

PACS: 73.63.Bd, 75.30.Cr, 71.30.+h, 75.75.+a

В.Т. Довгий, А.И. Линник, С.Ю. Прилипко, Г.Я. Акимов, Ю.Ф. Ревенко,
А.А. Новохацкая, Т.А. Линник, Н.В. Давыдейко, В.Н. Спиридонов

ОСОБЕННОСТИ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАНГАНИТОВ La–Sr-СИСТЕМЫ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина
E-mail: linnikal@mail.ru

Методом совместного осаждения с использованием многократного холодного изостатического прессования при давлении 1 GPa синтезированы однофазные нанопорошки манганита состава $La_{0.52}Sr_{0.28}Mn_{1.2}O_3$ со средним размером кристаллитов 30, 60 и 200 нм. Показано, что размер кристаллитов оказывает существенное влияние на электрические и магнитные свойства исследованных образцов – с уменьшением размера частиц увеличивается на порядки электросопротивление, существенно снижается температура Кюри и уширяются пики магнитной восприимчивости. Проведено сопоставление электрических и магнитных свойств компактированных и керамических образцов. Обнаружено, что компактированные образцы исходных порошков демонстрируют нормальный (обычный) магнитный гистерезис, в то время как керамические образцы, полученные спеканием «компактов» при 1270 K, проявляют «аномальный» магнитный гистерезис. Предложен механизм возникновения аномального гистерезиса.

Ключевые слова: манганиты, нанокристаллиты, удельное сопротивление, магнитная восприимчивость, аномальный магнитный гистерезис

1. Введение

Исследование редкоземельных манганитов со структурой перовскита является важным направлением физики твердого тела. Эти соединения интересны в плане изучения взаимодействия между магнитными, электрическими и структурными параметрами в сильнокоррелированных системах [1–3]. Природа магнитных и электрических взаимодействий в этих материалах в настоящее время не полностью понятна и является предметом широких дискуссий.

С практической точки зрения они интересны как материалы, проявляющие колоссальное магнитосопротивление (КМС), которые можно использовать в качестве записывающих и считывающих устройств магнитной записи [4], высокочувствительных датчиков магнитного поля [5] и др. Переход от микро- к нанокристаллическим объектам исследования, осуществленный на рубеже столетий в области высоких технологий, привел к открытию качест-

венно новых свойств материалов и реализации принципиально новых инженерных решений. Поэтому одним из важных направлений в современных исследованиях манганитов является изучение размерного эффекта с различными типами и содержанием легирующих элементов [6–9].

Целью настоящей работы было получение однофазных материалов с различными размерами кристаллитов, изучение влияния размера частиц на электрические и магнитные свойства и сравнение последних в компактированных и керамических образцах.

2. Методика получения и исследования образцов

Стронцийзамещенные манганиты лантана выделяются среди других манганитов наибольшими температурами Кюри при довольно высоких значениях магниторезистивного эффекта, что важно при практическом использовании этих материалов [4,10]. Дополнительным фактором, усиливающим возможности применения таких манганитов, является наличие в них избыточного марганца, приводящее к увеличению магниторезистивного эффекта [11].

Нанокристаллические образцы манганита состава $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$ со средним размером кристаллитов 30 nm были получены методом совместного осаждения растворов нитратов лантана (марки Ч) и марганца (ЧДА) в растворе аммиака. Температура синтезирующего отжига составляла 870 K, время синтеза – 15 h. Полноту синтеза определяли методами рентгеноструктурного фазового и химического анализов. Рентгеновские исследования проводили на установке ДРОН-3 в $\text{Cu } K_\alpha$ -излучении (рис. 1,а). Перед съемкой спрессованные порошки тщательно растирали для повышения точности измерения. Результаты анализов не выявили других фаз, кроме перовскитной. Средний размер кристаллитов определяли по данным микрофотографий, полученных с использованием ТЕМ на приборе GEM-100CX (рис. 1,б). Далее материал был разделен на три части, две из которых подвергали термообработке при 1020 и 1270 K. Размер кристаллитов после термообработки был установлен по данным микрофотосъемки на электронном микроскопе JSM-6490LV. Средний размер кристаллитов в порошке, отожженном при 1020 K, составил 50–60 nm, а в отожженном при 1270 K – 200 nm.

