200 г/л) для образования на поверхности, диспергированных в растворе, частиц немагнитной оболочки Ni(P). Образующееся покрытие Ni(P) аморфно, содержит около 20 ат. % фосфора и является немагнитным [2, 3]. Для получения порошков с разной толщиной оболочки мы изменяли объемное соотношение между двумя растворами. Соотношение между фазами было рассчитано из намагнитченности насыщения, полученной при измерении на вибрационном магнетометре. В результате получены образцы с различной весовой долей немагнитной оболочки Ni(P).

Морфология, химический состав, фазовый состав и структура изучаемых в этой работе порошков, использованных в качестве магнитного ядра, охарактеризованы в предыдущих работах авторов [4]. Частицы порошков Co(P), CoNi(P), CoFe(P), Fe(P) сферические и имеют логонормальное распределение размеров со средней величиной 1 мкм и отклонением 0.53 [4]. Морфологию и химический состав порошков частиц ядро-оболочка изучали с помощью растрового электронного микроскопа S5500 Hitachi и энергодисперсионного спектрометра TM3000. Ферромагнитный резонанс (ФМР) измеряли на частоте 9.2 ГГц, используя стандартный спектрометр ферромагнитного резонанса ЭПА-2М. Измеряемый порошок засыпали в цилиндрическую кювету и помещали в резонатор. Измерения намагнитченности, необходимые для количественного контроля весовой доли немагнитной фазы, проведены на вибрационном магнетометре при комнатной температуре.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Исследования, выполненные с помощью сканирующего электронного микроскопа на нескольких образцах, показали, что исследуемые частицы действительно представляют собой частицы ядро-оболочка с химическим составом ядра и оболочки соответствующим технологически заданному регла-

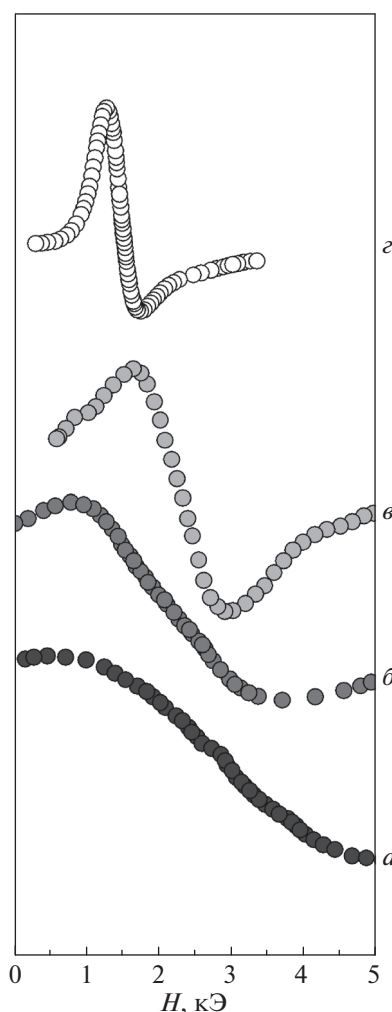
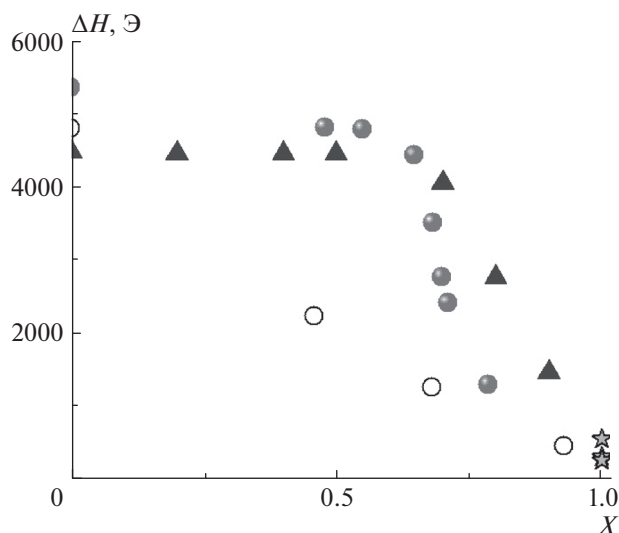


Рис. 1. Изменение формы линии ФМР на примере порошков частиц Co-Ni-P с различной весовой долей немагнитной оболочки Ni(P): а – 0; б – 46; в – 68; z – 93%.

менту. Однако, поскольку покрытие ядра может быть неоднородным по толщине, в дальнейшем мы будем говорить о весовой доле немагнитной фазы. Оценка объемной доли немагнитной оболочки (немагнитной фазы) согласуется с оценкой, сделанной с помощью вибрационного магнетометра (по величине намагнитченности насыщения).

