

10 GHz-nél magasabb frekvenciasávra alkalmas mikrohullámú ferritekkel kapcsolatos kutatás néhány eredménye

ETO 621.318.134.029.6

A mikrohullámú technikában 10 GHz frekvenciánál magasabb tartományokban nagy telítésű, kis dielektromos és mágneses veszteségekkel rendelkező Ni—Zn spinell ferriteket alkalmaznak [1].

Kísérleteink célja néhány adalékanyag hatásának tanulmányozása a Ni—Zn ferritek szilárd fázisú reakciójára, kristálystruktúrájára és ezáltal a mágneses és elektromos paramétereinek alakulására. Az adalékanyagok kiválasztásánál figyelembe vettük a Mg—Mn ferrit rendszereknél korábban [2] tapasztalt, a kristályszerkezet befolyásolására vonatkozó kísérleti eredményeket.

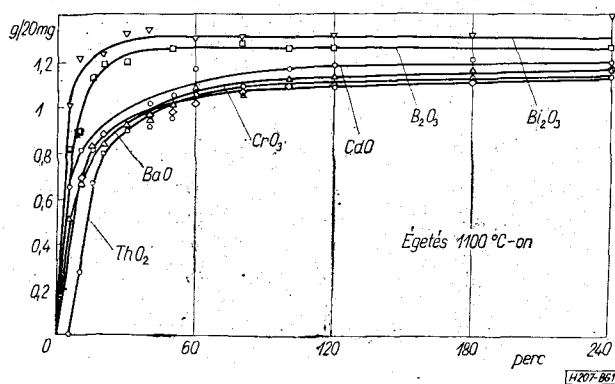
A kísérletek értékelése

Modell kísérleteinkhez egy előzőleg kidolgozott [3] $Ni_{0,475}Zn_{0,475}Cu_{0,100}Fe_{1,950}O_4$ alapösszetételű ferritet használtunk, amelyhez az adalékanyagokat 1 súly %-nyi mennyiségben adtuk hozzá. A ferrit anyagot a szokásos kerámia technológiával készítettük. Az előszinterelést 900 °C-on 5 órán át, a végső hőkezelést oxigén és levegő atmoszférában végeztük, változtatva a zsugorítási időt és hőmérsékletet. A ΔH és t_{90} értékeinek meghatározása szobahőmérsékleten 9,4 GHz frekvencián történt.

Adalékanyagok hatása a ferritesedés sebességére

A különböző adalékanyagok hatását a ferritesedés sebességére 1100 °C-on szinterelt poralakú ferrit mintákon vizsgáltuk. Az 1. ábrán a hőkezelési idő függvényében a mágneses mérleg kiegyensúlyozásá-

Beérkezett: 1972. XII. 22.
A szerző előadása 1972 májusban a Moszkvai Popov Konferencián.



1. ábra. Hőkezelési idő függvényében a mágneszettség mértéke

hoz szükséges súlymennyiség, mint a mágneszettség mértéke látható. A görbék menetéből kitűnik, hogy a ferritesedés már kezdetben igen jelentős és 120 perc után mindegyik adalék esetében telítési értéket ér el.

A ferritesedés sebessége nagyobb az alacsony olvadáspontú (1000 °C alatti) adalékanyagok (B_2O_3 és Bi_2O_3) esetében, mint az 1000 °C feletti olvadásponttal rendelkező ThO_2 , BaO , CdO -t tartalmazó mintáknál.

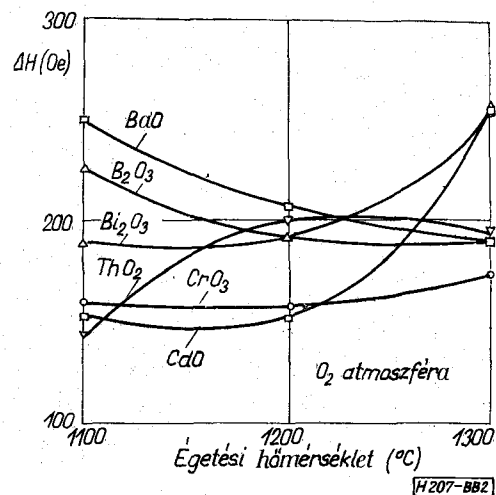
A CrO_3 adalékot tartalmazó ferritminta a többi magas olvadáspontú adalékanyagot tartalmazó mintához hasonlóan hosszabb idő alatt (100 perc) éri el a telítési értéket. Ez feltehetően a hőkezelés során bekövetkező vegyérték változából adódó olvadáspont-emelkedés eredménye.

