

ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНА ПРИБЛИЖЕНИЯ К НАСЫЩЕНИЮ
НА НИКЕЛЕВОМ ОБРАЗЦЕ МАЛОГО ДИАМЕТРА

Л. В. Киренский, Г. М. Родичев

Для исследования закона приближения в никеле был использован метод пульсирующего магнитного поля с применением усилительной аппаратуры и автоматической фотозаписи.

Исследования на никелевом образце малого диаметра, лишенном текстуры и хорошо отожженном, проводились с целью выяснения влияния магнитного взаимодействия кристаллитов на форму закона приближения к насыщению.

Показано, что учет магнитного взаимодействия кристаллитов в форме, предложенной Хольштейном и Примаковым, а также Нелем, не согласуется с данными опыта.

1. ВВЕДЕНИЕ

В сильных магнитных полях (в области подхода к насыщению) зависимость намагниченности I поликристаллического ферромагнетика от намагничивающего поля H выражается, согласно Акулову [1], формулой

$$I = i_s \left(1 - \frac{b}{H^2} \right) + \chi_p H, \quad (1)$$

где

$$b = \frac{8}{105} \cdot \frac{K_1^2}{i_s^2}. \quad (2)$$

Здесь K_1 — первая константа магнитной анизотропии, i_s — спонтанная намагниченность, χ_p — восприимчивость парапроцесса.

Последующими исследованиями [2—7] было показано, что закон приближения к насыщению в общем случае имеет вид

$$I = i_s \left(1 - \frac{a}{H} - \frac{b}{H^2} - \frac{c}{H^3} \right) + i_p, \quad (3)$$

где i_p — намагниченность за счет парапроцесса; a , b и c — некоторые коэффициенты, зависящие от магнитных констант ферромагнетика, а также от внутренних и внешних напряжений и немагнитных включений.

Присутствие члена $\frac{a}{H}$ в законе приближения к насыщению объясняется в теории Броуна [8, 9] наличием резко неоднородных напряжений.

Коэффициент c был теоретически определен Гансом [4] по методу Акулова, причем

$$c = \frac{192}{5005} \cdot \frac{K_1^3}{I_s^3} \quad (4)$$

В работах Акулова и Киренского [10], Киренского и Слободского [11—14] коэффициенты b и c были рассчитаны с учетом второй константы анизотропии, а также направленных и диффузных напряжений.

Исследованию закона приближения к насыщению был посвящен ряд экспериментальных работ [2, 3, 5, 7, 15—19], причем обычно измерялась не намагниченность I , а дифференциальная восприимчивость

$$\chi = \frac{dI}{dH} = \frac{A}{H^2} + \frac{B}{H^3} + \frac{C}{H^4} + \chi_p. \quad (5)$$

Пользуясь соотношением (2), можно на поликристаллических образцах определить константу магнитной анизотропии K_1 , причем значения, полученные у ряда авторов [3, 5, 7, 15], оказались близкими к значениям, полученным на монокристаллах. Однако, как указано в работах Хольштейна и Примакова [20], а также Неля [21], соотношение (1) получено без учета магнитного взаимодействия кристаллитов. Этот учет был произведен ими, причем было показано, что закон приближения к насыщению в его прежнем виде может быть применен только для полей $H \gg 4\pi I_s$. При полях же, обычно употребляемых в лабораторной практике, где $H \ll 4\pi I_s$, коэффициент b должен быть в два раза меньшим. Следовательно, для получения истинного значения константы анизотропии нужно ее значение, полученное из формулы (1) без учета взаимодействия зерен, умножить на $\sqrt{2}$.

Указанные авторы считают, что несколько заниженные значения констант, полученные отдельными исследователями на поликристаллических образцах, объясняются неучетом указанного магнитного взаимодействия кристаллитов. Однако найденная ими поправка приводит к более значительному расхождению значений констант анизотропии, полученных из закона приближения к насыщению, с данными, полученными на монокристаллах, что видно из таблицы 1.

Таблица 1

Автор	Образец	K_1 по данным автора	K_1 с поправкой Хольштейна и Примакова и Неля	K_1 , измеренное на моно- кристаллах
Черлинский	железо	$4,14 \cdot 10^5$	$5,86 \cdot 10^5$	$4,2 \cdot 10^5$
Черлинский	железо	$3,98 \cdot 10^5$	$5,63 \cdot 10^5$	$4,2 \cdot 10^5$
Черлинский	никель	$-5,00 \cdot 10^4$	$-7,07 \cdot 10^4$	—
Черлинский	никель	$-4,66 \cdot 10^4$	$-6,58 \cdot 10^4$	—
Полли	никель 14°C	$-5,1 \cdot 10^4$	$-7,22 \cdot 10^4$	$-5,24 \cdot 10^4$
Акулов и Мирясов	никель 17°C	$-5,09 \cdot 10^4$	$-7,21 \cdot 10^4$	$-5,09 \cdot 10^4$

Кроме того, в работах Акулова и Мирясова [5], где учитывался член $\frac{c}{H^3}$, были получены значения, практически совпадающие

со значениями, полученными на монокристаллах, хотя поправка на магнитное взаимодействие кристаллитов не вводилась.