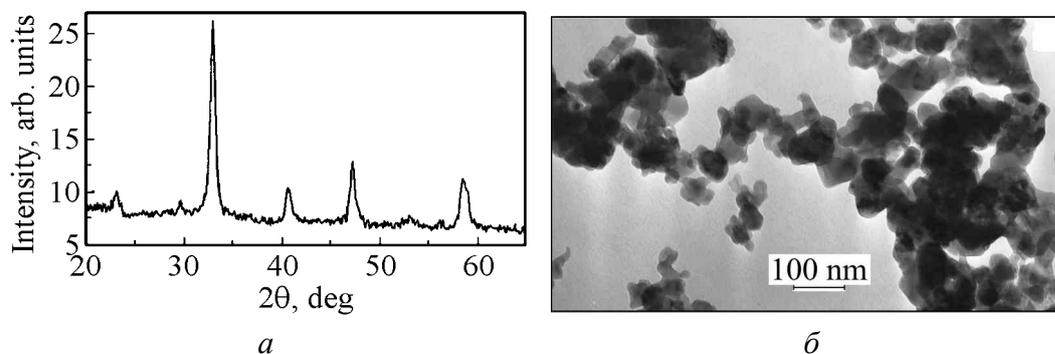


Рис. 1. Рентгенограмма (а) и микрофотография (б) образца манганита $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$ со средним размером кристаллитов ~ 30 nm

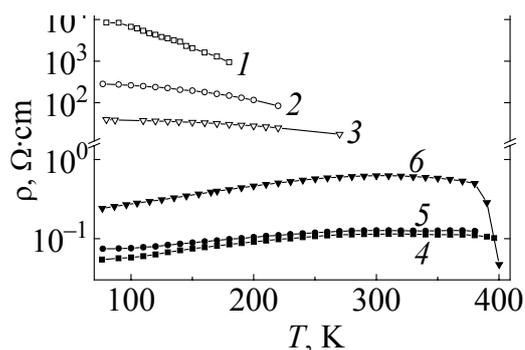


Рис. 2. Температурные зависимости удельного сопротивления ρ компактированных (размер кристаллитов, nm: 1 – 30, 2 – 60, 3 – 200) и керамических (получены спеканием «компактов» при температуре 1270 К, кривые 4–6) образцов манганита $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$

При синтезе материала применяли оригинальную методику, включающую многократное холодное изостатическое прессование при давлении $P = 1$ GPa. Образцы для измерения магнитных и электрических свойств получали прессованием порошков при $P = 1.2$ GPa. Спрессованные образцы отжигали при 620 К в течение 5 h для выравнивания кислородной нестехиометрии, что является общепринятой процедурой при получении манганитов. Отметим также, что после отжига образцы медленно охлаждали до комнатной температуры, что способствовало установлению равновесного состояния по кислороду. Последующий контроль массы не показал ее изменений, что подтверждает стехиометрию образцов по кислороду. На втором этапе скомпактированные образцы дополнительно спекали 3 h при 1270 К с целью формирования керамики. Затем образцы вновь отжигали при 620 К. Как показала микрофотосъемка, после такой термообработки размер кристаллитов во всех образцах составил ~ 200 nm. Отметим, что формирование керамики по данному методу происходит при температуре, значительно более низкой, чем для обычной твердотельной технологии.

Электросопротивление образцов измеряли стандартным четырехзондовым методом.

Начальную магнитную восприимчивость χ как «компактов», так и спеченных образцов измеряли на индуктивно-частотной установке (рабочая частота 5 MHz) модуляционным методом (частота модулирующего магнитного поля 333 Hz, амплитуда – 4–10 Oe) [12].

