

高磁光性能 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 多晶体的制备及磁学性能

栾丽君, 徐长艳, 张子荞, 谢海晨

(长安大学 材料科学与工程学院, 陕西 西安 710064)

摘要: 采用优化的溶胶-凝胶法制备了 Ce^{3+} 掺杂的石榴石型 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$; Ce:YIG) 多晶体, 通过预烧处理和 $900\sim 1400\text{ }^\circ\text{C}$ 宽温度范围烧结获得无衍生杂质和高磁光性能的晶体。首先用热重分析确定了该晶体的合成温度为 $890\text{ }^\circ\text{C}$ 。XRD 结果表明该晶体的晶格常数在 $1.237\ 241\sim 1.241\ 210\text{ nm}$ 之间变化, 当 $x>0.2$ 时出现杂质相 CeO_2 。SEM 分析表明, Ce:YIG 的晶粒尺寸随着烧结温度和 Ce^{3+} 含量的增加而增加, 其尺寸分布范围为 $0.257\sim 6.52\ \mu\text{m}$, 该粒度值是目​​前获得的 YIG 晶体粒度的最大值。所有 Ce:YIG 样品在室温下呈现亚铁磁性, 饱和磁化强度 (M_s) 在 $23.47\sim 28.10\ (\text{A}\cdot\text{m}^2)\cdot\text{kg}^{-1}$ 范围内变化。经过 $1200\sim 1300\text{ }^\circ\text{C}$ 烧结的 $\text{Ce}_{0.1}\text{Y}_2.9\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶体的磁导率高达 $3.68\sim 3.90$ 。根据法拉第旋转角与磁导率的关系可知, 该温度范围烧结的多晶体有可能获得最佳的法拉第旋转性能。

关键词: 溶胶-凝胶法; 钇铁石榴石 (YIG); 烧结温度; 磁性能

中图分类号: TM277+.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2026)04-1058-10

1 引言

稀土铁石榴石 (rare-earth-iron garnet, RIG) 自 1957 年被发现以来, 由于其高居里温度^[1]、高介电常数^[2]、垂直磁各向异性^[3]和化学稳定性, 已在光纤通信^[4]、国防工业^[5]、航空航天和生物医学^[6]等领域得到广泛应用。作为 RIG 家族的一员, 钇铁石榴石 (yttrium iron garnet, YIG) 已成为制作非互易器件^[7-9]的热门材料, 如磁光隔离器^[4,10-11]、谐振器^[12-13]、磁光传感器^[14-15]、磁光学开关^[16]和可调谐滤波器^[17-18]等, 这些器件的工作原理皆源于 YIG 巨大的法拉第效应^[19]。随着 5G 时代的到来, 适用于通信频带中非互易设备的 YIG 单晶芯片引起了广泛的研究兴趣^[20]。目前制备单晶体使用的方法包括熔盐法^[21]、光学浮区法^[14,22]和液相外延法^[23-24]。然而, 由于 YIG 单晶的非一致熔融性, 其晶体生长变得极其困难。为了满足目前国际形势下国产替代的需要, 透明 YIG 陶瓷^[25-26]、YIG 薄膜^[3,27-29]和陶瓷粉体材料^[30-32]已竞相被研究。

除了巨法拉第效应外, 出色的磁性如高饱和磁化强度^[33-34]、窄铁磁共振线宽^[35]和高法拉第转角也为 YIG 多晶粉体在微波领域内的应用提供了可能, 其丰富的磁性来源于钇铁石榴石巧妙的晶体结构。YIG 的分子式为 $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$, 属于立方晶系, 每个单位晶胞内含 8 个 $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 分子。YIG 的晶体结构由氧多面体围绕着阳离子组成, 分别形成 3 个亚晶格: 四面体 d 位置由 3 个铁离子占据、

八面体 a 位置和十二面体 c 位置分别由 2 个铁离子和 3 个钇离子占据。其中 a 位和 d 位上的铁离子磁矩通过超交换相互作用抵消, 剩余 d 位的铁离子提供了 YIG 的磁性^[36]。因此当用不同元素掺杂 YIG 可显著改变其磁性。例如, 掺杂 Co^{3+} 会导致 YIG 纳米颗粒的饱和磁化强度降低^[37]; Sm^{3+} 掺杂的 YIG 引起晶格畸变, 导致其饱和磁化强度降低^[38]; Sn 取代导致居里温度降低, 饱和磁化强度略有增加^[39]。

目前制备 YIG 晶体的方法包括溶胶-凝胶法^[6,40-41]、化学共沉淀法^[42]、固态法^[43-44]、溶液燃烧法^[45]、水热法^[46]和微乳液法^[47]。其中, 溶胶-凝胶法因其成本低、简单以及能够在相对较低的温度下合成单相 YIG 而备受关注。无论使用何种合成方法, YIG 晶相合成都需要较高的温度 ($800\sim 1400\text{ }^\circ\text{C}$)。Spivakov 等人^[48]使用溶胶-凝胶法在 $650\sim 800\text{ }^\circ\text{C}$ 的空气气氛中对 Bi:YIG 纳米颗粒进行退火, 发现随着退火温度的升高, 晶粒尺寸增加到 44.5 nm , 并伴随着磁畴的转变。尽管合成 Ce:YIG 的技术相对成熟, 但 Ce 在 YIG 陶瓷中的溶解度低, 导致相关性能受到影响。为此研究人员相继开发出 Eu 掺杂^[29]以及热循环^[49]等提高 Ce 的固溶度的方法。各种方法合成的 Ce:YIG 陶瓷中 Ce 亦展现出不同的溶解度极限。其中, 溶胶凝胶法合成 Ce:YIG 薄膜的 Ce 含量最大可达到 0.25 ^[50]; 固相法合成 Ce:YIG 颗粒的溶解度极限为 0.1 ^[51]。

根据实践经验, 发现传统溶胶-凝胶法虽然可以在较

收稿日期: 2025-04-16

基金项目: 国家重点研发计划“政府间国家科技创新合作”重点专项(2023YFE0108500); 中央高校基本科研业务费专项(300102312401)

作者简介: 栾丽君, 女, 1976 年生, 博士, 教授, 长安大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710064, E-mail: nmlj050@chd.edu.cn

低的温度下合成YIG多晶体,但获得的YIG多晶体不仅含有 YFeO_3 (YIP)、赤铁矿、 CeO_2 等杂质相,而且较低的烧结温度下晶粒生长不完全导致晶体质量也很低^[52-53]。同时,固相烧结法也存在原料均匀性和分散性差的问题,导致性能较差^[54],因此拟通过优化传统溶胶-凝胶法的烧结工艺来制备可应用于微波器件的高磁光性能Ce:YIG粉末多晶体。优化方案是通过预烧处理和900~1400℃的宽温度范围烧结获得无衍生杂质和高磁光性能的晶体。本工作系统地研究了Ce掺杂和烧结温度对Ce:YIG晶体结构、烧结过程、磁性能和法拉第效应的影响。

