

Л. В. КИРЕНСКИЙ, А. И. ДРОКИН, В. Д. ДЫЛГЕРОВ, Н. И. СУДАКОВ  
и В. И. СИНЕГУБОВ

## ОСОБЕННОСТИ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ ФЕРРИТОВ И ЕЕ ДИНАМИКИ В МЕНЯЮЩИХСЯ ПО ВЕЛИЧИНЕ И ВРАЩАЮЩИХСЯ МАГНИТНЫХ ПОЛЯХ

### Введение

Многочисленные свойства ферромагнетиков и ферритов в той или иной мере связаны с их доменной структурой. Четкое представление о доменной структуре и ее динамике при различных воздействиях на ферромагнитный материал позволяет выяснить многие характерные свойства ферромагнитных тел, имеющих первостепенное значение в современной технике.

Если доменная структура металлических ферромагнетиков изучена довольно подробно [1—3], то на ферритах она изучена недостаточно. Между тем ферриты имеют свои специфические свойства, и знание их доменной структуры и ее динамики может объяснить многие особенности этих материалов, нашедших широкое применение в практике.

На тонких прозрачных пластинках ферритов-гранатов доменная структура наблюдалась Диллоном [4] и Смитом и Вильямсом [5]. Рядом авторов [6—9] изучалась доменная структура на ферритах с гексагональной решеткой. На магний-марганцевых ферритах, имеющих структуру шпинели, доменная структура изучалась Старцевой и Шуром [10].

В большинстве работ, посвященных исследованию доменной структуры на ферритах, исследования проводились либо на тонких пластинках-сколах, либо на псевдокристаллах или на крупных кристаллитах в поликристаллических образцах. Эти работы представляют определенный интерес, так как большинство ферритовых изделий являются поликристаллическими телами. Однако для выяснения особенностей доменной структуры и общих закономерностей ее динамики исследования желательнее проводить на монокристаллах.

Авторами настоящей работы исследовалась доменная структура на монокристаллах ферритов, имеющих различную кристаллическую структуру (ферриты-гранаты, гексагональные ферриты и ферриты-шпинели). Обнаружено, что доменная структура ферритов во многом сходна с доменной структурой металлических ферромагнетиков. Вместе с тем наблюдаются и некоторые особенности, свойственные только ферритам, которые описываются ниже.

### 1. Образцы и методика эксперимента

Монокристаллы ферритов-гранатов иттрия, гольмия, эрбия и гадолиния выращивались из расплавленного растворителя. Размеры монокристаллов были от 4 до 7 мм. При выращивании кристаллов иттриевых ферритов-гранатов в растворителе из смеси окиси свинца и борного ангидрида

получались и монокристаллы гексаферрита свинца размерами 5—8 мм и толщиной до 1,5 мм [11]. Все эти монокристаллы имели грани с зеркальными поверхностями и дополнительной полировки не требовали.

Монокристаллы ферритов со структурой шпинели (кобальтовые ферриты  $\text{Co}_{0,94}\text{Fe}_{1,12}^{2+}\text{Fe}_{0,96}^{3+}\text{O}_4$ , марганцевые ферриты  $\text{MnFe}_2\text{O}_4$  с избытком марганца (25% гаусманита  $\text{Mn}_3\text{O}_4$ ), магниймарганцевые ферриты состава, близкого к стехиометрическому) выращивались в кислородно-водородном пламени по методу Вернейля [12], усовершенствованному Поповым [13]. Из буль, выращенных этим методом, при помощи стальных заточенных трубок вытачивались шары диаметром 4—8 мм. Для снятия внутренних напряжений шары подвергались длительному отжигу при температурах, несколько превышающих точку Кюри. Затем шары закреплялись в легком алюминиевом кардановом подвесе и ориентировались в магнитном поле. На местах выхода кристаллографических осей наносились метки. После этого стачивались нужные плоскости. Поверхности этих плоскостей подвергались шлифовке и полировке при помощи различных абразивных материалов (наждачные мелкозернистые шкурки М-10, М-5, М-3, порошок окись алюминия и другие материалы вплоть до шелка). Если на отполированной таким образом поверхности наблюдать доменную структуру, то можно увидеть поверхностную мозаичную структуру. Для того чтобы наблюдать истинную доменную структуру, шарики требуется еще кипятить в 30-процентном растворе серной кислоты с неменяющейся во время кипения концентрацией в течение 30—40 мин.

