

多晶铁磁体趋近饱和律的测试*

李飞熊 张一德 安常福

(兰州大学物理系)

磁性材料在接近饱和时的可逆转动磁化过程,即所谓趋近饱和律,一般地可由下式表
出:

$$\chi = \frac{A}{H^2} + \frac{B}{H^3} + \frac{C}{H^4} + \frac{D}{\sqrt{H}}, \quad (1)$$

式中 χ 是试样处于直流磁场 H 作用下的微分磁化率. 此规律的详细阐述见文献[1,2]. 上
式右边系数 A 决定于材料中的内应力^[3]、气隙、杂质等^[4,5]. 若主要考虑磁晶各向异性,则
对方晶系的多晶体有

$$B = \frac{16}{105} \frac{K_2^2}{M_s}, \quad C = \frac{576}{5005} \frac{K_2^3}{M_s^2}, \quad (2)$$

这里 M_s 为样品的饱和磁化强度, K_2 称为有效磁晶各向异性常数,主要由磁晶各向异性系
数 K_1 决定^[6]. (1) 式中的系数 D 则取决于磁性原子间的交换相互作用.

随着 H 的增强, (1) 式中起主要作用的项依次由方幂较高的 (C) 转移至方幂较低的
(D). 测出四组 (χ, H) 值后就可以确定 A, B, C, D . 它们对于明了材料的磁各向异
性、内应力、晶格缺陷、杂质、气隙等对磁化过程的影响很有助益; 这也提供一个测量磁晶
各向异性的方法.

本文主要报道一套测量强场微分磁化率以研究趋近饱和律的实验装置. 它包括磁化
和测量两部分装置. 所测样品为 5mm 直径 500mm 长的柱状试样. 磁化装置(见图1(a))以
强磁场 (H) 螺线管 I_1 为主,其相互绝缘的线层之间有空隙,容许变压器油环流冷却,故最
高磁场可达到 4500Oe. H 和 M_s 用冲击法测量. 测量 χ 的原理性线路如图 1(b) 所示. 辅

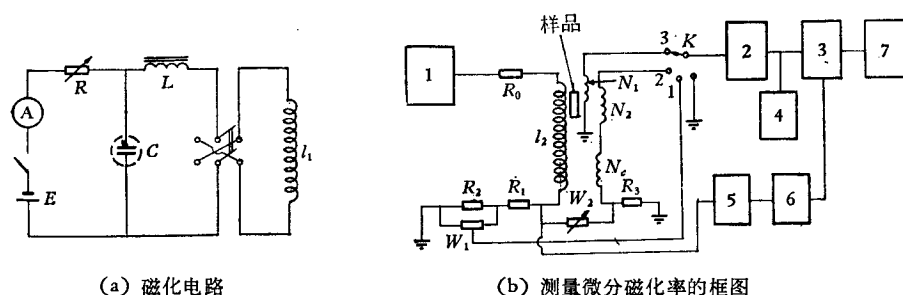


图 1

1 ——振荡器; 2 和 6 ——放大器; 3 ——相敏检波器; 4 ——示波器;
5 ——移相器; 7 ——电压表(或记录仪)

* 1978 年 1 月 10 日收到.

助磁化螺线管 l_2 置于 l_1 的中心, 由音频振荡器 1 供给正弦交变电流, 以产生幅度为 h 的弱交变磁场, 使试样的磁化强度在 H 所确定的稳定值上下作正弦变化, 设其幅度为 m . 测量 h 与 H 的线圈 N_1 和测量 m 与 M_s 的线圈 N_2 绕在同一骨架上, 位于 l_1, l_2 的磁场均匀区的中部.