A zsugorítási körülmények vizsgálata

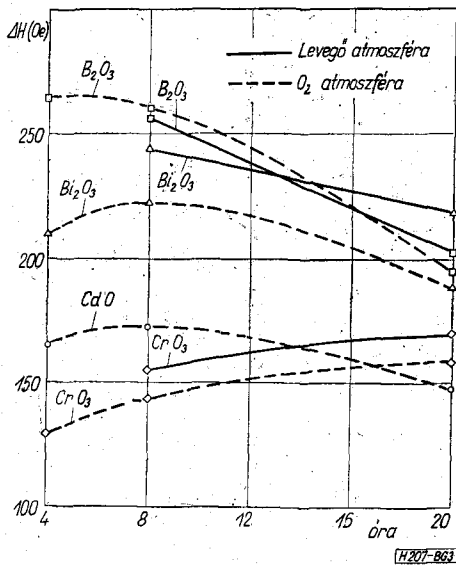
A zsugorítási körülményeknek a mágneses és elektromos tulajdonságokra való hatása közül a rezonancia-vonal-szélesség az, amely a legérzékenyebben reagál a változtatásokra. Ezért a további vizsgálatok részletesen ΔH -ra vonatkoznak. A minták mágneses telítési értéke ($4\pi M_s$) 4500—5000 Gauss, az alkalmazott adalék anyagoktól függően.

A zsugorítási hőmérséklet hatása

A 2. ábrán a ΔH változását ábrázoltuk a zsugorítási hőmérséklet függvényében. (Zsugorítási időtartam 20 óra oxigén atmoszférában.) A Cr-mot tartalmazó mintáknál az értékek gyakorlatilag konstans-



2. ábra. Rezonancia vonalszélesség (ΔH) változása a zsugorítási hőmérséklet függvényében



3. ábra. 1200 °C-on oxigén és levegő atmoszférában hőkezelt minták rezonancia vonalszélessége (ΔH) az égetési idő függvényében

nak tekinthetők, a telítési mágnesezettség értéke a hőmérséklet emelkedésével nem változik, BaO és B_2O_3 hatására csökken, Bi_2O_3 és ThO_2 esetében 1200 °C-ig nő, majd konstans. CdO hatására 1100 és 1200 °C között nem változik, a hőmérséklet további emelkedésével nő.

A $tg \delta$ értékei az égetési hőmérséklet hatására a Cr-mot tartalmazó mintáknál nem változik. A többi adalékanyag $tg \delta$ -jal 200 °C-on mutatnak minimumot.

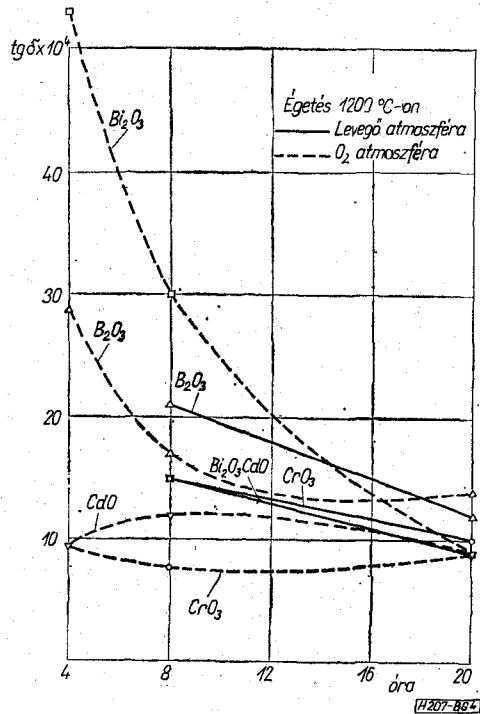
A zsugorítási idő és atmoszféra vizsgálata