Наблюдение и фотографирование порошковых фигур производилось при помощи микроскопа МБИ-6. Магнитная суспензия приготавливалась по методу Элмора [14]. Намагничивание образцов производилось с помощью специального электромагнита.

Полярность доменных границ исследовалась при помощи полярного эффекта Керра. Установка и методика этого эксперимента опубликована в печати [15, 16].

При этих исследованиях монокристалл помещали на предметном столике микроскопа, который мог равномерно перемещаться от мотора. На этом монокристалле порошковым методом выявлялась доменная структура и намечались места наблюдения. Затем порошковая суспензия осторожно убиралась и на выбранное место направлялся модулированный и поляризованный пучок света. Поляризатор и анализатор устанавливаются на не совсем полное гашение. Если намагниченность в данном месте расположена в плоскости образца, то поляризованный луч не испытывает вращения и самописец регистрирует небольшие сигналы. При переходе участка образца с границей вследствие наличия нормальной составляющей  $I_s$  поле анализатора, вырезаемое щелью, проясняется или затемняется (в зависимости от полярности), и самописец регистрирует соответствующий сигнал. Высота записанной кривой пропорциональна величине нормальной составляющей  $I_s$ .

Так как образцы со сточенными поверхностями имели сложную форму, то размагничивающий фактор не учитывался и в работе приводятся величины внешних магнитных полей.

## 2. Особенности доменной структуры ферритов

Весьма своеобразна доменная структура ферритов-гранатов иттрия, гольмия, эрбия и гадолиния. Снимки этой структуры опубликованы в печати [17, 18]. В иттрий-железистом гранате наблюдаются «веревочкообразные» границы. Под действием поля границы исчезают через одну.

У гольмиевого и эрбиевого ферритов наблюдаются границы в виде двойных полос. У гадолиниевого феррита-граната наблюдается доменная структура с сильно искривленными границами. Под действием поля происходят процессы смещения границ. Ферриты-гранаты сложны по своей структуре и построить какую-либо модель доменной структуры для них не представляется возможным.

Исследования порошковых фигур на монокристаллах гексаферрита свинца [19] показали, что доменная структура этих ферритов идентична со структурой кобальта.

Наибольший интерес представляет изучение доменной структуры на монокристаллах моноферритов со структурой шпинели. Это наиболее простые ферриты, и на них удобно выявлять характерные особенности структуры. Для исследований были выбраны монокристаллы двух типов моноферритов со структурой шпинели. Это были монокристаллы железомобальтового и железо-марганцевого ферритов. Направления легкого намагничивания у кобальтового феррита, как и у железа, совпадают с осями  $[100]$ , а у марганцевого, как и у никеля, — с осями типа  $[111]$ . Поэтому предполагалось, что и доменная структура этих ферритов будет идентична структуре железа и никеля. Однако эти ожидания не оправдались.

К основным особенностям доменной структуры на этих моноферритах следует отнести следующее: на одной плоскости монокристалла одновременно можно наблюдать границы доменов различной ширины. В широких границах наблюдается мелкая вторичная структура. Одновременно можно наблюдать двойные доменные структуры. Типичная доменная структура на плоскости  $(110)$  кобальтового феррита показана на рис. 1. При размагниченном состоянии (рис. 1, а) видны широкие границы с вторичной мелкой подструктурой. Границы направлены параллельно оси  $[1\bar{1}1]$ ; под действием магнитного поля, направленного вдоль оси  $[00\bar{1}]$ , доменная структура изменяется. Границы сужаются и исчезают через одну (рис. 1, б). Одновременно с этим появляются новые границы, направленные параллельно оси  $[1\bar{1}\bar{1}]$ . На рис. 1, в наблюдаются новые границы и остатки старых. На рис. 1, г видна лишь новая система доменов. Клинья говорят о том, что исследуемая поверхность немного (на  $1-2^\circ$ ) наклонена по отношению к плоскости  $(110)$ . Дальнейший рост поля ведет к исчезновению доменной структуры (рис. 1, д). В поле 4100 Ое структура совсем исчезает (рис. 1, е).

