

Электромагнитные свойства Mn-Zn ферритов, модифицированных низкоэнергетическим электронным пучком

В. В. Каранский, С. В. Смирнов, А. С. Климов, Е. В. Саврук

Исследованы электромагнитные характеристики двухслойных градиентных структур Mn-Zn ферритов, полученные электронно-лучевой обработкой. Проведен теоретический анализ и экспериментальное исследование полученных структур «немагнитный проводник–феррит», характеризующиеся повышением коэффициента затухания и уменьшением коэффициента отражения электромагнитной волны в 1,3–1,6 раза. Показана возможность получения тонких приповерхностных слоев, обедненных цинком, с повышенной электропроводностью.

Ключевые слова: Mn-Zn феррит, электронно-лучевая обработка, электромагнитные характеристики, коэффициент затухания, коэффициент отражения.

Ссылка: Каранский В. В., Смирнов С. В., Климов А. С., Саврук Е. В. // Прикладная физика. 2020. № 2. С. 71.

Reference: V. V. Karansky, S. V. Smirnov, A. S. Klimov, E. V. Savruk, Appl. Phys., No. 2, 71 (2020)

Введение

Марганец-цинковые ферриты находят применение не только в электро- и радиотехнике, но и во многих других областях науки и техники, причем диапазон их применения постоянно расширяется [1, 2]. Особое внимание ферритам уделяется в медицине и экологии, в частности как устройствам, обеспечивающим защиту от электромагнитного излучения приемо-передающей и диагностической аппаратуры. Из множества защитных материалов Mn-Zn ферриты-шпинели по совокупности электрических, магнитных и эксплуатационных свойств наиболее полно удовлетворяют предъявляемым требованиям к радиопогло-

щающим материалам, не менее важным является и экономический аспект их применения [3]. Кроме того, керамическая технология производства ферритовых изделий позволяет получать защитные устройства практически любой формы и размеров.

Для повышения эффективности устройств, в последнее время ферритовым материалам стали придавать новые свойства путем создания градиентных или текстурированных структур, например «немагнитный проводник–феррит» [4]. Данные структуры могут быть эффективно использованы в качестве защитных элементов не только в низкочастотном радиодиапазоне, но и в СВЧ-диапазоне в полосе от 1 до 10 ГГц. Ферритовые изделия с градиентной структурой могут быть получены при обработке их поверхности с помощью низкоэнергетического электронного пучка, генерируемого источником электронов с плазменным катодом в форвакуумной области давлений [5]. Энергию электронов, а также ток пучка, генерируемого таким источником, можно независимо изменять в широких пределах, что позволяет регулировать удельную мощность облучения и задавать температуру поверхности при элек-

Каранский Виталий Владиславович, аспирант.
Смирнов Серафим Всеволодович, профессор, д.т.н.
Климов Александр Сергеевич, профессор, д.т.н.
Саврук Елена Владимировна, доцент, к.т.н.
Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники.
Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 40.
E-mail: karanskii_vitali@mail.ru

Статья поступила в редакцию 28 апреля 2020 г.

© Каранский В. В., Смирнов С. В., Климов А. С., Саврук Е. В., 2020

тронно-лучевой обработке. Подобные источники находят широкое применение для модификации поверхности металлических и изоляционных материалов [6]. Одним из важнейших преимуществ плазменных источников перед термоэмиссионными, является их способность работать в кислородсодержащей атмосфере при давлении в рабочей камере до 100 Па. Возможность управления содержанием кислорода в камере позволяет свести до минимума потери материалом кислорода и тем самым уменьшить процесс деферритизации поверхностного слоя Mn-Zn феррита [7, 8]. Кроме того, плазменные источники электронов позволяют получать пучки различного размера и конфигурации, что позволяет проводить обработку поверхности изделий площадью до 100 см² и более. Поскольку энергия электронов в пучке, как правило, не превышает 20 кэВ, то механизм воздействия пучка на материал носит преимущественно тепловой характер. Высокая удельная мощность электронного пучка (до 10⁵ Вт/см²) позволяет нагреть только поверхностный слой материала толщиной порядка 0,1–1 мм даже до температуры плавления. При охлаждении

этот слой вторично кристаллизуется с образованием новой структуры и новых фаз, в том числе и фаз с повышенной электропроводностью [9].