Петли магнитного гистерезиса «компактов» и спеченных образцов записывали также с помощью индуктивно-частотной установки по изменению резонансной частоты $\Delta F \propto \Delta M = f(H)$ [13] колебательного контура, в катушку которого помещали образец. Перемагничивание проводили в диапазоне от –2 до +2 kOe.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рис. 2 приведены температурные зависимости удельного сопротивления ρ «компактов» (кривые 1–3) и керамики (кривые 4–6). Кривые 1, 2, 3 соответствуют образцам с размером зерна 30, 60, 200 nm и демонстрируют резкое увеличение сопротивления с уменьшением размера кристаллитов. Наиболее вероятной причиной такого роста сопротивления является значи-

При синтезе материала применяли оригинальную методику, включающую многократное холодное изостатическое прессование при давлении $P = 1$ GPa. Образцы для измерения магнитных и электрических свойств получали прессованием порошков при $P = 1.2$ GPa. Спрессованные образцы отжигали при 620 К в течение 5 h для выравнивания кислородной нестехиометрии, что является общепринятой процедурой при получении манганитов. Отметим также, что после отжига образцы медленно охлаждали до комнатной температуры, что способствовало установлению рав-

тельное увеличение числа межкристаллитных границ. Заметим также, что кривые 1–3 в температурном диапазоне 77–300 К проявляют полупроводниковый тип проводимости ($\Delta\rho/\Delta T < 0$), который обусловлен туннельными переходами носителей заряда между кристаллитами.

Возможными причинами большого увеличения сопротивления «компактов» при уменьшении размера кристаллитов могут быть следующие: 1) между кристаллитами существует только механический контакт, возникший после компактирования образцов, но отсутствуют переходные зоны, которые появляются за счет температурной диффузии при отжиге «компактов»; 2) на поверхности кристаллитов образуются «магнитно-мертвые зоны» – антиферромагнитные или парамагнитные слои. В работах [14,15] методами ЯМР и вторичной ионной масс-спектрологии показано, что с уменьшением размера кристаллитов происходит перераспределение катионов между объемом кристаллита и его поверхностью. Это перераспределение является результатом поверхностной сегрегации за счет электростатических сил (поверхностный отрицательный заряд должен быть скомпенсирован слоем положительно заряженных ионов Sr и Mn), а также упругих сил кристаллической решетки, возникающих из-за различия ионных радиусов La и Sr.

Обнаружено, что для состава $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ поверхность кристаллитов (12 и 50–100 nm) характеризуется повышенным содержанием ионов Sr и Mn, а их концентрация зависит от размера кристаллитов. Немагнитный слой толщиной 2–4 nm может быть сформирован в результате увеличения концентрации Sr и Mn в поверхностном слое до значений, соответствующих антиферромагнитному состоянию.

Существенное изменение сопротивления наблюдается также для керамики. При этом кривые 4, 5, 6 соответствуют образцам с размером кристаллитов до спекания 30, 60, 200 nm. Поведение этих кривых свидетельствует о другой причине заметного уменьшения сопротивления, а именно о возникновении переходных зон между кристаллитами в результате диффузионных процессов при спекании компактированных образцов (керамизация). Из рис. 2 видно, что образцы с исходным размером зерна 30 и 60 nm, спрессованные в «компакты» и подвергнутые спеканию при 1270 К, испытывают гораздо большее изменение сопротивления, чем образцы с исходным размером кристаллитов 200 nm. Это объясняется более сильным воздействием диффузионных процессов ввиду большей площади соприкосновения наночастиц. Причем эффект будет тем заметнее, чем меньше исходный размер зерна (сравни кривые 1–3 и 4–6). Отметим, что в отличие от «компактов» (кривые 1–3), керамические образцы (кривые 4–6) в температурном диапазоне 77–300 К демонстрируют металлический тип проводимости ($\Delta\rho/\Delta T > 0$) со спин-поляризованным дрейфом носителей заряда.