2 实验

采用分析纯 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 作为溶胶-凝胶法制备 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)多晶粉体的原料。按照化学计量比称量原料并溶解在120 mL去离子水中,滴入少量乙二醇不断搅拌至充分溶解,然后加入1 mol/L $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 作为络合剂并搅拌均匀,合成暗红色的前驱体溶液。溶液的pH值是成功制备凝胶的关键,在前驱体溶液中逐滴加入氨水使其pH值为2^[55],此时溶液变为浅黄绿色。将混合溶液在80℃下水浴加热6~10 h使其缓慢蒸发获得湿凝胶。湿凝胶在110℃下干燥36 h得到疏松多孔的干凝胶,研磨30 min后得到原粉。最后,将原粉先在450℃预烧1 h后分别在900~1400℃下烧结6 h得到 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)多晶体。

通过TGA/DSC(TA DSC/TGA Discovery SDT 650)确定 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 原粉在不同加热阶段的热分解温度及立方石榴石相的形成温度。用X射线衍射(AXSD8ADVANCE)分析 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 样品的晶体结构。再用扫描电子显微镜(ZEISS Sigma 300)分析样品的形貌特征及晶粒尺寸。使用振动样品磁强计(美国LakeShore公司7404型)获得样品在常温下的磁滞回线,重点研究样品的饱和磁化强度随烧结温度的变化关系。

3 结果与讨论

3.1 TG-DSC法确定YIG的合成工艺

图1为溶胶-凝胶法制备YIG晶体的TG-DSC曲线。从TG曲线上可以看出温度低于180℃之前失重率约为7%,对应于DSC曲线上100.82℃处的吸热峰和172.24℃的放热峰,分别为湿凝胶脱水及氨基消去。随着温度升高到582℃,失重持续增加到74.04%,该过程为凝胶中氢氧化物、柠檬酸等有机物分解。柠檬酸的分解温度约为350℃^[56],对应于DSC曲线上383℃的放热峰。因此,在正式退火之前,应先选择合适的温度预烧处理,从而抑制杂质相的形成,根据TG-DSC数据和整合性分析,最终确定在450℃下预烧1 h。当温度高于582℃以后,TG曲线略微下降,后趋于平稳,该趋势对应于有机

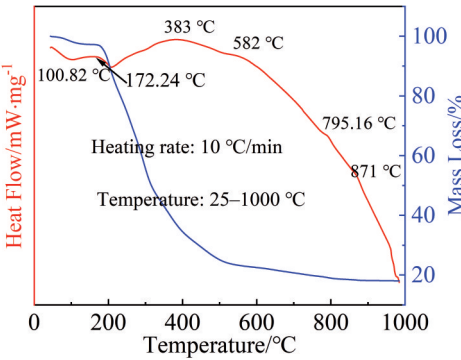


图1 溶胶-凝胶法制备YIG原粉的TG-DSC曲线

Fig.1 TG-DSC curves of YIG raw powder prepared by sol-gel method

物的进一步分解。在795.16℃处出现1个放热峰,代表着有序相复合氧化物 YFeO_3 (YIP)在此温度下开始结晶。871℃处的放热峰可能代表着立方YIG相的形成。失重持续到约890℃,高于890℃以后没有任何失重,表明采用溶胶-凝胶法制备Ce:YIG晶体的最低烧结温度为890℃。传统溶胶-凝胶法在900~1100℃的烧结温度范围合成的YIG晶体质量不高,选定900~1400℃作为YIG的烧结温度范围。

3.2 单相YIG的XRD分析

3.2.1 烧结温度对晶体结构的影响

为了探究预烧在烧结过程中是否必要,测试了未经预烧在900℃下直接烧结的样品和450℃预烧后再烧结样品的XRD衍射数据,其结果如图2所示。从图中可以看出,未经预烧样品的主晶相为 YFeO_3 (YIP),同时含有少量 Fe_2O_3 ,而经450℃预烧后烧结的试样仅显示为YIG相。因此,在正式烧结之前的预烧结过程是获得纯YIG的关键步骤。

在900~1400℃下烧结6 h的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1,$

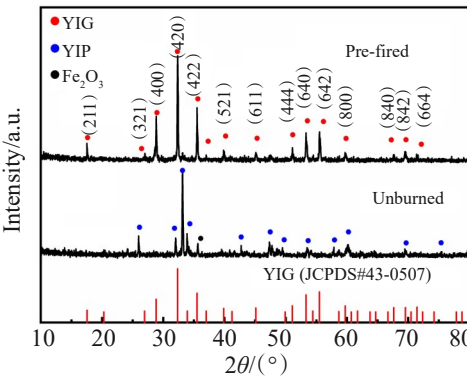


图2 900℃下未预烧样品和450℃预烧样品的XRD图谱

Fig.2 XRD patterns of unburned sample at 900℃ and pre-fired sample at 450℃

0.2, 0.3)晶体的XRD图谱如图3所示。所有样品都表现出结晶相,并形成了石榴石结构,其衍射峰与 $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的标准衍射卡片(PDF#43-0507)非常匹配。 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)样品各晶面的衍射峰强度随烧结温度的升高而增大,其半峰宽度随烧结温度的升高而变窄,表明 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的晶粒尺寸增大,同时结晶度增大。如图3c和3d所示,由于Ce在YIG中的溶解度有限^[50],随着Ce浓度的升高,样品中开始出现 CeO_2 第二相,分别对应于 x 等于0.2和0.3。同时,随着烧结温度的升高,检测到的 CeO_2 含量变小,表明高温烧结可使 Ce^{3+} 更多的溶解到YIG中。

3.2.2 Ce含量对晶体结构的影响

为了确定Ce含量对晶体结构的影响,选择了比较合适的烧结温度1300 °C的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)的XRD图谱进行精修,其结果如图4所示,将图4中(420)峰局部放大得到图5。如图5所示,随着Ce含量的增加,主峰位置略微向左移动,这是因为 Ce^{3+} 的离子半径(0.101 nm)大于 Y^{3+} (0.09 nm)。根据布拉格方程 $\lambda = 2d \sin \theta$,当 d 增大时,衍射角减小。

衍射峰位随 x 值的增大而左移表明 Ce^{3+} 成功取代 Y^{3+} 进入了YIG晶格,形成石榴石结构^[27]。为了进一步分析 Ce^{3+} 含量对晶格常数的影响,根据上述XRD结果获得了 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)的晶格参数列于表1。由表1可知,在相同的烧结温度下, $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)的晶格常数随着Ce含量的增加而增加,这归因于大半径离子 Ce^{3+} 的成功掺杂。该晶体的晶格常数在

1.237 241~1.241 210 nm之间变化。实验中任一掺杂浓度的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶体的晶格常数都随着烧结温度的升高而降低(如图6a所示)。原因是随着烧结温度的提高,晶粒尺寸增大,从而导致晶格参数变小。Vaquero等人^[55]的研究结果证实了这一点,他们研究了在不同的烧结温度(800~900 °C)下获得的YIG的平均粒径和晶格常数之间的关系,发现平均粒径越大,晶格常数越小。这种晶格收缩源于相对大尺寸晶粒中的晶粒表面排斥偶极相互作用的减少^[57]。图6b显示了基于XRD精修数据的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)中结晶各相含量与烧结温度之间的关系。可以看出,随着温度的升高,更多的 Ce^{3+} 固溶于YIG中,形成 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶相,而第二相的含量却相应地降低。这也证实了高温烧结对 Ce^{3+} 在YIG中的固溶性的贡献。