A 3. ábrán 1200 °C-on oxigén és levegő atmoszférában hőkezelt minták rezonancia-vonalszélessége látható az égetési idő függvényében. Az ábrából látható, hogy a vizsgált adalékanyagok közül a CrO_3 csökkenti le legjobban a ΔH értéket (130–150 Oe) méghozzá úgy, hogy a többi adalékanyag esetében 20 órás oxigén atmoszférában történő égetés után sem érhető el olyan alacsony ΔH érték, mint ami a CrO_3 alkalmazásával már 4 órás levegőben történt zsugorítással nyerhető. Továbbá az is látható, hogy az égetési idő növelésével az CrO_3 hatására nő, a B_2O_3 és Bi_2O_3 esetében csökken a ΔH értéke.

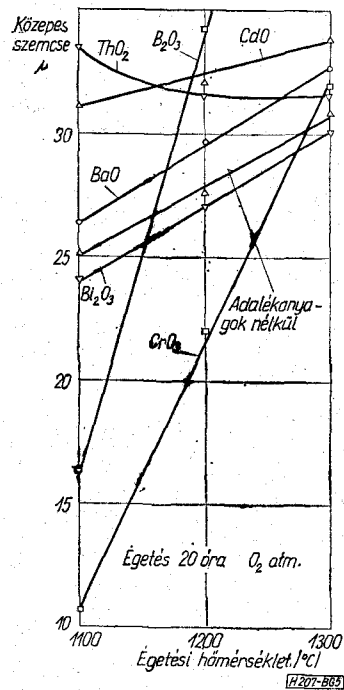
A $tg \delta$ értékeinek alakulását a hőtartási idő függvényében a 4. ábra tartalmazza. CrO_3 bekeverésének hatására az értékek gyakorlatilag nem változnak a 4 és 20 órás zsugorítási idő között, mind a levegőben, mind az oxigénben történt hőkezelésnél. Bi_2O_3 és B_2O_3 hatására az idő függvényében csökken a $tg \delta$ értéke.

A kristálystruktúra alakulása

Az 5. grafikonon az átlagos szemcseméret alakulását az égetési hőmérséklet függvényében tüntettük fel. A görbék értékeléséből megállapítható, hogy CdO-t és ThO_2 -t tartalmazó mintáknál az átlagos szemcseméret (kb. 32 μ) 1100–1300 °C között nem változik. B_2O_3 hatására 1200 °C-nál gyors szemcse-