为直接测量 m , 应将 N_2 中由磁场变化所感应的电动势 e_2 予以抵消. 为此, 将 N_2 与另一补偿线圈 N_c (它也在 l_2 内, 但远离 N_2) 串联反接. 考虑到 N_c 中的感应电压 e_c 并不完全与 e_2 反向 (图 2), 故再经 W_2 和 R_3 组成的分压器由 R_3 引入一与 e_2 位相差 $\pi/2$ 的电压 V_3 到测 m 线圈回路中, 使无样品时 $e_2 + e_c + V_3 = 0$. 这一条件通过下述调节过程而实现: 先让图 1(b) 开关 K 处于位置 1, 调节移相器 5, 使相敏检波器的输出为零, 这表示参考讯号位相与 e_2 同 (纵向). 接着让 K 换向“2”, 此时伏特计 7 的示值正比于 $e_2 - e_c \cos \varphi$, 调节 N_c 的位置 (改变 e_c 大小), 使 $e_2 - e_c \cos \varphi = 0$, 这就得到了纵向平衡; 然后让 K 处于位置“3”, 重调移相器使伏特计指零, 这表示参考讯号与 V_3 同相 (横向), 再让 K 换向“2”, 此时伏特计示数正比于 $V_3 - e_c \sin \varphi$, 调节 W_3 以改变 V_3 而使 $V_3 - e_c \sin \varphi = 0$, 这样又达到横向平衡. 至此, 测 m 回路就达到了完全补偿.

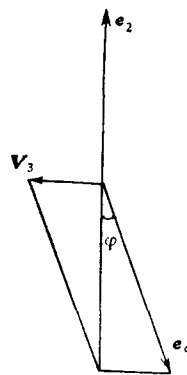


图 2 补偿方法说明

放样品入 N_2 中而测量 χ 时, 参考讯号固定在纵向. 将 K 掷向“3”时, 伏特计示值正比于 h ,

$$E_h = K_h \alpha N_1 S \omega h,$$

式中 K_h 为测 h 时放大器的放大倍数, α 为相敏检波器的解调系数, S 为线圈 N_1 的有效截面积. 将 K 掷向“2”时, 伏特计示值正比于 m 中与 h 同相的分量 m_1 ,

$$E_m = 4\pi K_m \alpha N_2 S_0 \omega m_1,$$

式中 K_m 为测 m 时放大器的放大倍数, S_0 为试样的横截面积. 由此, 磁化率的实数分量为

$$\chi_1 = \frac{N_1 S}{4\pi N_2 S_0} \frac{k E_m}{E_h} \quad \left(k = \frac{K_h}{K_m} \right). \quad (3)$$

在趋近饱和律的研究中, 测量应限制在磁化的动态效应不显著的范围内进行, 此时 χ_1 即 (1) 式的 χ . 这种测 χ 的方法与文献 [7] 相似.

本方法将交变磁场和交变磁化强度引起的感应电动势进行放大, 并采用相敏检波, 使噪声得到抑制, 这就提高了灵敏度; χ 系根据 E_m 与 E_h 的比值决定, 某些误差被消除或减轻, 从而提高了测量精度. 本装置测量频率为 70Hz 与 125Hz; 讯号放大器 2 为选频放大器, 其增益约 80dB; 相敏检波器采用普通二极管推挽电路, 其 $\alpha = 1.7$. $N_1 = 100$ 匝; $N_2 = 10000$ 匝. 此装置测 m 的灵敏度优于 0.5 Maxwell/V. 对于 5mm 直径的样品, 此装置测 χ 的灵敏度优于 $1 \times 10^{-5} \text{Gs/Oe} \cdot \text{V}$. 用此装置在 300—2700Oe 之间对纯 Ni 试样多次测量的结果表明, χ 的偏差在 $\pm 3\%$ 以内, 系数 B 的偏差在 $\pm 5\%$ 以内, 计算的 K_s 的偏差在 $\pm 4\%$ 以内. 对该样品, $M_s = 495 \text{Gs}$, $B = 6.82 \times 10^5 \text{Gs} \cdot \text{Oe}^2$. 据 (2) 式计算得 $K_s = 4.73 \times 10^6 \text{erg/cm}^3$, 与单晶体的测量结果大致相符.

系数 A, B, C, D 的确定方法如下: 在很高的磁场下 (1) 式中 BH^{-3}, CH^{-4} 趋于零,

此时有

$$\chi H^2 = A + DH^{3/2}. \quad (4)$$

由此可定出 D ; 在稍低的磁场区间, BH^{-3} 起作用, 而仍可忽略 CH^{-4} 项. 此时有

$$\left(\chi - \frac{D}{\sqrt{H}}\right)H^3 = AH + B. \quad (5)$$

由此可定出 A, B . 在更低的磁场, 就必须计及 CH^{-4} 项,

$$\left[\left(\chi - \frac{D}{\sqrt{H}}\right)H^2 - A\right]H^2 = BH + C. \quad (6)$$

由此可定出 B, C . 由于 C 正比于 K_c^3 , 故可据此而判定 K_c 的符号.