Для измерения магнитной восприимчивости образцы помещали в выносную катушку индуктивности автодина, которая находилась в температурной ячейке. Воздействие внешнего переменного магнитного поля (с частотой

330 Hz) приводит к изменению магнитного состояния образца, что является модулирующим сигналом для высокочастотной несущей автодина. Амплитуда этой модуляции пропорциональна магнитной восприимчивости исследуемого вещества ($A \propto \chi$), поэтому ход кривой $A = f(T)$ эквивалентен ходу температурной зависимости восприимчивости $\chi(T)$ (рис. 3). Из рисунка видно, что величина $\chi(T)$ существенно зависит от размера кристаллитов и с его увеличением дает все более узкий пик и сдвигается в сторону высоких температур. Более узкий пик $\chi(T)$ для «компакта» с размером кристаллитов 200 nm свидетельствует о высокой однородности данного образца. Точка Кюри, определенная по правому склону пика $\chi(T)$, для этого образца составляет ~ 370 K. По фазовой диаграмме системы La–Sr такое значение температуры Кюри соответствует составу с отношением La/Sr = 1.86, что согласуется с отношением La/Sr для исследуемого состава. Таким образом, результаты эксперимента подтверждают, что размер кристаллитов 200 nm превышает размер, для которого объект считается макроскопическим.

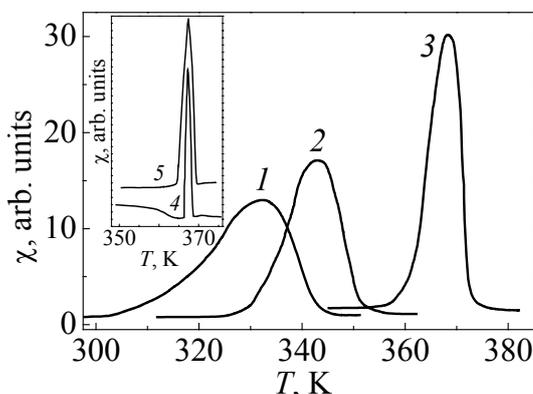


Рис. 3. Температурные зависимости начальной магнитной восприимчивости χ компактированных образцов манганита $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$ с размером кристаллитов, nm: 1 – 30, 2 – 60, 3 – 200. На вставке представлен вид $\chi(T)$ для керамических образцов, полученных спеканием «компактов» с исходным размером кристаллитов, nm: 4 – 30, 5 – 200

С другой стороны, сравнительно широкие пики $\chi(T)$ для «компактов» с размером кристаллитов 60 nm и, особенно, 30 nm свидетельствуют о явном размерном эффекте. Температуры Кюри, определенные по правому склону данных пиков, дают значения соответственно 350 и 340 K, что заметно ниже 370 K, и подтверждают обнаруженный размерный эффект. Одной из возможных причин снижения температуры Кюри и уширения пиков восприимчивости является дисперсия размера кристаллитов, которая приводит к разным температурам Кюри для разных кристаллитов и, как следствие, уширению пиков $\chi(T)$. В работе [16] показано, что максимальное значение коэрцитивной силы для данного состава наблюдается при размере кристаллитов 60–70 nm, что говорит о достижении критического размера, при котором частица переходит в однодоменное состояние. При дальнейшем уменьшении размера кристаллитов снижается энергия одноосной анизотропии и возрастает роль тепловых флуктуаций, что приближает такие объекты к состоянию суперпарамагнетизма [17]. При этом с уменьшением размера частиц снижается температура Кюри. Таким образом, можно заключить, что уже при данных размерах кристаллитов проявляется размерный эффект.

Второй возможной причиной уменьшения температуры Кюри в «компактах» с зерном 30–60 nm является упоминавшееся выше сложное строение кристаллитов, состоящих из ферромагнитного ядра и антиферромагнитной (парамагнитной) оболочки [14,15]. При наномасштабных размерах частиц снижение концентрации Sg в центре кристаллита приводит к уменьшению содержания Mn^{4+} , а снижение концентрации Mn – к фрустрации косвенных обменных взаимодействий $Mn^{3+}-O-Mn^{4+}$. Эти причины, а также увеличенная степень неупорядоченности катионов в A-подрешетке [7] могут привести к снижению температуры Кюри в центре кристаллита. В то же время избыточная концентрация Sg и Mn на поверхности кристаллита приводит к образованию магнитно-нейтральной антиферромагнитной оболочки.

