

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕЖДОМЕННЫХ ГРАНИЦ В ФЕРРОМАГНЕТИКАХ

Л. В. Киренский, В. В. Ветер

С помощью магнетооптического эффекта Керра производилось исследование междоменной перегородки в монокристаллах кремнистого железа с 3% содержанием кремния.

Проведенные исследования показывают, что полярность границ может быть различной, ширина граничных слоев не стабильна и для 180-градусных соседств колеблется от 0,6 до 0,9 микрон.

Существование областей самопроизвольной намагниченности в ферромагнитном кристалле является естественным следствием условий термодинамического равновесия. Между соседними областями, намагниченными в разных направлениях, существует граничный слой. Толщина граничного слоя и закон изменения направления намагниченности в нем определяются из условий минимума свободной энергии кристалла. Граничному слою соответствует свободная энергия, которая относится к разряду поверхностных энергий. Образование граничных слоев само по себе энергетически невыгодно, так как появление неоднородности намагниченности увеличивает обменную энергию и энергию магнитной анизотропии. Поэтому это увеличение должно компенсироваться уменьшением энергии другого вида. Такой энергией является энергия размагничивающегося поля поверхностных зарядов, которые возникали бы при спонтанной намагниченности кристалла в целом. Места расположения границ определяются распределением внутренних напряжений в образце. Граничный слой может разделять домены, намагниченности которых направлены прямо противоположно друг другу (180-градусный тип соседств), или когда намагниченности двух рядом расположенных доменов направлены под углом 90 градусов друг к другу (90-градусный тип соседств).

Учет энергий всех возможных видов показывает, что наиболее часто между основными доменами осуществляются 180-градусные соседства, а вращение вектора намагниченности в граничном слое происходит в плоскости самого слоя, так как в этом случае во всей толще граничного слоя не появляется свободных магнитных полюсов. В тех местах, где граничный слой выходит на поверхность образца, появляется нормальная слагающая намагниченности и на участке шириной, равной ширине граничного слоя, образец намагнечен нормально к его поверхности. Нормальная слагающая намагниченности вдоль ширины граничного слоя изменяется, достигая в середине слоя намагниченности насыщения и у границ слоя падая до нуля. Для определения средней нормальной слагающей намагниченности граничного слоя необходимо знать закон ее изменения по ширине. Характер этого закона может быть определен вариационным методом по минимуму полной энергии, как это делается в работе Ландау и Лифшица. Однако с достаточной сте-

пенью точности можно считать, что два любых соседних спина в граничном слое составляют друг с другом один и тот же малый угол $\Theta = \frac{\pi}{\delta}$, где δ — толщина граничного слоя, выраженная в межатомных расстояниях.

Ширина граничного слоя и его энергия являются существенными величинами в теории технического намагничивания. Исследование ширины, а затем и структуры междоменных границ очень важная задача еще и потому, что ее решение может внести ясность в такие принципиальные вопросы теории ферромагнетизма, как определение численного значения обменного интеграла, природы коэрцитивной силы и гистерезиса, возникновения зародышей перемагничивания и др.

В настоящее время известна лишь одна работа, в которой была сделана попытка экспериментального определения ширины граничного слоя. Эта работа выполнена Крейком [1]. Ширина граничного слоя определялась порошковым методом с использованием электронного микроскопа. Но, как известно, порошковый метод не дает возможности определить действительные размеры граничного слоя. Его возможности сводятся к тому, что определяется ширина полоски, занятая магнитным порошком, и за ширину граничного слоя принимают ширину участка, на котором порошок собирается наиболее плотно. Шварц [2] показал, что порошковый метод в принципе не может быть принят для определения ширины граничного слоя, так как ширина порошковой линии зависит не только от магнитного момента порошинок, но и от их взаимодействия, учесть которое невозможно. Кроме того, паразитные поля рассеяния, которые существуют на поверхности кристалла за счет различных дефектов на нем, оказывают существенное влияние на расположение взаимодействующих магнитных порошинок вблизи граничного слоя, что также приводит к искажению видимой ширины порошковой линии, по которой приходится судить о ширине граничного слоя.