以上处理适用于金属及热压铁氧体等致密材料. 若材料中含有气孔(或非磁性相), 设气孔率为 ν , 则其饱和磁化强度降低为 M_m , 即 $M_m = (1 - \nu)M_s$. (1) 式变为

$$\chi' = \frac{A'}{H^2} + \frac{B'}{H^3} + \frac{C'}{H^4} + \frac{D'}{\sqrt{H}}, \quad (7)$$

式中 χ' 为含气孔材料的微分磁化率, A', B', C', D' 为按前述方式算得的系数, 它们包含着气孔对磁化强度的影响. 若气孔不引起相互作用能量的明显改变, 则对 A', B', C', D' 作以下修正:

$$A' = (1 - \nu)A_v; B' = (1 - \nu)B_v; C' = (1 - \nu)C_v; D' = (1 - \nu)D_v. \quad (8)$$

而得的 A_v, B_v, C_v, D_v 应当就是致密材料的对应系数, 即 $A_v = A, B_v = B, C_v = C, D_v = D$. 且 B_v, C_v 服从 (2) 式, 即

$$B' = (1 - \nu)^2 \frac{16}{105} \frac{K_c^2}{M_m}; \quad C' = (1 - \nu)^3 \frac{576}{5005} \frac{K_c^3}{M_m}. \quad (9)$$

图 3, 4 绘出了软磁合金 82.7 Ni-13.5Fe-3.8Mo(at%) 的测量结果. 由图 3 得知, 试样在 800Oe 以上很好满足 (4) 式, 用最小二乘法求得 $D = 1.96 \times 10^{-2} \text{Gs} \cdot \text{Oe}^{-1/2}$. 在较低磁场下 (5) 式成立 (图 4), 按最小二乘法求得 $A = 1.21 \times 10^3 \text{Gs} \cdot \text{Oe}$, $B = 6.06 \times 10^3 \text{Gs} \cdot \text{Oe}^2$. 由 (2) 式得 $K_c = 1.56 \times 10^3 \text{erg/cm}^3$.

图 5—7 为铁氧体 $\text{Mg}_{0.51}\text{Zn}_{0.29}\text{Fe}_{2.20}\text{O}_4$ 的测量结果. 图 5 表明, 此试样 D 很小 ($7 \times$

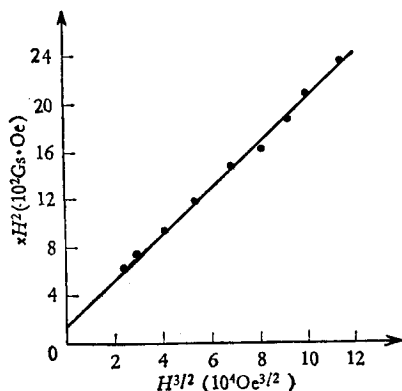


图 3 一种软磁合金试样的 $\chi H^2 - H^{3/2}$ 关系

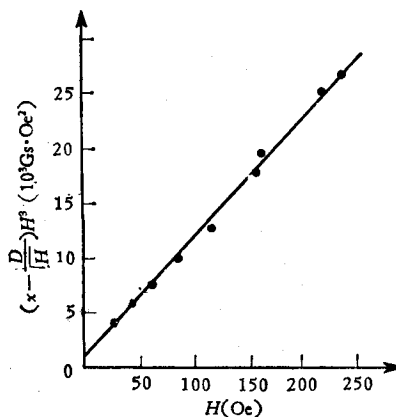


图 4 图 3 试样 $\left(\chi - \frac{D}{\sqrt{H}}\right)H^3 - H$ 关系

$10^{-3}\text{Gs}\cdot\text{Oe}^{-\frac{1}{2}}$), $\frac{D'}{\sqrt{H}}$ 项可略去. 由图 6 得 $A'=3.84\times 10^3\text{Gs}\cdot\text{Oe}$, $B'=1.55\times 10^5\text{Gs}\cdot\text{Oe}^2$.

