

05,12

Особенности импульсного перемагничивания высококоэрцитивного материала на основе наночастиц ϵ -Fe₂O₃

© С.И. Попков¹, А.А. Красиков¹, С.В. Семенов¹, А.А. Дубровский¹, С.С. Якушкин²,
В.Л. Кириллов², О.Н. Мартянов², Д.А. Балаев¹

¹ Институт физики им. Л.В. Киренского ФИЦ КНЦ СО РАН,
Красноярск, Россия

² Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
Новосибирск, Россия

E-mail: psi@ksc.krasn.ru

Поступила в Редакцию 17 октября 2019 г.

В окончательной редакции 17 октября 2019 г.

Принята к публикации 17 октября 2019 г.

Магнитная структура полиморфной модификации оксида железа ϵ -Fe₂O₃ является коллинеарной ферримагнитной в диапазоне от комнатной температуры до ~ 150 К. Далее, при уменьшении температуры в ϵ -Fe₂O₃ происходит магнитный переход, сопровождающийся значительным уменьшением коэрцитивной силы H_C , и в области низких температур ϵ -Fe₂O₃ характеризуется сложной несоразмерной магнитной структурой. В данной работе экспериментально исследованы процессы динамического перемагничивания наночастиц ϵ -Fe₂O₃ среднего размера 8 nm в температурном диапазоне 80–300 К, охватывающем различные типы магнитной структуры этого оксида железа. Исследовался объемный материал — ксерогель SiO₂ с внедренными в поры наночастицами ϵ -Fe₂O₃. Для измерения петель магнитного гистерезиса в условиях динамического перемагничивания применена методика импульсных магнитных полей напряженностью H_{\max} до 130 кОе, использующая метод разрядки батареи конденсаторов через соленоид. Коэрцитивная сила H_C при динамическом перемагничивании заметно превосходит H_C для квазистатических условий. Это вызвано процессами суперпарамагнитной релаксации магнитных моментов частиц при импульсном перемагничивании. В диапазоне от комнатной температуры до ~ 150 К скорость изменения внешнего поля dH/dt является основным параметром, определяющим поведение коэрцитивной силы в условиях динамического перемагничивания. Именно такое поведение ожидается для системы однодоменных ферро- и ферримагнитных частиц. Во внешних условиях (при температуре 80 К), когда магнитная структура ϵ -Fe₂O₃ является несоразмерной, коэрцитивная сила при импульсном перемагничивании уже неоднозначно зависит от параметра dH/dt , и в большой степени определяется величиной максимального приложенного поля H_{\max} . Такое поведение, нехарактерное для систем ферримагнитных частиц, уже вызвано динамическими процессами спинов внутри частиц ϵ -Fe₂O₃ при быстром перемагничивании.

Ключевые слова: наночастицы ϵ -Fe₂O₃, динамическое перемагничивание, коэрцитивная сила.

DOI: 10.21883/FTT.2020.03.49003.609

1. Введение

Оксид трехвалентного железа ϵ -Fe₂O₃ является уникальным материалом, с точки зрения магнитных свойств. Существовая только в виде наночастиц размерами до ~ 20 –30 nm, этот полиморф оксида железа демонстрирует коэрцитивную силу H_C порядка 20 кОе при комнатной температуре [1–8], что является рекордом для магнитных наночастиц таких размеров [5]. Это обстоятельство, а также связанное с большой коэрцитивной силой свойство — эффективное поглощение электромагнитных волн в миллиметровом диапазоне [9,10], делают материалы на основе наночастиц ϵ -Fe₂O₃ перспективными для различных практических применений.

Атомы железа в структуре ϵ -Fe₂O₃ занимают четыре неэквивалентные позиции. Согласно недавним работам [11,12], магнитный порядок в ϵ -Fe₂O₃ сохраняется до температур ~ 850 К (упорядочены две из четырех подрешеток атомов Fe [11]). В окрестности ~ 500 К про-

исходит упорядочение уже всех четырех подрешеток в коллинеарную ферримагнитную структуру [11], которая существует в температурном диапазоне до ~ 150 К (магнитожесткая фаза). Однако в диапазоне 80–150 К в результате структурных искажений происходит поэтапный магнитный переход [13,14] в некоторую несоразмерную магнитную структуру [14]. При этом в указанном температурном диапазоне происходит резкое уменьшение коэрцитивной силы. Поэтому, несмотря на двадцатилетнюю историю активных исследований (ϵ -Fe₂O₃ впервые надежно был получен в 1998 г. [15]), ряд вопросов, касающихся понимания магнитной структуры этого оксида остается открытым к настоящему времени. Одной из проблем является магнитное состояние ϵ -Fe₂O₃ в области низких температур (до 80 К).

Импульсное перемагничивание (основной метод, применяемый в данной работе), является частным случаем исследования динамического магнитного гистерезиса

(ДМГ). Последнее подразумевает изучение влияния частоты ν переменного магнитного поля

$$H = H_{\max} \sin(2\pi\nu t) \quad (1)$$

на параметры петли гистерезиса (H_C , площадь петли, и т.п.). Если для объемных материалов динамический гистерезис, в первую очередь, определяется процессами в доменной структуре, то для однодоменных ферро- и ферримагнитных частиц динамический гистерезис связан с релаксационными процессами магнитного момента частицы, и зависит от размеров частиц, их магнитной структуры и магнитной анизотропии [16–18]. Поведение ДМГ связано с приложениями в области гипертермии [19,20] и магнитной памяти [21,22]. Поэтому исследование ДМГ является одной из важных и перспективных методик изучения магнитного состояния в системах наночастиц.

Отметим один факт, существенный при исследовании ДМГ. В обычных установках, генерирующих переменное магнитное поле, есть существенные ограничения на значения максимального приложенного поля H_{\max} и частоты ν . Эти ограничения связаны с мощностью, выделяемой в соленоиде. Поэтому для частот порядка 10^2 – 10^3 Hz трудно достичь величин поля H_{\max} более $\sim 10^3$ Oe. Это обстоятельство затрудняет исследование ДМГ в материалах, характеризующихся большими значениями магнитной анизотропии, поскольку, если H_{\max} существенно меньше поля необратимого поведения намагниченности $H_{\text{ит}}$, то результирующая петля гистерезиса будет частной. Следовательно, и полученные параметры (H_C , остаточная намагниченность) будут, в основном, определяться эффектами частной петли гистерезиса. Альтернативой стандартным методам исследования ДМГ является использование импульсных полей, при которых выделение мощности ограничивается однократным циклом изменения внешнего поля, и появляется возможность увеличивать максимальное приложенное поле до величин порядка сотен кОе.