4. ábra. $tg \delta$ értékeinek alakulása az égetési idő függvényében

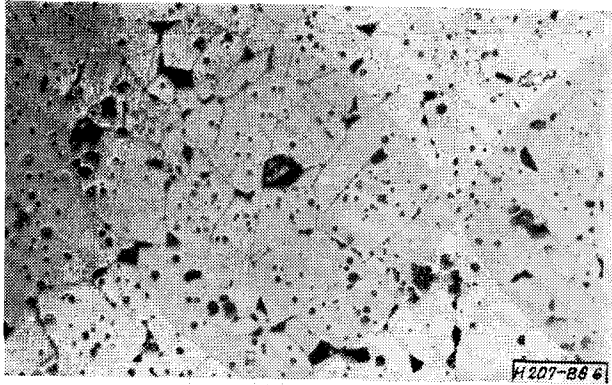


5. ábra. Az átlagos kristályszemcse méret alakulása az égetési idő függvényében

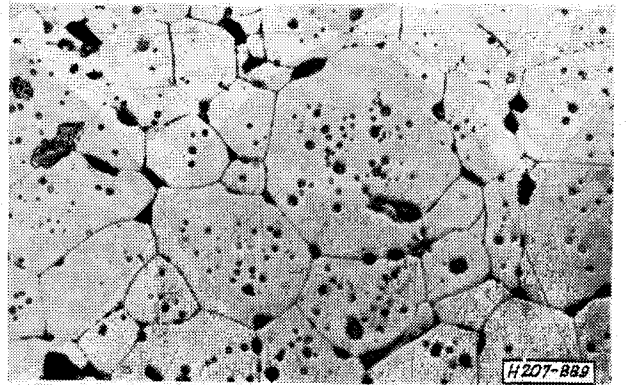
növekedés következett be (15-ről 35 μ -ra). CrO_3 bekeverésének hatására a szemcseméret 10 μ -ra csökkent az adalékanyag nélküli (25 μ) és az egyéb adalékanyagot tartalmazó mintákhoz képest, azonban a hőmérséklet növelésével nő a szemcseméret.

A szemcseméret alakulását néhány mikroszkópiai csiszolati felvételen illusztráljuk.

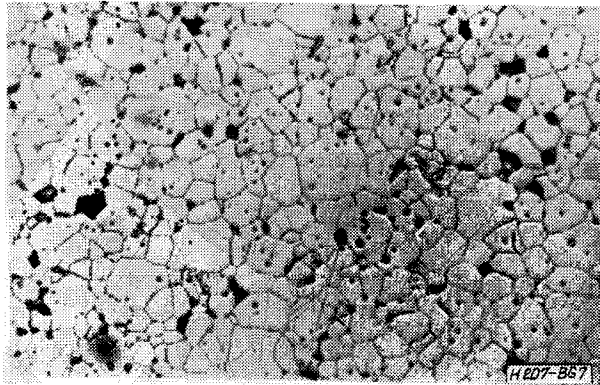
A 6. ábra fénymikroszkópi felvételen az adalék nélküli minta látható.



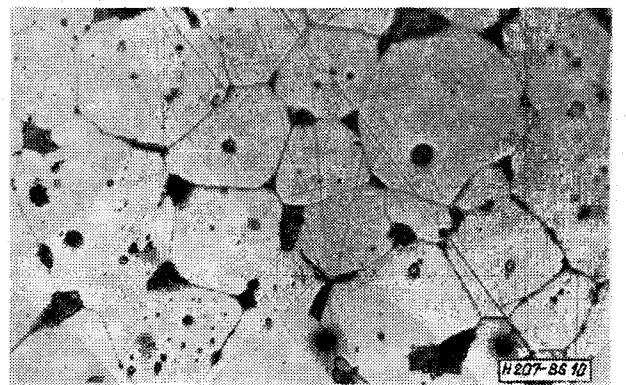
6. ábra. Adalékanyag nélküli Ni—Zn-ferrit, fénymikroszkópi felvétele. (560×)



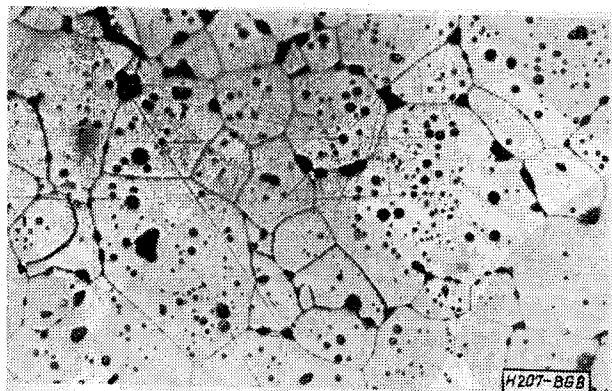
9. ábra. 1 súly% tóriumot tartalmazó Ni—Zn ferrit (1200 °C-on hőkezelt) (560×)