Целью настоящей работы является исследование процесса получения градиентных, текстурированных ферритовых материалов путем обработки их поверхности плазменным источником электронов, а также в определении степени влияния электронно-лучевой обработки на радиопоглощающие свойства материала.

Материалы

В работе были исследованы стандартные образцы Mn-Zn феррита марки НМ2000 Mn_{0,6}Zn_{0,4}Fe₂O₃. Образцы были в виде шайб с диаметром 16 мм и толщиной 5 мм. Выбор материала для исследований обусловлен его относительно высокой начальной относительной магнитной проницаемостью, высокой поглощающей способностью в высокочастотном диапазоне электромагнитных волн. Состав и основные электрические параметры феррита представлены в таблице.

Таблица

Основные электромагнитные параметры используемых ферритов [10]

Марка феррита	Начальная магнитная проницаемость	Критическая частота, МГц, при tgδ = 0,1	Параметры петли гистерезиса		Удельное электрическое сопротивление, Ом·м
			B _s , Т	H _c , А/м, не более	
2000НМ	1700–2500	0,5	0,39	24	0,5

Техника и методика эксперимента

Обработка поверхности образцов проводилась на электронно-лучевой установке, схема которой представлена на рис. 1.

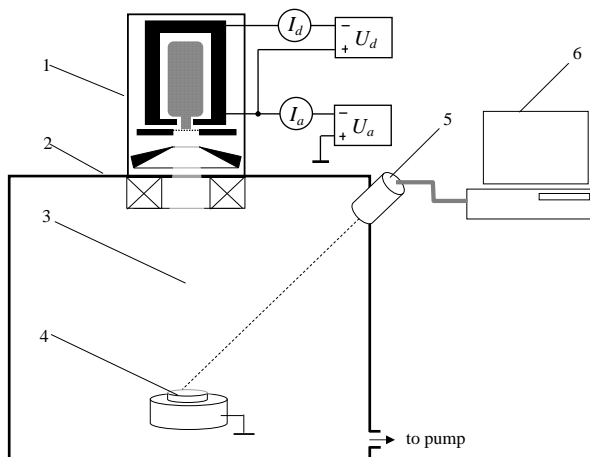


Рис. 1. Схема эксперимента по электронно-лучевому облучению ферритов: 1 – плазменный источник электронов; 2 – вакуумная камера; 3 – электронный пучок; 4 – облучаемый образец; 5 – пирометр; 6 – компьютер.

Для генерации электронного пучка применялся форвакуумный плазменный электронный источник, позволяющий формировать электронный пучок диаметром менее 1 мм и с плотностью мощности до 10^5 Вт/см². В качестве источника электронов использовалась плазма тлеющего разряда с полым катодом. Специальная конструкция ускоряющего промежутка электронного источника позволяла формировать непрерывный электронный пучок с током до 100 мА при давлениях в источнике и вакуумной камере 5–20 Па. Основная особенность используемого источника заключалась в возможности непосредственной обработки низкопроводящих материалов, таких как керамика, стекло, полимеры. Ионизация газовой среды вакуумной камеры электронами пучка приводит к образованию плотной пучковой плазмы, которая служит нейтрализатором отрицательного заряда приносимого электронами пучка на облучаемую поверхность. Снижение зарядки поверхности позволяет эффективно осуществлять ее нагрев.