Для $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ величина $H_{\text{ит}}$ достигает ~ 60 кОе [3,5,23], поэтому исследования динамического перемагничивания наночастиц $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ возможно проводить только с использованием импульсных полей. Ранее нами были исследованы процессы динамического перемагничивания наночастиц $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ среднего размера ~ 10 nm при температурах 300 и 77 K [24]. Зависимости коэрцитивной силы как функции скорости изменения внешнего поля dH/dt были проанализированы на основании теоретической модели для динамического перемагничивания ферромагнитных наночастиц [25,26]. Это позволило однозначно выделить вклад поверхностной магнитной анизотропии в формирование динамических свойств наночастиц данного оксида [24]. Модель [25,26] хорошо описала результаты эксперимента при комнатной температуре, в то время как при 77 K наблюдалось значительное расхождение между теоретической и экспериментальной зависимостями H_C от dH/dt [24]. С целью установления

картины температурной эволюции динамической коэрцитивной силы, а также выявления причин указанного расхождения модели и эксперимента при $T = 77$ K в данной работе проведены исследования импульсного перемагничивания материала на основе наночастиц $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (средний размер ~ 8 nm). Диапазон, в котором проведены измерения, составляет 80–300 K, что охватывает как магнитожесткую фазу (температурный диапазон ее существования 150–500 K), так и сложную (в точности неустановленную к настоящему времени) несоизмерную магнитную структуру при 80 K, формирующуюся после магнитного перехода, происходящего в температурном интервале 80–150 K.

2. Эксперимент

2.1. Приготовление и характеристика образца наночастиц $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ /ксерогель SiO_2

Исследовался образец, содержащий 20 wt.% $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ в матрице ксерогеля SiO_2 . Образец был получен методом, впервые реализованным и подробно описанным в работе [27]. Порошковая дифрактограмма была получена на дифрактометре D8 Advance Bruker (Германия) в излучении $\text{Cu K}\alpha$ при длине волны 1.5418 Å. Микрофотографии частиц были получены с использованием электронного микроскопа JEOL JEM-2010 при ускоряющем напряжении 200 kV с разрешением 1.4 Å.

Согласно данным рентгеноструктурного анализа, все наблюдаемые дифракционные пики принадлежат структуре $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ — см. рис. 1, а. По данным просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (рис. 1, с) было получено, что средний размер частиц составляет 8 nm. Гистограмма распределения частиц по размерам, полученная из большого количества снимков, приведена на рис. 1, б. Кроме того, анализ мессбауровских спектров показал, что других полиморфных модификаций оксида железа, кроме $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$, в образце не содержится [27,28].

Отметим, что образцы, в которых наночастицы $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ содержатся в матрице ксерогеля SiO_2 , представляют собой объемные пластинки сантиметрового размера. Это дает возможность проводить измерения в магнитных полях без специальных мер по фиксации наночастиц, что является необходимым в случае порошкообразных образцов.

2.2. Измерение квазистатических магнитных свойств

Квазистатические магнитные свойства измерялись на вибрационном магнетометре [29] (VSM). Температурные зависимости намагниченности $M(T)$ измерены в условиях охлаждения в нулевом внешнем поле (zero field cooled — ZFC) и охлаждения в поле (field cooled — FC). Полевые зависимости намагниченности $M(H)$ измерены в условиях ZFC. Скорость изменения поля $(dH/dt)_{\text{VSM}}$