Дополнительное спекание компактированных образцов при температуре 1270 К оказалось достаточным, чтобы образцы перешли в состояние керамики. В частности, электросопротивление упало на порядки (см. рис. 2), а на зависимости $\rho(T)$ наблюдается переход металл–полупроводник. На вставке рис. 3 показаны пики $\chi(T)$ керамических образцов, полученных после спекания при 1270 К «компактов» с исходным размером кристаллитов 30 (4) и 200 nm (5). Видно, что оба пика $\chi(T)$ наблюдаются при температуре 370 К и резко сужены. Такое совмещение точек Кюри легко объяснить, если учесть, что в результате спекания размер кристаллитов увеличился в обоих случаях до макроскопического, что для данного состава образцов и должно дать точку Кюри ~ 370 К. Резкое уменьшение ширины пиков $\chi(T)$ свидетельствует об очень высокой магнитной и структурной однородности исследованных керамик. Об этом же говорят температурные зависимости сопротивления в керамических образцах, проявляющие переход металл–полупроводник при той же температуре, т.е. наблюдается корреляция между спиновым и зарядовым состояниями.

Другой важный результат был получен в исследовании магнитного гистерезиса при перемагничивании компактированных и керамических образцов с начальным размером кристаллитов 30 и 200 nm. На рис. 4 для значений магнитного поля от -500 до $+500$ Oe при комнатной температуре приведены полевые зависимости изменений резонансной частоты $\Delta F = f(H)$ колебательного контура, в катушку которого помещали образец. Величина отстройки частоты пропорциональна величине намагничивания образца ($\Delta F \propto \Delta M$) или изменению энергии магнетика в магнитном поле, поэтому ход кривой $\Delta F = f(H)$ эквивалентен ходу кривой намагничивания $M = f(H)$. Как видно, при перемагничивании «компактов» гистерезис носит нормальный характер – чтобы размагнитить образец после намагничивания в поле 2 kOe следует приложить поле обратного направления (см. рис. 4,а).

После спекания картина резко изменяется. В больших магнитных полях также наблюдается нормальный гистерезис. Однако в малых полях при размагничивании магнитный момент образцов достигает минимума в том же по направлению поле, что и при намагничивании (кривая размагничивания

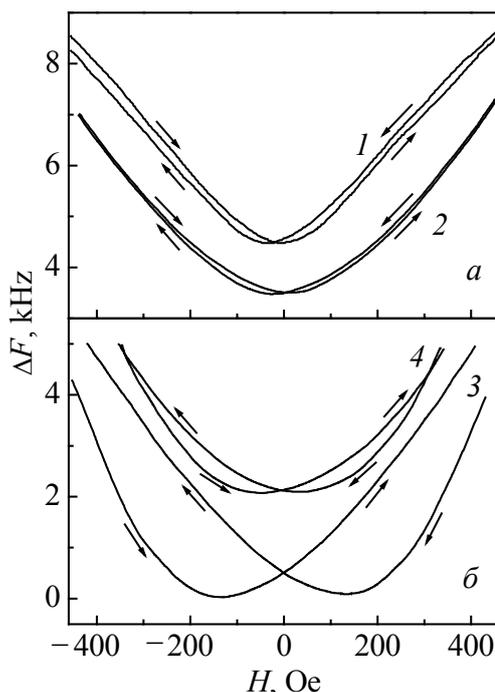


Рис. 4. Изменение резонансной частоты измерительного контура $\Delta F \propto \Delta M$ с компактированными (а) и керамическими (б) образцами манганита $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$ при изменении магнитного поля. «Компакты» с размером кристаллитов, нм: 1 – 30, 2 – 200. Керамика получена спеканием «компактов» с исходным размером кристаллитов, нм: 3 – 30, 4 – 200. Стрелками показано направление изменения магнитного поля

идет ниже кривой намагничивания, см. рис. 4,б). Такой «аномальный» гистерезис наблюдался нами ранее на аналогичных образцах, но полученных по твердотельной технологии [13]. Появление «аномального» гистерезиса мы связываем с возникновением переходных зон между кристаллитами при спекании компактированных образцов. Эти зоны могут представлять собой неоднородные области с измененным по содержанию ионов составом по сравнению с самими кристаллитами, что приводит к различному направлению намагниченности в кристаллитах и переходных зонах и является причиной возникновения «аномального» магнитного гистерезиса. Возможный механизм такого поведения – взаимодействие (обменная анизотропия) между ферро- и антиферромагнитной фазами. Обменная анизотропия в пограничной области, разделяющей две фазы, приводит к сдвигу петли гистерезиса при намагничивании таких материалов в области низких температур [18].