Во вращающемся магнитном поле также наблюдаются двойные структуры доменов. При этом поворот поля вызывает коренную перестройку доменной структуры [20, 21]. Аналогичные картины можно наблюдать и на монокристаллах железо-марганцевых ферритов [22].

Определение направлений векторов намагниченности в доменах при помощи магнитного щупа показало, что при двойных структурах в разных местах векторы в одном и том же домене могут быть направлены по-разному.

Для дальнейшего выявления особенностей двойных структур было проведено исследование полярности границ методом полярного эффекта Керра [15].

Доменная структура на плоскости  $(110)$  в отсутствие поля изображена на рис. 2, а и б. Доменная структура на плоскости  $(100)$  в отсутствие поля показана на рис. 2, в, в поле 800 Ое — на рис. 2, г. Поле направлено вдоль оси  $[001]$ . Стрелками показаны места, относительно которых скользя микрометрическая щель прибора. Знаки «+» и «-» соответствуют положительной и отрицательной полярности границ. Цифры отвечают последовательности исследований.



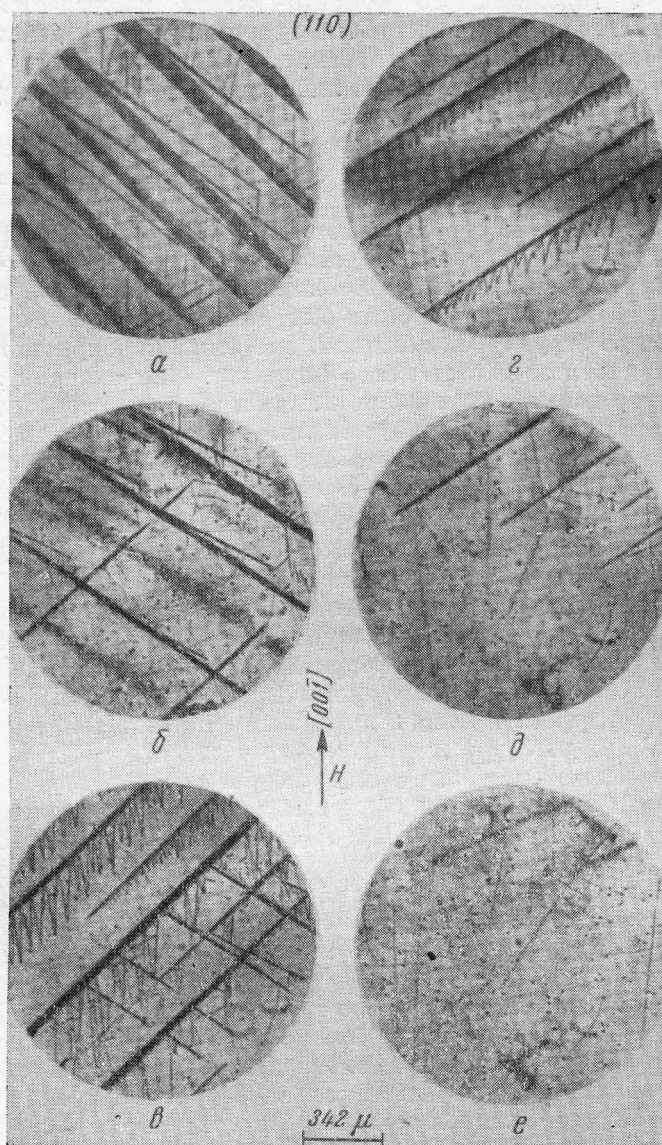


Рис. 1. Доменная структура на плоскости (110) монокристалла железо-кобальтового феррита в полях: а—0; б—1200; в—1900; г—2500; д—3900; е—4100 Ое

На рис. 3 показаны записи на ленте самописца, соответствующие по цифрам рис. 2, а. Скорость перемещения предметного столика микроскопа была малой при пересечении щелью границ доменов и большой — при пересечении поля домена (для сокращения длины записи на ленте самописца). Из этих графиков видно, что намагниченность в границах весьма неравномерна, но вполне определенно определяет знак полярности. Полярность меняется через две границы. Для случая (110) (рис. 2, а), когда щель двигалась вдоль мелкой подструктуры в границе, полярность