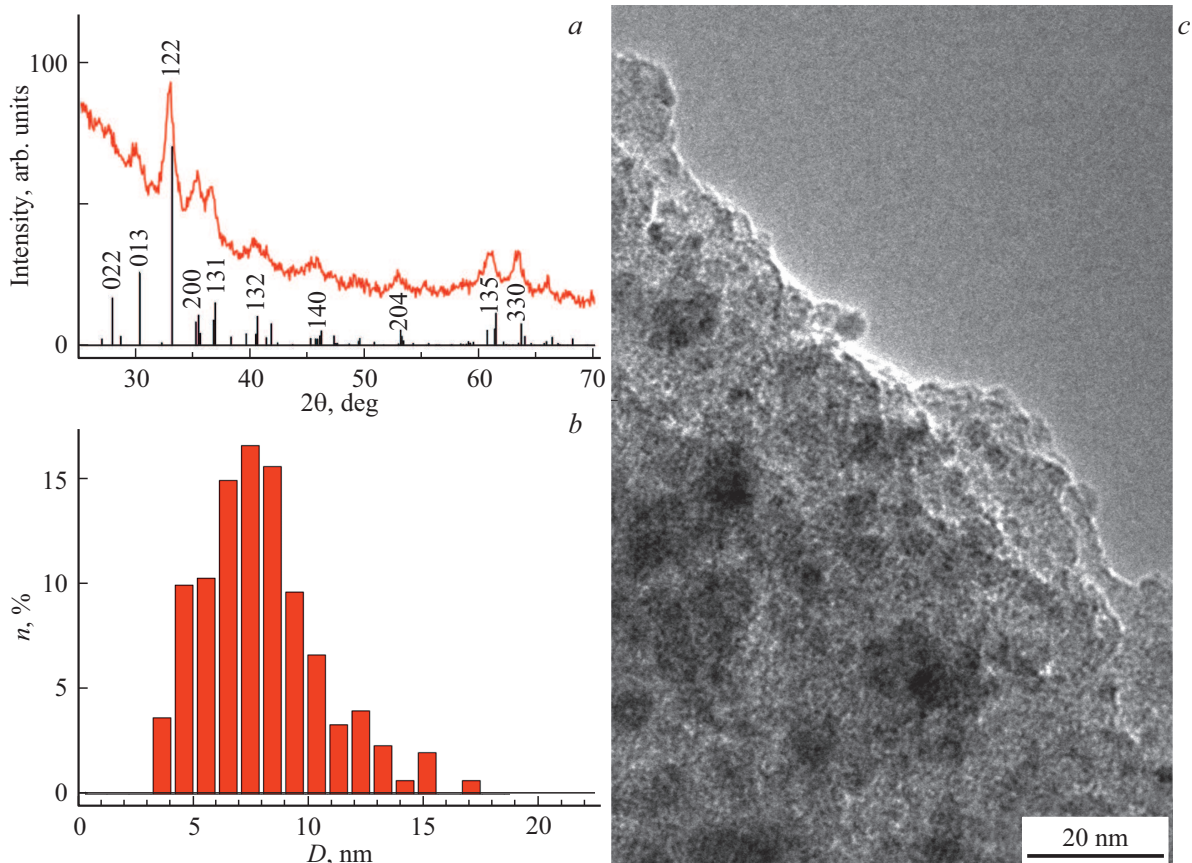


Рис. 1. Дифрактограмма исследованного образца (а), распределение частиц по размерам (b) и типичная микрофотография частиц (с), полученная просвечивающей электронной микроскопией.

при измерении квазистатических петель гистерезиса $M(H)$ составляла ≈ 50 Oe/s. Для получения зависимости H_C от максимального приложенного поля H_{\max} измерялось семейство частных петель гистерезиса с последовательно увеличивающейся величиной H_{\max} . Значения намагниченности нормированы на массу оксида железа в образце.

2.3. Измерение петель ДМГ при импульсном перемангничивании

Для исследований ДМГ использовалась оригинальная установка сильных импульсных полей Института физики им. Л.В. Киренского СО РАН, использующая метод разрядки батареи конденсаторов через соленоид. Обычно колебательный процесс в подобных установках останавливается тиристором после первой полуволны, в то время как для измерения петель гистерезиса намагниченности требуется не менее двух полуволн. Для формирования второй полуволны, в схему установки встречно-параллельно тиристорам были включены диоды. На рис. 2 представлены типичные зависимости поля в соленоиде от времени при различных значениях максимального поля (определяемого напряжением зарядки конденсаторов) и длительности импульса, времени полуволны —

τ_P . Величина τ_P изменялась путем коммутации блоков батареи конденсаторов на различные емкости. Измерения проводились при значениях τ_P , равных 4, 8 и 16 мс.

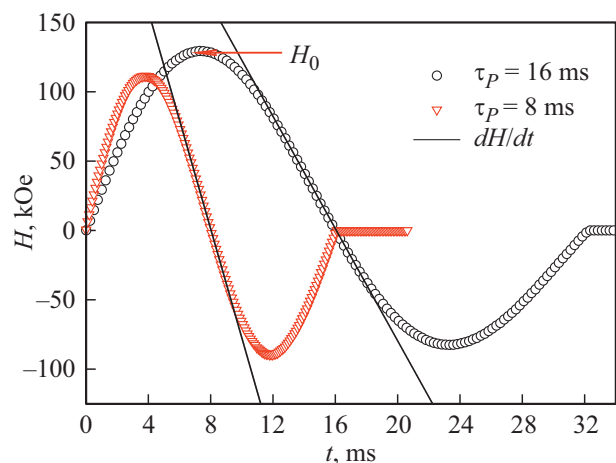


Рис. 2. Примеры типичных зависимостей поля соленоида от времени в импульсной методике при различных значениях максимального приложенного поля H_0 и указанных значениях длительности импульса τ_P . Наклоны прямых линий соответствуют скорости изменения поля dH/dt в момент перемангничивания образца.

Нулевое значение поля в момент $t = \tau_p$ обусловлено закрытием блоков тиристорov.

Для измерения намагниченности использовался индукционный датчик, представляющий собой систему коаксиальных скомпенсированных катушек, в которую помещался образец. Индуцируемый в катушках сигнал усиливался и записывался цифровым запоминающим осциллографом. Измерения проводились в диапазоне температур 80–300 К. При постоянной температуре в каждом последующем измерении величина H_{\max} была больше предыдущей. Данные, полученные в импульсных полях, сопоставлялись по величине намагниченности с петлями гистерезиса, измеренными методикой VSM.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 3 приведены температурные зависимости намагниченности $M(T)$ исследованного образца в режимах ZFC и FC. Наблюдаемое немонотонное поведение зависимостей $M(T)$ (максимумы в окрестности 110–120 К) не является проявлением процессов суперпарамагнитной блокировки. Для частиц $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ размерами 6 нм и более температура суперпарамагнитной блокировки значительно превышает комнатную температуру [23,28,30,31]. Отчетливо видимые на рис. 3 аномалии в окрестности 120 К и изменение характера зависимостей $M(T)$ окрестности 80 К отражают известный для $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ магнитный переход, происходящий в температурном интервале 80–150 К [3,13,14].

Этот магнитный переход проявляется и в температурном поведении коэрцитивной силы. На рис. 4 приведена зависимость $H_C(T)$, полученная из измерений петель магнитного гистерезиса в квазистатических условиях (VSM). Достаточно резкое уменьшение коэрцитивной силы, связанное с магнитным переходом, начинается от ~ 150 К (при понижении температуры). Отметим,

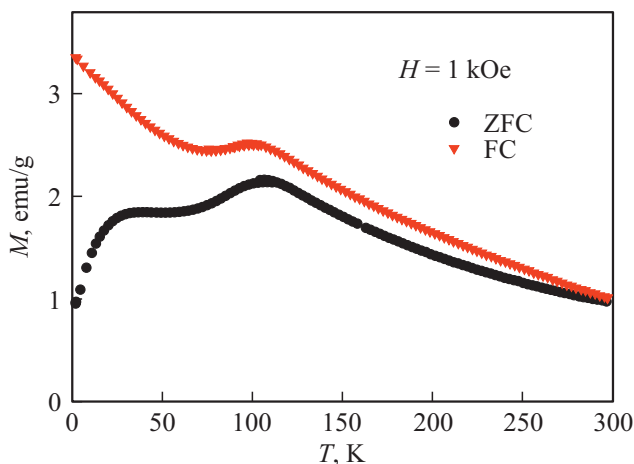


Рис. 3. Температурные зависимости намагниченности $M(T)$ исследованного образца наночастиц $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ в различной и термомагнитной предыстории в поле $H = 1$ kOe (ZFC — охлаждение в нулевом внешнем поле, FC — охлаждение в поле).

