

Untersuchungen über den Einfluß von Oberflächenbeschaffenheit und Gitterfehlern auf die Linienbreite der ferromagnetischen Resonanz von polykristallinen Metallen

Von E. BILLER *

Aus dem II. Physikalischen Institut der Universität München

(Z. Naturforsch. **17 a**, 559—569 [1962]; eingegangen am 15. März 1962)

Es wird über ferromagnetische Resonanzuntersuchungen vornehmlich an polykristallinem Nickel berichtet. Die gesamte Linienbreite ΔH_g setzt sich aus verschiedenen Anteilen zusammen, von denen der auf die Oberflächenrauhigkeiten zurückgehende Anteil ΔH_{div} und der von den verschiedenen Gitterfehlern hervorgerufene ΔH_{me} eingehend untersucht werden. Dabei wird festgestellt, daß sich ΔH_g additiv aus den verschiedenen Linienbreiten zusammensetzt.

Oberflächenrauhigkeiten werden durch Recken oder Ätzen des Metalles erhalten.

1. Während bei den gereckten Proben die Breite ΔH_{div} gering ist, kann ΔH_{div} beim Ätzen sehr große Werte annehmen.

Gitterfehler werden im Polykristall durch Zugverformung, inhomogene Oberflächenbearbeitung und Neutronenbestrahlung erzeugt und durch Glühbehandlung zum Verschwinden gebracht.

2. Bei den gereckten Proben wird eine lineare Änderung der Breite ΔH_{me} mit der vorher angelegten Zugspannung σ_a gefunden. Bei Nickel mit einer Korngröße von etwa 0,12 mm beträgt die Zunahme der Linienbreite etwa 11 Oe/kg mm^{-2} .

3. Bei der inhomogenen Oberflächenbearbeitung ergibt sich für ΔH_{me} eine Abhängigkeit von der Größe und dem Vorzeichen der Magnetostriktionskonstanten λ_s .

4. Eine Neutronenbestrahlung von etwa 10^{18} Neutronen/cm² bewirkt keine Linienverbreiterung.

5. Werden gewalzte Proben gegläht, so beobachtet man charakteristische Anlaßkurven von ΔH_g . Die Linienbreite ΔH_{me} verschwindet, das Verschwinden fällt zusammen mit der Rekristallisation des Materials.

Die Ergebnisse werden mit den Vorstellungen über den jeweiligen Materialzustand verglichen und zu deuten versucht. Die Linienbreiten ΔH_{div} und ΔH_{me} kommen durch scheinbare und echte Dämpfungen des Spinsystems zustande. Während die echte Dämpfung ihre Ursache in den verschiedenen Relaxationsprozessen hat, entsteht die scheinbare durch die Streuung der Resonanzfrequenzen des Materials.

Die ferromagnetische Resonanzabsorption (FMR) hat sich seit ihrer ersten Beobachtung im Jahre 1946 durch GRIFFITHS¹ als eine wertvolle Methode zur Erforschung grundlegender Fragen des Ferromagnetismus erwiesen. So kann man aus der Kenntnis der Resonanzfrequenz ω_0 den g -Faktor, die Sättigungsmagnetisierung M_s , die Austauschkonstante A , die Konstanten der Kristallanisotropie K_1 und K_2 , und der Magnetostriktion λ_s in Abhängigkeit von der Materialzusammensetzung, der Temperatur T und der Frequenz ω oder der äußeren Feldstärke H_0 ermitteln. Neben der Bestimmung der magnetischen Grundgrößen gilt das Hauptinteresse der Resonanzuntersuchungen der Breite der Absorptionslinie. Über die Linienbreite versucht man dann einen Einblick in die Relaxationsprozesse des Ferromagnetismus zu gewinnen². Der Schwerpunkt der Arbeiten liegt derzeit auf dem Gebiete der nichtleitenden, ferrimagnetischen Werkstoffe, und die beobachteten Linienbreiten können theoretisch bereits verstanden

werden. Anders sieht es bei den Metallen aus. Hier bereitet die Deutung der beobachteten großen Linienbreiten noch Schwierigkeiten. Das liegt wesentlich daran, daß experimentelle Daten nur sehr spärlich vorliegen und Vergleiche mit der Theorie daher kaum möglich sind.

Wir haben es uns deshalb zur Aufgabe gemacht, systematisch alle die Größen zu untersuchen, die die Linienbreite der FMR von Metallen möglicherweise beeinflussen. In der vorliegenden Arbeit wird die Resonanzabsorption polykristalliner Materialien, vornehmlich Nickel, in Abhängigkeit von Gitterfehlern und Oberflächenform eingehend studiert.

1. Die Linienbreite eines polykristallinen Metalles

Ein polykristallines Material besteht im allgemeinen aus einer Anordnung von willkürlich orientierten Einzelkörnern. In einem Kristallit ist im außen

* Dissertation München 1962.

¹ J. H. E. GRIFFITHS, Nature, Lond. **158**, 670 [1946].

² C. KITTEL u. E. ABRAHAMS, Rev. Mod. Phys. **25**, 233 [1953].



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

angelegten Felde H_0 die ferromagnetische (fmg) Resonanzfrequenz ω_0

$$\omega_0 = \gamma [H_{\text{eff}} + H_{\text{dämpf}}]. \quad (1)$$

γ ist das magnetomechanische Verhältnis. $H_{\text{dämpf}} = (\Delta H_d/2)^2/2 H_{\text{eff}}$ ist eine phänomenologisch eingeführte Feldgröße, die die echte Linienbreite ΔH_d der FMR enthält und aus der Bewegungsgleichung des Spinsystems folgt. Die Linienbreite ist definiert als die Differenz der Feldstärken H_0 , bei denen der Imaginärteil der komplexen Permeabilität $\mu = \mu_1 - j \mu_2$ des Materials auf den halben Maximalwert abgesunken ist. Unter echter Linienbreite wollen wir die Größe ΔH_d verstehen, die durch eine echte Bedämpfung der Spinpräzession hervorgerufen wird.

Das auf den einzelnen Spin wirkende effektive Feld H_{eff} lässt sich aus der freien Energie des magnetischen Systems berechnen³ und hängt von einer Summe von Feldern ab, die den verschiedenen Energieanteilen zugeordnet sind⁴:

$$H_{\text{eff}} = F(H_0 + H_{\text{div}} + H_A + H_K + H_{\text{me}}). \quad (2)$$

H_0 ist das außen angelegte Gleichfeld. H_{div} enthält alle Streufelder, das sind alle Felder, die durch die Divergenz der Magnetisierung hervorgerufen werden. H_A ist das Austauschfeld, das durch örtliche Änderungen in der Richtung der Magnetisierung entsteht. H_K ist das Anisotropiefeld, das aus der Wechselwirkung von Magnetisierung und Kristallgitter resultiert. H_{me} ist das magnetoelastische Feld, das die durch Gitterdeformation hervorgerufene Änderung der Anisotropie ausdrückt⁵.

Soll die Präzessionsfrequenz ω_0 mit der Frequenz ω eines höchstfrequenten Magnetfeldes in Resonanz gebracht werden, so ist dazu ein ganz bestimmtes äußeres Feld H_0 notwendig. Dieses Resonanzfeld H_R muß Gl. (1) erfüllen, wenn man Gl. (2) in (1) einsetzt, und kann sich nach dem magnetischen Zustand von Ort zu Ort ändern. Für einen Polykristall bedeutet das im allgemeinen, daß sein Resonanzverhalten durch ein ganzes Spektrum von H_R -Werten beschrie-

ben wird. Dadurch erscheint im Feldstärkemaßstab die echte Linienbreite vergrößert. Diese scheinbare, durch die Streuung der Resonanzfeldstärken hervorgerufene Dämpfungsänderung des Spinsystems sollte nach Gl. (1) die Resonanzfrequenz nicht verschieben und müßte auf diese Weise von einer echten Dämpfung, die sich in einer Änderung von $H_{\text{dämpf}}$ ausdrückt, zu unterscheiden sein. In der Praxis ist wegen der Kleinheit des Effektes diese Trennung schwer möglich.