对此材料, $\nu\sim 3\%$, 按 (9) 式计算, $K_e=1.72\times 10^4\text{erg}/\text{cm}^3$. 图 7 为此样品的 $[\chi'H^2-A']H^2-H$ 关系, 得 $B'=1.4\times 10^5\text{Gs}\cdot\text{Oe}^2$, $C'=-1.3\times 10^7\text{Gs}\cdot\text{Oe}^3$, 据 C' 而得 $K_e=-1.3\times 10^4\text{erg}/\text{cm}^3$.

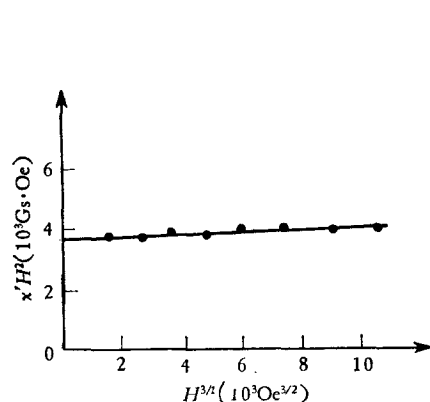


图 5 一种 Mg-Zn 铁氧体 $\chi'H^2-H^{3/2}$ 关系

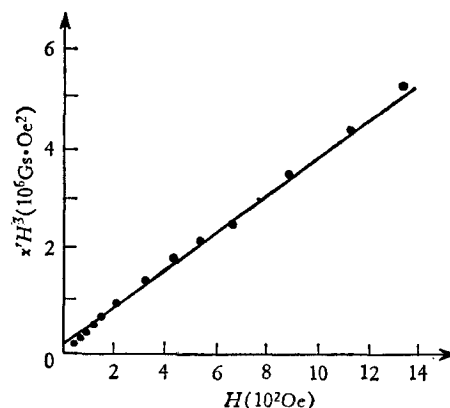


图 6 图 5 试样的 $\chi'H^3-H$ 关系

由 (2) 式知, $CH^{-1}/BH^{-3}=0.755\frac{1}{H}\frac{K_e}{M_s}$, 故 M_s 愈小, K_e 愈大的样品在愈低的磁场

下 CH^{-1} 作用愈大, 这为上述两种样品的实测结果所证实.

在许多工作中, 测量高场磁化曲线的目的在于由 (2) 或 (9) 式确定磁晶各向异性常数. (2) 式对无规取向的多晶体成立; 若材料具有织构, $B-K_e^2$ 间的比例系数将不同于 (2) 式^[8]. 需要看到, 决定 B, C 或 B', C' 的不仅是磁晶各向异性, 内应力 σ 对 B 的贡献为 $\frac{6}{5}\frac{\lambda_s^2\sigma^{2[6]}}{M_s}$, λ_s 是饱

和磁致伸缩系数. 对于像非晶态磁体, 磁晶各向异性趋于零, 内应力成为对 B 的主要贡献^[9]. 某些材料在磁场热处理过程中由于形成方向性有序而获得感生各向异性. 这类材料在从居里点以上缓慢冷下来时, 即便无外磁场作用着, 在其自发磁化区域内部仍可以在磁矩方向形成方向性序 (M -感生各向异性). 假设这一单轴感生各向异性 (K_u) 的方向在不同磁畴中的分布是无规的, 它对

B 的贡献将为 $\frac{8}{15}\frac{K_u^2}{M_s}$. 此外, 气孔、杂质、晶粒边界等对 B, C 亦有大的影响. 因此, 在许

多情况下按趋近饱和律的测量结果所得到的是磁体的有效磁各向异性常数, 它可能与材料的磁晶各向异性常数有较大的出入.

承中国科学院物理研究所潘孝硕同志审阅和讨论, 特致谢意.