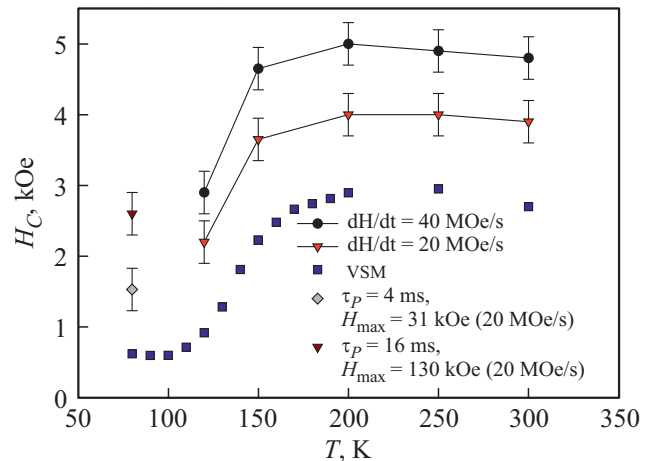


Рис. 4. Температурная эволюция коэрцитивной силы H_C для квазистатических измерений гистерезиса намагниченности (VSM) и при импульсном перемагничивании при приведенных на рисунке параметрах.

что относительно небольшие значения H_C (~ 3 kOe при комнатной температуре) для исследуемого образца определяются достаточно малым размером частиц (8 нм) [5,23,32,33]. Частицы $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ размерами ~ 10 и 20 нм демонстрируют коэрцитивную силу порядка 10 и 20 kOe соответственно [5,33].

При измерениях в импульсном поле (см. рис. 2) регистрируются части петли гистерезиса в диапазонах полей от (i) $H = 0$ до H_{\max} , затем (ii) от H_{\max} до отрицательного значения поля $-H_m$, несколько меньшего $|H_{\max}|$ (затухающие колебания в LCR-контуре), и затем, (iii) от $-H_m$ до нулевого значения поля. Наиболее информативной частью зависимости $M(H)$ этой методики является область (ii), и далее, при анализе данных по импульсному перемагничиванию, мы будем оперировать с этой частью зависимости $M(H)$ (в области отрицательных полей). На рис. 5, a и 6, a приведены типичные гистерезисные зависимости $M(H)$ исследованных образцов, полученные при $T = 80$ К и 300 К соответственно. На этих рисунках совместно приведены данные квазистатической магнитометрии VSM (при $H_{\max} = 60$ kOe) и зависимости $M(H)$, полученные методикой импульсного магнетометра при указанных на рисунках значениях τ_p и H_{\max} . Рис. 5, b и 6, b иллюстрируют типичное поведение петель гистерезиса (рис. 5, b — $T = 80$ К, рис. 6, b — $T = 300$ К) для использованных методик в окрестности начала координат. Петли гистерезиса, полученные при импульсном перемагничивании, заметно шире таковых для методики VSM. Для всех полученных данных при импульсном перемагничивании наблюдается уширение петель гистерезиса как при увеличении H_{\max} , так и при уменьшении времени импульса τ_p . Далее будем оперировать с величиной коэрцитивной силы H_C , в области отрицательных значений поля, полученной, как точка пересечения зависимости $M(H)$ с осью абсцисс в области отрицательных полей.

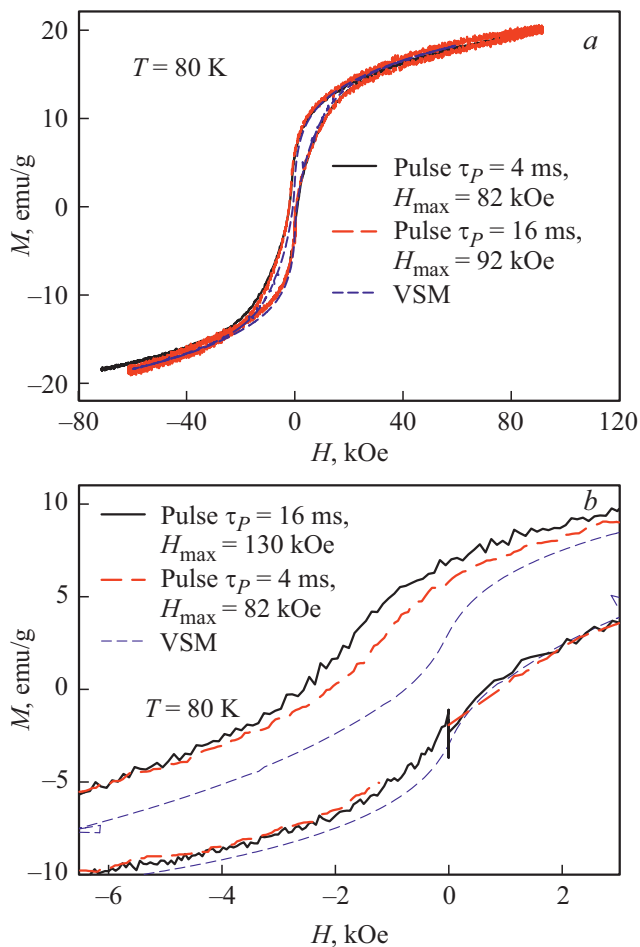


Рис. 5. Типичные петли гистерезиса (a) исследованного образца наночастиц $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$, полученные методикой VSM и в импульсных полях при различных параметрах импульса при температуре 300 К. (b) — поведение зависимостей $M(H)$ в окрестности начала координат. Значения τ_p и H_{\max} , приведены на рисунках.