Фокусировка пучка магнитным полем, создаваемым короткофокусной катушкой, позволяла изменять плотность мощности пучка в зоне обработки мишеней от 200 до 850 Вт/см², чего оказалось достаточно для нагрева поверхности феррита до 1350 К. При обработке

диаметр электронного пучка устанавливался на несколько миллиметров больше диаметра облучаемой ферритовой мишени, что позволяло более равномерно осуществлять электронно-лучевое воздействие на всю площадь феррита. Расстояние от электронного источника до образца составляло 25 см.

Исследования микроструктуры и состава поверхности образцов проводились с помощью оптического микроскопа и растрового электронного микроскопа HitachiTM-1000, оснащенного системой энергодисперсионного анализа. Контроль температуры поверхности образца осуществлялся с помощью оптического пирометра RaytekMarathon 5. С целью уменьшения термических напряжений в материале процесс обработки проводился по оптимизированному режиму: медленный нагрев со скоростью 100 °С/мин, затем, при достижении заданной температуры, выдержка в течение 10 минут. В данной работе представлены результаты исследований структуры и свойств материалов, полученных при нагреве поверхности до температур 1200 °С и 1350 °С.

Результаты эксперимента

На рисунке 2 представлены микроструктуры поверхности исходного феррита, до и после электронно-лучевой обработки.

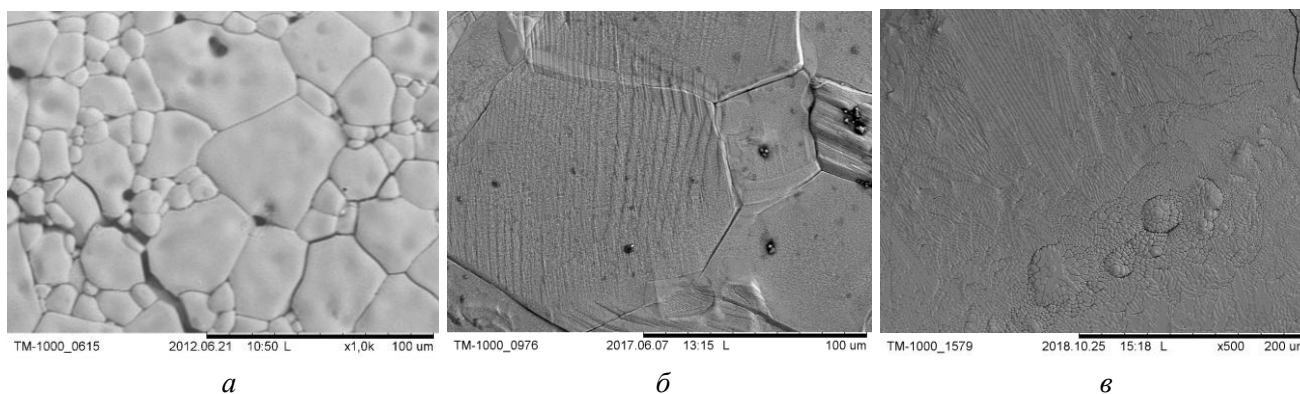


Рис. 2. Микроструктура поверхности марганец-цинковых ферритов до обработки (а), после электронно-лучевой обработки низкоэнергетическим пучком при температуре поверхности 1200 °С (б) и 1350 °С (в).

Из анализа микроструктуры следует, что при температуре поверхности 1200 °С в материале происходит вторичная собирательная кристаллизация, приводящая к укрупнению размера зерен, за счет поглощения крупными зернами более мелких зерен [6]. В результате происходит уменьшение площа-

ди межзеренных границ и соответственно, уменьшение пористости материала. При дальнейшем увеличении температуры до 1350 °С на поверхности появляется жидкая фаза, с толщиной зоны расплава порядка 50–100 мкм, в которой при кристаллизации, наряду со шпинельной фазой появляется и фаза α -Fe₂O₃