4. Заключение

Таким образом, вышеприведенные результаты позволяют сделать следующие выводы.

1. Методом совместного осаждения при температуре 870 К удалось синтезировать однофазные образцы манганита состава $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$ с минимальным размером кристаллитов 30 нм. При синтезе материала применялась оригинальная методика, включающая многократное холодное изостатическое прессование при давлении 1 GPa.

2. Установлено, что для компактированных образцов с уменьшением (от 200 до 30 нм) размера зерна заметно понижается (от 370 до 340 К) температура Кюри и на порядки увеличивается электросопротивление. Температур-

ная зависимость сопротивления в интервале 77–300 К имеет полупроводниковый характер для всех образцов.

3. Обнаружено, что дополнительное спекание «компактов» (керамизация образцов) при 1270 К приводит к увеличению размера кристаллитов до 200 нм, смещает точку Кюри в область высоких температур, на порядки уменьшает электросопротивление и изменяет характер температурной зависимости сопротивления в интервале 77–300 К с полупроводникового на металлический. При температуре ~ 370 К зависимость $\rho(T)$ испытывает переход металл–полупроводник.

4. Установлено, что при перемагничивании компактированные образцы проявляют нормальный гистерезис, а керамические – аномальный гистерезис как результат возникновения переходных зон между кристаллитами с отличным от ядра кристаллитов составом.

1. Ю.А. Изюмов, Ю.Н. Скрябин, УФН **171**, 121 (2001).
2. М.Ю. Каган, К.И. Кугель, УФН **171**, 577 (2001).
3. С.М. Дунаевский, ФТТ **46**, 193 (2004).
4. Э.Л. Нагаев, УФН **166**, 833 (1996).
5. E.L. Brosha, R. Mukundan, D.R. Brown, F.H. Garzon, J.H. Visser, M. Zanini, Z. Zhou, E.M. Logotheris, Sensors and Actuators **B69**, 171 (2000).
6. N. Zhang, W. Ding, W. Zhong, D. Xing, Y. Du, Phys. Rev. **B56**, 8138 (1997).
7. С.В. Труханов, А.В. Труханов, С.Г. Степин, H. Szymczak, С.Е. Botez, ФТТ **50**, 849 (2008).
8. P. Dey, T.K. Nath, Phys. Rev. **B73**, 214425 (2006).
9. N. Das, P. Mondal, D. Bhattacharya, Phys. Rev. **B74**, 014410 (2006).
10. А.П. Носов, В.Г. Васильев, В.В. Устинов, Е.В. Владимирова, ФММ **93**, № 2, 27 (2002).
11. В.П. Пащенко, В.К. Прокопенко, А.А. Шемяков, В.Н. Варюхин, В.Н. Деркаченко, А.Д. Лойко, В.П. Дьяконов, X. Шимчак, А. Гладчук, Металлофиз. новейшие техн. **22**, № 12, 18 (2000).
12. В.Т. Довгий, А.И. Линник, В.И. Каменев, В.К. Прокопенко, В.И. Михайлов, В.А. Хохлов, А.М. Кадомцева, Т.А. Линник, Н.В. Давыдейко, Г.Г. Левченко, Письма в ЖТФ **34**, вып. 24, 8 (2008).
13. В.Т. Довгий, А.И. Линник, В.П. Пащенко, В.Н. Деркаченко, В.К. Прокопенко, В.А. Турченко, Н.В. Давыдейко, Письма в ЖТФ **29**, вып. 14, 81 (2003).
14. M.M. Savosta, V.N. Krivoruchko, I.A. Danilenko, V.Yu. Tarenkov, T.E. Konstantinova, A.V. Borodin, and V.N. Varyukhin, Phys. Rev. **B69**, 024413 (2004).
15. Т.Е. Константинова, Г.Е. Шаталова, В.А. Ступак, И.А. Даниленко, Г.К. Волкова, В.А. Глазунова, ФТВД **15**, № 4, 29 (2005).
16. С.Ю. Прилипко, Г.Я. Акимов, Ю.Ф. Ревенко, В.Н. Варюхин, А.А. Новохацкая, ФНТ **36**, 452 (2010).
17. С.В. Вонсовский, Магнетизм, Наука, Москва (1971).
18. W.H. Meiklejohn, C.P. Bean, Phys. Rev. **105**, 904 (1957).