Существование нормальной слагающей намагниченности к поверхности образца на граничном слое дает возможность для измерения его ширины применить полярный магнетооптический эффект Керра. Возможность использования указанного метода для этой цели была указана Г. С. Кринчиком [3] и заключается в следующем: при отражении плоско-поляризованного света от участка образца, намагниченного нормаль-

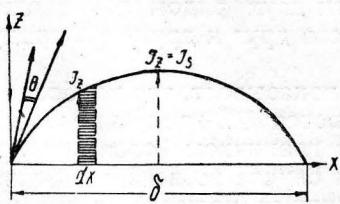


Рис. 1.

ка, прошедшего анализатор, за счет вращения плоскости поляризации при отражении от граничного слоя.

На рис. 1 показана схема изменения нормальной слагающей намагниченности насыщения J_s вдоль ширины граничного слоя. Вводя угол Θ , который по определению есть угол между вектором J_s в точке $x=0$ и направлением J_s в любой точке граничного слоя, т. е. $\Theta = \frac{\pi}{\delta} x$,

где δ — ширина граничного слоя, можно найти изменение светового потока при отражении от всей площади граничного слоя за

но к поверхности, происходит вращение плоскости поляризации на угол, пропорциональный намагниченности. Коэффициент пропорциональности, как показывает опыт, зависит от частоты света и от температуры. Ширина граничного слоя данным методом определяется по величине изменения светового пото-

счет вращения плоскости поляризации. Определяя затем изменение светового потока от любого участка образца площади S , большей, чем площадь граничного слоя, намагниченного как и граничный слой нормально поверхности до величины J_s методом сравнения площадей и световых потоков, легко находим аналитическое выражение для определения ширины граничного слоя. Полученная таким образом формула имеет вид:

$$\delta = \frac{2\pi\Delta\Phi S[x+2x']}{\Delta\Phi' l[\pi x+8x']}$$

В этом выражении

$\Delta\Phi$ — изменение светового потока при отражении от граничного слоя;
 $\Delta\Phi'$ — изменение светового потока при отражении от участка образца (на домене) площади S , значительно большей, чем площадь граничного слоя;

S — площадь рассматриваемого участка образца;

l — длина рассматриваемого участка граничного слоя;

α — угол вращения плоскости поляризации при отражении света от образца, намагниченного нормально поверхности;

α' — начальный угол между поляроидами.

Для измерения ширины граничного слоя, как видно из приведенной формулы, необходимо измерить величины $\Delta\Phi$, $\Delta\Phi'$, S , l , α .

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для исследования была собрана установка, в которую входили микроскоп МБИ-6, необходимый для наблюдения доменной структуры, положения граничных слоев и создания фокусированного светового пучка, отраженного от исследуемого объекта. Для получения плоско-поляризованного света использовались поляроиды. Поляризатор помещался в плоскости полевой диафрагмы микроскопа, а анализатор вставлялся в гнездо осветителя отраженного света. Анализатор был связан специальным механизмом с отсчетной шкалой, и угол его вращения мог измеряться с точностью до 0,6 дуговых минут. В плоскости полевой диафрагмы находилась раздвижная щель, ширина которой была в 80—100 раз больше ширины граничного слоя. Вторая щель помещалась в фокальной плоскости окулятора. Наличие первой щели давало возможность освещать на образце лишь необходимый для исследования участок. Вторая щель срезала все рассеянные лучи, идущие от освещенного участка. При-

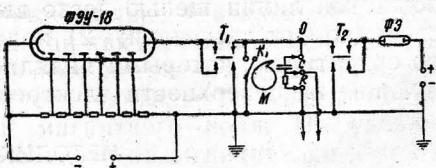


Рис. 2.

емником светового потока, отраженного от исследуемого участка образца, являлся фотоумножитель типа ФЭУ-18, который находился на специальном магнито-защитном кожухе и надевался на один из окуляров бинокулярной насадки микроскопа.

