

УДК 537.84

*С. Махмуд, И. Абу-Алджараяш, Н. А. Юсуф, Дж. Попплевелл***МЁССБАУЭРОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕЛКИХ ЧАСТИЦ Fe_3O_4 ***

Супермагнитное поведение мелких магнитных частиц исследовалось неоднократно [1...4]. Показано [2], что наблюдаемое уменьшение намагниченности при покрытии мелких частиц $NiFe_2O_4$ и $CoFe_2O_4$ органическим поверхностно-активным веществом (ПАВ) не определяется немагнитным поверхностным слоем, как предполагалось в [1]. Скорее, согласно [2], это уменьшение относится к заземлению поверхностных спинов (pinning of the surface spins) из-за связывания ПАВ с поверхностным слоем частиц. Этим обуславливается высокая поверхностная анизотропия, которая предотвращает насыщение намагниченности даже в магнитных полях до 20 Тл. Было показано [2], что заземление поверхностных спинов намного меньше в покрытых оболочкой частицах Fe_3O_4 , чем в частицах $NiFe_2O_4$ и $CoFe_2O_4$. Это свидетельствует о более слабом взаимодействии между ПАВ и ферритом.

Мёссбауэровские исследования покрытых оболочкой мелких частиц Fe_3O_4 [5] показали, что приложения магнитного поля 8 кЭ в направлении падающих гамма-лучей достаточно для ориентационного упорядочения магнитных моментов частиц в направлении поля. Результаты исследования покрытых оболочкой мелких частиц Fe_3O_4 мёссбауэровской спектроскопией [6] согласуются с ранее опубликованными результатами [2, 5].

Мёссбауэровские исследования частиц $NiFe_2O_4$ с покрытием [7] показали, что в поле 68,5 кЭ все магнитные моменты ориентировать невозможно. В противоположность этому у образцов без покрытия наблюдалось эффективное ориентационное упорядочение в приложенном поле. Было допущено, что ПАВ сильно взаимодействует с ферритом, а более точно — посредником в этом взаимодействии является ион Ni^{2+} .

В настоящей работе с помощью мёссбауэровской спектроскопии изучено влияние покрытия на магнитные свойства мелких частиц Fe_3O_4 .

Для получения образцов, покрытых и не покрытых олеиновой кислотой, использовался метод пептизации [8]. Часть образца с покрытием отделялась перед центрифугированием. Остальная часть суспендировалась в толуоле и центрифугировалась, а потом помещалась в чашке и высушивалась при комнатной температуре. Часть сухого порошка отжигалась при 250 °С в течение 18 ч для удаления покрытия. Образец без покрытия не центрифугировался. Электронной микроскопией было установлено, что средний диаметр частиц образца без покрытия составлял 12,5 нм, для центрифугированного с покрытием — 7 нм, а для образца после отжига — 10 нм. Мёссбауэровские спектры были получены с использованием стандартного спектрометра постоянного ускорения с источником Co^{54}/Pd мощностью 25 мкКи. Для исследований в магнитном поле использовался постоянный магнит, создающий поле в 4,4 кЭ.

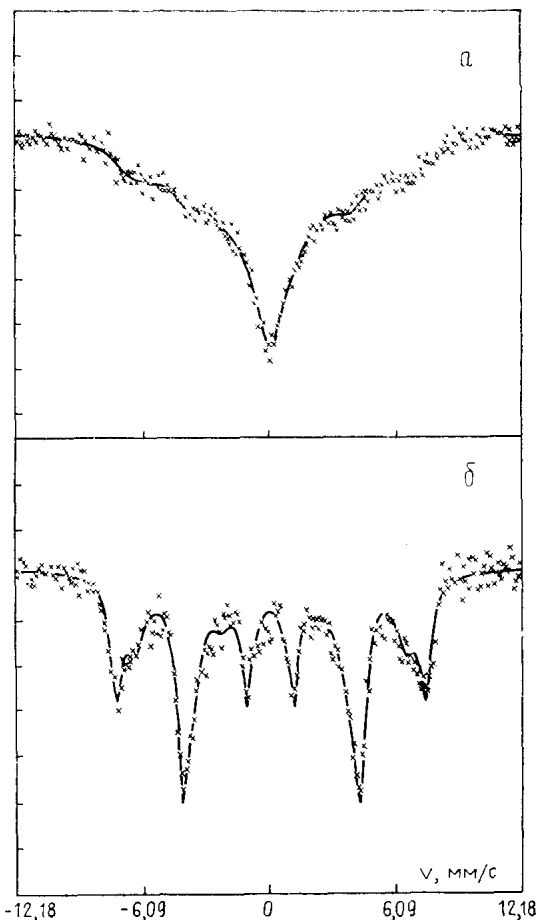
На рис. 1а показан спектр центрифугированного образца с покрытием в отсутствие магнитного поля при комнатной температуре. На спектре видна широкая суперпарамагнитная центральная линия, харак-

* Mössbauer study of Fe_3O_4 fine particles / S. Mahmood, I. Abu-Aljarayesh, N. A. Yusuf (Physics Department, Yarmouk University, Irbid, Jordan), J. Popplewell (School of Electronic Engineering Science, University College of North Wales, Bangor, UK).