(гематит). Шпинельная фаза выпадает в виде дендритных структур, а $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ в виде удлиненных призматических кристаллов. Анализ элементного состава поверхностного слоя энергодисперсионным методом показал, что в процессе электронно-лучевой обработки наблюдается частичная потеря ферритом цинка. Эксперименты показывают, что скорость испарения цинка тем выше, чем больше температура поверхности и меньше давление кислорода над образцом. Толщина обедненного цинком слоя также зависит и от времени обработки. Так при температуре поверх-

ности $1200\text{ }^\circ\text{C}$ и обработке в течение 10 минут она составляет $15\text{--}20\text{ }\mu\text{m}$, а при температуре $1350\text{ }^\circ\text{C}$ уже порядка $50\text{ }\mu\text{m}$. При полной потере цинка, процесс вторичной кристаллизации может быть рассмотрен по диаграмме состояния системы $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{--Mn}_2\text{O}_3$ (рис. 3) [11].

До температуры $1000\text{ }^\circ\text{C}$ в поверхностном слое содержится только шпинельная фаза, но при дальнейшем повышении температуры, после вторичной кристаллизации кроме шпинельной фазы образуется гематит $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, что и подтверждается рисунком 4.

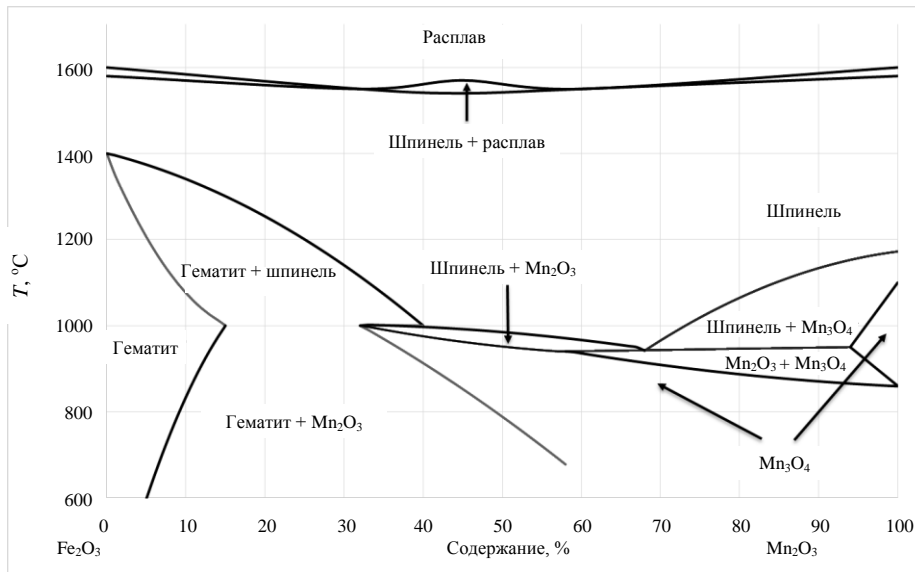


Рис. 3. Диаграмма состояния системы $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{--Mn}_2\text{O}_3$.