При теоретическом рассмотрении ДМГ площадь петли гистерезиса определяется (при прочих равных условиях) частотой переменного поля [16,17,25,26] и значением H_{\max} . Оба этих параметра определяют скорость изменения внешнего поля $dH(t)/dt$, что при выполнении гармонического закона (1), приводит к следующему выражению: $dH(t)/dt = 2\pi\nu H_{\max} \cos(2\pi\nu t)$. Если рассматривать только один параметр петли гистерезиса — коэрцитивную силу, то при условии $H_C \ll H_{\max}$ величина dH/dt с хорошей точностью соответствует наклону касательной к зависимости $H(t)$, как показано на рис. 2. В наших экспериментах варьируются значения H_{\max} и τ_p ; в обозначениях, принятых для импульсных методик, $\nu = 1/2\tau_p$ (см. также рис. 2). Следовательно, в окрестности $H = 0$ скорость изменения внешнего поля будет определяться как:

$$dH/dt = H_{\max}/2\tau_p. \quad (2)$$

Сфокусируем внимание на зависимости коэрцитивной силы от dH/dt , а также от варьируемых параметров импульса — τ_p и H_{\max} . Рис. 7 иллюстрирует зависимости H_C от dH/dt и (рис. 7, a, c) H_C от H_{\max} (рис. 7, b, d) для зависимостей $M(H)$ полученных при температурах 80 и 300 К. Для температуры 300 К в координатах H_C , dH/dt данные для двух значений продолжительности импульса укладываются на одну функциональную зависимость — рис. 7, a. Это и дает основание рассматривать наночастицы $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ как однодоменные ферри-магнитные частицы [3,24], и применять к полученным результатам теоретическую модель [25,26], развитую для ферромагнитных частиц. И, как следствие выполнения выражения (2), экспериментальные данные в координатах H_C , H_{\max} разбиваются на две зависимости, соответствующие различным продолжительностям импульса: при $H_{\max} \approx \text{const}$ $H_C(\tau_p = 8 \text{ ms}) > H_C(\tau_p = 16 \text{ ms})$, см. рис. 7, b. Описываемое поведение (однозначность зависимости $H_C(dH/dt)$) имеет место для данных

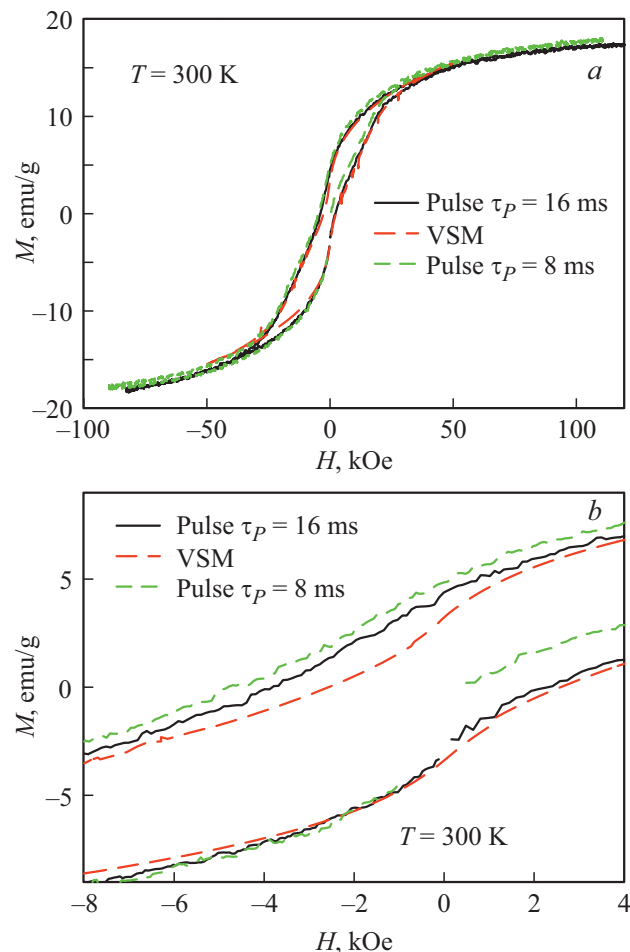


Рис. 6. Типичные петли гистерезиса (a) исследованного образца наночастиц $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$, полученные методикой VSM и в импульсных полях при различных параметрах импульса при температуре 80 К. (b) — поведение зависимостей $M(H)$ в окрестности начала координат. Значения τ_p и H_{\max} , приведены на рисунках.