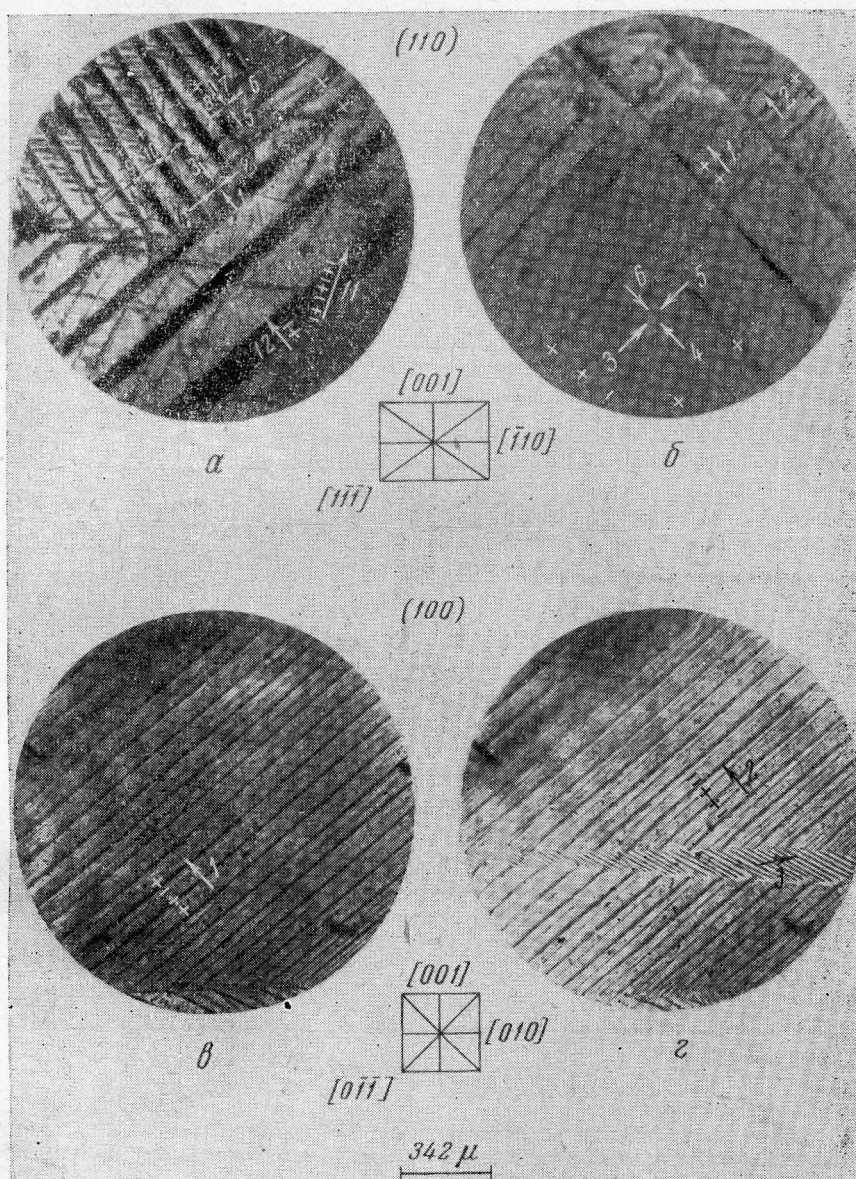


Рис. 2. Доменная структура на плоскости (100) и (110) монокристалла железо-марганцевого феррита в полях:  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ —0;  $\delta$ —800 Ое

подструктуры менялась последовательно от положительной к отрицательной, т. е. подструктура состоит как бы из одних границ разной полярности.

На рис. 4 показаны графики записи на ленте самописца, соответствующие по цифрам рис. 2, б. Здесь также обнаруживается последовательность полярности через две границы. При этом, если расщепляется граница одной полярности на две границы (рис. 2, б, случаи 1 и 2), то полярность вновь образованных границ соответствует полярности пер-