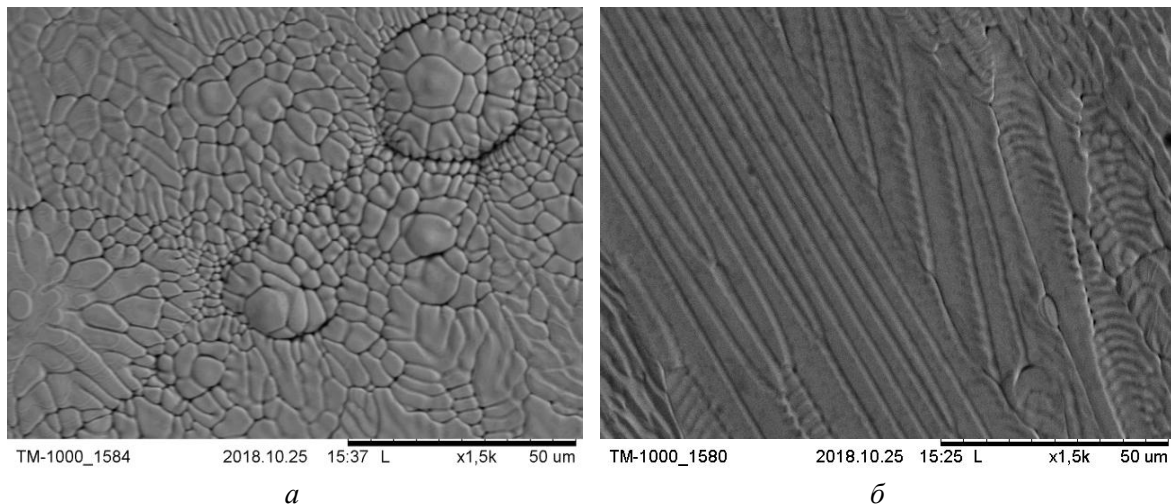


Рис. 4. Увеличенные фрагменты рисунка 2в: а – дендриты шпинельной фазы; б – призматические кристаллы $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

Изменения элементного и фазового состава приводят и к изменению электрофизических характеристик поверхностного слоя фер-

рита. Так его магнитная проницаемость, из-за потери цинка и деферритизации уменьшается в 4–5 раз, а электропроводность увеличивает-

ся более чем в 200 раз [7, 12]. На рисунке представлено изменение электропроводности феррита при электронно-лучевой обработке.

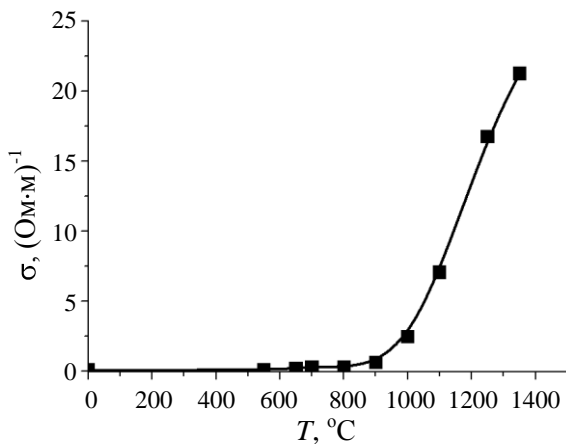


Рис. 5. Зависимость электропроводности феррита от температуры электронно-лучевой обработки.

Увеличение электропроводности феррита при электронной обработке связывают с потерей кислорода и образованием анионных вакансий, а также с восстановлением Fe³⁺ до Fe²⁺ [13]. Появление на поверхности ферритового изделия слоя с повышенной электропроводностью существенно влияет на процессы отражения и поглощения высокочастотной электромагнитной волны.

Распространение электромагнитной волны и её взаимодействие с ферритом может быть оценено посредством его волнового сопротивления, в заданном диапазоне частот, которое, в свою очередь, определяется комплексными параметрами ε и μ [14]. Комплексный коэффициент отражения электромагнитной волны от поверхности материала, возможно, определить как:

$$r = \frac{1 - Z_1}{1 + Z_1} = \frac{\sqrt{\epsilon_a} - \sqrt{\mu_a}}{\sqrt{\epsilon_a} + \sqrt{\mu_a}}, \quad (1)$$

а энергетический коэффициент отражения

$$R = |r|^2 = \left| \frac{1 - Z_1}{1 + Z_1} \right|^2, \quad (2)$$

где $\epsilon_a = \epsilon\epsilon_0$ – комплексная диэлектрическая проницаемость; $\mu_a = \mu\mu_0$ – комплексная маг-

нитная проницаемость, а $Z_1 = \sqrt{\frac{\mu_a}{\epsilon_a}}$ – волновое сопротивление.