3.3 SEM表面形貌和烧结过程分析

为了研究 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)样品在不同烧结条件下的形貌,对样品进行了SEM分析。图7为样品在900~1400 °C下烧结6 h的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)的微观形貌。根据SEM图像可知,所有样品都表现出与XRD结果一致的多晶形态,证实了通过溶胶凝胶法成功合成了 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 多晶体。统计 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)在不同烧结温度下的平均晶粒尺寸列于表2,其平均粒度分布在0.257~6.52 μm 范围内,且晶粒尺寸随着烧结温度的升高而增大,如表2中任一烧结温度下,随着越来越多的 Ce^{3+} 进入YIG晶格, $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)的晶粒尺寸逐渐增大,这与XRD粒度

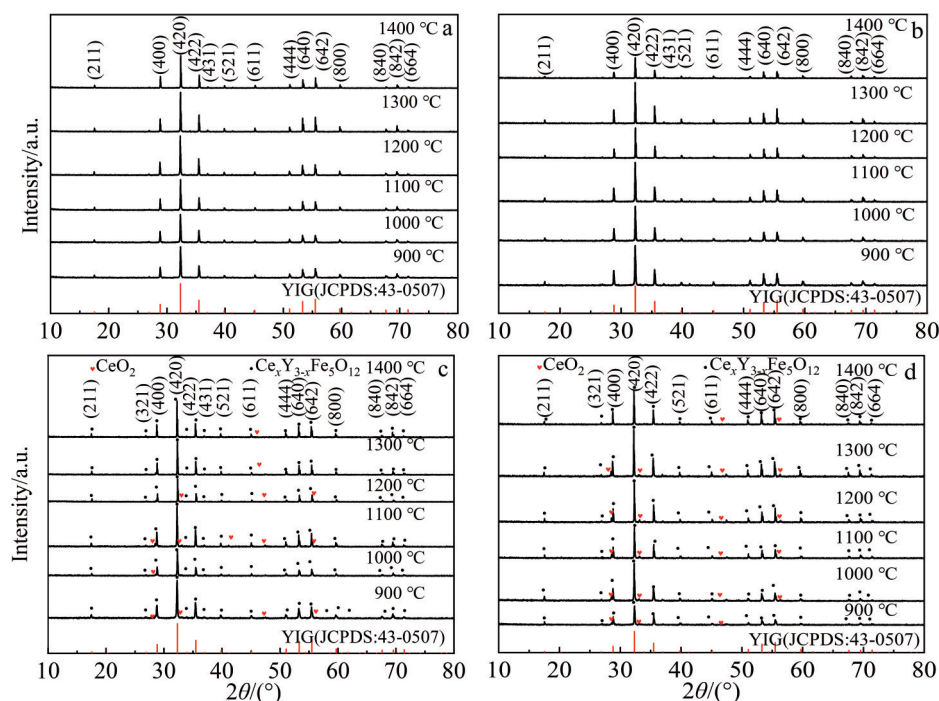


图3 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 在900~1400 °C烧结6 h时的XRD图谱

Fig.3 XRD patterns of $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ sintered at 900–1400 °C for 6 h: (a) $x=0$, (b) $x=0.1$, (c) $x=0.2$, and (d) $x=0.3$

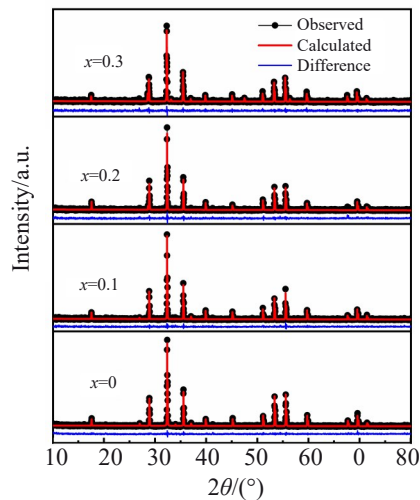


图4 1300 °C烧结的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶体的精修XRD图谱
Fig.4 Refined XRD patterns of $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ crystal sintered at 1300 °C

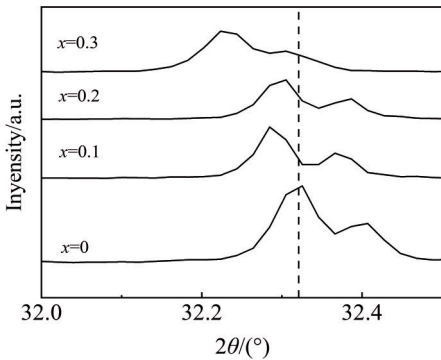


图5 1300 °C烧结的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶体的(420)峰的放大图
Fig.5 Enlarged patterns of (420) peak in $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ crystal sintered at 1300 °C

表1 通过XRD数据精修的900~1400 °C下烧结的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 样品的晶格常数

Table 1 Lattice constants of $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ samples sintered at 900–1400 °C obtained by XRD data refinement (nm)

$T/^{\circ}\text{C}$	x			
	0	0.1	0.2	0.3
900	1.238 925	1.239 591	1.240 606	1.241 210
1000	1.238 341	1.238 938	1.239 964	1.240 980
1100	1.238 300	1.238 796	1.239 964	1.240 980
1200	1.238 121	1.238 427	1.239 524	1.240 968
1300	1.237 731	1.238 465	1.239 383	1.240 790
1400	1.237 241	1.238 360	1.239 273	1.240 447

分析结果一致。与固相法和传统溶胶-凝胶法相比,优化的溶胶-凝胶法工艺获得的晶粒尺寸大于传统固相法(最大晶粒尺寸为 $5\text{ }\mu\text{m}^{[58]}$)和普通溶胶-凝胶法(晶粒尺寸为 $1.36\text{ }\mu\text{m}^{[59]}$),本工作获得的粒度值是目前获得的YIG晶

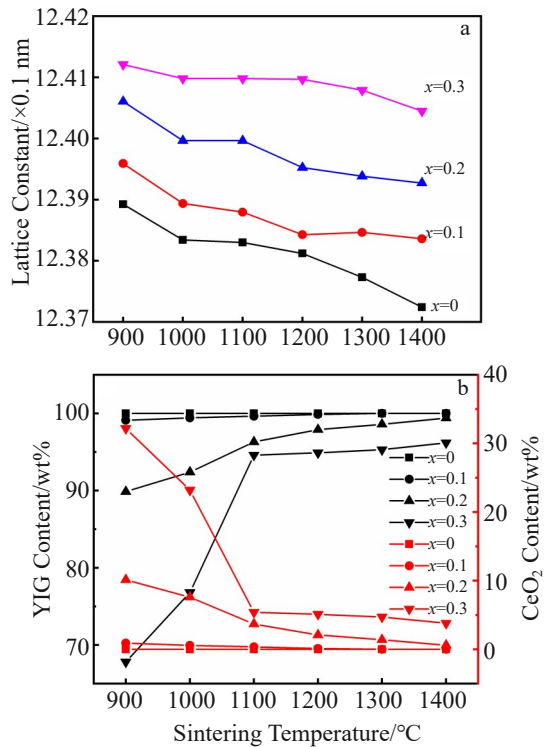


图6 不同Ce含量下 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的晶格常数随烧结温度的变化及 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 中YIG和 CeO_2 含量与烧结温度的关系