Die beobachtete Linienbreite eines Polykristalls setzt sich aus verschiedenen Anteilen zusammen, die durch scheinbare und/oder echte Dämpfungen erzeugt werden. DÖRING und VIAL erhielten durch Betrachtung der H_R -Streuung quadratische Ausdrücke für die scheinbare Dämpfung⁶. Wir machen für die Linienbreite ΔH_g^{poly} eines metallischen Vielkristalls den einfachen Ansatz

$$\Delta H_g^{\text{poly}} = \Delta H + \Delta H_{\text{div}} + \Delta H_K + \Delta H_{\text{me}}. \quad (3)$$

Eine ähnliche Beziehung wurde für Ferrite theoretisch angegeben⁷ und auch experimentell bestätigt⁸. Da es sich in der vorliegenden Arbeit durchwegs um Untersuchungen an Polykristallen handelt, entfällt im folgenden die Silbe „poly“.

In Gl. (3) ist ΔH die Linienbreite eines Ideal-kristalls, während die übrigen Größen den Real-kristall beschreiben.

ΔH wird bei fmg Metallen durch Relaxationsprozesse und Austauscheffekte hervorgerufen. Bei den Relaxationsmechanismen unterscheidet man Spin-Spin- und Spin-Gitter-Relaxation⁹. Die von einem Spinsystem absorbierte Energie wird durch Spin-Spin- und anschließend Spin-Gitter-Wechselwirkungen an das Gitter abgegeben¹⁰. Der zweite Übergang erfolgt sowohl direkt als auch unter Beteiligung der Leitungselektronen¹¹. Die Austauschwechselwirkung liefert nur bei Metallen einen Beitrag zu ΔH , da in der Skin-Tiefe die Mikrowellenkomponente der Magnetisierung nicht mehr homogen ist¹². Bei Zimmertemperatur ist die Größe von ΔH haupt-

³ J. O. ARTMAN, Phys. Rev. **105**, 74 [1957]. — G. V. SKROTSKII u. L. V. KURBATOV, Zh. Eksp. Teor. Fiz. **35**, 216 [1958]; Soviet Phys.-JETP **8**, 148 [1959].

⁴ C. KITTEL, Rev. Mod. Phys. **21**, 541 [1949].

⁵ C. P. BEAN u. J. J. BECKER, in L. MARTON, Methods of Experimental Physics **6**, Teil B, S. 225, Academic Press, New York 1959.

⁶ W. DÖRING u. H. VIAL, Z. Naturforschg. **15a**, 434 [1960].

⁷ E. SCHLÖMANN, Proc. Conf. Magnetism, Boston 1956.

⁸ A. G. GUREVICH, I. E. GUBLER u. A. P. SAVANT'EVSKII, FTT **1**, 1862 [1959]; Soviet Phys.-Solid State **1**, 1706 [1960].

⁹ E. ABRAHAMS, Adv. Electronics Electr. Phys. **6**, 47 [1954].

¹⁰ N. BLOEMBERGEN u. S. WANG, Phys. Rev. **93**, 72 [1954].

¹¹ A. H. MITCHELL, Phys. Rev. **105**, 1493 [1957]. — W. G. BARJACHTAR u. S. W. PELETMINSKI, Zh. Eksp. Teor. Fiz. **39**, 651 [1960]; Soviet Phys.-JETP **12**, 457 [1961]; Phys. Abh. Sowjet. **4**, 111 [1961].

¹² J. R. MACDONALD, Phys. Rev. **103**, 280 [1956]. — G. T. RADO u. J. R. WEERTMAN, J. Phys. Chem. Solids **11**, 315 [1959].

sächlich durch die Spin-Spin-Relaxation bestimmt¹³. Der Spin-Gitter-Anteil ist gering¹⁰, wie auch die Anregungsversuche von stehenden Spinwellen durch höchstfrequente Schallwellen zeigen¹⁴. Mit abnehmender Temperatur nimmt der Austauschbeitrag zu, da er von der Größe der Eindringtiefe des Mikrowellenfeldes und damit von der Leitfähigkeit des Metalles abhängt¹⁵.

ΔH_K ist die Anisotropieverbreiterung, hervorgerufen durch die willkürliche Orientierung der verschiedenen Kristallite. Wird eine Wechselwirkung der Körner vernachlässigt, so findet man für ΔH_K als scheinbare Dämpfung theoretisch etwa den Wert $7 K/M_s$. K ist dabei die erste Anisotropiekonstante des Kristalls. Messungen an polykristallinen Ferriten mit Granatstruktur bestätigen diesen Wert und zeigen, daß in manchen Fällen die oben genannte Vernachlässigung der Wechselwirkungen erlaubt ist⁸. Vergleicht man die einzigen bekannten Werte von kompaktem poly- und einkristallinen Nickel¹⁶, so erhält man für ΔH_K ebenfalls etwa den Wert K/M_s .

Die durch Störungen und Gitterfehler hervorgerufenen Größen ΔH_{div} und ΔH_{me} setzen sich aus zwei Anteilen zusammen, der echten und der scheinbaren Linienbreite. Die echte, durch eine Änderung der Relaxationsmechanismen erzeugte Linienverbreiterung kann verschiedene Ursachen haben. So können, in der Sprache der Spinwellen, Oberflächenrauhigkeiten und Poren Streuzentren für die Spinwellen darstellen, wodurch die Spin-Spin-Relaxationszeit verkürzt und die Linienbreite erhöht wird (s. Anm.¹⁷). Ob dies auch für Gitterfehler der Fall ist, ist nicht bekannt und soll in unseren Arbeiten experimentell untersucht werden. Die scheinbare Dämpfungsänderung entsteht durch die Verteilungsbreite der Resonanzfeldstärken H_R . Dies ist bedingt durch Größe und Vorzeichen der durch Streufelder und Spannungen verursachten Felder H_{div} und H_{me} . Die scheinbare Linienverbreiterung kann durch Wechselwirkungseffekte verkleinert werden¹⁸. Ob die scheinbare oder echte Dämpfung überwiegt, hängt von der räumlichen Ausdehnung der Störungen ab und kann nur durch eine Änderung der

Frequenz oder der Magnetisierung festgestellt werden.

Ändert sich die Skin-Tiefe mit der Oberflächenbeschaffenheit oder den Gitterfehlern, so sollen die damit verbundenen Änderungen der Austauschwechselwirkungen in den Realkristall beschreibenden Linienbreiten enthalten sein. Wegen der Kleinheit dieser Änderungen wird hierauf nicht weiter eingegangen.

2. Versuchsanordnung

Das Ausgangsmaterial für unsere Untersuchungen war gewalztes Blech aus sehr reinem Nickel (NiS; 0,5 mm stark), Nickel mit Manganzusatz (NiM; 0,5 mm), handelsübliches Nickel (NiT; 0,7 mm) und einer Eisen-Nickel-Legierung (Mumetal; 0,1 mm). Als Zusammensetzung der Werkstoffe gibt der Hersteller (Vakuumschmelze Hanau) außer Ni folgende Bestandteile (Gew.-Proz.) an für NiS: Si und Cu Spur, Fe 0,007, Co 0, C 0,01, Mg < 0,02; NiM: Mn 0,28, Fe 0,04; Mumetal: Ni 76, Cr 2, Cu 5, Fe 17.

Die Formgebung des Materials erfolgte durch mechanische (Sägen, Drehen) oder elektrolytische Bearbeitung. Die Oberfläche wurde mit Schleifpapier mit 120 beginnend bis 6/0 auf der Drehscheibe oder mit der Hand mechanisch poliert.

Zum Erhölen und Rekristallisieren der Werkstoffe stand ein Rohrofen mit Wasserstoffspülung (Abkühlungsfaktor $\lambda \approx 0,22/\text{Std.}$) und ein Vakuum-Glühofen ($p \approx 10^{-4} \dots 10^{-5}$ Torr) zur Verfügung.

Mit einer Speziallegierung CR 13 (Schmelzpunkt $96 \dots 104^\circ\text{C}$) wurden die scheibenförmigen Proben mit einem Durchmesser von 21 mm vorsichtig auf zylindrische Messing-Klötzchen aufgelötet. Es wurde besondere Sorgfalt darauf verwendet, daß bei diesem Vorgang die Proben so wenig wie irgend möglich verändert oder beschädigt wurden. Um Sicherheit in diesem Punkt zu erhalten, wurden die aufgelöten Proben mit aufgeklebten Proben verglichen. Bei der Messung ließ sich kein merklicher Unterschied der Resonanzeigenschaften feststellen.

