

Л. В. КИРЕНСКИЙ, Б. П. ХРОМОВ

ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНА ПРИБЛИЖЕНИЯ К НАСЫЩЕНИЮ НА МОНОКРИСТАЛЛАХ КРЕМНИСТОГО ЖЕЛЕЗА

Расчет кривой намагничивания в сильных полях для монокристалла кубической системы приводит, согласно Акулову [1], к соотношению

$$I = I_s \left(1 - p \frac{\kappa^2}{I_s^2 H^2} \right) \quad (1)$$

известному под названием закона приближения к насыщению. Здесь k — константа магнитной анизотропии, I_s — намагниченность насыщения. Коэффициент p как функция полярных координат ν' и φ' вектора внешнего магнитного поля H задается равенством:

$$p = 2 \sin^6 \nu' \cos^2 \varphi' \sin^2 \varphi' (2 \cos^2 \varphi' - 1)^2 + \\ + 2 \sin^2 \nu' \cos^2 \nu' (2 \cos^2 \nu' + 2 \sin^2 \nu' \sin^2 \varphi' \cos^2 \varphi' - 1)^2. \quad (2)$$

Это равенство для поликристалла в отсутствии текстуры дает

$$\bar{p} = \frac{8}{105}. \quad (3)$$

Последующие исследования показали, что закон приближения к насыщению в более общем виде может быть представлен формулой

$$I = I_s \left(1 - \frac{a}{H} - \frac{b}{H^2} - \frac{c}{H^3} - \dots \right) + \chi_p H \quad (4)$$

или в дифференциальной форме:

$$\chi = \frac{A}{H^2} + \frac{B}{H^3} + \frac{C}{H^4} + \dots + \chi_p, \quad (5)$$

где a, b, c, A, B, C — некоторые функции энергетических констант и напряжений,

χ_p — восприимчивость парапроцесса.

Все известные работы, посвященные закону приближения к насыщению, проводились на поликристаллических образцах. При этом коэффициент p в формуле Акулова брался усредненным для поликристалла.

Представляет интерес проверить непосредственно формулу (1) на монокристалле, вычисляя коэффициент p по равенству (2). Такая попытка предпринята в настоящей работе.

В 1954 и 1956 гг. появились работы Данана [2, 3], в которых приводятся результаты исследования закона приближения к насыщению на монокристаллах магнетита и кремнистого железа.

Согласно исследованиям Данана, в полях от 1000 до 27 000 э для направлений [100], [110] и [111] кристалла кремнистого железа закон приближения к насыщению имеет вид

$$I = I_s \left(1 - \frac{a}{H} \right);$$

где a — коэффициент магнитной жесткости, различный для различных направлений. О восприимчивости парапроцесса не дается никаких сведений.

Исследуемые образцы

В качестве объекта исследования было выбрано кремнистое железо с содержанием кремния 3,3%. Кремнистое железо с небольшим содержанием кремния кристаллизуется в кубической решетке, и, следовательно, для него должен быть справедлив закон (1). Исследования проводились на монокристаллических образцах, вырезанных из листов холоднокатаной трансформаторной стали толщиной 0,5 мм. Для изготовления образцов выбирались наиболее крупные монокристаллические зерна, образующиеся в листе стали после холодной прокатки с последующими отжигами. Ориентация кристаллов определялась методом Лауэ. Для изучения выбирались кристаллиты, плоскость (110) которых совпадала с плоскостью листа. В этой плоскости лежат все три главных направления: [100], [110] и [111]. Образцы вытравливались азотной кислотой в виде полосок шириной 1,5—2 мм и затем тщательно шлифовались с точностью $\pm 0,005$ мм. Таким образом, изготовленные образцы представляли собой прямоугольные параллелепипеды длиной от 45 до 50 мм и сечением $0,5 \times 0,7$ мм. После шлифовки образцы отжигались в течение 4 часов при температуре 1000°C в вакууме. Кривые намагничивания, снятые с таким образом приготовленных образцов, в трех главных направлениях хорошо совпадают с кривыми, полученными на этом же материале другими исследователями. Исследование проводилось на образцах, вырезанных в направлениях [100], [110], [111], [221], [443], [112].

Экспериментальная установка

При изучении закона приближения к насыщению обычно пользуются баллистическим методом или применяют усилители низкочастотных колебаний при подмагничивании образца переменным полем. При небольших размерах образца небольшие размеры измерительных катушек ограничивают возможности баллистического метода. В этом случае целесообразно применять усилители, как это и делалось в работах Акулова и Большой [4], Пала [5] и Киренского и Родичева [6].