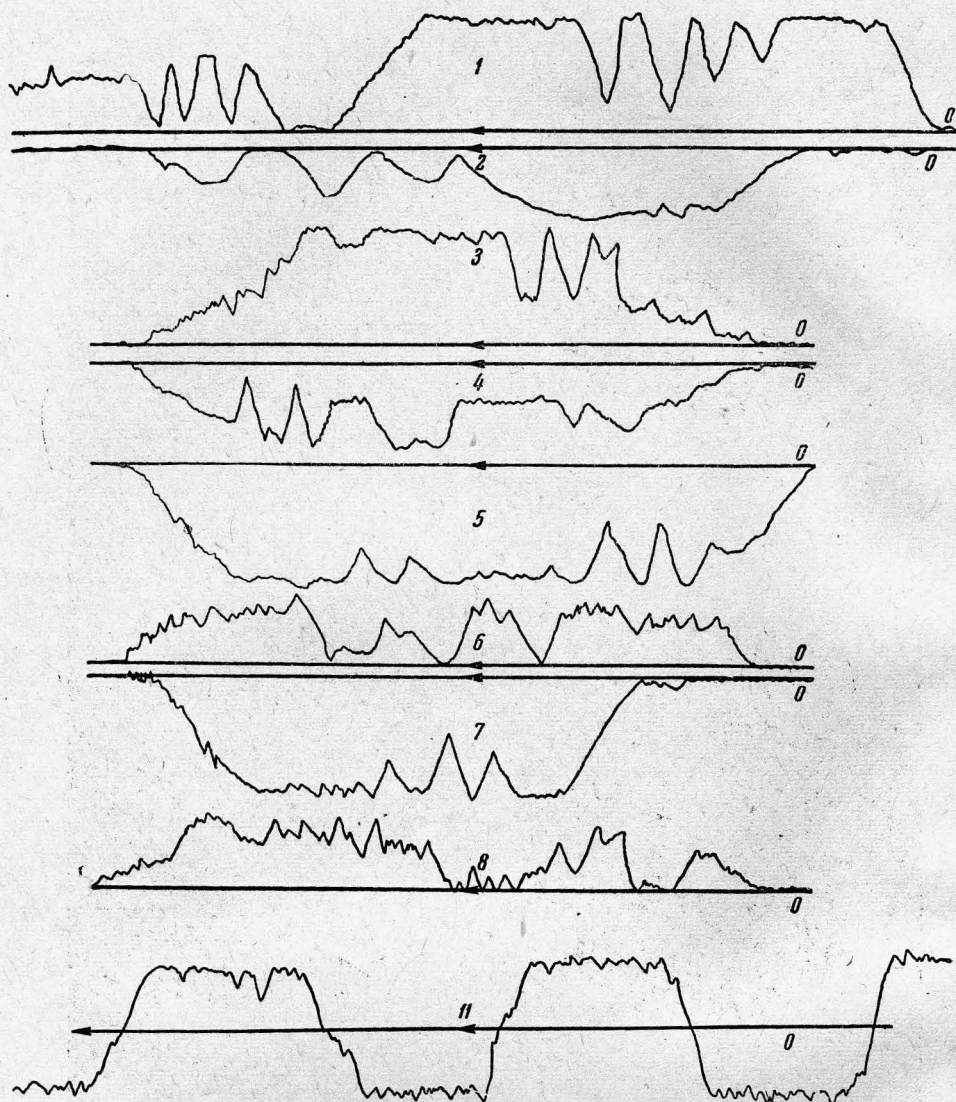


Рис. 3. Кривые, записываемые на ленте потенциометром при прохождении участков поверхности монокристалла относительно щели. Цифры соответствуют номерам исследований, отмеченных на рис. 2, а

вичной границы, т. е. в моменты перестройки структуры последовательность чередования полярности границ через две может нарушаться.

На рис. 5 приведены графики записи на ленте самописца, соответствующие по цифрам рис. 2, в и г. Здесь также наблюдается чередование границ по знаку полярности через две, а в границе, образовавшейся под действием поля, полярность в подструктуре чередуется, как и прежде, от положительной к отрицательной (рис. 2, г и рис. 5, случай 3).

Эти исследования подтвердили наличие двойных структур и подструктур и показали, что векторы намагниченности в границах распределяются весьма неравномерно, не так плавно, как это наблюдается в металлических ферромагнетиках [16].