Перевод с английского Р. Я. Озолса под редакцией Ю. А. Бирзвалка.

Доклад, представленный на 5-ю Международную конференцию по магнитным жидкостям (Рига, сентябрь 1989 г.).

Рис. 1. Мёсбауэровские спектры центрифугированного образца с покрытием при комнатной температуре в поле $H=0$ (а) и 4,4 кЭ (б).



терная для мелких частиц Fe_3O_4 при комнатной температуре. На рис. 1б виден спектр того же образца при комнатной температуре во внешнем магнитном поле (4,4 кЭ), перпендикулярном направлению гамма-лучей. В спектре исчезла центральная суперпарамагнитная линия и обнаруживается магнитное расщепление с линиями 2, 5 (счет линий ведется слева), более интенсивное, чем 1, б.

Из отношения интенсивностей линий 2, 5 и 1, б был рассчитан средний угол опрокидывания между приложенным полем и магнитными моментами частиц $\theta = 18^\circ \pm 3^\circ$. Это значение согласуется с оценкой $\theta < 30^\circ$ [2]. Однако значение полученного угла меньше, чем в [7] ($28^\circ \pm 2^\circ$).

На рис. 2 представлены спектры для нецентрифугированных образцов как с покрытием, так и без него, а также для отожженного образца; все они измерены при комнатной температуре и в отсутствие магнитного поля. Все спектры магнитно расщеплены и соответствуют среднему диаметру частиц ≥ 10 нм. Однако в спектре нецентрифугированного образца без покрытия имеется достаточно слабая центральная суперпарамагнитная линия, обусловленная наличием более мелких частиц. Эта линия более ярко выражена в центрифугированном образце (см. рис. 1а) из-за большей доли в нем этих мелких частиц. Вклад, обусловленный суперпарамагнетизмом, отсутствует в образцах без покрытия и после отжига, что свидетельствует об увеличенном размере частиц. На рис. 2г...е показаны спектры для тех же образцов, что и на а...в, но в поле 4,4 кЭ, перпендикулярном направлению гамма-лучей. Как и в случае рис. 1, здесь (в центрифугированном образце с покрытием) суперпарамагнитная составляющая отсутствует. Из отношения интенсивностей линий секстета были определены углы опрокидывания: $18^\circ \pm 3^\circ$ для нецентрифугированного образца с покрытием, $22^\circ \pm 3^\circ$ для образца без покрытия и $27^\circ \pm 3^\circ$ для образца отжига. Эти результаты согласуются с [2, 5, 6].

Наши результаты свидетельствуют о том, что относительно слабого поля (< 5 кЭ) достаточно для снятия эффекта суперпарамагнитной релаксации в малых частицах Fe_3O_4 . Это говорит о том, что анизотропия в этой системе намного слабее, чем в $NiFe_2O_4$ и $CoFe_2O_4$ [2]. Из сравнения углов опрокидывания для образцов (с покрытием, как центрифугированных, так и нецентрифугированных) можно заключить, что магнитная анизотропия не чувствительна к размерам частиц. Возрастание угла опрокидывания у образцов без покрытия и после отжига свиде-