Для изучения закона приближения к насыщению на монокристалле кремнистого железа была собрана установка, принцип работы которой основывался на следующем. В намагничивающей катушке, питаемой постоянным током, находится однослойный нормальный соленоид, питаемый переменным током небольшой амплитуды. Внутри такой системы создается постоянное, пульсирующее по синусоидальному закону, поле. В этом поле находятся измерительная и компенсирующая катушки, намотанные таким образом, чтобы в отсутствии

образца на выходе этой системы э.д.с. была равна нулю. При помещении в измерительную катушку образца на выходе возникает э.д.с., пропорциональная дифференциальной восприимчивости образца

$$\chi = \frac{dI}{dH}. \quad \text{Э.д.с. системы катушек подается на вход усилителя низкой}$$

частоты, на выходе которого в цепи управляемой схемы стоит зеркальный гальванометр, от зеркальца которого световой луч падает на щель фотокамеры. Намагничивающая катушка питается от динамомашины шунтового возбуждения и через фильтры непосредственно подключается к щеткам якоря. Ток в намагничивающей катушке регулируется реостатом возбуждения, подвижная часть которого движется синхронно с валом фотокамеры. Подмагничивающий однослойный соленоид питается от звукового генератора ЗГ-10. Амплитуда переменного подмагничивающего поля не превышает 5 э, что позволяет считать участок кривой намагничивания, на котором работает установка, прямолинейным. При подключении намагничивающей катушки непосредственно к щеткам якоря динамомашины сопротивление в цепи намагничивающей катушки практически не меняется. При этом и величина подмагничивающего поля остается постоянной, что очень упрощает обработку получаемых магнитограмм.

При включении в цепь намагничивающей и подмагничивающей катушек включается мотор, который одновременно вращает вал фотокамеры и двигает реостат возбуждения динамомашины. При этом при возрастании внешнего магнитного поля без образца в измерительной катушке на фотопленку записывается прямая — нулевая линия. После проведения нулевой линии реостат возбуждения и вал фотокамеры возвращаются в исходное положение, в измерительную катушку вставляется образец и вновь включается мотор. При изменении внешнего магнитного поля меняется восприимчивость образца, что и регистрируется на фотопленке. При достижении внешним магнитным полем определенной величины включается на очень короткое время подсвечивающая лампа, которая дает на фотопленке штрих, соответствующий данному значению поля. Величина поля контролируется амперметром, включенным в цепь намагничивающей катушки. Таким образом, снимается зависимость дифференциальной восприимчивости образца от внешнего магнитного поля при его плавном нарастании.

Наиболее крупные монокристаллические зерна в листе промышленной трансформаторной стали имеют линейные размеры в несколько сантиметров, и монокристаллические образцы, вырезанные из таких зерен, вполне понятно, ограничены в размерах. Измерительная и компенсирующая катушки ограничены в своих размерах размерами образца. Подмагничивающее поле нельзя неограниченно увеличивать, так как это приведет к искажению изучаемого явления. Поэтому сигнал, поступающий на вход усилителя от такого образца, крайне невелик и находится в пределах от 1 до 3 мкв. Отметим, что в опытах других исследователей [4, 5, 6] измерялись напряжения, измеряемые десятками милливольт.

Для уверенного измерения малых напряжений в нашей установке на выходе усилителя была включена управляемая схема (рис. 1). Применяемый усилитель при довольно большом коэффициенте усиления — $k = 10^6$ имел весьма значительные шумы — 0,8 в при закороченном входе. Управляемая схема на выходе усилителя резко понизила влияние шумов усилителя и позволила уверенно измерять напряжения порядка 10^{-6} в с точностью до $2,5 \cdot 10^{-8}$ в. Усилитель с таким выходом имеет отличную прямолинейную амплитудную характеристику, что очень

облегчает обработку результатов. Управляющее напряжение U_y подавалось от звукового генератора, питающего и подмагничивающий соленоид; U_x — измеряемое напряжение, подавалось с выхода усилителя; r_1 и r_2 — кристаллические германиевые диоды; r_0 — зеркальный гальванометр.

Соответствующие расчеты [4, 5] показывают, что в условиях, при которых проводились наши опыты, можно пренебречь влиянием как размагничивающего фактора образца, так и скин-эффектом.