*В.Т. Довгий, О.І. Лінник, С.Ю. Приліпко, Г.Я. Акімов, Ю.Ф. Ревенко,
А.О. Новохацька, Т.О. Лінник, Н.В. Давидейко, В.Н. Спиридонов*

ОСОБЛИВОСТІ МАГНІТНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ НАНОКРИСТАЛІЧНИХ МАНГАНІТІВ La–Sr-СИСТЕМИ

Методом сумісного осадження з використанням багатократного холодного ізостатичного пресування при тиску 1 GPa синтезовано однофазні нанопорошки манганіта складу $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$ з середнім розміром кристалітів 30, 60 і 200 nm. Показано, що розмір кристалітів має істотний вплив на електричні і магнітні властивості досліджених зразків – із зменшенням розміру частинок збільшується на порядки електроопір, істотно знижується температура Кюрі, а також розширюються піки магнітної сприйнятливості. Проведено співставлення електричних і магнітних властивостей компактованих і керамічних зразків. Виявлено, що компактовані зразки початкових порошків демонструють нормальний (звичайний) магнітний гістерезис, тоді як керамічні зразки, отримані спіканням «компактів» при 1270 K, виявляють «аномальний» магнітний гістерезис. Запропоновано механізм виникнення аномального гістерезису.

Ключові слова: манганіти, нанокристаліти, питомий опір, магнітна сприйнятливість, аномальний магнітний гістерезис

*V.T. Dovgii, A.I. Linnik, S.Yu. Prylypko, G.Ya. Akimov, Yu.F. Revenko,
A.A. Novohatskaya, T.A. Linnik, N.V. Davydeiko, V.N. Spiridonov*

PECULIARITIES OF MAGNETIC PROPERTIES OF NANOCRYSTALLINE La–Sr MANGANITES

Single-phase nanometric powders of manganite $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$ with the average grain size 30, 60 and 200 nm were synthesized by method of co-precipitation of salts. The method of the multiple cold isostatic pressing at a pressure of 1GPa was used for the synthesis. It is shown that the grain size significantly influences electric and magnetic properties of the samples under investigation. Electroresistance becomes several orders of magnitude more and the Curie temperature significantly decreases, and the magnetic susceptibility peaks become broader when grain size decreases. It is revealed that the compacts of initial powders show a normal (usual) magnetic hysteresis, while the ceramic samples obtained by sintering «compacts» at 1270 K show an «abnormal» magnetic hysteresis.

Keywords: manganites, nanocrystallites, specific resistance, magnetic susceptibility, abnormal magnetic hysteresis

Fig. 1. X-ray pattern (a) and microphoto (b) of manganite sample $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$ with the average size of crystal grains ~ 30 nm

Fig. 2. Temperature dependences of specific resistance ρ of compacted (size of crystal grains, nm: 1 – 30, 2 – 60, 3 – 200) and ceramic (obtained by sintering «compacts» at 1270 K, curves 4–6) manganite samples $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$

Fig. 3. Temperature dependences of initial magnetic susceptibility χ for compacted manganite samples $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$ with the size of crystal grains, nm: 1 – 30, 2 – 60, 3 – 200. Insert shows a $\chi(T)$ type for ceramic samples obtained by sintering «compacts» with the initial size of crystal grains, nm: 4 – 30, 5 – 200

Fig. 4. Change of resonant frequency of a measuring loop $\Delta F \propto \Delta M$ with compacted (a) and ceramic (b) manganite samples $\text{La}_{0.52}\text{Sr}_{0.28}\text{Mn}_{1.2}\text{O}_3$ with magnetic field change. «Compacts» are with the size of crystal grains, nm: 1 – 30, 2 – 200. The ceramics was obtained by sintering «compacts» with the initial size of crystal grains, nm: 3 – 30, 4 – 200. The arrows show the direction of magnetic field change