Отметим, что несколько заниженные значения констант были получены без учета члена $\frac{c}{H^3}$.

Тот факт, что поправка на магнитное взаимодействие зерен приводит к завышенным результатам, Нель объясняет несовершенством исследуемых образцов в смысле наличия в них остаточных напряжений, а также включений и приводит собственные экспериментальные данные, удовлетворяющие его теории.

В качестве образца Нель использовал никелевую проволоку диаметром 0,4 мм. Полагалось, что благодаря малому диаметру образца при отжиге (3 часа в водороде при 1000°C) удалось полностью освободиться от напряжений и включений, чего, по мнению Неля, не удавалось добиться другим исследователям.

Однако точность опыта Неля была невелика, так как он исследовал не дифференциальную восприимчивость, а намагниченность образца. Измерить же дифференциальную восприимчивость на образцах столь малого диаметра в области подхода к насыщению баллистическим методом затруднительно. Кроме того, в тянутых проволоках такого малого диаметра при изготовлении обычно образуется текстура, а соотношение (1) выведено для случая беспорядочно ориентированных кристаллитов.

Таким образом, вопрос об экспериментальной проверке влияния магнитного взаимодействия зерен на закон приближения к насыщению требует дополнительных исследований.

В настоящей работе было проведено такое исследование на никелевом нетекстурированном образце малого диаметра при более чувствительном методе измерений.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В работе исследовалась зависимость дифференциальной восприимчивости от поля. Был использован метод пульсирующего магнитного поля с применением усилительной аппаратуры.

Таким методом дифференциальная восприимчивость измерялась в работах Акулова и Большой [18], а также Пала [23].

Исследуемый образец помещался в пульсирующее магнитное поле, получаемое наложением переменного поля катушки L_1 на постоянное поле катушки L (см. рис. 1). Колебания намагниченности образца создавали э. д. с. индукции в измерительной катушке I_1 , надетой на образец и включенной последовательно с компенсирующей катушкой I_2 на вход усилителя $У$. Катушки I_1 и I_2 крепились на вставке, плотно входившей в каркас, на который были намотаны катушки L и L_1 . Измерительная катушка имела 15700 витков провода ПЭ Ø 0,07 мм. На выходе усилителя через выпрямитель включался зеркальный галь-

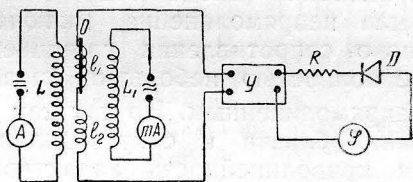


Рис. 1. Принципиальная схема установки.

O—исследуемый образец, L—намагничивающая обмотка, L_1 —модулирующая (подмагничивающая) обмотка, I_1 —измерительная катушка, I_2 —компенсирующая катушка, У—усилитель, D—выпрямитель (диод 6Х 6), G—гальванометр, A—амперметр, mA—миллиамперметр, R—радиосопротивление 2,7 Мом.

На выходе усилителя через выпрямитель включался зеркальный галь-

ванометр G , отклонения которого записывались на фотопленку. Усилитель имел три усилительных каскада, построенных на лампах 6Ж7.

Выход усилителя представлял собой мост, двумя плечами которого являлись лампы 6Ж7 с их катодными сопротивлениями, а двумя другими плечами — анодные сопротивления этих ламп. В диагональ моста (между анодами ламп) включался гальванометр последовательно с выпрямителем и сопротивлением $2,7 \text{ Мом}$. Мост балансировался путем изменения одного из анодных сопротивлений. При появлении переменного напряжения между анодами ламп в цепи гальванометра возникал пульсирующий ток.

Расчет показывает, что если усилитель имеет достаточно хорошую частотную характеристику и прямолинейную амплитудную характеристику, а выпрямитель имеет прямолинейную вольтамперную характеристику, то α — отклонение гальванометра будет пропорционально $\Delta \dot{I}$ — амплитуде колебаний намагниченности образца.