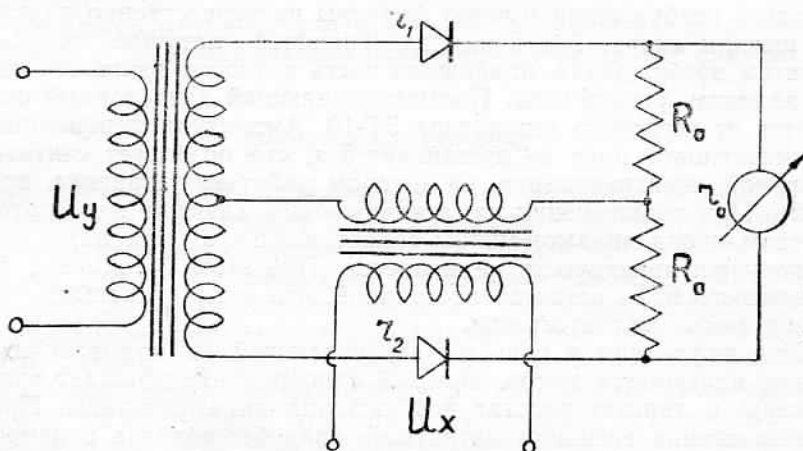


Рис. 1. Управляемая схема.

Вышеописанная установка позволяет производить измерение дифференциальной восприимчивости образцов в зависимости от внешнего магнитного поля методом автоматической фотозаписи. Закон приближения к насыщению был взят в виде

$$\frac{dI}{dH} = \chi = \frac{A}{H^2} + \frac{B}{H} + \chi_p. \quad (6)$$

Исследование проводилось в полях 900—1800 э при температуре 10°C. Звуковой генератор, питающий управляемую схему и подмагничивающий соленоид, работал на частоте 120 гц.

Результаты измерений

Направления [100] и [111]. Для направлений легкого — [100] и трудного — [111] намагничивания в полях выше 900 э действительно имеет место линейный ход χ в зависимости от $\frac{1}{H^2}$ (или соответственно I от $\frac{1}{H}$), что согласуется с наблюдениями Данана. Однако существенную часть общей восприимчивости при этом составляет восприимчивость парапроцесса (рис. 2).

Коэффициенты магнитной жесткости для направления легкого и трудного намагничивания различны:

$$a_{100} = 0,3, a_{111} = 0,7.$$

Закон приближения к насыщению для этих направлений может быть записан в виде

$$\chi = \frac{aI_s}{H^2} + \chi_p,$$

где χ_p —восприимчивость парапроцесса, равная по нашим измерениям $4,5 \cdot 10^{-4}$.

Направление $[110]$. В законе приближения к насыщению существенную роль для образца, вырезанного в направлении $[110]$, играют члены $\frac{B}{H^3}$ и χ_p . Для направления $[110]$ закон приближения к насыщению справедлив в виде

$$\chi = \frac{B}{H^3} + \chi_p \text{ или } I = I_s \left(1 - \frac{b}{H^2} \right) + \chi_p H.$$