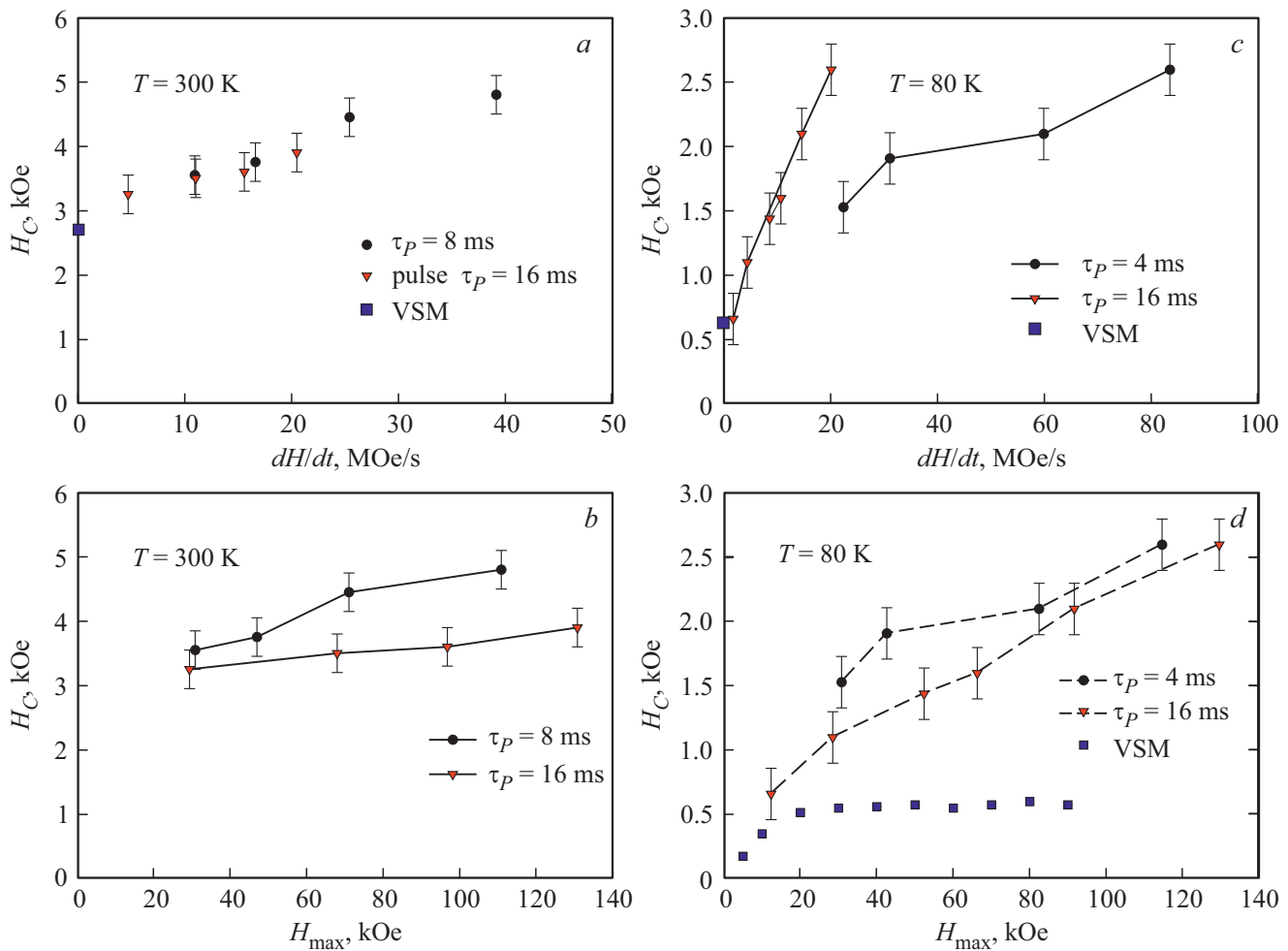


Рис. 7. Поведение коэрцитивной силы H_C при импульсном перемагничивании от параметров dH/dt (a, c) и H_{\max} (b, d) для образца наночастиц $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ при температурах 300 (a, b) и 80 K (c, d) при указанных параметрах значениях времени импульса τ_p . На (b, c, d) данные по одинаковой длительности импульса сгруппированы соединяющими линиями. На (a, c, d) приведены также данные, полученные методикой VSM.

в температурной области от комнатной температуры до 120–150 K. Следовательно, именно скорость перемагничивания dH/dt для ферромагнитных наночастиц является параметром, однозначно определяющим коэрцитивную силу однодоменных ферро- и ферримагнитных наночастиц в процессах динамического перемагничивания.

Для данных, полученных в области ниже магнитного перехода — при 80 K, наблюдается принципиально другое поведение коэрцитивной силы от параметров импульса. Зависимость H_C от dH/dt уже не является однозначной функцией для данных при различных значениях длительности импульса — см. рис. 7, c. Напротив, данные на рис. 7, c разбиваются на две достаточно далеко друг от друга расположенные зависимости для каждого значения τ_p . В то же время, в координатах H_C , H_{\max} группы точек для различных величин τ_p расположены близко друг другу (рис. 7, d), хотя неравенство $H_C(\tau_p = 4 \text{ ms}) > H_C(\tau_p = 16 \text{ ms})$ имеет место. Можно заключить, что для данных, полученных при темпера-

туре 80 K универсального параметра, определяющего коэрцитивную силу, нет.

Поведение, схожее с данными, полученными для температуры 80 K (рис. 7, c, d), наблюдалось нами для антиферромагнитных наночастиц NiO [34] и ферригидрита [35]. В случае наноразмерных частиц антиферромагнетика гистерезис намагниченности обусловлен существованием у таких объектов нескомпенсированного магнитного момента благодаря дефектам структуры и поверхностным эффектам [36–40]. Наличие не одной (антиферромагнитной), а двух, или более магнитных подсистем в антиферромагнитно упорядоченных наночастицах, а также взаимодействие указанных подсистем, могут быть причиной наблюдаемых высоких полей необратимого поведения кривых намагничивания H_{irr} таких объектов [41–43]. Это приводит к тому, что зависимость $H_C(H_{\max})$ для наночастиц антиферромагнетика не выходит на насыщение, и петли магнитного гистерезиса остаются открытыми при $H_{\max} < H_{\text{irr}}$. И, как следствие, в импульсных полях значение максимального

приложенного поля H_{\max} играет большую роль, чем в выражении (2).

Указанная аналогия с антиферромагнитными наночастицами была бы разумным объяснением наблюдаемого поведения для $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$, если признать, что именно дефекты в данном оксиде железа приводят к наличию у частиц магнитного момента. Однако гистерезис намагниченности для частиц $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ размерами более 6 нм наблюдается во всем диапазоне температур (включая и обсуждаемую температуру 80 К). Более того, для квазистационарных условий при 80 К зависимость $H_C(H_{\max})$ выходит на насыщение в полях, порядка 30–40 кОе (данные VSM на рис. 7, d), что не позволяет проводить однозначную аналогию между антиферромагнитными наночастицами и наночастицами $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$. При температурах 80 и 300 К, для которых обсуждаются полученные зависимости $H_C(dH/dt)$ и $H_C(H_{\max})$, магнитная структура $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ различна. Если при комнатной температуре $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ является коллинеарным ферримагнетиком, и поведение гистерезиса намагничивания может быть описано в рамках классического рассмотрения модели Стокера–Вольфарта [44], то после магнитного перехода в диапазоне 80–150 К магнитная структура $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ становится несоразмерной [3,14]. Поэтому можно заключить, что смена магнитной структуры кардинально сказывается на поведении коэрцитивной силы при импульсном перемангничивании.

Вышесказанное объясняет причины несоответствия экспериментальной зависимости $H_C(dH/dt)$, полученной в работе [24] для частиц $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (размер ~ 10 нм) при температуре 77 К и теоретической моделью [25,26], рассматривающей однодоменные ферро- или ферримагнитные частицы. Для систем однодоменных ферро- или ферримагнитных частиц результирующая (гистерезисная) кривая намагничивания связана с процессами выстраивания магнитных моментов всех частиц по полю (конкуренция зеэмановской энергии и энергии магнитной анизотропии). При этом величина магнитного момента отдельной частицы считается неизменной (определяется магнитным упорядочением внутри частицы). Для сложной несоразмерной магнитной структуры вполне возможен и дополнительный вклад — частичный поворот спинов атомов железа уже внутри частицы. И этот процесс может быть динамическим, т.е., угол поворота спинов (с учетом усреднения при хаотической ориентации кристаллографических осей) в несоразмерной магнитной структуре будет существенно зависеть от времени перемангничивания. Тогда логично, что параметр dH/dt не будет основным параметром, определяющим процессы намагничивания и перемангничивания, а время импульса играет большую роль, чем для случая ферримагнитного порядка внутри частицы. Отметим, что в работах [13,45] наблюдались аномальные зависимости АС восприимчивости χ от частоты приложенного поля в области температур 80–100 К: максимум зависимостей $\chi(T)$ смещался в область низких температур с увеличением частоты переменного поля.