Fig.6 Changes in lattice constants of $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ with sintering temperature under different Ce contents (a); relationship between YIG and CeO_2 content in $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ and sintering temperature (b)

体粒径的最大值。随着烧结温度的持续升高,晶粒从柱状晶转变为等轴晶粒。

值得注意的是,在掺杂过程中,除了YIG晶粒生长外,还出现了第二相。当 $x=0.1$ 时,观察到 CeO_2 第二相附着在 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶界处,这也反映在图7中。但 $\text{Ce}_{0.1}\text{Y}_{2.9}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 中的杂质相仅存在于900~1200 °C的烧结过程中。超过1300 °C后, Ce^{3+} 完全固溶到YIG晶格中,形成单相 $\text{Ce}_{0.1}\text{Y}_{2.9}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 。当 x 为0.2和0.3时,实验中的任一烧结温度下都观察到了 CeO_2 杂质相,因此用溶胶-凝胶法制备Ce:YIG时,Ce的固溶极限小于0.2。

为了研究不同烧结温度下晶体的生长和扩散,使用Cobal理论^[60]的Arrhenius方程^[61]来预测晶体生长的活化能:

$$\lg D = \left(\frac{-Q}{2.303R} \right) \frac{1}{T} + A \quad (1)$$

式中, D 为晶粒度; Q 是晶体生长的活化能(kJ/mol); R 是理想气体常数,其值为 8.314 J/mol ; T 是绝对温度(K); A 是常数。根据上述公式绘制 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的 $\lg D-1/T$ 曲线,如图8所示,通过曲线可以计算烧结的活化能。

基于上述拟合结果,计算出 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1,$

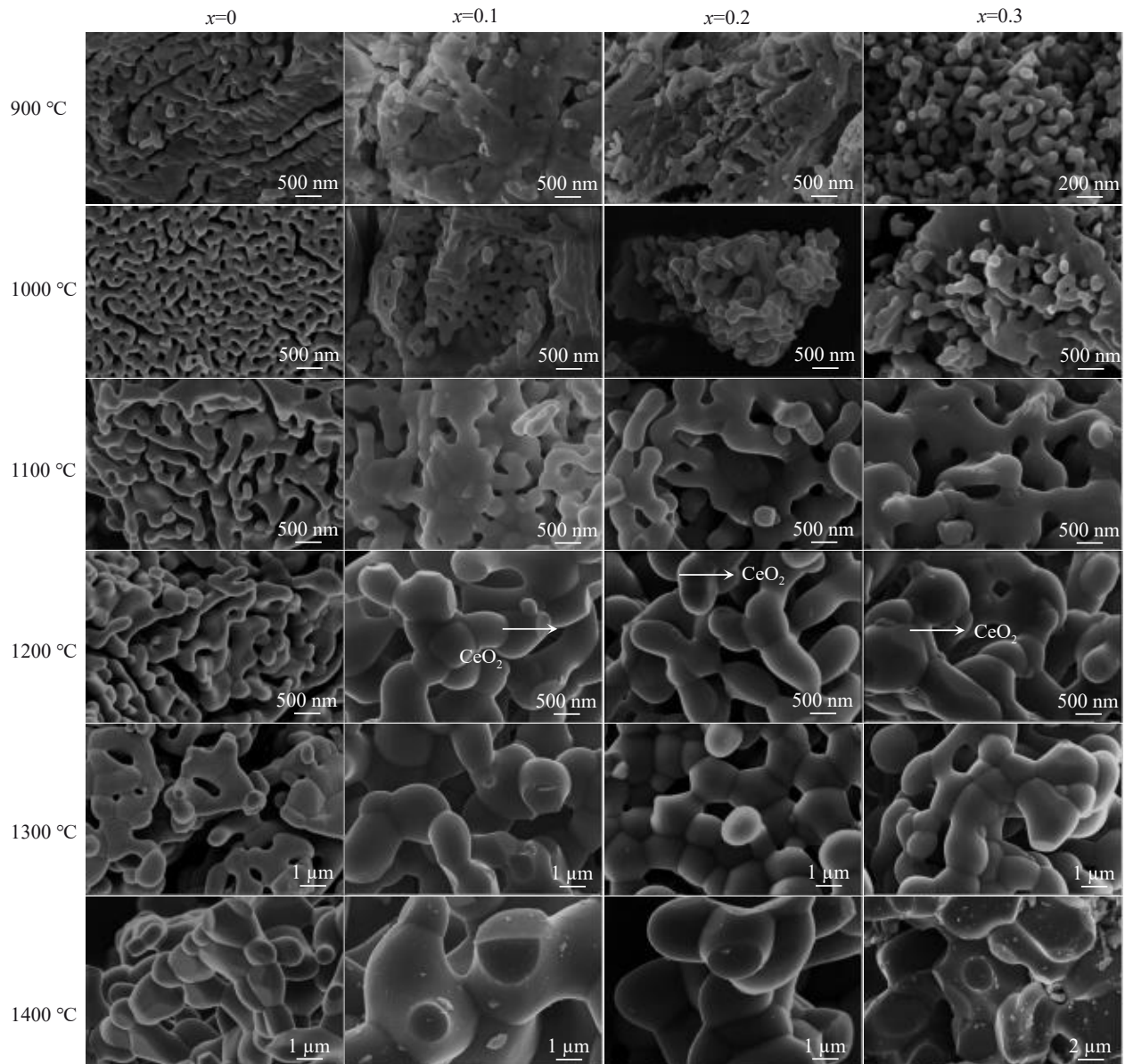


图7 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 在 900~1400 °C 下烧结 6 h 的 SEM 照片
Fig.7 SEM images of $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ sintered at 900–1400 °C for 6 h

表2 900~1400 °C 烧结的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶体的平均晶粒尺寸
Table 2 Average grain size of $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ crystal sintered at 900–1400 °C (μm)

$T/^\circ\text{C}$	x			
	0	0.1	0.2	0.3
900	0.257	0.270	0.297	0.314
1000	0.268	0.281	0.312	0.434
1100	0.311	0.485	0.610	0.750
1200	0.435	0.990	1.050	1.110
1300	0.902	1.950	2.020	2.360
1400	1.640	2.840	4.420	6.520