Um für die Mikrowellen-Untersuchungen eine optimal glatte und saubere Oberfläche zu erhalten, wurden die Proben elektropoliert. Dazu dienten zwei Elektrolyte, verdünnte Schwefelsäure bei Raumtemperatur und heiße ($T = 80^\circ\text{C}$) Chrom-Phosphorsäure. Die Zusammensetzung war $575 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{SO}_4$ konz. plus $425 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{O}$, und 100 g CrO_3 plus $900 \text{ g o-H}_3\text{PO}_4$ konz.. Als

¹³ J. A. ISJUMOW, FMM **8**, 807 [1959]; Soviet Phys.-Phys. Met. Metallogr. **8**, Heft 6, 6 [1959]; Phys. Abh. Sowjet. **2**, 463 [1960]. — J. MORKOWSKI, Acta Phys. Polon. **19**, 701 [1960].

¹⁴ M. POMERANTZ, Phys. Rev. Letters **7**, 312 [1961].

¹⁵

¹⁶

A. I. AKHIEZER, V. G. BARIAKHTAR u. M. I. KAGANOV, FMM **6**, 932 [1958]; Soviet Phys.-Phys. Met. Metallogr. **6**, Heft 5, 156 [1958].

N. BLOEMBERGEN, Phys. Rev. **78**, 572 [1950]. — K. H. REICH, Phys. Rev. **101**, 1647 [1956].

¹⁷ M. SPARKS, R. LOUDON u. C. KITTEL, Phys. Rev. **122**, 791 [1961].

¹⁸ S. GESCHWIND u. A. M. CLOGSTON, Phys. Rev. **108**, 49 [1957].

— A. M. CLOGSTON, J. Appl. Phys. **29**, 334 [1958].

Gegenelektrode diente in $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}$ Ni bei einer Stromdichte $j \approx 0,5 \text{ A cm}^{-2}$ und Cu bei $j \approx 3 \text{ A cm}^{-2}$ in $\text{CrO}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$. Die Polierzeit betrug einige Minuten, je nach der abzutragenden Materialmenge. Nach einem ausreichenden Spülen mit destilliertem Wasser wurden die Proben im Trockenschrank getrocknet. Beim elektrolytischen Arbeiten bewährte sich als Abdecklack besonders der Schutzlack Lacomit.

Vor der eigentlichen magnetischen Untersuchung wurde die Oberflächenbeschaffenheit unter einem Metallmikroskop geprüft. Optisch beobachtete Abweichungen von der optimalen Oberflächengüte machten sich magnetisch durch eine Zunahme der Linienbreite um einige 10 Oe bemerkbar.

Um den Einfluß einer durch das Elektropolieren entstandenen Oberflächenschicht auf die Linienbreite zu untersuchen, wurden Proben anschließend im Vakuum geglüht. Dabei zeigte in bekannter Weise die Oberfläche durch das sog. thermische Ätzen eine Struktur. Gegenüber den ursprünglichen Werten wurde keine meßbare Abweichung festgestellt.

Zur Bestimmung der Linienbreite ΔH_g und der Resonanzfeldstärke H_R der fmg Resonanz wurde ein die Resonanzabsorption selbsttätig aufzeichnendes Mikrowellen-Spektrometer entwickelt. Der Aufbau und die Arbeitsweise dieser Anordnung wurden bereits ausführlich beschrieben¹⁹. Die Arbeitsfrequenz $\omega/2\pi$ beträgt 9030 MHz. Die Mikrowellenleistung liefert ein Reflexklystron der Type 2K 25²⁰. Die zu untersuchende scheibchenförmige Probe befindet sich in einem H_{112} -Durchgangsresonator am Orte maximalen magnetischen Wechselfeldes und kann um eine Achse senkrecht zur Oberfläche gedreht werden. Der Resonator mit einer Güte $Q_L \approx 3000$ ist auf Zimmertemperatur und zwischen den Polschuhen eines Elektromagneten so angebracht, daß das äußere Gleichfeld H_0 und das höchstfrequente Magnetfeld in der Probenebene aufeinander senkrecht stehen. Die Feldstärke H_0 wird mit einer kleinen rotierenden Spule gemessen.

Wird das äußere Gleichfeld bei konstanter Mikrowellenleistung geändert, so bewirkt die Probe eine Änderung der Güte des Resonators. Das führt vom charakteristischen Verhalten der effektiven Permeabilität $\mu_R = |\mu| + \mu_2$, wobei $\mu = \mu_1 - j\mu_2$ ist, des fmg Materials her²¹. Bei konstanter Mikrowellenleistung und quadratischer Kennlinie der Anzeigediode, was experimentell geprüft wurde, besteht zwischen μ_R und der Gleichspannungsänderung ΔU am Registriergerät des Spektrometers die Beziehung

$$(\mu_R^{1/2} - 1) = C([1 - u]^{-1/2} - 1). \quad (4)$$

Dabei sind C das Verhältnis der rein elektrischen Verluste des gesamten Resonators zu denen der Probe, $u = \Delta U/U_1$ die relative Spannungsänderung und U_1

¹⁹ E. BILLER, Z. Instrumentenkd. **69**, 67 [1961].

²⁰ Es ist darauf zu achten, daß Magnetfeldänderungen von den Elektronenröhren ferngehalten werden (vgl. auch M. E. BRODWIN u. J. W. DAVIS, Rev. Sci. Instrum. **32**, 223 [1961]). Dies gilt auch für Richtungsleitungen.

die Gleichspannung am Schreiber im Falle $\mu_R = 1$. Das folgt aus Gl. (4) in Anm.¹⁹

Die Linienbreite ΔH_g der FMR ist definiert als die Differenz der Feldstärken H_0 , bei denen die μ_2 -Kurve auf den halben Maximalwert abgefallen ist. Aus dem Zusammenhang zwischen μ und μ_R folgt für unser Probenmaterial, daß ΔH_g in 75% der Gesamthöhe der $(\mu_R^{1/2} - 1)$ -Kurve liegt (vgl. auch Anm.²²). Das liefert zusammen mit Gl. (4) eine Beziehung für u_h , der relativen Spannungsänderung, bei der ΔH_g zu messen ist. Zur Auswertung der ΔU -Kurven wurde das Verhältnis u_h/u_m als Funktion von u_m , wobei u_m die maximale relative Spannungsänderung ist, tabelliert. Die Größen ΔH_g und H_R wurden aus den Meßkurven geometrisch gewonnen. Durch Mittelung über mehrere Kurvenzüge ergab sich eine Genauigkeit von etwa ± 15 Oe.

3. Ergebnisse und Diskussionen

In Abschnitt 1 wurde eine Beziehung für die beobachtete Linienbreite aufgestellt, die besagt, daß ΔH_g die Summe verschiedener Einzelbeiträge ist. Diese Aussage sollte geprüft und das Zustandekommen der verschiedenen Anteile von ΔH_g untersucht werden. Ausgegangen wurde von gerecktem Nickelblech, da man annehmen kann, daß dessen Linienbreite aus mehreren Komponenten besteht.

Es mußten zuerst die gereckten Proben hergestellt werden. Als Material für die Verformungsversuche durch Zug wurde NiT verwendet. Das in Streifen von $150 \times 27 \text{ mm}^2$ zerschnittene Blech wurde nach dem Abschleifen 2 Stunden bei 1000°C in einer H_2 -Atmosphäre geglüht und langsam abgekühlt. Der mittlere Korn-durchmesser betrug danach etwa 0,12 mm. Anschließend wurden die Streifen in $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}$ elektropoliert und mit je zwei links und rechts von der Mitte angebrachten Strichmarken versehen. Aus ihren Abständen, die mit einem Komparator auf einige μm genau gemessen wurden, wurde die relative Längenänderung $\varepsilon = \Delta l/l_0$ als Verformungsgrad der Proben bestimmt. Die Streifen wurden in einer Zerreißmaschine bei Zimmertemperatur gereckt. Die freie Einspannlänge betrug 100 mm, die Verformungsgeschwindigkeit etwa $8 \cdot 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$. Das erhaltene Spannungs-Dehnungs-Diagramm zeigt Abb. 1. Aus dem verformten Material wurden dann durch Abdecken von kreisförmigen Flächen mit dem Schutzlack Lacomit Scheibchen mit einem Durchmesser von 21 mm elektrolytisch herauspoliert.