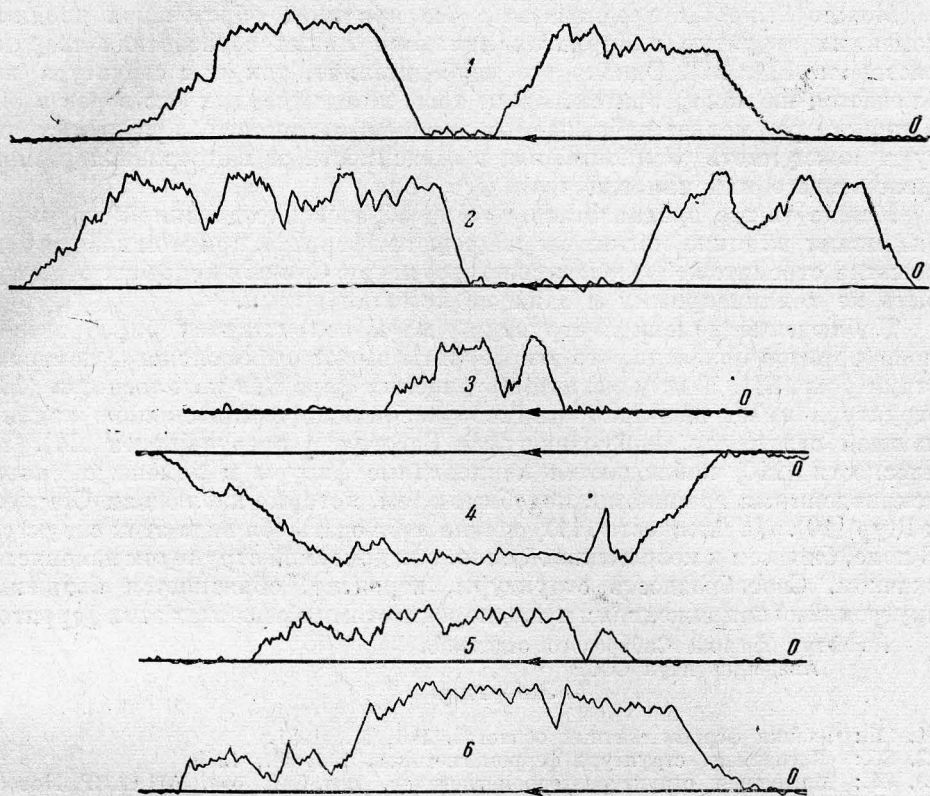


Рис. 4. То же, что на рис. 3. Цифры соответствуют номерам исследований, отмеченных на рис. 2, 6

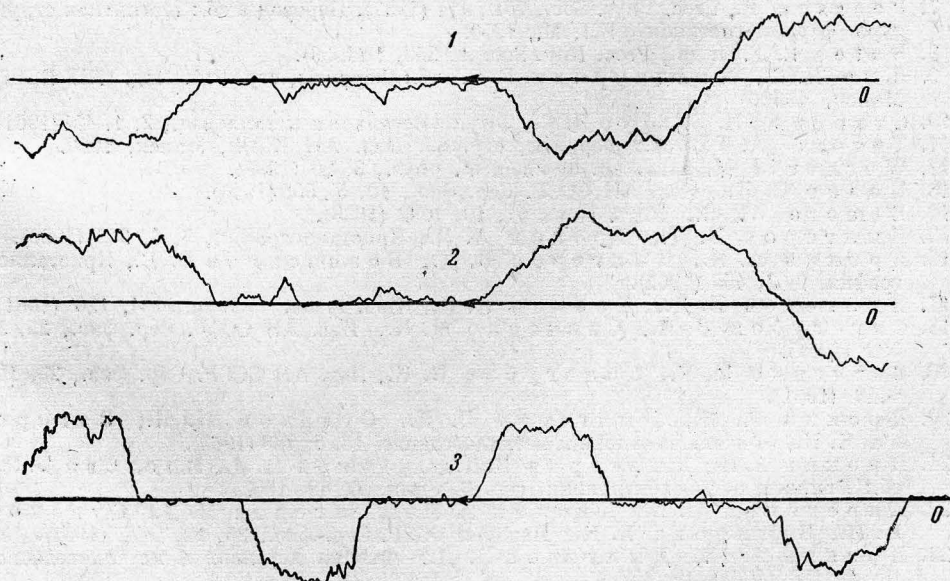


Рис. 5. То же, что на рис. 3. Цифры соответствуют номерам исследований, отмеченных на рис. 2, 6, 8

Можно было бы предполагать, что причиной образования двойных доменных структур в ферритах являются линии образования твердых растворов [23, 24]. Однако это неубедительно, так как структура наблюдается на моноферритах, кроме того, линии твердых растворов в 300 с лишним раз мельче наблюдаемых доменов, и, наконец, доменная структура может иметь различный вид в зависимости от направления размагничивающего или намагничивающего поля.