В анодную цепь фотоумножителя включалось интегрально-балансное устройство, схема которого показана на рис. 2. Основной частью данного устройства является дифференцирующая цепочка, компенсационное устройство и импульсный синхроскоп СИ-1. Конденсатор C дифференцирующей цепочки заряжался током фотоумножителя строго определенное время. Разность потенциалов, накопленная к концу периода зарядки, снималась в момент, когда пластины конденсатора

закорачивались с сопротивлением R этой цепочки, и подавалась на вход усилителя вертикального отклонения синхроскопа. На экране визуально наблюдалась кривая разрядки конденсатора, амплитудное значение которой в миллиметрах было пропорционально поданному на вход синхроскопа напряжению. Компенсационное устройство, состоящее из фотоэлемента и источников света, давало возможность встречным током понизить разность потенциалов на пластинах конденсатора до нуля. Поэтому изменение светового потока, падающего на катод фотоумножителя, могло быть замерено непосредственно по величине амплитудного значения кривой разрядки конденсатора. Линейность световой характеристики фотоумножителя и линейность зависимости амплитудного значения кривой разрядки конденсатора от разности потенциалов определялись экспериментально. Линейность основной зависимости кривой разрядки конденсатора от изменения соответствующего светового потока следовала из первых двух характеристик. Одной из основных деталей собранной установки являлся электромагнит, предназначенный для намагничивания образцов в продольном поле. Образцы намагничивались до насыщения, что давало возможность в нужное время убирать из поля зрения микроскопа граничный слой. Исследование подвергались образцы в форме полосок, вырезанные из монокристаллов трансформаторного железа. Метод исследования выдвигал особое требование к качеству исследуемой поверхности. Зеркальные поверхности, приготовленные путем механической полировки, рассматривались под микроскопом в темном поле при косом освещении, при котором все дефекты (царапины, включения) были видны особенно четко. Окончательная полировка производилась на фетре, смоченном раствором окиси хрома. С целью уменьшения магнитных полей рассеяния от царапин образцы шлифовались только вдоль направления легкого намагничивания. Для уменьшения внутренних напряжений образцы отжигались в вакууме в течение трех часов при температуре 900—1000° и после отжига подвергались электрополировке. Положение граничных слоев на исследуемых образцах устанавливалось порошковым методом. При измерениях суспензия с образца снималась, и положение границы при этом определялось двумя способами: 1) на образец помещалась капля суспензии и закрывалась покровным стеклом так, чтобы участок образца для исследования оставался свободным. По направлению порошковой линии щелью легко выделялся граничный слой на участке, свободном от суспензии; 2) положение граничного слоя определялось по ориентирам, которыми являлись черные включения, всегда присутствующие на поверхности электролитически полированного образца.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Определение $\Delta\Phi$ (изменения светового потока при отражении от граничного слоя)

Образец, положение граничного слоя на котором было установлено, укреплялся между полюсами электромагнита и помещался на предметный столик микроскопа.

В плоскости полевой диафрагмы устанавливалась раздвижная щель, которая проектировалась на плоскость образца. Перемещением предметного столика микроскопа образец устанавливался так, чтобы граничный слой проходил через середину щели. Световой поток, отраженный от рассматриваемого участка, пройдя анализатор, падал на катод фотоумножителя. Затем включалось питание фотоумножителя и фотоэлемента, и специальными рубильниками в их цепь вводилась

дифференцирующая цепочка. Регулируя при помощи диафрагмы освещенность, а следовательно, ток компенсационного фотоэлемента, достигался момент, когда разность потенциалов на пластинах конденсатора дифференцирующей цепочки становилась равной нулю, система оказывалась скомпенсированной. Затем граничный слой убирался из поля зрения намагничиванием в продольном магнитном поле до насыщения. При этом происходила раскомпенсация системы за счет того, что на месте граничного слоя оказывался участок образца, световой поток от которого отражался, не испытывая вращения плоскости поляризации. Раскомпенсация системы приводила к тому, что конденсатор становился заряженным. В момент разрядки конденсатора определялось амплитудное значение кривой разрядки p_1 , пропорциональное изменению светового потока при отражении от граничного слоя. Магнитное поле изменяло фокусировку электронного пучка в фотоумножителе, что приводило к изменению фототока при одном и том же световом потоке, падающем на катод фотоумножителя, и величина p_1 оказывалась завышенной. Определение величины p_2 , которая была пропорциональна только фототоку, связанному с действием магнитного поля на фотоумножитель, не представляло трудности и проводилось так же, как и измерение величины p_1 (на том же участке образца, только без граничного слоя на нем). Разность величин p_1 и p_2 определяла изменение светового потока при отражении от граничного слоя в чистом виде.