Изменение диэлектрической проницаемости материала $\epsilon_a(\omega)$ с частотой при увеличении его электропроводности происходит в соответствии с формулой Друде:

$$\epsilon_a(\omega) = \epsilon_\infty - \frac{i\sigma}{\epsilon_0\omega}, \quad (3)$$

где σ – электропроводность материала, а ϵ_∞ – действительная часть диэлектрической проницаемости.

Коэффициент затухания электромагнитной волны α в проводящей магнитной среде определяется как:

$$\alpha = \omega \sqrt{\frac{\epsilon_a \mu_a}{2} \left(\sqrt{1 + \left(\frac{\sigma}{\omega \epsilon_a} \right)^2} - 1 \right)}. \quad (4)$$

Но в нашем случае, увеличение электропроводности феррита происходит не во всем объёме, а только в тонком слое значительно меньшем, чем толщина скин-слоя, следовательно, основная часть электромагнитной энергии проходит через слой с повышенной электропроводностью вглубь материала. Так как электрофизические свойства слоя существенно отличаются от свойств основного материала, то от границы раздела «слой с повышенной электропроводностью и пониженной магнитной проницаемостью» – основной ферритовый материал происходит отражение электромагнитной волны. Если известны величины волновых сопротивлений слоя Z₂ и исходного материала Z₁, то коэффициент отражения определяется как

$$R_{12} = |r_{12}|^2 = \left(\frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2} \right)^2. \quad (5)$$

Измерения полученных образцов методом четвертьволнового коаксиального резонатора [14] на частоте от 1 до 2,5 ГГц показали, что коэффициент отражения такой системы уменьшается, а коэффициент затухания в них увеличивается в 1,3–1,6 раза. Этот результат подтверждает предположение о влиянии на поглощение электромагнитной волны, в слое с

повышенной электропроводностью, вследствие отражения от границы раздела этого слоя с основным ферромагнитным материалом.

Заключение

Таким образом, в данной работе показано, что обработка поверхности Mn-Zn феррита плазменным источником низкоэнергетических электронов позволяет создать тонкий, обедненный цинком слой с повышенной электропроводностью, а также продемонстрирована возможность, в полученной таким образом двухслойной структуре, повышения коэффициента затухания и уменьшения коэффициента отражения электромагнитной волны в 1,3–1,6 раза. Созданные, предложенным методом, двухслойные структуры типа «немагнитный проводник–феррит» перспективны для использования в качестве защитных как от низкочастотных, так и высокочастотных электромагнитных полей.

*Работа выполнена при поддержке
Министерства науки и высшего
образования РФ
(номер проекта FEWM-2020-0040).*

ЛИТЕРАТУРА

1. Goldman A. Modern ferrite technology. – Pittsburgh: Springer Science+Business Media. Inc., 2006.
2. Шольц Н. Н., Пискарев К. А. Ферриты для радиочастот. – М.: Энергия, 1966.
3. Адреев В. Г., Меньшова С. Б., Костишин В. Г. и др. // Известия ВУЗов. Материалы электронной техники. 2015. Т. 18. № 4. С. 261.
4. Бутько Л. Н., Бучельникова В. Д., Бычков И. В. // Вестник Челябинского государственного университета. 2010. № 24 (205). Физика. Вып. 8. С. 50.
5. Саврук Е. В., Смирнов С. В., Климов А. С. // Доклады ТУСУР. 2012. № 2 (26). Ч. 2. С. 172.
6. Бурдовицин В. А., Бакеев И. Ю., Зенин А. А. и др. // Доклады ТУСУР. 2016. Т. 19. № 2. С. 5.
7. Саврук Е. В., Смирнов С. В. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2011. Т. 77. № 6. С. 32.
8. Каранский В. В., Климов А. С. // Прикладная физика. 2017. № 6. С. 72.
9. Karansky V. V., Klimov A. S., Smirnov S. V. // Vacuum. 2020. Vol. 173. P. 109115.
10. Верещагин В. И., Плетнев П. М., Суржиков А. П., Федоров В. Е. Модифицированная керамика с перовскитовыми и шпинелевыми фазами. – Новосибирск: Наука; Томск: Издательство ТПУ, 2008.
11. Shiohara Y., Goodilin E. A. // Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths. 2000. P. 67–227.
12. Конаев А. В., Мокляк В. В., Бушкова В. С. // Scientific Journal «Science Rise». 2015. № ½ (6). P. 89.
13. Nakamura T., Okano Y. // Journal de Physique IV Colloque. 1997. P. 101.
14. Доценко О. А., Суляев В. И., Вагнер Д. В., Кочеткова Т. // Доклады ТУСУР. 2012. № 2 (26). Ч. 2. С. 59.