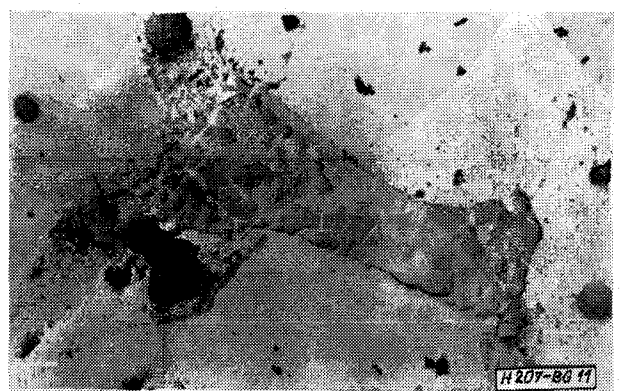
7. ábra. 1 súly% krómot tartalmazó Ni—Zn ferrit (560×)



10. ábra. 1 súly% tóriumot tartalmazó Ni—Zn ferrit (1300 °C-on hőkezelt) (560×)



8. ábra. 1 súly% tóriumot tartalmazó Ni—Zn ferrit (1100 °C-on hőkezelt) (560×)



11. ábra. Tóriumot tartalmazó Ni—Zn ferrit elektronmikroszkópi felvétele (1300 °C-on hőkezelt) (2500×)

A 7. ábrán Cr tartalmú ferrit felvétele, a 8., 9. és 10. ábrán ThO_2 -ot tartalmazó minták láthatók.

A 11. ábrán ThO_2 -tartalmú minta elektronmikroszkópi felvételén a kristályhatáron képződött zárvány látható, amely a kristallitok további növekedését megakadályozta.

Következtetések

A különböző adalékanyagok alkalmazása a spinellgőcképződés sebességére, a kristály szerkezetre, mágneses és elektromos tulajdonságokra fejt ki hatását. Az alacsony olvadáspontú adalékanyagok

(Bi_2O_3 , B_2O_3) elősegítik a ferritesedési folyamat során a spinellgőc képződést.

A kísérletek alapján bizonyítást nyert, hogy mind a Mg—Mn-ferrit rendszereknél, mind a Ni—Zn-ferrit rendszereknél az alkalmazott adalékanyagoknak a kristályszerkezetre való hatása hasonló. A Cr-ot tartalmazó anyag szemcsemérete kisebb a B_2O_3 , Bi_2O_3 , CdO és ThO_2 tartalmú anyagok szemcsemérete nagyobb, mint az adalék nélküli ferrit adott hőmérsékleten.

Megfigyeltük, hogy a CdO és ThO_2 tartalmú ferritek szemcsemérete a zsugorítási hőmérséklet növelésével nem változik, míg a többi anyagnál szemcse-növekedés tapasztalható.

Az 1. táblázatban foglaltuk össze az optimális tulajdonságokkal rendelkező különböző adalékanyagot tartalmazó Ni—Zn-ferritek mágneses és elektromos tulajdonságait.

1. táblázat

Adalék anyag	Zsug. idő óra (O ₂ atm.)	4 π M _s Gauss	ΔH Oe	tg $\delta \times 10^{+4}$	ϵ
Adalék nélkül	20	4750	140	20	15,4
B ₂ O ₃	20	4700	200	14	14,0
Bi ₂ O ₃	20	4650	190	9	15,0
CdO	20	4700	150	7	15,3
ThO ₂	20	4500	200	9	15,5
CrO ₃	4	4650	130	10	14,9

A táblázatból látható, hogy a CrO₃ alkalmazásával jó mágneses és elektromos tulajdonságokkal rendelkező mikrohullámú ferrit állítható elő, nagyon előnyös előállítási technológia mellett.

A 4 órás zsugorítási időtartam alatt már homogén anyag állítható elő, a szokásos 20 órás zsugorítással szemben.

IRODALOM

- [1] *By Yasue Uchara, Shigeo Kobayashi*: Microwave Ferrite for „6 GHz and 11 GHz”, Fujitsu Scientific Technical Journal, jun 1971.
- [2] *Bóka Andrásné*: Adalékanyagok hatása a Mg—Mn-ferritek Képződésére és tulajdonságaira. Kandidátusi disszertáció, Moszkva, 1971.
- [3] *Bóka Andrásné—Gilányi Tiborné*: Mikrohullámú ferritanyag kidolgozása 10 GHz-nél magasabb frekvencián való alkalmazásra. TKI Dokumentáció, 1971.