0.2, 0.3) 在各个阶段的活化能并列于表3。晶粒生长经历 3 个阶段: 第 1 阶段是生长早期(对应相对较低的烧结温度), 第 2 阶段是生长中期(中温), 而第 3 阶段(高温)是生长后期。从第 1 阶段到第 3 阶段, 所有样品的活化能显著增加。在晶粒生长的初始阶段, 起始粉末达到纳米尺寸(257~311 nm)。这些纳米颗粒具有更大的表面积来刺激晶粒生长, 因此活化能较低^[62]。该阶段 $\text{Ce}:\text{YIG}$ 的主要扩散方式是表面扩散, 其中纳米颗粒相互接触形成颈部连接, 原子沿着表面扩散到颈部区域。在生长中期, 晶粒和颈部继续生长, 但表面原子的扩散逐渐转变为晶界扩散, 晶界的移动需要更多的能量, 从而活化能进一步增加。在生长的最后阶段, 晶界扩散开始转变为体扩散, 并伴随着晶粒的连续生长, 从而导致更高的活化能。整个烧结

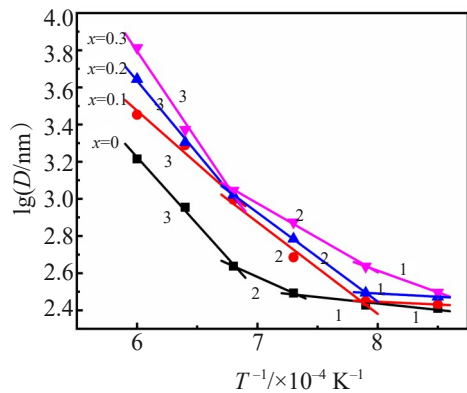


图8 3种烧结工艺条件下,根据公式(1)拟合的 $\lg D$ 和 $1/T$ 的关系图
Fig.8 Relationships between $\lg D$ and $1/T$ fitted according to Eq.(1) under three sintering process conditions (for different x values, two low-temperature data determine one fitting line, and two medium-temperature data and two high-temperature data determine the other two fitting lines)

表3 图8中 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 在不同烧结过程中的活化能值
Table 3 Activation energy values of $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ during different sintering processes in Fig.8 (kJ/mol)

Step	x			
	0	0.1	0.2	0.3
1	13.24	5.74	6.70	63.11
2	55.53	94.57	91.77	71.18
3	138.10	109.38	149.35	184.05

过程中,原子扩散从早期的表面扩散过渡到中期的晶界扩散,在生长的最后阶段过渡到体扩散,其中体扩散过程晶粒生长最快。

3.4 磁学性能和法拉第旋转分析

3.4.1 烧结温度和Ce浓度对磁学性能的影响

磁学性能分析是研究 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶体磁光性能的必要手段,实验测试了900~1400℃烧结的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)样品的磁滞回线,其结果如图9所示,所有样品在室温下均表现出亚铁磁性。纯YIG在900~1400℃烧结后的饱和磁化强度(M_s)分别为26.17、26.65、27.75、27.51、28.10和26.96 ($\text{A}\cdot\text{m}^2$) $\cdot\text{kg}^{-1}$ 。随着结晶度的进一步提高和晶粒尺寸的不断增大,比表面积减小,可以推测非磁性表面层^[63]难以形成,使 M_s 值增加,但实验结果并非如此。这是由于烧结温度高于1200℃的烧结过程中引入的氧空位抑制了磁矩之间的超交换作用,导致 M_s 降低。因此,1400℃烧结的 M_s 值低于1100~1300℃,但高于900℃。图9b显示,当温度超过1000℃时, $\text{Ce}_{0.1}\text{Y}_{2.9}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的 M_s 开始下降,然后上升,表明在1100~1200℃范围内氧空位的影响占主导地位。图9c显示,当

$x=0.2$ 时,在1200℃烧结的 $\text{Ce}_{0.2}\text{Y}_{2.8}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的 M_s 值达到最大值27.77 ($\text{A}\cdot\text{m}^2$) $\cdot\text{kg}^{-1}$,而在1400℃烧结的 M_s 值却低于900℃时的值,仅为25.87 ($\text{A}\cdot\text{m}^2$) $\cdot\text{kg}^{-1}$,这意味着在1300~1400℃时氧空位的影响远大于结晶度的影响。图9d显示, $\text{Ce}_{0.3}\text{Y}_{2.7}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶体在900~1400℃烧结的 M_s 分别为23.47、24.61、23.83、26.74、24.99和27.27 ($\text{A}\cdot\text{m}^2$) $\cdot\text{kg}^{-1}$,在1100和1300℃时的轻微下降也归因于氧空位的影响。

毫无疑问,Ce掺杂对YIG的 M_s 也有一定的影响。 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)在900℃烧结时的 M_s 分别为26.17、26.03、26.33和23.47 ($\text{A}\cdot\text{m}^2$) $\cdot\text{kg}^{-1}$ 。根据理论分析,纯YIG中 Fe^{3+} 在a和d位置的磁矩是反平行排列。而 Y^{3+} 在c位置的磁矩为零。当非零磁矩稀土离子进入c位时,c位置的磁矩将与a和d的磁矩的矢量和反平行,因此YIG的总净磁矩由公式(2)^[64]确定:

$$M_s = M_c - |M_d - M_a|$$

(2)

式中, M_s 为YIG的总净磁矩; M_c 、 M_d 和 M_a 对应于YIG中的c、d和a位点的磁矩。当 Ce^{3+} 取代 Y^{3+} 并进入c位置,将形成更多的磁矩与耦合磁矩 $|M_d - M_a|$ 反平行,这导致 M_s 值降低。因此, M_s 随着Ce掺杂量的增加而减少。然而,当 $x=0.2$ 时, M_s 值略有增加,作为一种离子晶体,YIG中的金属阳离子之间被更大半径的氧离子隔开从而距离较远,因此其磁性主要来自不同亚晶格与氧离子之间的超交换相互作用。而高Ce(x 超过0.2)将增强由氧离子介导的 Fe^{3+} 之间的超交换相互作用^[65],从而增加 M_s 值。总之,由于 Ce^{3+} 既可以降低YIG的净磁矩,又可以增强YIG的超交换效应,因此在特定的烧结温度下, M_s 不存在随 x 变化的特定变化规律。

图9的左上角显示了在0~19.9 kA/m初始磁化范围内根据公式 $\chi=M/H$ 拟合的 M - H 图,其中直线的斜率为初始磁化率(χ_0)的值。每个样品的饱和磁化强度(M_s)、剩余磁化强度(M_r)、矫顽力(H_c)、 M_r/M_s 和基于初始磁化率(χ_0)以及公式: $\mu_0=\chi_0+1$ 求得的0~19.9 kA/m初始磁导率(μ_0)值列于表4中。

尽管 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)晶体的 μ_0 值存在局部波动,但它们都随着烧结温度的升高而增加。值得注意的是,1200~1400℃烧结的 $\text{Ce}_{0.1}\text{Y}_{2.9}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的 μ_0 值都相对更高。对此,推测适量的Ce掺杂可以提高YIG的 μ_0 值,但当Ce含量超过一定限度(约0.2)时 μ_0 值没有显著增加,可能是由于高Ce掺杂下 CeO_2 杂质相的存在导致。