Nach dem Auflöten der Proben auf die Messingklötzen wurde deren Resonanzverhalten bei Zimmertemperatur und einer Frequenz $\omega/2\pi = 9030 \text{ MHz}$ untersucht²³.

²¹ J. A. YOUNG JR. u. E. A. UEHLING, Phys. Rev. **94**, 544 [1954].

²² M. H. SEAVEY u. P. E. TANNENWALD, Techn. Rep. Nr. 143, Lincoln Lab., MIT 1957 (unveröffentlicht).

²³ E. BILLER u. CH. SCHWINK, Z. angew. Phys. **14**, 219 [1962].

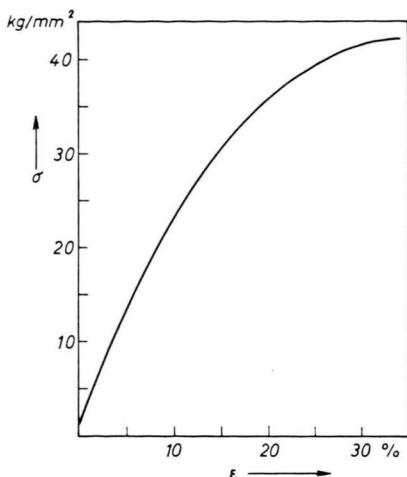


Abb. 1. Spannungs-Dehnungs-Diagramm polykristallinen Nickels mit einem mittleren Korndurchmesser von 0,12 mm.

Abb. 2 zeigt den Verlauf der Linienbreite ΔH_g des polykristallinen Nickels in Abhängigkeit vom Verformungsgrad ϵ . Die gesamte Linienbreite, durch das obere Kurvenpaar dargestellt, zeigt eine stetige Zunahme von einem Ausgangswert $\Delta H_g \approx 400$ Oe bis zu etwa 900 Oe. Außerdem beobachtet man eine Anisotropie. ΔH_g nimmt mit dem Winkel zwischen der ehemaligen Zugrichtung ZR und dem äußeren Feld H_0 zu. Die in den verschiedenen Richtungen gemessenen Linienbreiten sind in Abb. 2 durch „ \perp ZR“ und „ \parallel ZR“ gekennzeichnet. Der in Richtung senkrecht zu ZR auftretende Maximalwert wird nach etwa 45° fast erreicht.

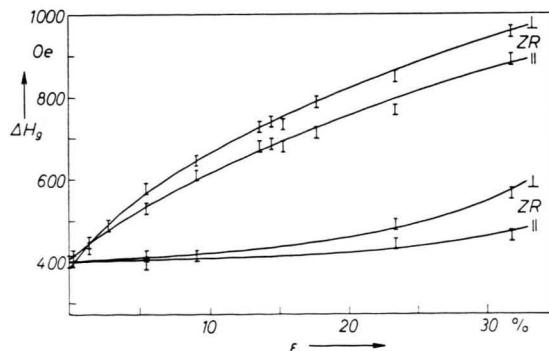


Abb. 2. Die Linienbreite ΔH_g polykristallinen Nickels in Abhängigkeit vom Verformungsgrad ϵ . Oberes Kurvenpaar nach dem Recken, unteres nach dem Recken und Glühen. ZR = Zugrichtung.

Wir wollen jetzt untersuchen, ob das Verhalten von ΔH_g der gereckten Proben durch Gl. (3) beschrieben werden kann. Als Beiträge kommen Ober-

flächenrauhigkeit, Gitterfehler im weitesten Sinne und Textur in Frage.

A. Einfluß der Oberflächenbeschaffenheit

In den folgenden Abschnitten wollen wir untersuchen, wie eine Änderung der Oberfläche die Linienbreite beeinflußt und ob dieser Anteil additiv ist.

1. Oberflächenänderung durch Recken

Verformt man ein polykristallines Material mit vollkommen glatter Oberfläche durch Zug, so bietet sich unter dem Mikroskop folgendes Bild. Je nach Orientierung quellen die Kristallite verschieden stark aus der Oberfläche. Sie sind überzogen mit den stufenförmigen Gleitbändern der betätigten Gleitsysteme. Die Gleitbänder können sich über die Korngrenzen hinweg in Nachbarkristallite erstrecken. Mit zunehmendem äußeren Zug treten Quergleitungen und Mikrorisse auf. Die Kristallite werden in Zugrichtung immer länger und die Oberfläche erscheint von Furchen durchzogen.

Bei polykristallinem Nickel, mit einem mittleren Korndurchmesser von 0,12 mm, nahm beim Recken die Linienbreite ΔH_g entsprechend dem oberen Kurvenpaar in Abb. 2 zu. Die vorher glattpolierte Oberfläche änderte sich in der beschriebenen Weise. Um allein den Einfluß der Oberflächenrauhigkeit auf die Zunahme von ΔH_g festzustellen, kann man entweder den Oberflächenanteil ΔH_{div} oder den Gitterfehleranteil ΔH_{me} zum Verschwinden bringen. Wenn Gl. (3) gilt, muß aus beiden Verfahren etwa der gleiche Wert für die Linienbreite ΔH_{div} folgen.

Um die Oberflächenrauhigkeit zum Verschwinden zu bringen, wurden gereckte Proben vorsichtig mit der Hand bis 6/0 abgeschliffen und solange heiß elektropoliert, bis keine Änderung der Linienbreite mehr festzustellen war. Überraschenderweise war der Unterschied zwischen Proben mit rauher und mit glatter Oberfläche nicht sehr groß. Die ΔH_g -Werte blieben bis $\epsilon = 15\%$ nahezu gleich und wurden erst bei größten Verformungsgraden etwas kleiner (bei $\epsilon = 32\%$ um etwa 100 Oe). Dagegen änderte sich die Anisotropie. Vergleiche hierzu Abschn. B 1.

Schlagen wir jetzt den zweiten Weg ein und versuchen den Einfluß der Oberflächenform allein zu erfassen. Dazu wurden verformte Proben mit bis 900°C langsam steigender Temperatur im Vakuum geheizt. Bei dieser Glühung rekristallisierten die Proben (vgl. B 3) und zeigen neben den ursprünglichen Oberflächenunebenheiten die neuen Korngren-

zen. Da in unserem Falle das Produkt aus Glüh-temperatur und -dauer konstant war, werden die verschiedenen verformten Proben unterschiedliche Strukturen aufweisen. Dazu kommt, daß durch das Glühen auch die Oberflächenschichten etwas geändert werden. Die erhaltenen Linienbreiten ΔH_g sind in Abb. 2 in Abhängigkeit von der früheren Verformung als unteres Kurvenpaar dargestellt. Es fällt auf, daß ΔH_g nach dem Glühen nur bei größeren ε -Werten merklich vom Ausgangswert abweicht. Dort erkennt man auch stärker eine Anisotropie, bei der die Linienbreite mit dem Winkel zwischen der ehemaligen Zugrichtung ZR und H_0 gleichmäßig zunimmt. Um zu prüfen, ob die verbleibende Verbreiterung der Resonanzlinie nur von der Oberflächenrauhigkeit verursacht wird, wurden die gegläuteten Proben vorsichtig mit der Hand abgeschliffen und ausreichend lange elektropoliert. Der danach gemessene Wert ΔH_g ist identisch mit dem Ausgangswert von etwa 400 Oe, wodurch gezeigt wurde, daß der Verlauf des unteren Kurvenpaars in Abb. 2 nur durch die Oberflächenstörungen hervorgerufen wird.

Die Änderung der Linienbreite der FMR durch Oberflächenrauhigkeiten wurde bereits in verschiedenen Arbeiten, vor allem an Ferriten^{24, 25}, experimentell und theoretisch untersucht, während von Metallen bisher nur eine Arbeit bekannt wurde²⁶. Die Verbreiterung ΔH_{div} kann zwei Ursachen haben. Die von den freien Ladungen ausgehenden Felder ändern entsprechend Gl. (1) und (2) die Resonanzfeldstärke H_R der Probe von Ort zu Ort und bewirken über die Streuung von H_R eine Verbreiterung der Linie. Dadurch wird scheinbar die Dämpfung der FMR geändert⁶. Eine echte Änderung der Spin-Spin-Relaxationszeit und damit des Dämpfungsmechanismus kann beim Auftreffen der Spinwellen auf die Störstellen in oder auf der Probe hervorgerufen werden. So nimmt man bei Ferriten an, daß bei der Streuung eine Spinwelle der homogenen Präzession ($k=0$) in eine Spinwelle mit einer Wellenlänge in der Größenordnung der Störung übergeht²⁴ und dieser Prozeß eine bestimmte Relaxationszeit und damit Linienbreite besitzt¹⁷. Wie dieser Relaxationsprozeß bei Metallen abläuft, wenn man annimmt, daß durch das Mikrowellenfeld von vornherein Spinwellen mit $k \approx 10^{+4} \dots 10^{+5} \text{ cm}^{-1}$ erzeugt werden¹³, ist nicht bekannt.