Можно также предполагать, что на образование доменной структуры оказывают влияние магнитные подрешетки феррита, при этом каждая подрешетка стремится образовать свою структуру. Спины в подрешетках могут быть не коллинеарными и даже не компланарными.

Наблюдение доменной структуры на монокристаллах биферритов и моноферритов показало, что эти ферриты имеют очень сложные доменные структуры [23]. Так, у магниймарганцевых ферритов на плоскости (100) структура имеет вид папоротникообразной изморози, несколько напоминающей структуру, наблюдавшуюся Бейтсом с сотрудниками [24]. На плоскости (110) наблюдаются каплевидные фигуры и домены с сильно искривленными границами, подобными тем, которые наблюдали Старцева и Шур [10]. На плоскости (111) можно наблюдать оба вида этих структур. В поле, близком к коэрцитивной силе, вид доменной структуры изменяется скачком. Своеобразие структуры, вероятно, объясняется большими внутренними напряжениями и неоднородностями в решетках этих ферритов.

Институт физики Сибирского отделения  
Академии наук СССР

#### Литература

1. Сб.: Физика ферромагнитных областей. ИЛ, М., 1951.
2. Сб.: Магнитная структура ферромагнетиков. ИЛ, М., 1959.
3. Сб.: Магнитная структура ферромагнетиков. Изд. Сиб. отд. АН СССР, Новосибирск, 1960.
4. Dillon J. F., Appl. Phys., 29, 3, 539 (1958).
5. Smith A. W., Williams J. W., Canad. J. Phys., 38, 9, 1187 (1960).
6. Sixtus K., Kronenberg K., Tenzer R., J. Appl. Phys., 27, 1051 (1956). Перевод в сб.: Магнитная структура ферромагнетиков, ИЛ, М., 1959.
7. Pearson R., Proc. Phys. Soc., 70B, 441 (1957). Перевод в сб.: Магнитная структура ферромагнетиков, ИЛ, М., 1959.
8. Bates L. F. и др., Proc. Roy. Soc. A, 253, 1 (1959).
9. Шур Я. С., Кандаурова Г. С., сб.: Ферриты, стр. 311. Изд. АН БССР, Минск, 1960.
10. Старцева И. Е., Шур Я. С., Физика металлов и металловед., 2, 1, 158 (1961).
11. Титова А. Г., сб.: Ферриты, стр. 89. Изд. АН БССР, Минск, 1960.
12. Werneuil M. A., Ann. de chem. et. phys., 3, 20 (1904).
13. Попов С. К., Изв. АН СССР. Сер. физ., 10, 5, 505 (1946).
14. Elmore W. S., Phys. Rev., 51, 10, 1092 (1938).
15. Дылгеров В. Д., Дрокин А. И., Кристаллография, 5, 6, 945 (1960).
16. Дрокин А. И., Дылгеров В. Д., Безносиков Б. В., Кристаллография, 9, 3, 465 (1962).
17. Дылгеров В. Д., Дрокин А. И., Изв. вузов, Физика, № 4, 120 (1961).
18. Синегубов В. И., Савченко М. К., Изв. АН СССР. Сер. физ., 25, 5, 599 (1961).
19. Савченко М. К., Синегубов В. И., Изв. АН СССР. Сер. физ., 25, 12, 1449 (1961).
20. Дрокин А. И., Дылгеров В. Д., Судаков Н. И., Загирова Е. К., Физика металлов и металловедение, 13, 5, 788 (1962).
21. Дрокин А. И., Дылгеров В. Д., Судаков Н. И., Изотова Т. П., сб.: Вопросы радиоэлектроники, сер. 3, вып. 6, 49, 1962.
22. Киренский Л. В., Дрокин А. И., Дылгеров В. Д., Судаков Н. И., Загирова Е. К., Изв. АН СССР. Сер. физ., 25, 12, 1472 (1961).
23. Дрокин А. И., Дылгеров В. Д., Физика металлов и металловедение, 15, 1, 128 (1963).
24. Bates L. F., Craik D. J., Griffiths P. M., Proc. Phys. Soc., 71, 5, 789 (1958).