Определение $\Delta\Phi'$ (изменение светового потока при отражении от участка площади, большей, чем площадь граничного слоя)

Измерение $\Delta\Phi'$ следовало бы провести так: исследуемый образец поместить на сердечник нормального электромагнита и отраженный световой поток, падающий на фотокатод умножителя, скомпенсировать. Затем включить магнитное поле. При этом, за счет вращения плоскости поляризации при отражении от намагниченного образца световой поток, проходящий через анализатор, должен измениться. По нарушению компенсации системы с помощью описанных выше методов можно было бы определить амплитудное значение кривой разрядки, соответствующее величине $\Delta\Phi'$. Однако такой метод в данной установке оказался практически неприменимым. Во-первых, сильно сказалось бы действие магнитного поля на фотоумножитель, так как для намагничивания пластины до насыщения в нормальном поле потребовалась бы напряженность около 30 тысяч эрстед. Во-вторых, сказался бы эффект Фарадея в оптике объектива при включении магнитного поля. По указанным причинам при определении $\Delta\Phi'$ не образец намагничивался в нормальном поле, а поворачивался анализатор на угол, который соответствовал бы углу вращения плоскости поляризации при полярном эффекте для данного ферромагнитного материала. Величина этого угла была определена следующим образом: магнитометрическим методом определялась намагченность насыщения, и соответствующее ей значение угла бралось по данным Баркера [4]. Сравнение намагченности насыщения для одного и того же образца, определенное магнитометрическим методом и магнитооптически (метод Дю-Буа), проведенное Баркером, показало, что отклонение не превышает 1,5—3%, и в нашем случае угол вращения плоскости поляризации равен 21 дуговой минуте для света с длиной волны 540 мкм. По известному значению угла определение величины $\Delta\Phi'$ проводилось следующим образом: участок площади исследуемого образца освещался световым потоком той же величины,

что и при измерении величины $\Delta\Phi$. Отраженный световой поток, проходя анализатор, падал на катод фотоумножителя. Встречным током система компенсировалась. Затем анализатор поворачивался на соответствующий угол, и по шкале синхроскопа измерялась кривая разрядки конденсатора, пропорциональная изменению светового потока за счет поворота анализатора. Существенно, что при измерениях величин $\Delta\Phi$ и $\Delta\Phi'$ рассматривался один и тот же участок образца.

РЕЗУЛЬТАТЫ НАБЛЮДЕНИЙ И ИХ АНАЛИЗ

Для исследования выбирались лишь те кристаллы, исследуемая поверхность которых совпадала с плоскостью (110). Образцы вырезались длиной 9 см, и на каждом из них было по несколько кристаллитов. Предварительно доменная структура на всех образцах просматривалась порошковым методом, и для исследования выбирались лишь те образцы, порошковые фигуры на которых состояли из серии параллельных линий, проходящих через весь кристалл. Ширина доменов была в основном одинакова и равнялась 0,8—0,9 мм. При 80-кратном увеличении микроскопа в его поле зрения находился всегда один граничный слой. Ориентировка поверхности была такой, что вторичной доменной структуры на выбранных образцах не наблюдалось. Точность измерения ширины граничного слоя определялась в основном точностью, с которой могли быть измерены величины p_1 и p_2 . Ошибка измерений данных величин не превышала 10%, а максимальная ошибка при измерении ширины граничного слоя была не более 20%. Данные измерений граничного слоя приведены для четырех образцов, из которых № 7 и № 8 вырезаны из одного и того же кристаллита, а № 9 и № 1 — из двух других разных кристаллитов.