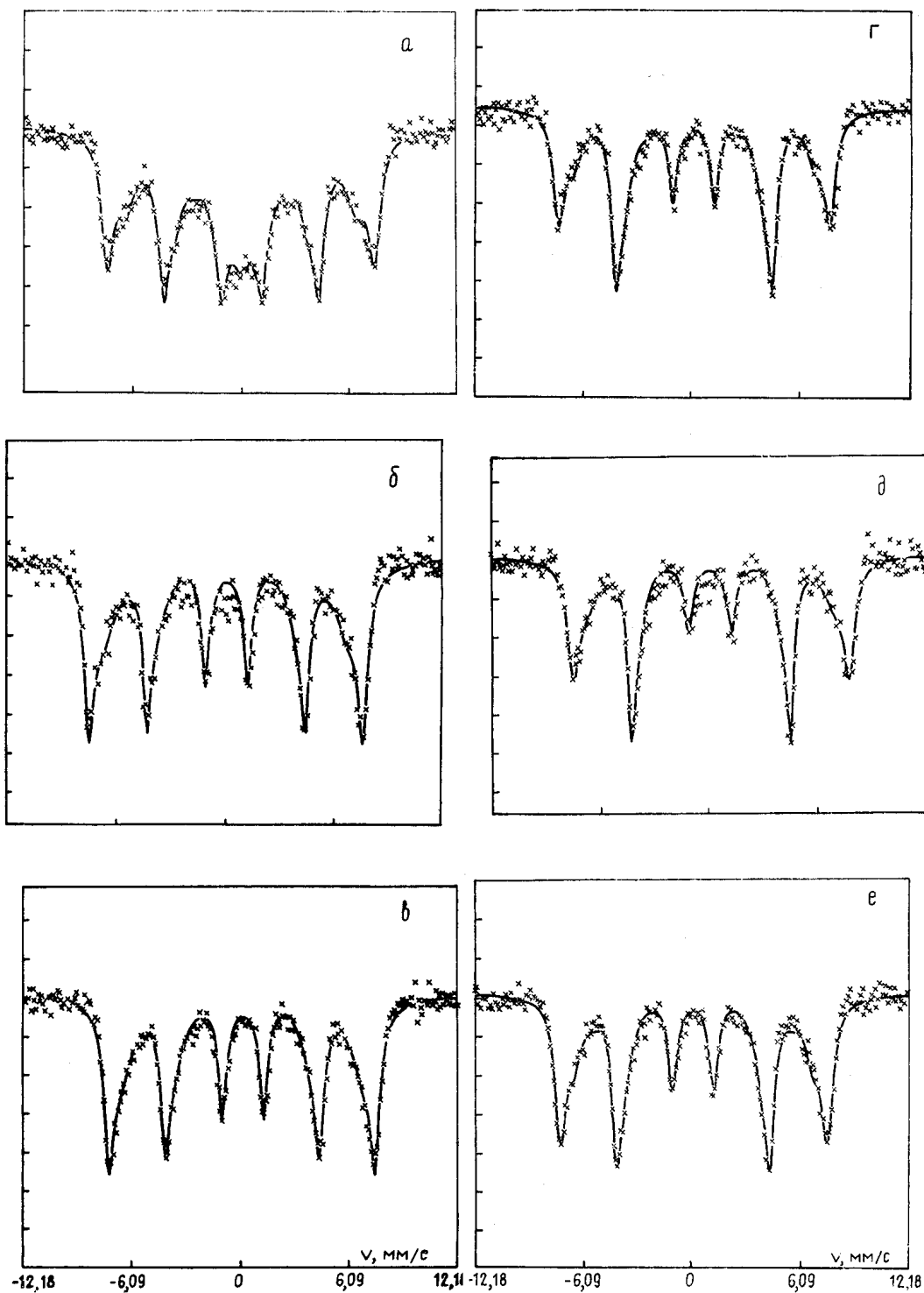


Рис. 2. Мёссбауэровские спектры нецентрифугированного образца с покрытием (а, е), без покрытия (б, д) и после отжига (в, е) при комнатной температуре при $H=0$ (а...в) и 4,4 кЭ (г...е).

тельствует о том, что удаление оболочки не уменьшает магнитной анизотропии частицы. Увеличение упомянутых углов в этих двух образцах может быть связано с частичным окислением частиц, и этот фактор, как и можно было ожидать, действует более выражено в образцах после отжига. Влияние окисления на магнитную анизотропию в настоящее время исследуется.

Авторы благодарят г-на Эл-Хило за помощь в приготовлении образцов, а также господ И. Омари и М. Хасавне за вклад в обработку данных.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Kaiser R., Miskolczy G.* Magnetic properties of stable dispersions of subdomen magnetic particles // *J. Appl. Phys.* — 1970. — Vol. 41, N 3. — P. 1064...1072.
2. *Berkowitz A. E., Lahut Z. A., Buren C. E. van.* Properties of magnetic fluid particles // *IEEE Trans. Magn.* — 1984. — Vol. 16, N 2. — P. 184...190.
3. *Morup J.* Mössbauer spectroscopic studies of suspensions of Fe_3O_4 microcrystals // *Magn. Magn. Materials.* — 1983. — Vol. 39, N 1—2. — P. 45...47.
4. *Morup J., Dumestic A., Topsøe H.* // *Applications of Mössbauer Spectroscopy.* Vol. 2 / Ed. R. L. Cohen. — N. Y.: Academic Press, 1980.
5. *Winkler W.* Mössbauer studies of small magnetic particles of a magnetic fluid // *Phys. Stat. Sol.* — 1984. — Vol. A84, N 1. — P. 193...198.
6. *Xie-long Y., Xie-duo S., Nai-fu Z.* // *Appl. Phys.* — 1987. — Vol. A42. — P. 65.
7. *Berkowitz A. E., Lahut J. A., Jacobs J. S., Levinson L. M., Forester D. W.* Spin pinning of ferrite-organic interfaces // *Phys. Rev. Lett.* — 1975. — Vol. 34, N 10. — P. 594...597.
8. *Khalafalla S. E., Reimers G. W.* Preparation of dilution-stable aqueous magnetic fluids // *IEEE Trans. Magn.* — 1980. — Vol. 16, N 2. — P. 178...183.

Поступила в редакцию 15.03.90 (02.10.89)