²⁴ R. C. FLETCHER, R. C. LECRAW u. E. G. SPENCER, Phys. Rev. **117**, 955 [1960]. — C. R. BUFFLER, J. Appl. Phys. **31**, 222 S [1960].

Bei Betrachtung des unteren Kurvenpaars in Abb. 2 fällt auf, daß die Zunahme von ΔH_g überraschend gering ist. Man kann sagen, daß die mit dem Verformen verbundene Rauigkeit der Oberfläche die ursprüngliche Linienbreite nur sehr wenig ändert. Die bei der Vierkristallplastizität bereits bei kleinen Verformungsgraden auftretenden Gleitlinien und -bänder scheinen zu ΔH_{div} nur einen geringen Beitrag zu liefern. Erst die Streufelder größerer Rauigkeiten verbreitern ΔH_g . So hat die beobachtete Anisotropie ihre Ursache in der zunehmenden Furchenbildung auf der Oberfläche parallel zur ehemaligen Zugrichtung. Die Streufelder sind senkrecht zur Furche größer als parallel.

Wenden wir uns der Verringerung von ΔH_g des oberen Kurvenpaars in Abb. 2 durch das Abschleifen und Glätten zu. Die auftretende ΔH_g -Differenz zwischen Proben mit rauher und mit glatter Oberfläche ist etwa nach Größe und Anisotropie dem unteren Kurvenpaar in Abb. 2 gleich. Es war zu erwarten, daß sich beim Glätten der Oberfläche die Linienbreite verkleinert. Die Tatsache, daß der Differenzbetrag dieser Verkleinerung in etwa mit dem durch das Ausglühen gefundenen ΔH_{div} -Wert übereinstimmt, scheint die Richtigkeit von Gl. (3) zu bestätigen.

Aus dem bisherigen Versuch können wir ableiten, daß die Oberflächenrauhigkeit durch eine Größe ΔH_{div} beschrieben werden kann, die zur bereits vorhandenen Linienbreite zu addieren ist. Entstehen und Größe von ΔH_{div} hängen von Art und Form der Oberflächenrauhigkeiten ab.

2. Oberflächenänderung durch Ätzen

Um die Additivität und Größe von ΔH_{div} genauer zu untersuchen, wurde von fünf Proben mit verschiedenen ΔH_g -Werten die Oberfläche verändert.

Der Werkstoff war NiT, die Ausgangszustände folgende: Probe 1 war 2 Stdn. bei 1000 °C in H_2 gegläut und langsam abgekühlt worden, die Proben 2, 3 und 4 stammten aus dem oben beschriebenen Reckversuch und waren um 13,5%, 31,8% und 15,3% verformt worden, und Probe 5 war walzhart und aus dem Blech elektrolytisch herauspoliert worden. Der mittlere Korndurchmesser der ersten vier Proben betrug etwa 0,12 mm, während Probe 5 noch sehr feinkörnig war (etwa 0,03 mm). Nach dem Auflöten wurden die Proben 1, 2, 3 und 5 vorsichtig mit der Hand bis 6/0 abgeschliffen

²⁵ A. G. GUREVICH, I. E. GUBLER u. A. G. TITOVA, FTT **3**, 19 [1961]; Soviet Phys.-Solid State **3**, 13 [1961].

²⁶ V. ZEHLER, Z. Naturforsch. **12a**, 437 [1957].

und ausreichend lange elektropoliert. Bei Probe 4 wurde die ursprüngliche Oberfläche beibehalten. Die Linienbreite ΔH_g wurde wegen der vorhandenen Anisotropien immer unter 45° zur ursprünglichen Verformungsrichtung gemessen und betrug im Ausgangszustand (ΔH_{gA}) für die einzelnen Proben in Oersted: 410, 720, 880, 710 und 540. Anschließend wurden die Proben eine bestimmte Zeit unter leichtem Bewegen in kalte konzentrierte Salpetersäure getaucht, abgespült und getrocknet.

In Abb. 3 sind für die verschiedenen Proben nurmehr die Zunahme der Linienbreiten ΔH_g in Abhängigkeit von der Ätzzeit t_A aufgetragen.

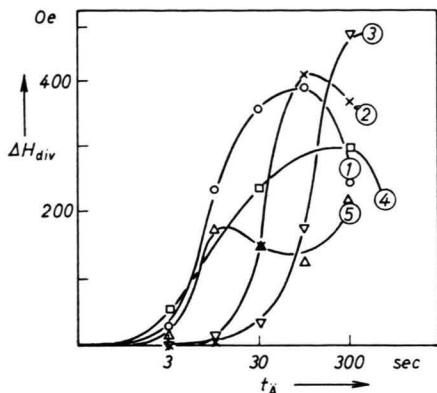


Abb. 3. Zunahme der Linienbreite ΔH_g polykristallinen Nickels in Abhängigkeit von der Ätzzeit t_A . Ätzmittel konz. HNO_3 kalt. ΔH_{gA} Linienbreite im Ausgangszustand.

Probe	1	2	3	4	5
Zustand des NiT	geglüht bei 1000°C	gereckt um 13,5%	gereckt um 31,8%	gereckt um 15,3%	walzhart
ΔH_{gA}	410 Oe	720 Oe	880 Oe	710 Oe	540 Oe

Läßt man konzentrierte Salpetersäure auf Nickel einwirken, so stellt man an der Gasentwicklung und dem grünlichen Verfärben der Säure fest, daß das Metall angegriffen wird und in Lösung geht. Die Wirkung von HNO_3 als Ätzmittel kann man unter dem Mikroskop verfolgen. Dabei beobachtet man, nach „Verunreinigung“ und Vorgeschiechte, ein sehr unterschiedliches Verhalten der einzelnen Proben. So wird bei weichem NiS und NiT sofort die ganze Kristalloberfläche angegriffen, während bei NiM am Anfang eine Korngrenzenätzung erfolgt. Je härter das Metall ist, um so langsamer greift die Säure an. Während bei den Proben 1 und 5 die einzelnen Kristallite je nach ihrer Orientierung stufenweise abgetragen und bei Probe 4 die verformte Oberflächenschicht abgebaut wurden, zeigten sich auf den Oberflächen der stärker gereckten Proben erst nach eini-

ger Zeit hauptsächlich Ätzgrübchen. Das deutet aber auf eine Oberflächentextur hin.

Die Zunahme der Linienbreite der verschiedenen Proben ist die Differenz zwischen der nach dem Ätzen beobachteten Linienbreite ΔH_g und deren Ausgangswert ΔH_{gA} . Dieser Differenzbetrag wird durch die Oberflächenrauhigkeiten hervorgerufen und entspricht damit der Linienbreite ΔH_{div} . Vergleichen wir den in Abb. 3 dargestellten zeitlichen Verlauf von ΔH_{div} mit den Beobachtungen unter dem Metallmikroskop, so können wir eine eindeutige Zuordnung treffen. Der Beginn und der Anstieg von ΔH_{div} decken sich genau mit dem optischen Bild. Je härter das Metall, um so langsamer wird die Oberfläche verändert und um so später nimmt ΔH_{gA} zu; je länger die Ätzzeit, um so ausgeprägter wird das Oberflächenprofil und um so größer wird ΔH_{div} . Auf den übrigen Kurvenverlauf soll in dieser Arbeit nicht weiter eingegangen werden.

Als Ursache für die durch das Ätzen erzeugte Linienbreite ΔH_{div} kommen scheinbare und echte Dämpfungsänderungen in Frage. Während die scheinbare Dämpfung durch die von den Streufeldern hervorgerufene Verteilung der Resonanzfeldstärken erzeugt wird, kann die echte durch eine Streuung der Spinwellen an den scharfen Oberflächenrauhigkeiten entstehen.