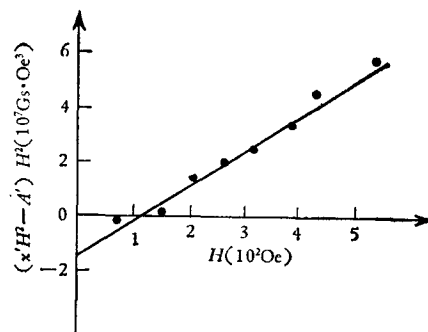


图 7 图 5 试样低磁场范围的 $(\chi'H^2-A')H^2-H$ 关系

参 考 文 献

- [1] 潘孝硕, 物理学报, **9** (1953), 15.
- [2] E. Kneeler, *Ferromagnetismus*, Springer-Verlag (1962), 491; 579.
- [3] D. E. Grady, *Phys. Rev.*, **B4** (1971), 3982.
- [4] L. Neel, *J. Phys. Radium*, **9** (1948), 184.
- [5] E. Schlömann, *J. Appl. Phys.*, **42** (1971), 5798.
- [6] Л. В. Киренский, Л. И. Слободской, *ДАН*, **70** (1950), 809.
- [7] J. E. Knowles, *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, **7** (1974), 91.
- [8] M. Celasco, P. Mazzetti, *IEEE Trans. Magnetics*, Mag-5 (1969), 372.
- [9] J. Schneider, J. Konetzky, *Phys. Status Solidi (a)*, **36** (1976), K77.

A STUDY ON THE LAW OF APPROACHING SATURATION FOR POLYCRYSTALLINE FERROMAGNETICS

LI FEI-XIONG ZHANG YI-DE AN CHANGFU

(Department of Physics, Lanzhou University)

五磷酸钕大晶体的生长*

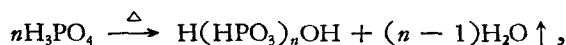
陆宝生 陈焕鑫 陈福生¹⁾

(山东大学晶体生长研究室)

五磷酸钕 ($\text{NdP}_5\text{O}_{14}$ 简称 NdPP) 是目前很有发展前途的一种激光晶体, 其钕离子浓度 (4×10^{21} 厘米⁻³) 比 Nd:YAG 约高三十倍, 但浓度猝灭很小. NdPP 的线宽和发射截面与 Nd:YAG 相似, 所以光学增益比 Nd:YAG 高十几倍. 实验表明, 用该晶体制成的激光器泵浦阈值低, 模特性好, 转换效率高, 可望作为光纤通讯和小型测距机的小型化高效率的光源. 因此, 受到国内外的普遍重视. 但是由于晶体的可用尺寸及质量的限制, 目前尚未达到实用化. 针对这个问题, 我们分析了生长机理, 改进实验装置, 严格地控制溶液的蒸发速率, 生长出 1 厘米左右的光学质量好的 NdPP 大晶体.

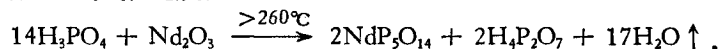
一、晶体生长

NdPP 晶体生长工艺较为简单, 但磷酸体系却很复杂^[1,2]. 温度升高时, 磷酸脱水聚合, 其通式如下:

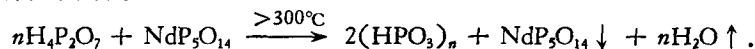


其中 $n = 2, 3, 4 \dots$. 随着温度和水蒸汽分压的变化, 磷酸的聚合度也相应地改变. 制备方法不同, 所得结果也不同. 因此, 探讨溶液随温度变化的规律及 NdPP 的存在状态并加以控制, 是十分重要的.

根据 Miller^[3] 和 Чудина^[4] 的实验结果, 我们认为, 当温度大于 260°C 时, 在 Nd_2O_3 - H_3PO_4 体系中有 $\text{NdP}_5\text{O}_{14}$ 生成:



由于 200°C 以上, 在溶液中存在着大量的焦磷酸 ($\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_7$), 而 NdPP 在焦磷酸中有最大的溶解度, 所以短时间内不会从溶液中析出 NdPP 结晶. 随着温度进一步升高 ($>300^\circ\text{C}$), 焦磷酸逐步脱水, 形成偏磷酸和多聚偏磷酸. NdPP 在偏磷酸和多聚偏磷酸中溶解度很小, 因此在升温或等温蒸发过程中, 由于焦磷酸浓度的降低而使 NdPP 在溶液中逐渐达到过饱和, 最后析出结晶:



从上式可以看出, 要控制 NdPP 的沉积速率, 必须控制焦磷酸的浓度, 也就是在实验上控制多聚磷酸和水的蒸发速率, 这是长好晶体的关键. 从这一分析出发, 我们将原来的生长系统改为较小的系统, 控制了蒸发速率, 得到了满意的结果.

* 1978 年 2 月 20 日收到.

1) 参加实验工作的还有李玉兰、王从先同志.