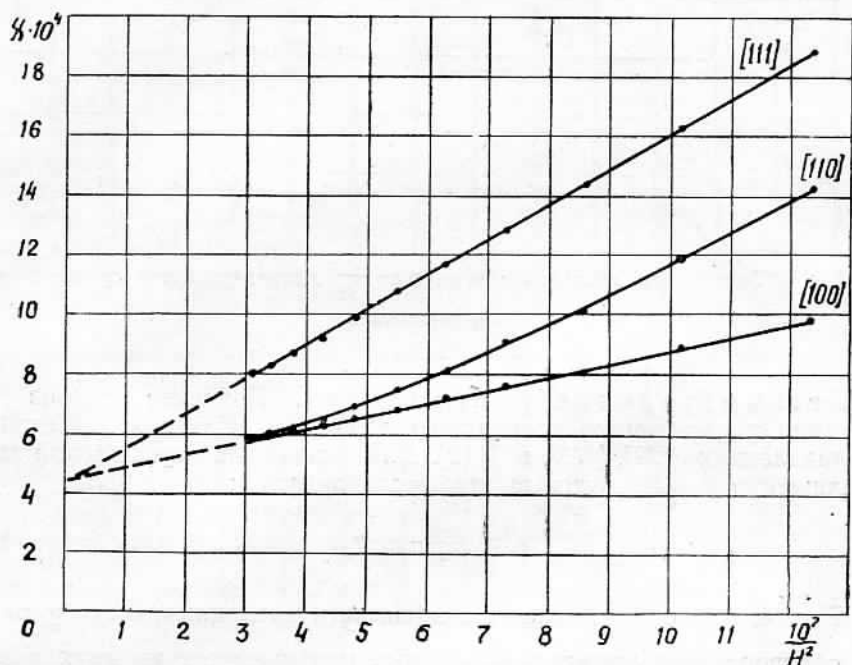


Рис. 2. Зависимость восприимчивости χ от $\frac{1}{H^2}$ для главных направлений.

Восприимчивость парапроцесса равна $4,5 \cdot 10^{-4}$. Закон проверялся для двух образцов, вырезанных из различных листов трансформаторной стали. Для обоих образцов получены одинаковые результаты.

Таким образом, за исключением восприимчивости парапроцесса для направления $[110]$ закон приближения к насыщению можно написать в виде

$$I = I_s \left(1 - p \frac{\kappa^2}{I_s^2 H^2} \right),$$

что подтверждается данными рис. 3. Однако вычисления коэффициента p по (2) дают значение $p=0$ для этого направления. Используя данные ряда авторов, можно положить для кремнистого железа с трехпроцентным содержанием кремния $I_s = 1650$. Приняв $I_s = 1650$ и закон приближения к насыщению в виде (1), нужно на основании наших опытов и вычислений положить $p=0,005$ для того, чтобы константа магнитной анизотропии получила разумное значение.

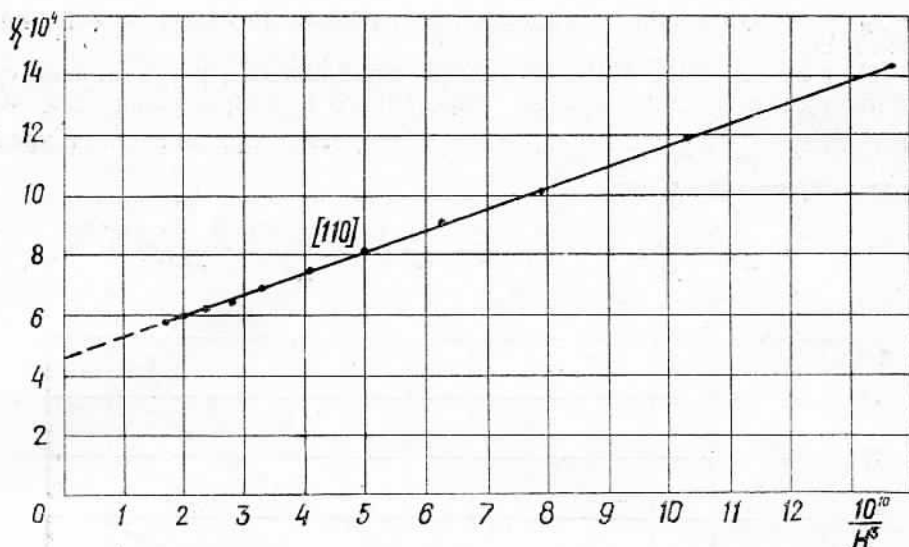


Рис. 3. Зависимость восприимчивости χ от $\frac{1}{H^2}$ для направления среднего намагничивания.

Несимметричные направления. Изучение закона приближения к насыщению проводилось также на образцах, вырезанных в направлениях [221], [443] и [112]. Для указанных направлений закон приближения к насыщению выражается формулой:

$$\chi = \frac{B}{H^3} + \chi_p.$$

Рис. 4, а и б показывают зависимость восприимчивости χ от $\frac{1}{H^3}$ для образцов, вырезанных в различных направлениях из двух различных монокристаллов. Из рисунков видно, что линейная зависимость наблюдается до полей в 1500 э. В более сильных полях линейный ход нарушается, что можно объяснить влиянием члена $\frac{A}{H^2}$, роль которого

в этих полях возрастает. Вычисление константы анизотропии по формуле (1) дает хорошее совпадение с опытом только для направления [443]. Если вычислять значение k по (1), где p вычисляется по формуле (2), то для направления [221] значение k получается в два раза меньше, а для направления [112] — в несколько раз меньше табличных данных.