Die in diesem Versuch verwendeten NiT-Proben besitzen sehr unterschiedliche Linienbreiten ΔH_{gA} . Verändert man die Probenoberfläche, so nehmen die ΔH_g -Werte, abgesehen vom zeitlichen Verlauf, immer um etwa den gleichen Betrag ΔH_{div} zu. Werden die Oberflächenrauhigkeiten durch Abschleifen und Glätten wieder zum Verschwinden gebracht, so erhält man die ursprünglichen Werte ΔH_{gA} .

Die beobachtete Linienbreite ΔH_g setzt sich aus verschiedenen Anteilen zusammen. Diese werden durch verschiedene Dämpfungsprozesse verursacht und tragen voneinander unabhängig zur gesamten Linienbreite bei. Da der durch Oberflächenrauhigkeiten hervorgerufene Anteil ΔH_{div} die Breite ΔH_g immer um den gleichen Betrag ändert, gleichgültig wie groß ΔH_g ist, folgt daraus: Die gesamte Linienbreite ΔH_g setzt sich aus den verschiedenen Anteilen linear zusammen. Damit ist Gl. (3) bestätigt.

B. Einfluß der Gitterfehler

Im Abschnitt A wurden Versuche an gereckten Proben beschrieben. Dabei zeigte sich, daß nach Abzug der Linienbreite ΔH_{div} ein noch wesentlich gr-

ßerer Anteil ΔH_{me} übrig blieb. Das Entstehen dieser Linienverbreiterung soll in den folgenden Abschnitten genauer studiert werden.

1. Plastische Verformung durch Zug

Im folgenden Versuch sollte untersucht werden, wie eine plastische Zugverformung die Linienbreite eines Polykristalls ändert. Es wurden, wie in Abschnitt A beschrieben, Streifen aus NiT um verschiedene Beträge $\varepsilon = \Delta l / l_0$ gereckt. Die mit der Verformung zunehmenden Oberflächenunebenheiten wurden durch Abschleifen und Glattpolieren der aus den Streifen elektrolytisch herausgearbeiteten Scheiben entfernt. Die Linienbreite ΔH_g der aufgelöten Proben zeigt den in Abb. 4 dargestellten Verlauf.

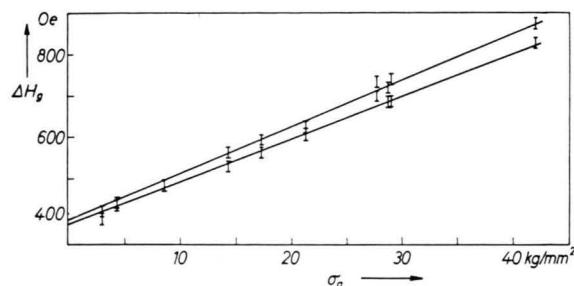


Abb. 4. Die Linienbreite ΔH_g polykristallinen Nickels in Abhängigkeit von der vorher angelegten Zugspannung σ_a . Die obere Kurve beginnt bei $\Delta H_g = 400$ Oe für $\sigma_a = 0$.

Er röhrt von der Größe ΔH_{me} her. Im Rahmen der Meßgenauigkeit findet man eine lineare Zunahme der Linienbreite mit der vorher angelegten Zugspannung σ_a . Die mittlere Steigung beträgt etwa 11 Oe/kg mm⁻². Man beobachtet eine Anisotropie derart, daß der Maximalwert von ΔH_g etwa unter einem Winkel von 45° zur ehemaligen Zugrichtung ZR auftritt. Die Werte senkrecht zu ZR sind am kleinsten und stimmen mit den Werten parallel zu ZR fast überein. Die Streuung der Meßwerte ist weniger durch die Genauigkeit der ΔH_g -Werte bedingt als vielmehr durch die Unsicherheit der σ_a -Werte. Das zeigte sich auch bei der Aufnahme des Spannungs-Dehnungs-Diagramms und hat seine Ursache in der inhomogenen Querschnittsminderung durch das elektrolytische Polieren vor dem Recken.

²⁷ A. SEEGER, Handbuch der Physik VII, Teil 2, S. 1, Verlag Springer, Berlin 1958.

²⁸ L. REIMER in W. KÖSTER, Beiträge zur Theorie des Ferromagnetismus, Verlag Springer, Berlin 1956, S. 141.

Das plastische Verhalten eines kfz Einkristalles kann durch das Entstehen und Wandern von Versetzungen und deren Wechselwirkungen vollständig beschrieben werden²⁷. Wird ein polykristallines Material durch Zug verformt, so entstehen und laufen ebenfalls Versetzungen in den einzelnen Körnern, wodurch sich ein Eigenspannungszustand ausbildet. Gegenüber dem Einkristall hat man beim Vielkristall noch zusätzlich die Wechselwirkung zwischen den einzelnen Körnern zu betrachten. Hierzu gibt es bisher zwei Vorstellungen. Geht man von der Vorstellung der Streckgrenzenanisotropie der einzelnen Körner aus, so hat man nach der Verformung einen Spannungszustand 2. Art zu erwarten. Über die einzelnen Kristallite erstrecken sich homogene Spannungen verschiedener Größe, Richtung und Vorzeichen²⁸. Die zweite Auffassung, welche die erste in gewisser Weise ergänzt, erklärt dagegen den Eigenspannungszustand nach Zugverformung als Folge eines pauschalen Streckgrenzenunterschiedes zwischen Kern- und Oberflächenbereichen der Vielkristallprobe. Als Folge davon bildet sich in der Oberfläche ein Druckeigenspannungszustand 1. Art aus²⁹. Welche von beiden Vorstellungen unsere aus den gereckten Streifen herauspolierten Proben besser beschreibt, soll nicht weiter untersucht werden. Für unsere Überlegungen ist nur wichtig, daß durch das Verformen im Polykristall sowohl innere Spannungen 1. und 2. Art, die sich über größere Bereiche oder von Korn zu Korn ändern können, als auch Spannungen kürzerer Reichweite erzeugt werden und daß alle mit der Verformung zunehmen.

Da die Ursache für alle inneren Spannungen Gitterfehler sind, kommen somit zur Beschreibung der Zunahme ΔH_{me} der gesamten Linienbreite eines Polykristalls nur Gitterfehler in Betracht.

Liegt an einer fmg Probe eine Zug- oder Druckspannung, so ändert sich nach Gl. (1) und (2) die Resonanzfeldstärke H_R ; die Änderung ist etwa proportional $3 \lambda_s \sigma / M_s$ ³⁰. Das wurde experimentell bestätigt und zur Bestimmung der Magnetostriktionskonstanten λ_s verwendet³¹. Umgekehrt kann man aus dem Verhalten von H_R , wenn die übrigen Feldanteile bekannt sind, auf vorhandene Spannungen

²⁹ C.-O. LEIBER u. E. MACHERAUCH, Z. Metallkde. **52**, 196 [1961]. — K. KOLB u. E. MACHERAUCH, Z. Metallkde. **53**, 108 [1962].

³⁰ J. R. MACDONALD, Phys. Rev. **106**, 890 [1957]. — D. FRAJTOVÁ, Czech. J. Phys. B **11**, 500 [1961].

³¹ V. ZEHLER, Z. Naturforschg. **12a**, 441 [1957].

schließen³². Betrachten wir jetzt ein Material, das sich in einem Eigenspannungszustand 1. oder 2. Art befindet, so folgt aus der σ -Abhängigkeit von H_R , daß eine gereckte polykristalline Probe ein ganzes Spektrum von Resonanzfeldstärken aufweisen muß. Die Streuung von H_R bewirkt aber eine Linienverbreiterung. Dieser Anteil der Linienbreite müßte somit von der Größe $S = 3 \lambda_s/M_s$ abhängen. Für Nickel bei Zimmertemperatur ist der Betrag von S etwa 21 Oe/kg mm⁻². Nehmen die inneren Spannungen σ_i linear mit den vorher angelegten äußeren σ_a zu (s. Anm.^{28, 29}), so müßte analog der Kristallanisotropieverbreiterung⁶ $\Delta H_K = K/M_s$, die Linienbreite linear mit σ_a zunehmen, wenn ΔH_{me} hauptsächlich durch die Streuung der Resonanzfeldstärken H_R bedingt ist. Eine Wechselwirkung der verschiedenen verspannten Kristallbereiche bleibt dabei unberücksichtigt. Zu dieser indirekten Wirkung der inneren Spannungen auf die Linienbreite der FMR kommt noch der unmittelbare Einfluß der Gitterfehler auf die Relaxationsprozesse. So wäre es möglich, daß Versetzungsanordnungen als Streuzentren für die Spinwellen wirken und so die Einstellzeit des Gleichgewichtszustandes des Spinsystems verkürzen. Hierüber ist bisher weder theoretisch noch experimentell etwas bekannt geworden.