Если на вход усилителя включить катушку без образца (так называемую градуировочную катушку), помещенную в то же пульсирующее магнитное поле, то α_H — отклонение гальванометра в этом случае будет пропорционально ΔH — амплитуде пульсаций поля.

По отклонениям гальванометра α и α_H определится $\frac{\Delta \dot{I}}{\Delta H}$, причем, как показывает расчет,

$$\frac{\Delta \dot{I}}{\Delta H} = \frac{n_2 S_2 \alpha}{4 \pi n_1 S \alpha_H}, \quad (7)$$

где S — сечение образца, n_1 — число витков измерительной катушки, n_2 и S_2 — число витков и сечение градуировочной катушки.

$$\text{При достаточно малых } \Delta H \quad \frac{\Delta \dot{I}}{\Delta H} = \frac{d\dot{I}}{dH} = \chi.$$

Для уменьшения ошибок при определении S_2 градуировочные катушки наматывались в один слой тонким проводом.

Вследствие криволинейности вольтамперной характеристики выпрямителя (диода 6Х6) амплитудная характеристика индикатора была непрямолинейна. Включение последовательно с диодом большого сопротивления улучшает характеристику, но не выпрямляет ее полностью: небольшой начальный участок характеристики остается непрямолинейным. Но так как при измерениях $\Delta \dot{I}$ и ΔH форма колебаний близка к синусоидальной, то можно было ввести поправки на криволинейность характеристики индикатора, воспользовавшись амплитудными характеристиками, снятыми при подаче на вход усилителя синусоидального напряжения от генератора звуковой частоты.

Во время проведения опыта постоянное поле увеличивалось с помощью жидкостного реостата, погружение электродов которого в электролит было синхронизировано с поворотом фотокамеры. Форма электродов обеспечивала линейный рост поля H от угла поворота фотокамеры.

Отклонения гальванометра, пропорциональные $\Delta \dot{I}$, записывались на фотопленку, находящуюся на барабане фотокамеры. Затем на эту же пленку записывались отклонения гальванометра, пропорциональные ΔH .

Для того чтобы величины α , пропорциональные $\Delta \dot{I}$, были достаточно большими (для уменьшения погрешностей при их измерении),

ΔH в процессе опыта увеличивалось с помощью индуктивного реостата, также синхронизированного с поворотом фотокамеры.

Результаты измерений получались в виде магнитограмм. На рис. 2 представлена такая магнитограмма. Здесь ординаты нисходящей кривой соответствуют α -отклонениям гальванометра, пропорциональным ΔI , а ординаты восходящей кривой соответствуют α_H , пропорциональным ΔH .

По оси абсцисс отложено значение намагничивающего поля H .

Вертикальные линии представляют собой отметку определенных значений поля H . Отметка производилась два раза через 22,04 э, затем один раз через 11,02 э и в такой последовательности повторялась.

При обработке магнитограмм по ординатам и (с поправкой на криволинейность характеристики индикатора) находятся значения по формуле (7). Чувствительность установки можно охарактеризовать следующими данными. На образцах диаметром 1 мм при амплитуде пульсаций поля, не превышающей 20 э, установка позволяла измерять дифференциальную восприимчивость $5 \cdot 10^{-4}$. При этом наибольшая ошибка измерений составляла 6%. Такая чувствительность давала возможность производить исследование закона приближения к насыщению на никелевом образце диаметром 0,43 мм в полях до 800 эрстед.

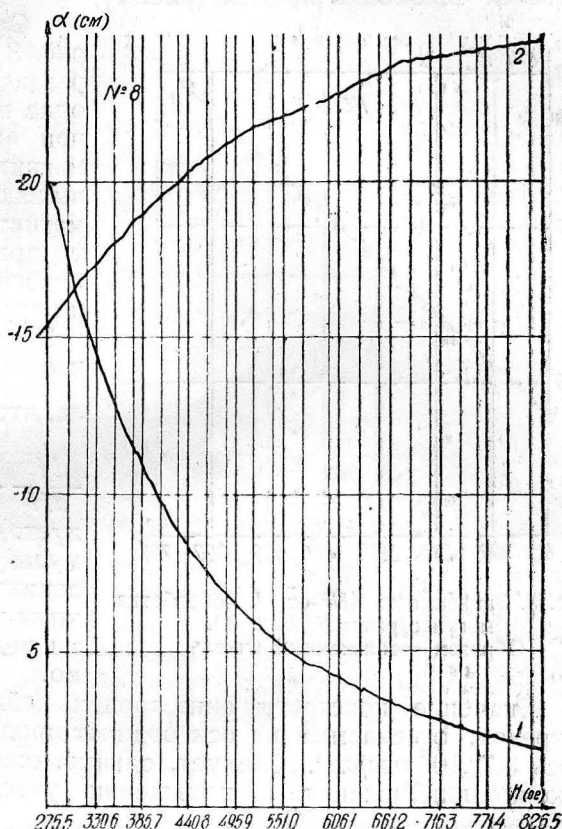


Рис. 2. Магнитограмма № 8. Снята на отоженном никелевом образце. 1—отклонения гальванометра, пропорциональные ΔI ; 2—отклонения гальванометра, пропорциональные ΔH .