通常,矫顽力(H_c)值用于表示材料易于被磁化的程度。根据表4中 H_c 的结果,在任一Ce掺杂量 x 下, $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$)的 H_c 随着烧结温度的升高而持续降低,在1400℃时达到最低值。在900℃时,矫顽力首先从3018.43 $\text{A}\cdot\text{m}^{-1}$ 增加到3866.97 $\text{A}\cdot\text{m}^{-1}$,平均晶粒尺寸相应地从257 nm增加到297 nm。然而,随

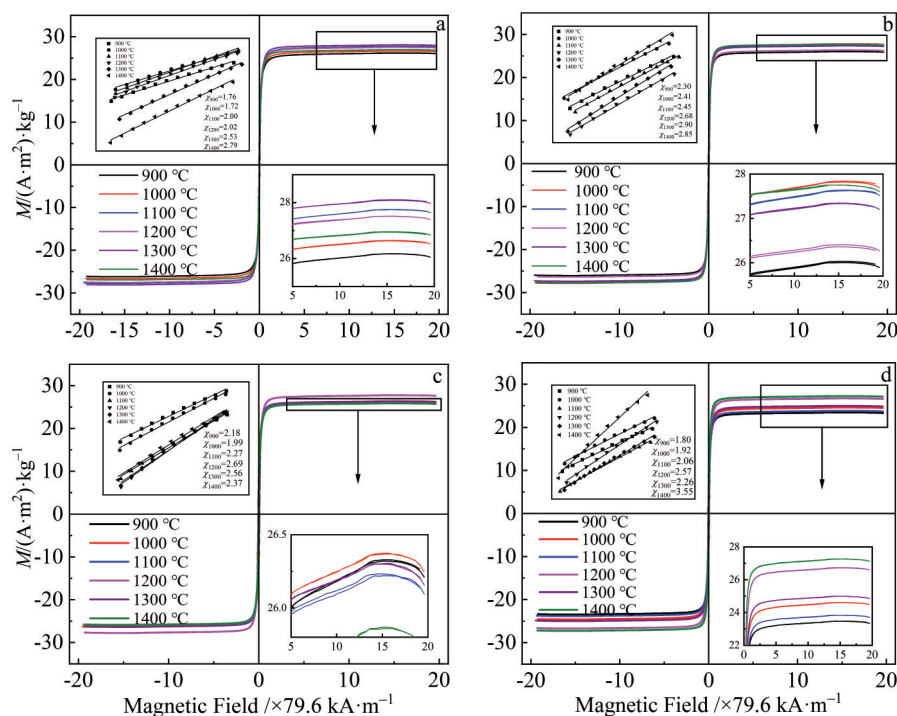
图9 900~1400 °C 烧结 6 h 的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶体的磁滞回线

Fig.9 Hysteresis loops of $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ crystal sintered at 900–1400 °C for 6 h: (a) $x=0$, (b) $x=0.1$, (c) $x=0.2$, and (d) $x=0.3$

着晶粒尺寸进一步增加到 314 nm, 矫顽力降低到 $2952.36 \text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$ 。磁性陶瓷颗粒的矫顽力与其尺寸密切相关, 这是由于材料结构从单畴区域向多畴区域转变^[66]。由此推断, 900 °C 烧结的 $\text{Ce}_{0.2}\text{Y}_{2.8}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 从单畴过渡到多畴的临界尺寸为 297 nm。单畴和多畴区域中矫顽力的尺寸依赖性可以通过以下方程^[67]近似表达:

$$H_c = g - \frac{h}{D^2} \quad (\text{单畴区域}) \quad (3)$$

$$H_c = a + \frac{b}{D} \quad (\text{多畴区域}) \quad (4)$$

式中, g, h, a, b 都是常数。在 1000~1100 °C 时, H_c 值随 Ce 含量的变化与 900 °C 时相似。因此, $\text{Ce}_{0.2}\text{Y}_{2.8}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 在 1000 °C 烧结时的临界尺寸为 312 nm, 在 1100 °C 烧结的 $\text{Ce}_{0.1}\text{Y}_{2.9}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的临界尺寸为 485 nm。对 1200~1400 °C, H_c 值总体上随着 x 的增加而降低, 表明当烧结温度超过 1200 °C 时, $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$) 表现出多畴结构。 H_c 在 $x=0.3$ 处的轻微增加可能是由于在高 Ce 掺杂下在晶界处形成 CeO_2 的钉扎位点, 使得磁畴难以转动增加了 H_c 。

从上面的 SEM 分析可知, 当温度为 1200~1300 °C 时, $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶粒形貌从非均匀柱状晶粒转变为等轴晶粒, 晶粒形貌接近完美。这导致晶粒形状各向异性、退磁能力和内应力逐渐降低, 从而 H_c 值降低。晶粒形状的各向异性也可以通过矩形因子 M_t/M_s ^[68] 的值来表征, 如表 4 所示 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$) 的 M_t/M_s 值随着烧

结温度的升高而逐渐减小, 表明晶粒的各向异性随着烧结温度升高而逐渐降低。

相较于传统溶胶-凝胶法, 本研究所制备的 $\text{Ce}_{0.1}\text{Y}_{2.9}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的 μ_0 值达到 3.68~3.90, 远高于普通的溶胶-凝胶法为 1.955^[69]。通过优化的溶胶-凝胶法制备的 YIG 晶体的饱和磁化强度、矫顽力和初始磁导率都表现出一定的优势。

3.4.2 烧结温度和 Ce 浓度对法拉第旋转的影响

YIG 作为一种在通信频带中具有巨大法拉第旋转特性的铁氧体材料, 其法拉第旋转性能备受关注。重要的是, Ce^{3+} 掺杂引起的增强的超交换效应可以增强 Ce^{3+} 和 Fe^{3+} 激发态轨道之间的耦合, 导致自旋轨道分裂增加和介电常数张量中非对称分量增加, 磁光法拉第旋转角可以用式 (5)^[64] 表示:

$$\theta_F = \frac{-\omega}{2c} \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon_0}} \epsilon_1 Z \quad (5)$$

式中, θ_F 是法拉第角; ω 为圆偏振光角频率; c 是光速; μ 是材料的磁导率; ϵ_0 是自由空间的介电常数; Z 是圆偏振光穿过材料的距离; ϵ_1 是材料的介电常数张量的非对称分量。本研究优化的溶胶凝胶法、传统溶胶凝胶法和固相烧结法获得的 μ_0 值统计于表 5 中。可以看出在 1200~1300 °C 烧结的 $\text{Ce}_{0.1}\text{Y}_{2.9}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶体获得了较高的 μ_0 值, 优化的溶胶-凝胶法制备的 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的 M_s 为 $28.10 (\text{A} \cdot \text{m}^2) \cdot \text{kg}^{-1}$, H_c 为 462.48 A/m。综合节能和工艺可行性考虑, 采用溶胶-凝胶法在 1200~1300 °C 烧结更有可能使 $\text{Ce}_{0.1}\text{Y}_{2.9}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 晶体实