In einem Polykristall ist es nicht möglich, durch plastisches Verformen Gitterfehler allein, ohne den damit verbundenen Eigenspannungszustand 1. oder 2. Art, zu erzeugen. Man kann deshalb die scheinbare und echte Änderung des Relaxationsterms nicht trennen. Während innere Spannungen die Resonanzfrequenz der Probe von Ort zu Ort ändern und damit die Linie verbreitern, können Gitterfehler die Dämpfung unmittelbar beeinflussen. Eine Trennung dieser Anteile ist nur bei Einkristallen möglich. Dort kennt man auch die Änderung der Versetzungsichte mit der Verformung ziemlich genau²⁷. Es sind deshalb Arbeiten in Vorbereitung, die die Linienbreiten von Einkristallen untersuchen sollen.

Die in Abb. 4 auftretende Anisotropie von ΔH_g ist entweder eine Anisotropie von ΔH_{me} oder stammt von einer Zugtextur (vgl. A 2). Letztere könnte über eine Abnahme von ΔH_K die gesamte Linienbreite verändern. Der Verlauf der ΔH_g -, wie der zugehöri-

gen H_R -Anisotropie muß noch genauer untersucht werden.

2. Inhomogene Verformung der Oberfläche

Im folgenden Versuch sollte festgestellt werden, wie bei einer Verformung die Linienbreite von der Magnetostriktionskonstanten λ_s abhängt.

Proben aus NiT ($\lambda_s = -34 \cdot 10^{-6}$) und Mumetall ($\lambda_s = +1 \cdot 10^{-6}$) wurden 2 Stunden bei 1000 °C im Rohrofen mit H₂-Atmosphäre geäugt, langsam abgekühlt und nach dem Auflöten heiß elektropoliert. Dann wurden mit einem Glaspinsel parallele Furchen in die Probenoberfläche geritzt²⁸. Dadurch entsteht in der Oberfläche ein inhomogener Eigenspannungszustand 1. Art. In den Furchen wird das Material bis über die Zerreißgrenze beansprucht. Die durch das „Pflügen“ in der Oberfläche erzeugten Gitterfehler und damit verbundenen Spannungsfeldern sind im einzelnen nicht mehr zu übersehen. Eine ausgezeichnete Richtung stellt nur die Furchenrichtung dar.

Nach dieser Oberflächenbearbeitung zeigen die beiden Metalle ein sehr unterschiedliches fmg Resonanzverhalten. Bei NiT nimmt mit der Furchenzahl die Linienbreite ΔH_g stark zu und die Resonanzfeldstärke H_R ändert sich merklich. Beide Größen weisen eine starke Anisotropie auf. ΔH_g ist parallel zur Furchenrichtung FR am größten, während H_R parallel zu FR größer und senkrecht zu FR kleiner als der Ausgangswert ist. Im Gegensatz dazu ist die Änderung von ΔH_g und H_R bei Mumetall nicht nur wesentlich geringer – so nimmt bei NiT die Linienbreite mit der Furchenzahl etwa dreizehn Mal so stark zu –, sie ist insbesondere den entsprechenden Änderungen bei NiT entgegengesetzt: ΔH_g ist senkrecht zu FR am größten, während H_R parallel zu FR kleiner und senkrecht zu FR größer als der Ausgangswert ist.

Als Ursache für dieses unterschiedliche Resonanzverhalten der beiden Metalle nach einer inhomogenen Verformung der Probenoberfläche kann nach dem in B 2 Gesagten nur die Magnetostriktionskonstante λ_s in Frage kommen. Der Absolutbetrag von λ_s bestimmt die Größe der Zunahme von ΔH_g und H_R mit der Furchenzahl, und das Vorzeichen von λ_s ist für den Verlauf der Anisotropien verantwortlich. Die Oberflächenrauhigkeit spielt eine geringere Rolle. Das zu wissen ist sehr wichtig, wenn z. B. Proben nur mechanisch poliert werden, ohne daß die zerstörte Oberflächenschicht anschließend elektrolytisch abgetragen wird. In solchen Fällen ist es möglich, daß

³² M. KURIYAMA, H. YAMANOUCHI u. S. HOSOYA, J. Phys. Soc., Japan **16**, 701 [1961]. — M. ONDŘÍČ u. Z. FRAJÍT, Czech. J. Phys. B **11**, 883 [1961]. — H. NOSÉ, J. Phys. Soc., Japan **16**, 2475 [1961].

Spannungseffekte die übrigen ΔH -bestimmenden Größen überdecken. Eine ähnliche Vermutung wurde bereits bei Untersuchungen an Ferriten geäußert³³. Aus dem Anisotropieverhalten von H_R folgt (Abschnitt B 1), daß senkrecht zur Furchenrichtung ein Druck oder parallel zur Furche ein Zug besteht.

Die für die Linienverbreiterung in Frage kommenden Mechanismen wurden bereits in Abschn. B 1 diskutiert. Bei NiT ist in Furchenrichtung die Zunahme von ΔH_g am größten. Das anscheinend abweichende Verhalten der ΔH_g -Anisotropie des Mumetalls ist durch die zusätzliche Oberflächenrauhigkeit bedingt. ΔH_{div} nimmt mit der Furchenzahl senkrecht zu den Furchen wegen der damit verbundenen Streufelder zu. Da die Zunahme und die Anisotropie von ΔH_{me} bei Mumetall nicht sehr groß ist, zeigt bei Addition von ΔH_{div} zu ΔH_{me} die Anisotropie von ΔH_g den beobachteten Verlauf.

3. Erholung und Rekristallisation

Einen wesentlichen Einblick in das Zustandekommen der Linienbreite ΔH_g liefern Anlaßversuche. Das führt gleichzeitig zu einer Prüfung unserer bisherigen Annahmen.

Es wurden Scheibchen von 21 mm Durchmesser aus den walzhaften NiS-, NiM- und NiT-Blechen herausgearbeitet und abgeschliffen. Die so vorbereiteten Proben wurden in den Rohrofen mit H_2 -Atmosphäre gebracht und die Ofentemperatur auf einen bestimmten Wert T_A eingestellt. Auf dieser Temperatur wurden die Scheibchen 2 Stdn. gehalten und anschließend langsam abgekühlt.

Die nach dem Auflöten und heißen Elektropolieren gemessenen ΔH_g -Werte sind in Abhängigkeit von den Glühtemperaturen T_A in Abb. 5 dargestellt. Die Meßpunkte stellen wegen der vorhandenen Anisotropien Mittelwerte über die Proben dar. In der Abbildung fällt am meisten die steile Abnahme der Linienbreite von NiS und NiM bei bestimmten Temperaturen auf. NiT zeigt dagegen ein langsames Absinken von ΔH_g . Nach dem Abfall zeigen die Kurven ein Minimum und nehmen dann nach Durchlaufen eines schwachen Maximums langsam ab.

Bei der Glühbehandlung eines verformten Polikristalls unterscheidet man drei Temperaturgebiete: Erholung, Rekristallisation und Kornwachstum³⁴.

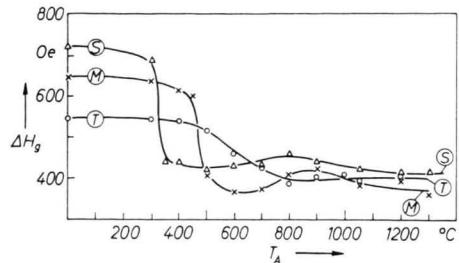


Abb. 5. Die Linienbreite ΔH_g gewalzter Nickelbleche, NiS, NiM und NiT, in Abhängigkeit von der Anlaßtemperatur T_A . Glühdauer 2 Stunden.