Анализ данных, полученных при измерении ширины различных граничных слоев на образце № 7, показывает, что ширина их не стабильна и колеблется в пределах от 0,58 до 0,88 мк. Измерение ширины граничного слоя проводилось при различных значениях толщины исследуемого образца, которая уменьшалась от 0,43 до 0,16 мм электролитической полировкой. В пределах ошибок измерений толщина граничных слоев при этом остается неизменной. Применяемая методика позволила не только измерить ширину граничного слоя, но и установить его полярность, т. е. дала возможность показать, что нормальная слагающая намагниченности у различных граничных слоев имеет разное направление.

Известно, что, кроме граничного слоя, на поверхности образца нормальную слагающую намагниченности могут дать паразитные поля за счет того, что кристаллографическая плоскость образца может не точно совпадать с рассматриваемой поверхностью за счет различного рода дефектов поверхности (вывемки, царапины и др.). Отсутствие на исследуемых образцах нормальной слагающей намагниченности за счет возможного наклона было установлено отсутствием поверхностных доменов и непосредственно следующим образом: если предположить, что паразитные поля за счет наклона существуют, то у двух соседних доменов нормальные слагающие должны быть разных знаков. При включении сильного магнитного поля раскомпенсация системы будет происходить от изменения светового потока, связанного с устранением граничного слоя и перемагничиванием того домена, у которого знак нормальной слагающей намагниченности изменится на противоположный. Кривая разрядки конденсатора при этом будет включать в себя эффект от граничного слоя и изменение светового потока от перемагниченного домена.

на. Если же повторить измерения, но убирать граничный слой противоположного направления, то кривая разрядки конденсатора должна быть той же величиной, но противоположного знака, так как эффект от граничного слоя должен при этом оставаться неизменным, а знак вращения плоскости поляризации при отражении от перемагниченного домена должен измениться на противоположный. Другими словами, для одного и того же граничного слоя изменение светового потока при отражении от него, измеренное при включении поля прямого и противоположного направления, должно быть равным, если нормальная слагающая намагниченности на доменах существует. Опыт показал, что нормальная слагающая намагниченности на исследуемых нами доменах равнялась нулю.

На результаты измерений ширины граничного слоя могла оказать существенное влияние слагающая намагниченности, созданная паразитными полями за счет существования на поверхности образца различных дефектов, царапин и пр. На всех участках образца эта составляющая намагниченности должна иметь равновероятное направление. Данный метод дает возможность исключить ее влияние на измеряемую ширину граничного слоя. Как указывалось выше, световой поток, отраженный от исследуемого участка образца с граничным слоем на нем, компенсировался, а его изменение, соответствовавшее повороту плоскости поляризации при отражении от граничного слоя, замерялось в момент, когда граничный слой магнитным полем убирался. При этом нормальную слагающую намагниченности, созданную паразитными полями, намагничивание образца изменить не могло.

Основные результаты исследования можно свести к следующему:

1. Применение полярного магнетооптического эффекта Керра дает возможность определить ширину граничного слоя непосредственно без применения магнитного порошка, который искажает действительные размеры границы.

2. Установка, собранная для этой цели, и соответствующая методика измерения позволяют не только определить ширину граничного слоя, но и его полярность.

3. Данный метод исключает влияние паразитных магнитных полей на измеряемую величину граничного слоя.

4. Полученные величины позволяют утверждать, что ширина различных граничных слоев не стабильна.

5. Для кристаллов трансформаторной стали с 3% содержанием кремния ширина граничного слоя 180-градусных соседств различна и колеблется в пределах от 0,58 до 0,90 мк.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] D. J. Craik. Proc. Phys. Soc., **69**, № 438 В, 1956. [2] W. Schwartz. Ann. d. Phys., **19**, № 6—8, 322, 1957. [3] Г. С. Кринчик. ФММ, 3, вып. 3, 549, 1956.
- [4] S. G. Barker. Proc. Phys. Soc., **29**, 1, 1917.

Институт физики
Академии наук СССР

Поступила в редакцию
9 апреля 1959 г.