表 4 900~1400 °C 烧结 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的室温饱和磁化强度(M_s)、残余磁化强度(M_r)、 M_r/M_s 、矫顽力(H_c)和初始磁导率(μ_0)
Table 4 Room temperature saturation magnetization (M_s), residual magnetization (M_r), M_r/M_s , coercive force (H_c), and initial permeability (μ_0) of $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ sintered at 900–1400 °C

x	Sintering temperature/°C	$M_s/(\text{A}\cdot\text{m}^2)\cdot\text{kg}^{-1}$	$M_r/(\text{A}\cdot\text{m}^2)\cdot\text{kg}^{-1}$	M_r/M_s	$H_c/\times 79.6\text{ A}\cdot\text{m}^{-1}$	μ_0
0	900	26.17	7.03	0.27	37.92	2.76
	1000	26.65	6.73	0.25	29.79	2.72
	1100	27.75	5.46	0.20	25.42	3.00
	1200	27.51	5.27	0.19	23.43	3.02
	1300	28.10	2.53	0.09	11.73	3.53
	1400	26.96	1.26	0.05	5.81	3.79
0.1	900	26.03	5.96	0.23	40.24	3.30
	1000	27.84	5.87	0.21	34.49	3.41
	1100	27.64	4.76	0.17	28.49	3.45
	1200	26.41	2.00	0.08	12.06	3.68
	1300	27.35	1.16	0.04	6.90	3.90
	1400	27.75	0.67	0.02	4.24	3.85
0.2	900	26.33	8.22	0.31	48.58	3.18
	1000	26.37	6.37	0.24	35.30	2.99
	1100	26.23	4.62	0.18	24.92	3.27
	1200	27.77	2.65	0.10	14.92	3.69
	1300	26.31	1.53	0.06	8.26	3.56
	1400	25.87	0.94	0.04	5.08	3.37
0.3	900	23.47	6.16	0.26	37.09	2.80
	1000	24.61	5.57	0.23	33.40	2.92
	1100	23.83	4.44	0.19	25.61	3.06
	1200	26.74	2.79	0.10	16.14	3.57
	1300	24.99	2.09	0.08	9.70	3.26
	1400	27.27	0.53	0.02	5.10	4.55

表 5 优化的溶胶凝胶法、传统溶胶凝胶法和固相法制备 $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的磁学参数
Table 5 Magnetic parameters of $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ prepared by optimized sol-gel method, traditional sol-gel method, and solid phase method

Method	$M_s/(\text{A}\cdot\text{m}^2)\cdot\text{kg}^{-1}$	$H_c/\times 79.6\text{ A}\cdot\text{m}^{-1}$	μ_0	Ref.
Optimized sol-gel method	28.10	5.81	3.79	This work
Traditional sol-gel method	12.71	294.31	1.9555	[69]
Solid phase method	24.33	33.816	-	[51]

现更高的法拉第旋转。因此,基于该优化烧结工艺的多晶 Ce:YIG 粉体材料有望用于微波频段器件,如隔离器、环形器和移相等。

4 结 论

- 1)在正式烧结之前的预烧结过程是获得纯 YIG 的关键步骤,合成 Ce: YIG 的最低温度为 890 °C。
- 2)在 900~1400 °C 范围内,随着烧结温度的升高,晶

粒逐渐趋于等轴晶,晶格常数相应地逐渐降低。高 Ce 掺杂下(x 约为 0.2)出现 CeO_2 杂质相,且随 Ce 的掺入 YIG 晶格开始膨胀。

- 3)提高 Ce 浓度和烧结温度都会导致平均晶粒尺寸增加。所有晶体在室温下均表现出亚铁磁性,随着晶粒结构的优化, $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 的矫顽力 H_c 随着烧结温度的升高而降低,在 1400 °C 时达到最低值。在 1200~1300 °C

烧结的 $\text{Ce}_{0.1}\text{Y}_{2.9}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 具有相对较高的初始磁导率 μ_0 值, 为 3.68~3.90, 该值为设计基于大法拉第旋转角的 YIG 基微波器件提供了可行的依据和参考。