Die Erholung setzt bereits bei sehr tiefen Temperaturen ein und kann im allgemeinen in mehrere Bereiche eingeteilt werden. Diese sind gekennzeichnet durch das Wandern und Verschwinden bestimmter Gitterfehler und der damit verbundenen Spannungsfelder³⁵. So heilen in einem Bereich die Leerstellen aus, während im nächsthöheren die Versetzungen sich umordnen und verschwinden. Durch deren Verschwinden ist wesentlich die Rekristallisation bestimmt³⁶. Als Rekristallisation bezeichnet man die Entstehung und Bewegung von Großwinkelkorngrenzen. Mit Beginn der Rekristallisation werden die Eigenspannungen abgebaut und ein neues spannungsfreies Gefüge entsteht. Man hat festgestellt, daß die Temperatur, bei der die Rekristallisation einsetzt, von verschiedenen Parametern abhängt. So ist z. B. bei gegebener Glühdauer die Rekristallisationstemperatur um so niedriger, je größer der Verformungsgrad und je höher die Reinheit des Materials ist³⁷. „Verunreinigungen“ hemmen die Rekristallisation. Nach Beendigung der Rekristallisation, d. h. wenn die neu gebildeten Kristallite aneinanderstoßen, erfolgt mit zunehmender Glühdauer oder -temperatur das Kornwachstum. Dabei nehmen größere Kristallite auf Kosten kleinerer zu, was bis zu einem Rekristallisationseinkristall führen kann.

Betrachtet man die Kurven in Abb. 5, so erkennt man, daß bei NiS mit dem größten Reinheitsgrad die Erholungstemperatur der Linienbreite am niedrigsten ist. Mit zunehmender „Verunreinigung“ steigt die Temperatur an. Über den Verformungsgrad der verschiedenen Nickelsorten ist nichts bekannt. Nimmt man an, da die Blechstärken von NiS und NiM 0,5 mm gegenüber 0,7 mm von NiT betra-

³³ J. F. DILLON JR., J. Appl. Phys. **31**, 1605 [1960].

³⁴ J. E. BURKE u. D. TURNBULL, Progr. Met. Phys. **3**, 220 [1952].

³⁵ A. SEEGER, Handbuch der Physik VII, Teil 1, S. 383, Verlag Springer, Berlin 1955. — A. SEEGER, Proc. 2. Int. Conf.

on Peaceful Uses of Atomic Energy, Genf 1958, Bd. 6, S. 250, United Nations, New York 1958.

³⁶ U. DEHLINGER, Z. Metallkde. **52**, 44 [1961].

³⁷ L. M. CLAREBROUGH, M. E. HARGREAVES, M. H. LORETO u. G. W. WEST, Acta Met. **8**, 797 [1961].

gen, daß die beiden ersten Nickelarten stärker ausgewalzt sind als NiT, so würde das genau dem Kurvenverlauf entsprechen und auch die größeren Anfangswerte ΔH_g von NiS und NiM gegenüber NiT erklären. Zusammen mit optischen Beobachtungen ist damit gezeigt, daß die starke Erholung der Linienbreite mit der Rekristallisation zusammenfällt. Daraus folgt, daß die starke Änderung von ΔH_g durch das Verschwinden von ΔH_{me} verursacht wird. Nach dem über die Rekristallisation Gesagten besteht im Polykristall ΔH_{me} aus dem Eigenspannungsanteil und der Versetzungsdämpfung. Damit wurden die bisherigen Annahmen bestätigt. Die Frage, ob atomare Gitterfehler die Linienbreite verändern, kann hier noch nicht beantwortet werden.

Betrachten wir die ΔH_g -Werte bei $T_A > 1200^\circ\text{C}$. Die Differenz zwischen den Linienbreiten von NiS und NiM hat ihre Ursache wahrscheinlich in den Stoffkonstanten. Während Zusätze von Fe und Mn die Sättigungsmagnetisierung und den Widerstand erhöhen, erniedrigt ein Fe-Gehalt die Sättigungsmagnetostriktion und die Kristallanisotropie dem Betrage nach³⁸. Deshalb ist der Beitrag von $\Delta H_K = K/M_s$ und der Austauschwechselwirkungen zur Linienbreite ΔH_g bei NiM am kleinsten und bei NiS am größten. Das ist auch der Grund, warum die Linien bestimmter Fe-Ni-Legierungen so schmal sind. Ob eine vorhandene Versetzunggrundstruktur die Linienbreite verändert, muß erst untersucht werden. Ebenso ist es möglich, daß die in der Oberfläche unserer Proben beobachteten kleinen Löcher oder Poren den Wert ΔH_g um einen Anteil ΔH_{div} erhöhen. Der längs der Erholungskurven beobachtete Anisotropieverlauf von ΔH_g und H_R bedarf noch genauerer Untersuchungen. So wurde festgestellt, daß die vom Walzen stammende Anisotropie verschwindet, wenn die ΔH_g -Kurve das Minimum durchläuft, was beweist, daß erst bei dieser Temperatur die Probe ein vollständig neues Gefüge besitzt.

4. Neutronenbestrahlung

Da im vorhergehenden Abschnitt nicht entschieden werden konnte, ob atomare Gitterfehler die Linien-

breite ΔH_g beeinflussen, wurden Nickelproben einer Neutronenbestrahlung ausgesetzt.

Vor der Bestrahlung am FRM (Reaktorstation Garching bei München) wurden die scheibchenförmigen Proben aus NiS, NiM und NiT 2,5 Stdn. bei 1100°C im Vakuum geglüht. Anschließend wurden in Quarzwolle verpackt je 2 Scheibchen in Reinst-Al-Röhrchen eingeschweißt. Die Bestrahlungszeit betrug etwa 46 Stdn. (Reaktorleistung 1 MW), was einer Gesamtdosis von $0.92 \cdot 10^{18} \text{ n cm}^{-2} \pm 20\%$ für $E_n > 0.1 \text{ MeV}$ entspricht³⁹. Die Probentemperatur war dabei kleiner als 95°C . Aus der gemessenen Abnahme der Aktivität, die für die drei Materialien nahezu gleich war, wurde die Reaktion $\text{Ni}^{58}(\text{n},\text{p})\text{Co}^{58}$ mit einer Halbwertszeit⁴⁰ von 72 d als aktivitätsbestimmend ermittelt.

Nach dem Auflöten und heißen Elektropolieren konnte bei keiner der bestrahlten Proben eine Änderung der Linienbreite ΔH_g gegenüber den unbestrahlten Proben festgestellt werden.

Durch die Neutronenbestrahlung wurden in den Metallen atomare Fehlstellen erzeugt, von denen nach dem Auflöten gewiß noch Leerstellen und SEEGER-Zonen vorhanden sind³⁵. Da keine Änderung der Linienbreite zu beobachten ist, bedeutet das, daß obige Gitterfehler die Spinrelaxationszeit nicht beeinflussen. Der Streuquerschnitt dieser Einzelfehler und Fehleranhäufungen ist für die durch das Mikrowellenfeld erzeugten Spinwellen ($k \approx 10^4 \dots 10^5 \text{ cm}^{-1}$) zu klein.

Durch diesen Versuch konnte gezeigt werden, daß atomare Gitterfehler und Anhäufungen von diesen die Linienbreite nicht verändern. Die mit den Fehlern verbundenen Spannungsfelder sind zu klein, um einen merklichen Effekt hervorzurufen.

Meinem hochverehrten Lehrer, Herrn Prof. Dr. W. ROLLWAGEN, bin ich für die Überlassung des Themas außerordentlich dankbar und danke ihm für sein stetes Entgegenkommen und reges Interesse während der Durchführung der Arbeit aufrichtig. — Herrn Dr. Ch. SCHWINK habe ich für die Anregung dieser Arbeit und die zahlreichen wertvollen Diskussionen besonders zu danken. — Für die Gewährung apparativer und finanzieller Unterstützung gilt mein Dank der Deutschen Forschungsgemeinschaft sowie dem Bundesministerium für Atomkernenergie, nicht zuletzt auch den Herren vom FRM an der Reaktorstation in Garching.

³⁸ R. M. BOZORTH, Ferromagnetism, D. Van Nostrand, New York 1951.

³⁹ J. FISCHER, Dissertation München 1962, Z. Naturforsch. 17 a, 603 [1962].

⁴⁰ W. KÖHLER, F.R.M.-Bericht 30, Dez. 1960.