Это косвенно подтверждает наши аргументы о том, что именно изменение магнитной структуры приводит к наблюдаемому нетипичному для однодоменных ферримагнитных частиц поведению коэрцитивной силы в условиях динамического перемангничивания.

Температурная эволюция коэрцитивной силы для исследованного образца в условиях импульсного перемангничивания показана на рис. 4. На этом рисунке совместно с зависимостью $H_C(T)$, полученной методикой VSM, приведены данные при значениях dH/dt , равных 20 и 40 МОе/с. Видно, что в диапазоне от комнатной температуры до $\sim 120\text{--}150$ К поведение динамической коэрцитивной силы схоже с таковым для квазистатических условий. Достаточно резкое уменьшение коэрцитивной силы начинается от ~ 150 К (при понижении температуры), и это связано с магнитным переходом. Поскольку для температуры 80 К параметр dH/dt уже не является универсальным для описания динамической коэрцитивной силы, для данной температуры на рис. 4 приведены значения H_C , полученные при $H_{\max} = 31$ и 130 кОе и $\tau_P = 4$ и $\tau_P = 16$ ms соответственно (эти параметры соответствуют величине dH/dt , равной 20 МОе/с).

4. Заключительные замечания

Таким образом, в данной работе экспериментально исследованы процессы перемангничивания наночастиц $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ средним размером 8 нм в импульсных полях в диапазоне температур 80–300 К. В области от комнатной температуры до 150 К, в которой $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ обладает коллинеарной ферримагнитной структурой, имеет место поведение, типичное для однодоменных ферро- и ферримагнитных частиц — коэрцитивная сила увеличивается с ростом скорости изменения поля dH/dt , и именно этот параметр является основным при описании процессов динамического перемангничивания. Температурная эволюция динамической коэрцитивной силы подобна таковой для условий квазистатического перемангничивания. При температуре 80 К, что ниже известного магнитного перехода в $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (происходящего в диапазоне 80–150 К), поведение коэрцитивной силы уже не может быть описано одним параметром dH/dt . Большую, если не решающую роль, здесь играет максимальное приложенное поле H_{\max} . Можно констатировать, что кардинальное изменение магнитной структуры, вызванное магнитным переходом, уже не позволяет рассматривать частицы $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ как однодоменные ферримагнитные. Обнаруженное поведение является отличительной чертой изменения магнитной структуры $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ после магнитного перехода, что важно для понимания магнитной фазовой диаграммы $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