PACS: 52.59.-f, 77.84.-s

Electromagnetic properties of Mn-Zn ferrites modified by a low-energy electron beam

V. V. Karansky, S. V. Smirnov, A. S. Klimov, and E. V. Savruk

Tomsk State University of Control System and Radioelectronics
40 Lenin av., Tomsk, 634050, Russia

Received April 28, 2020

The electromagnetic characteristics were investigated of two-layer gradient structures of Mn-Zn ferrites obtained by electron beam treatment. The theoretical analysis and experimental study were performed showed that the structures «non-magnetic conductor–ferrite» are characterized by an increase in attenuation coefficients and a decrease in the reflection coefficients of the electromagnetic wave by 1.3–1.6 times. The possibility of obtaining thin near-surface layers depleted of zinc with increased electrical conductivity is shown.

Keywords: Mn-Zn ferrite, electron beam processing, electromagnetic capability, attenuation coefficient, radiant reflectance.

REFERENCES

1. A. Goldman, *Modern ferrite technology*. (Pittsburgh: Springer Science+Business Media. Inc. 2006).
2. N. N. SHol'c and K. A. Piskarev, *Ferrity dlya radiochastot* (Energiya, Moscow, 1966) [in Russian].
3. V. G. Adreev, S. B. Men'shova, V. G. Kostishin et.al., *Izvestiya VUZov. Materialy elektronnoy tekhniki* **18** (4), 261 (2015) [in Russian].
4. L. N. But'ko, V. D. Buchel'nikova, and I. V. Bychkov, *Vestnik Chelyabinskogo gosudarstvennogo universiteta*, № 24 (205), (2010). *Fizika. Vyp. 8*. S50-54 [in Russian].
5. E. V. Savruk, S. V. Smirnov, and A. S. Klimov, *Doklady TUSUR*, № 2 (26), Ch. 2, 172 (2012) [in Russian].
6. V. A. Burdovicin, I. Yu. Bakeev, A. A. Zenin et.al., *Doklady TUSUR* **19** (2), 5 (2016) [in Russian].
7. E. V. Savruk and S. V. Smirnov, *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov* **77** (6), 32 (2011).
8. V. V. Karanskij and A. S. Klimov, *Prikl. Fiz.*, No. 6, 72 (2017).
9. V. V. Karansky, A. S. Klimov, and S. V. Smirnov, *Vacuum* **173**, 109115 (2020).
10. V. I. Vereshchagin, P. M. Pletnev, A. P. Surzhikov, and V. E. Fedorov, *Modificirovannaya keramika s perovskitovymi i shpinelevymi fazami* (Novosibirsk: Nauka; Tomsk: Izdatel'stvo TPU, 2008) [in Russian].
11. Y. Shiohara and E. A. Goodilin, *Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths*. 2000. pp. 67–227 (2000).
12. A. V. Kopaev, V. V. Moklyak, and V. S. Bushkova, *Scientific Journal «Science Rise»*, № 1/2 (6), 89 (2015).
13. T. Nakamura and Y. Okano, *Journal de Physique IV Colloque*. P. 101 (1997).
14. O. A. Docenko, V. I. Suslyaev, D. V. Vagner, and T. Kochetkova, *Doklady TUSUR*, № 2 (26), ch. 2, 59 (2012) [in Russian].