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИХ АНАЛИЗ

Для проверки результатов опыта Неля [21] проводились измерения на никелевом образце диаметром 0,43 мм, длиной 125 мм. Для того чтобы избежать текстуры, обычно возникающей при прокатке и протяжке образцов, исследуемый образец вытачивался из цельного куска электролитического никеля. Отжиг проводился многократно в вакууме при температуре 1000°C в течение двух часов с последующим медленным охлаждением. После второго отжига последующие отжики не изменяли результатов измерений. Измерение дифференциальной восприимчивости проводилось при температуре 22°C .

При обработке магнитограмм первоначально предполагалось, что ход дифференциальной восприимчивости достаточно хорошо описывается формулой

$$\chi = \frac{A}{H^2} + \frac{B}{H^3}. \quad (8)$$

(Многие исследователи пользовались такой формой закона приближения к насыщению). График зависимости χH^3 от H действительно оказался близким к прямой (рис. 3).

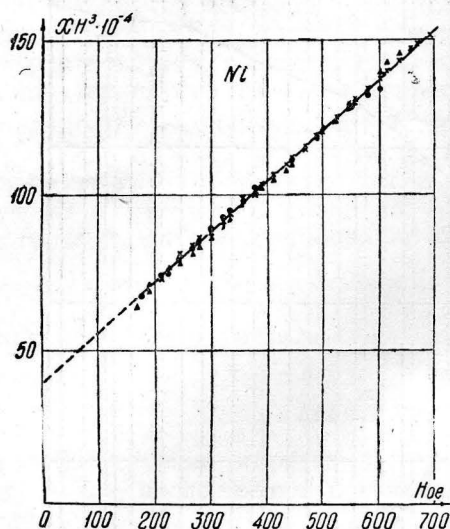


Рис. 3. Зависимость χH^3 от H (обработка магнитограмм № 1, 2, 3). Образец — отожженный никель.

Следует заметить, что на рис. 3 представлены данные трех различных магнитограмм. И хотя одна из этих магнитограмм снята при амплитуде ΔH пульсаций магнитного поля, в 1,5 раза превышающих амплитуды пульсаций магнитного поля, имевших место при снятии двух других магнитограмм, тем не менее графики практически совпадают.

Этот факт указывает на то, что величина ΔH достаточно мала, чтобы считать $\frac{\Delta I}{\Delta H}$ равным

$\frac{dI}{dH}$. Из этого же факта следует, что вывод расчетной формулы сделан в соответствии с данными установки и что поправки на нелинейность характеристики индикатора введены правильно.

Значение константы анизотропии, найденное из коэффициента B (отрезок, отсекаемый на оси ординат продолжением прямой), равнялось $3,7 \cdot 10^4$ эрг/см³. Следует, однако, ожидать, что если в формуле закона приближения к насыщению учесть восприимчивость парапроцесса χ_p и член $\frac{C}{H^4}$, то значение константы K_1 получится несколько иным.

При учете восприимчивости парапроцесса формула закона приближения к насыщению принимает вид

$$\chi = \frac{A}{H^2} + \frac{B}{H^3} + \frac{p}{H^{\frac{1}{2}}}, \quad (9)$$

откуда $\chi H^3 - p H^{\frac{5}{2}} = AH + B$,

где p , согласно литературным данным [3, 6, 7], может быть принято равным 0,01. Зависимость $\chi H^3 - p H^{\frac{5}{2}}$ от H оказалась линейной (рис. 4). Так как более двух коэффициентов обычным графическим способом определить нельзя, то член C учитывался путем последо-

вательного приближения с использованием связи между коэффициентами C , c , B и v .

Согласно (2) и (4), $C = 1,935 \sqrt{\frac{B^3}{I_s}}$.

На рис. 4 представлена последовательность зависимостей $\chi H^3 - p H^{\frac{5}{2}} - \frac{C_i}{H}$ от H , причем значение C_i для каждого графика определено.