Изучение спектров ФМР порошков Co(P), CoNi(P), CoFe(P), Fe(P) с разной толщиной немагнитной оболочки показало, что с увеличением толщины немагнитной оболочки (весовой доли немагнитной фазы), резонансная кривая сильно сужается (ширина линии уменьшается в несколько раз), а сам резонанс смещается в область меньших полей (рис. 1). В случае порошков, оболочка которых была осаждена сразу после получения магнитного ядра из того же раствора (серия В), наблюдается монотонное сужение ширины линии с ростом толщины немагнитного покрытия (рис. 2). Для частиц, полученных покрытием раз-



**Рис. 2.** Ширина линии ферромагнитного резонанса в порошках композиционных частиц в зависимости от весовой доли немагнитной фазы ( $x$ ). Пустые кружки — CoNiP@NiP, закрашенные кружки — CoFeP@NiP, треугольники — CoP@Cu. Серыми звездочками показаны опорные величины ширины линии, измеренные на покрытиях состава аналогичного состава магнитных частиц.

мешанного в растворе магнитного порошка, наблюдается зависимость, имеющая пороговое значение: до определенной доли немагнитной оболочки (~60%) значение ширины линии не меняется, а далее наблюдается ее резкое снижение.

Наблюдаемое сужение линии ФМР с увеличением доли немагнитной фазы, может быть объяснено как результат “выключения” диполь-дипольного взаимодействия между индивидуальными частицами порошка по мере отдаления магнитных частиц друг от друга. В результате этого отдаления снижается величина эффективного поля, действующего на частицу и, как следствие, снижается неоднородность локальных полей на каждой частице. В пределах полного отсутствия неоднородности, связанной со взаимодействием частиц, ширина линии должна определяться только неоднородностями строения материала индивидуальной частицы. Такая предельная ситуация реализуется, например, в ферромагнитном резонансе поликристаллических покрытий Co(P), CoNi(P), CoFe(P), Fe(P), поэтому для сравнения химическим осаждением были получены покрытия тех же составов, которые использованы для приготовления магнитных частиц. Ширина линии ФМР покрытий помещена на итоговой диаграмме в точку с, координатой “доля немагнитной фазы” ( $x$ ) равной 100%. Подчеркнем, что сама диаграмма имеет отношение только к частицам ядро-оболочка, а ширина линии ФМР для покрытий приведена ввиду предлагаемой интерпретации, как реперная ширина линии с нулевым вкладом от неоднородности дипольного поля, который для частиц достигается в пределе “доля немагнитной фазы равна 100%”.

Согласие ширины линии пленки с величиной оцененной из экстраполяции экспериментальных значений для порошка к 100% немагнитной фазы довольно хорошее. Это означает, что покрытие частиц немагнитной оболочкой, может быть использовано как метод изучения ширины линии ФМР материала частиц порошка. Различное поведение ширины линии в случае серий типа (A) и (B) может быть связано как с различными механизмами образования кластеров в этих двух случаях, так и, например, с различной степенью однородности немагнитного покрытия частиц. Так, покрытие аморфным раствором Ni(P) (серия B) обычно однородно по толщине. Поведение ширины линии, подобное показанному на рис. 2 для серии A, похоже на проявление точки протекания, когда связь между магнитными кластерами прерывается при переходе через критическую концентрацию немагнитной фазы.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследована зависимость ширины линии ферромагнитного резонанса в порошках композиционных частиц “ферромагнитное ядро—неферромагнитная оболочка” с различной толщиной немагнитной оболочки. Методом химического восстановления из солей металлов получены порошки с ядром Co(P), CoNi(P), CoFe(P), Fe(P) как в кристаллическом, так и в аморфном состояниях и размером от десятых долей до нескольких микрометров. В качестве немагнитной оболочки осаждали аморфный сплав Ni(P), а также Cu (для частиц Co(P)). Увеличение толщины оболочки приводит к уменьшению ширины линии ферромагнитного резонанса в несколько раз до величин, сопоставимых с шириной линии в покрытиях состава, аналогичного составу ядра частиц. Наблюдаемый эффект обсуждается как следствие подавления неоднородности размагничивающих полей в порошке магнитных частиц.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ проекты № 16-03-00969, 15-08-06673, 16-03-00256, РФФИ — ККФН р-сибирь-а проект № 15-42-04171.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Петров А.Г. Физика малых частиц. М.: Наука, 1982. 359 с.
2. Huller K., Sydow M., Dietzet G. // J. Magn. Mater. 1985. V. 53. № 1–2. P. 103.
3. Yaroslavtsev R.N., Chekanova L.A., Komogortsev S.V., Iskhakov R.S. // Solid State Phenom. 2014. V. 215. P. 237.
4. Chekanova L.A., Denisova E.A., Goncharova O.A. et al. // Phys. Met. Metallogr. 2013. V. 114. № 2. P. 122.