Финансирование работы

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований,

Правительства Красноярского края, Красноярского краевого фонда науки в рамках научного проекта № 18-42-240012: „Перемагничивание магнитных наночастиц в сильных импульсных магнитных полях — новый подход к исследованию динамических эффектов, связанных с процессами намагничивания магнитных наночастиц“.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] J. Tuček, R. Zboril, A. Namai, S. Ohkoshi. *Chem. Mater.* **22**, 6483 (2010).
- [2] L. Machala, J. Tuček, R. Zboril. *Chem. Mater.* **23**, 3255 (2011).
- [3] M. Gich, A. Roig, C. Frontera, E. Molins, J. Sort, M. Popovici, G. Chouteau, D. Martin y Marero, J. Nogues. *J. Appl. Phys.* **98**, 4, 044307 (2005).
- [4] S. Sakurai, S. Kuroki, H. Tokoro, K. Hashimoto, S. Ohkoshi. *Adv. Funct. Mater.* **17**, 2278 (2007).
- [5] S. Ohkoshi, A. Namai, K. Imoto, M. Yoshikiyo, W. Tarora, K. Nakagawa, M. Komine, Y. Miyamoto, T. Nasu, S. Oka, H. Tokoro. *Sci. Rep.* **5**, 14414, (2015).
- [6] S. Ohkoshi, S. Kuroki, S. Sakurai, K. Matsumoto, K. Sato, S. Sasaki. *Angew. Chem. Int. Ed.* **46**, 8392 (2007).
- [7] А.И. Дмитриев, О.В. Коплак, А. Namai, H. Tokoro, S. Ohkoshi, Р.Б. Моргунов. *ФТТ* **56**, 1735 (2014).
- [8] S. Ohkoshi, A. Namai, T. Yamaoka, M. Yoshikiyo, K. Imoto, T. Nasu, S. Anan, Y. Umeta, K. Nakagawa, H. Tokoro. *Sci. Rep.* **6**, 27212, (2016).
- [9] A. Namai, S. Sakurai, M. Nakajima, T. Suemoto, K. Matsumoto, M. Goto, S. Sasaki, S. Ohkoshi. *J. Am. Chem. Soc.* **131**, 1170 (2009).
- [10] S. Ohkoshi, S. Kuroki, S. Sakurai, K. Matsumoto, K. Sato, S. Sasaki. *Angew. Chem. Int. Ed.* **46**, 8392 (2007).
- [11] J.L. García-Muñoz, A. Romaguera, F. Fauth, J. Nogués, M. Gich. *Chem. Mater.* **29**, 9705 (2017).
- [12] Д.А. Балаев, А.А. Дубровский, С.С. Якушкин, Г.А. Бухтиярова, О.Н. Мартыанов. *ФТТ* **61**, 478 (2019).
- [13] M. Kurmoo, J.-L. Rehspringer, A. Hutlova, C. D'Orlans, S. Vilminot, C. Estournes, D. Niznansky. *Chem. Mater.* **17**, 1106 (2005).
- [14] M. Gich, C. Frontera, A. Roig, E. Taboada, E. Molins, H.R. Rechenberg, J.D. Ardisson, W.A.A. Macedo, C. Ritter, V. Hardy, J. Sort, V. Skumryev, J. Nogués. *Chem. Mater.* **18**, 3889 (2006).
- [15] E. Tronc, C. Chaneac, J.P. Jolivet. *J. Solid State Chem.* **139**, 1, 93 (1998).
- [16] N.A. Usov, Yu.B. Grebenshchikov. *J. Appl. Phys.* **106**, 023917 (2009).
- [17] E.L. Verde, G.T. Landi, J.A. Gomes, M.H. Sousa, A.F. Bakuzis. *J. Appl. Phys.* **111**, 123902 (2012).
- [18] J. Carrey, B. Mehdaoui, M. Respaud. *J. Appl. Phys.* **109**, 083921 (2011).
- [19] А.С. Камзин, D.S. Nikam, S.H. Pawar. *ФТТ* **59**, 149 (2017).
- [20] А.С. Камзин. *ФТТ* **58**, 519 (2016).
- [21] А.М. Шутый, Д.И. Семенов. *ФТТ* **61**, 1783 (2019).
- [22] А.М. Шутый, Д.И. Семенов. *ЖЭТФ* **156**, 299 (2019).
- [23] А.А. Dubrovskiy, D.A. Balaev, K.A. Shaykhtudinov, O.A. Bayukov, O.N. Pletnev, S.S. Yakushkin, G.A. Bukhtiyarova, O.N. Martyanov. *J. Appl. Phys.* **118** (2015).
- [24] D.A. Balaev, I.S. Poperechny, A.A. Krasikov, K.A. Shaikhutdinov, A.A. Dubrovskiy, S.I. Popkov, A.D. Balaev, S.S. Yakushkin, G.A. Bukhtiyarova, O.N. Martyanov, Yu.L. Raikher. *J. Appl. Phys.* **117**, 063908 (2015).
- [25] I.S. Poperechny, Yu.L. Raikher, V.I. Stepanov. *Phys. Rev. B* **82**, 174423 (2010).
- [26] I.S. Poperechny, Yu.L. Raikher, V.I. Stepanov. *Physica B* **435**, 58 (2014).
- [27] S.S. Yakushkin, D.A. Balaev, A.A. Dubrovskiy, S.V. Semenov, Yu.V. Knyazev, O.A. Bayukov, V.L. Kirillov, R.D. Ivantsov, I.S. Edelman, O.N. Martyanov. *Ceram. Int.* **44**, 17852 (2018).
- [28] Ю.В. Князев, Д.А. Балаев, В.Л. Кириллов, О.А. Баюков, О.Н. Мартыанов. *Письма ЖЭТФ* **108**, 558 (2018).
- [29] А.Д. Балаев, Ю.В. Бояршинов, М.М. Карпенко, Б.П. Хрусталев. *ПТЭ* **3**, 167 (1985).
- [30] S.S. Yakushkin, A.A. Dubrovskiy, D.A. Balaev, K.A. Shaykhtudinov, G.A. Bukhtiyarova, O.N. Martyanov. *J. Appl. Phys.* **111**, 44312 (2012).
- [31] I. Edelman, J. Kliava, O. Ivanova, R. Ivantsov, D. Velikanov, V. Zaikovskii, E. Petrakovskaja, Y. Zubavichus, S. Stepanov. *J. Non-Cryst. Solids* **506**, 68 (2019).
- [32] O.S. Ivanova, R.D. Ivantsov, I.S. Edelman, E.A. Petrakovskaja, D.A. Velikanov, Y.V. Zubavichus, V.I. Zaikovskii, S.A. Stepanov. *J. Magn. Magn. Mater.* **401**, 880 (2016).
- [33] Д.А. Балаев, С.С. Якушкин, А.А. Дубровский, Г.А. Бухтиярова, К.А. Шайхутдинов, О.Н. Мартыанов. *Письма ЖТФ* **42**, 23 (2016).
- [34] D.A. Balaev, A.A. Krasikov, A.A. Dubrovskii, A.D. Balaev, S.I. Popkov, V.L. Kirillov, O.N. Martyanov. *J. Supercond. Nov. Magn.* **32**, 405 (2019).
- [35] Д.А. Балаев, А.А. Красиков, Д.А. Великанов, С.И. Попков, Н.В. Дубынин, С.В. Столяр, В.П. Ладыгина, Р.Н. Ярославцев. *ФТТ* **60**, 1939 (2018).
- [36] S. Mørup, D.E. Madsen, C. Fradsen, C.R.H. Bahl, M.F. Hansen. *J. Phys.: Condens. Matter* **19**, 213202 (2007).
- [37] Yu.L. Raikher, V.I. Stepanov. *J. Phys.: Condens. Matter.* **20**, 204120 (2008).
- [38] D.A. Balaev, A.A. Krasikov, A.A. Dubrovskiy, S.I. Popkov, S.V. Stolyar, O.A. Bayukov, R.S. Iskhakov, V.P. Ladygina, R.N. Yaroslavtsev. *J. Magn. Magn. Mater.* **410**, 71 (2016).
- [39] S.I. Popkov, A.A. Krasikov, D.A. Velikanov, V.L. Kirillov, O.N. Martyanov, D.A. Balaev. *J. Magn. Magn. Mater.* **483**, 21 (2019).
- [40] S.I. Popkov, A.A. Krasikov, A.A. Dubrovskiy, M.N. Volochaev, V.L. Kirillov, O.N. Martyanov, D.A. Balaev. *J. Appl. Phys.* **126**, 103904 (2019).
- [41] R.H. Kodama, A.E. Berkowitz. *Phys. Rev. B* **59**, 6321 (1999).
- [42] N.J.O. Silva, A. Millan, F. Palacio, E. Kampert, U. Zeitler, V.S. Amaral. *Phys. Rev. B* **79**, 104405 (2009).
- [43] D.A. Balaev, A.A. Krasikov, A.A. Dubrovskiy, S.I. Popkov, S.V. Stolyar, R.S. Iskhakov, V.P. Ladygina, R.N. Yaroslavtsev. *J. Appl. Phys.* **120**, 183903 (2016).
- [44] E.C. Stoner, E.P. Wohlfarth. *Philos. Trans. Roy. Soc. London. A* **240**, 599 (1948).
- [45] P. Brázda, D. Nižánsky, J.-L. Rehspringer, J.P. Vejravová. *J. Sol-Gel Sci. Technol.* **51**, 78 (2009).

Редактор К.В. Емцев