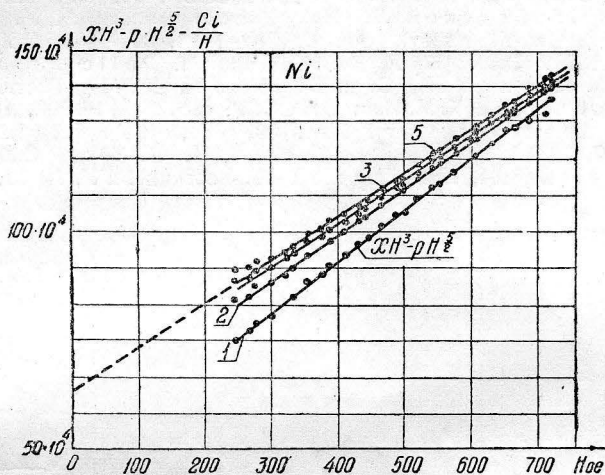


Рис. 4. Зависимость $\chi H^3 - p H^{\frac{5}{2}}$ от H и учет члена $-\frac{C}{H^4}$ путем последовательного приближения. Образец — отожженный никель.

делялось по значению B_i , определенному из предыдущего графика. Всего было проделано пять приближений. Дальнейшее приближение не имело смысла, так как графики практически совпадали, поэтому на рис. 4 график, соответствующий четвертому приближению и лежащий между графиками 3 и 5, выпущен.

Значение константы анизотропии, найденное из последнего графика, равно $4,56 \cdot 10^4$ эрг/см³, что очень хорошо совпадает с данными, полученными на монокристаллах при той же температуре [22].

Из последнего графика было определено значение коэффициента A . Таким образом, для исследуемого образца коэффициенты в законе приближения к насыщению имели следующие значения:

$$A = 11,97 \cdot 10^2; \quad B = 66,14 \cdot 10^4; \quad C = 47,07 \cdot 10^6; \quad p = 0,01.$$

Если ввести поправку согласно теории, учитывающей взаимодействие кристаллитов [20, 21], то значение K_1 в этом случае будет равно $5,18 \cdot 10^4$ эрг/см³ даже без учета членов χ_p и $\frac{C}{H^4}$. Следова-

тельно, исследование закона приближения к насыщению без учета магнитного взаимодействия кристаллитов является надежным методом для определения энергетических констант анизотропии. Учет же магнитного взаимодействия зерен в том виде, в каком это сделано в теории Хольштейна и Примакова, а также Неля, вызывает серьезные сомнения.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Акулов Н. С. *Zs. f. Phys.*, **69**, 822, 1931. [2] Steinhaus, Kussman und Schoen. *Phys. Zs.*, **39**, 777, 1937. [3] H. Polley. *Ann. d. Phys.*, **36**, 625, 1939. [4] R. Gans, *Ann. d. Phys.*, **15**, 28, 1932. [5] Акулов Н. С. и Мирясов Н. З. *ДАН СССР*, **66**, 29, 1949. [6] T. Holstein and H. Primakoff. *Phys. Rev.*, **58**, 1098, 1940. [7] Парфенов В. В. *Изв. АН СССР, сер. физ.*, **16**, 601, 1952. [8] W. Brown. *Phys. Rev.*, **58**, 736, 1940. [9] W. Brown. *Phys. Rev.*, **60**, 139, 1941. [10] Акулов Н. С. и Киренский Л. В., *ЖТФ*, **9**, 1145, 1939. [11] Киренский Л. В., Слободской Л. И. *ДАН СССР*, **69**, 639, 1949. [12] Киренский Л. В. и Слободской Л. И. *ДАН СССР*, **70**, 809, 1949. [13] Киренский Л. В. и Слободской Л. И. *ДАН СССР*, **74**, 457, 1950. [14] Киренский Л. В. и Слободской Л. И. *Ученые записки МГУ*, в. 162, кн. 6, 139, 1952. [15] E. Czerlinsky. *Ann. d. Phys.*, **13**, 80, 1932. [16] A. Kaufman. *Phys. Rev.*, **57**, 1089, 1939. [17] R. Becker und H. Polley, *Ann. d. Phys.*, **37**, 534, 1940. [18] Акулов Н. С. и Большова К. М. *Вестник МГУ*, № 9, 79, 1950. [19] Большова К. М. *Изв. АН СССР, сер. физ.*, **16**, 590, 1952. [20] T. Holstein and H. Primakoff. *Phys. Rev.*, **59**, 388, 1941. [21] L. Neill. *Jorn. de Phys. et Rad.*, **9**, 193, 1948. [22] Киренский Л. В. *Труды Сибирского физико-технич. ин-та*. в. 28, 161, 1949. [23] Пал Л. *Вестник МГУ*, № 12, 49, 1955.

Красноярский пединститут

Поступила в редакцию
10 февраля 1958 г.