参考文献 References

- [1] Baños-López E, Sánchez-De Jesús F, Cortés-Escobedo C A *et al. Materials*[J], 2018, 11(9): 1652
- [2] Siao Y J, Qi X D. *J Alloys Compd*[J], 2017, 691: 672
- [3] Zanjani S M, Onbasli M C. *AIP Adv*[J], 2019, 9(3): 035024
- [4] Saker K, Lahoubi M, Pu S L. *Opt Quantum Electron*[J], 2021, 53(6): 334
- [5] Shafiee F N, Azis R S, Abdullah N H *et al. J Aust Ceram Soc*[J], 2020, 56(3): 1097
- [6] Fopase R, Saxena V, Seal P *et al. Mater Sci Eng C*[J], 2020, 116: 111163
- [7] Jin Z, Zhou H, Zhang X *et al. ACS Mater Lett*[J], 2023, 5(3): 803
- [8] Firby C J, Elezzabi A Y. *Appl Phys Lett*[J], 2016, 108(5): 051111
- [9] Saker K, Bouchemat T, Lahoubi M *et al. J Phys Conf Ser*[J], 2019, 1310(1): 012019
- [10] Dulal P, Block A D, Gage T E *et al. ACS Photonics*[J], 2016, 3(10): 1818
- [11] Hekmatnia B, Naser-Moghadas M, Khatir M. *Opt Quantum Electron*[J], 2020, 52(1): 9
- [12] Nayak B K, Buks E. *J Appl Phys*[J], 2022, 132(19): 193905
- [13] Shaposhnikov A N, Prokopov A R, Berzhansky V N *et al. Opt Mater*[J], 2016, 52: 21
- [14] Higuchi S, Furukawa Y, Takekawa S *et al. Sens Actuator A Phys*[J], 2003, 105(3): 293
- [15] Eftekhari H, Tehranchi M M. *Optik*[J], 2020, 207: 163830
- [16] Frej A, Razdolski I, Maziewski A *et al. Phys Rev B*[J], 2023, 107(13): 134405
- [17] Carter P S. *IEEE Trans Microw Theory Tech*[J], 1961, 9(3): 252
- [18] Du S S, Yang Q H, Wang M *et al. IEEE Trans Magn*[J], 2022, 58(8): 1
- [19] Yan D, Chen H, Cheng Q *et al. Opt Laser Technol*[J], 2023, 161: 109193
- [20] Zhang D S, Song W S, Chai G Z. *J Phys D*[J], 2017, 50(20): 205003
- [21] Duan L M, Yang D L, Wang Z J *et al. J Alloys Compd*[J], 2023, 966: 171527
- [22] Higuchi S, Takekawa Y, Kitamura O. *Jpn J Appl Phys*[J], 1999, 38(7R): 4122
- [23] Imamura M, Asada H, Nishimura R *et al. J Magn Magn Mater*[J], 2022, 550: 169081
- [24] Will-Cole A R, Hart J L, Lauter V *et al. Phys Rev Mater*[J], 2023, 7(5): 054411
- [25] Ikesue A, Aung Y L. *J Eur Ceram Soc*[J], 2022, 42(14): 6762
- [26] Aung Y L, Ikesue A, Watanabe T *et al. J Alloys Compd*[J], 2019, 811: 152059
- [27] Zhang Y, Wang C T, Liang X *et al. J Alloys Compd*[J], 2017, 703: 591
- [28] Bayaraa T, Xu C S, Campbell D *et al. Phys Rev B*[J], 2019, 100(21): 214412
- [29] Zhang H X, Zhu S Y, Zhan J *et al. Chin Phys Lett*[J], 2023, 40(12): 127801
- [30] Zheng J, Fu Q S, Chen X H *et al. J Mater Sci Mater Electron*[J], 2021, 32: 290
- [31] Kord A, Sounas D L, Alu A. *Proc IEEE*[J], 2020, 108(10): 1728
- [32] Ikesue A. *J Am Ceram Soc*[J], 2018, 101(11): 5120
- [33] Aida H, Watanuki R, Ito A *et al. Mater Lett*[J], 2020, 276: 128228
- [34] Van P C, Surabhi S, Dongquoc V *et al. Appl Surf Sci*[J], 2018, 435: 377
- [35] Kang C, Wang T, Jiang C J *et al. J Alloys Compd*[J], 2021, 865: 158903
- [36] Gharibshahi M. *Ceram Int*[J], 2019, 45(18): 24437
- [37] Peña-García R, Guerra Y, Buitrago D M *et al. Ceram Int*[J], 2018, 44(10): 11314
- [38] Li H Y. *Ceram Int*[J], 2020, 46(10): 15408
- [39] Duong N P, Nguyet D T T, Loan T T *et al. Ceram Int*[J], 2021, 47(5): 6442
- [40] Kim M J, Ok H J, Son Y *et al. Mater Charact*[J], 2022, 194: 112266
- [41] Musa M A, Azis R A S, Osman N H *et al. Results Phys*[J], 2017, 7: 1135
- [42] Liu J L, Jin Q M, Wang S Y *et al. Mater Chem Phys*[J], 2018, 208: 169
- [43] Basavad M, Shokrollahi H, Ahmadvand H *et al. Ceram Int*[J], 2020, 46(8): 12015
- [44] Yu H T, Zeng L W, Lu C *et al. Mater Charact*[J], 2011, 62(4): 378
- [45] Anupama A V, Kumar R, Choudhary H K *et al. Ceram Int*[J], 2018, 44(3): 3024
- [46] Mansournia M, Orae M. *J Rare Earths*[J], 2018, 36(12): 1292
- [47] Akhtar M N, Sulong A B, Khan M A *et al. J Magn Magn Mater*[J], 2016, 401: 425
- [48] Spivakov A, Lin C R, Tsai C Y *et al. Nanoscale Res Lett*[J], 2022, 17(1): 70
- [49] Basavad M, Shokrollahi H, Golkari M. *Ceram Int*[J], 2020, 46(12): 20144
- [50] Arsad A Z, Ibrahim N B. *J Magn Magn Mater*[J], 2016, 410: 128
- [51] López E B, Cortés Escobedo C A, Jesús F S D *et al. J Alloys Compd*[J], 2018, 730: 127
- [52] Janifer M A, Prabagar C J, Sonia M M L *et al. J Supercond Nov Magn*[J], 2022, 35(10): 2987
- [53] Wojciechowski K, Lach R, Stan M *et al. Materials*[J], 2021, 14(23): 7316
- [54] Bhosale A B, Somvanshi S B, Murumkar V D *et al. Ceram Int*[J], 2020, 46(10): 15372
- [55] Vaqueiro P, Quintela M A L. *Chem Mat*[J], 1997, 9(12): 2836
- [56] Ouyang Linfeng, Yang Xiaojiao, Li Xiaolei *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2022, 51(6): 2039

- [57] Ayyub P, Palkar V R, Chattopadhyay S *et al. Phys Rev B*[J], 1995, 51(9): 6135
- [58] Ikesue A, Aung Y L, Yasuhara R *et al. J Aust Ceram Soc*[J], 2020, 40(15): 6073
- [59] Chacko B, Thirumalasetty A B, Vijayakanth V *et al. ACS Omega*[J], 2023, 8(22): 19367
- [60] Coble R L. *J Appl Phys*[J], 1961, 32(5): 787
- [61] Jarcho M, Bolen C H, Thomas M B *et al. J Mater Sci*[J], 1976, 11: 2027
- [62] Liu Jianan(刘佳男), Ma Weimin(马伟民), Ma Lei(马雷) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(3): 802
- [63] Cheng Z J, Yang H, Yu L X *et al. J Mater Sci Mater Electron*[J], 2008, 19: 442
- [64] Ji Rongjin, Yin Wenhui, Fang Caixiang *et al. J Mater Chem C*[J], 2013, 1(9): 1763
- [65] Ibrahim N B, Arsad A Z. *J Magn Magn Mater*[J], 2016, 401: 572
- [66] Stoner E C, Wohlfarth E P. *IEEE Trans Magn*[J], 1991, 27(4): 3475
- [67] Cullity B D, Graham C D. *Introduction to Magnetic Materials*[M]. Hoboken: John Wiley & Sons, 2011
- [68] Masoudpanah S M, Ebrahimi S A S. *J Magn Magn Mater*[J], 2011, 323(21): 2643
- [69] Khan M I, Waqas M, Naeem M A *et al. Ceram Int*[J], 2020, 46(17): 27318

Preparation and Magnetic Properties of $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ Polycrystal with High Magneto-Optical Properties

Luan Lijun, Xu Changyan, Zhang Ziqiao, Xie Haichen

(School of Materials Science and Engineering, Chang'an University, Xi'an 710064, China)

Abstract: The garnet type polycrystal $\text{Ce}_x\text{Y}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ doped with Ce^{3+} was prepared by an optimized sol-gel method ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3$; Ce:YIG). Crystals with no derived impurities and high magneto-optical properties prepared by pre-sintering and sintering in a wide temperature range of 900–1400 °C were obtained. Thermogravimetric analysis was used to determine the the crystal synthesis temperature of 890 °C. XRD results show that the crystal lattice constant varies from 1.237 241 nm to 1.241 210 nm, and the impurity phase CeO_2 appears when $x>0.2$. SEM analysis shows that the grain size of Ce:YIG increases with the increase in sintering temperature and Ce^{3+} content, and its size distribution ranges from 0.257 to 6.52 μm , which is the maximum size of YIG crystal obtained at present. All Ce:YIG samples were ferromagnetic at room temperature, with saturation magnetization varying from 23.47 to 28.10 ($\text{A}\cdot\text{m}^2$) $\cdot\text{kg}^{-1}$. The permeability of $\text{Ce}_{0.1}\text{Y}_{2.9}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ crystal sintered at 1200–1300 °C is as high as 3.68–3.90. According to the relationship between Faraday rotation angle and permeability, the polycrystal sintered in this temperature range is likely to obtain the best Faraday rotation performance.

Key words: sol-gel method; yttrium iron garnet (YIG); sintering temperature; magnetic properties

Corresponding author: Luan Lijun, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Chang'an University, Xi'an 710064, P. R. China, E-mail: nmlj050@chd.edu.cn