Поликристаллический образец. Из листа трансформаторной стали с тем же содержанием кремния (3,3%) был вырезан поликристаллический образец, кристаллиты которого имели диаметр от 0,1 до 0,3 мм и были хорошо видны невооруженным глазом. Образец имел те же размеры, что и монокристаллические образцы. Условия проведения эксперимента для монокристаллических образцов и данного поликристаллического были также одинаковы.

Опыт показал, что восприимчивость поликристаллического образца (рис. 5) примерно вдвое больше восприимчивости любого из исследованных нами монокристаллических образцов при тех же самых значениях внешнего магнитного поля.

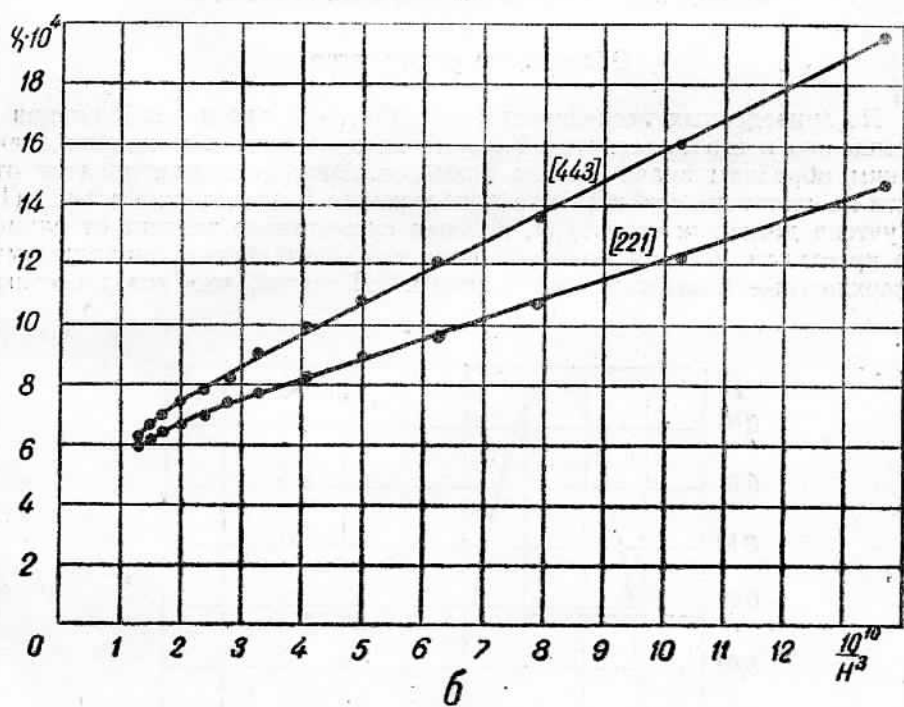
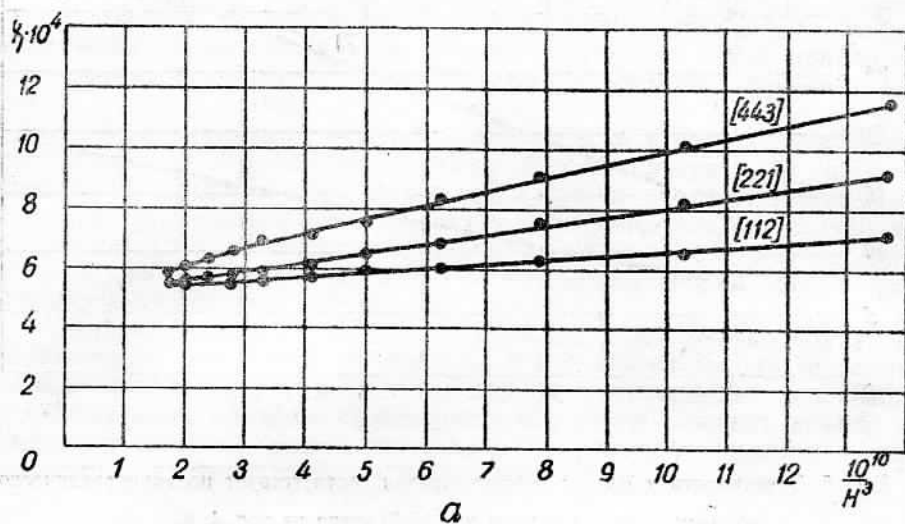


Рис. 4. Зависимость χ от $\frac{1}{H^3}$ для направлений [443], [221] и [112].

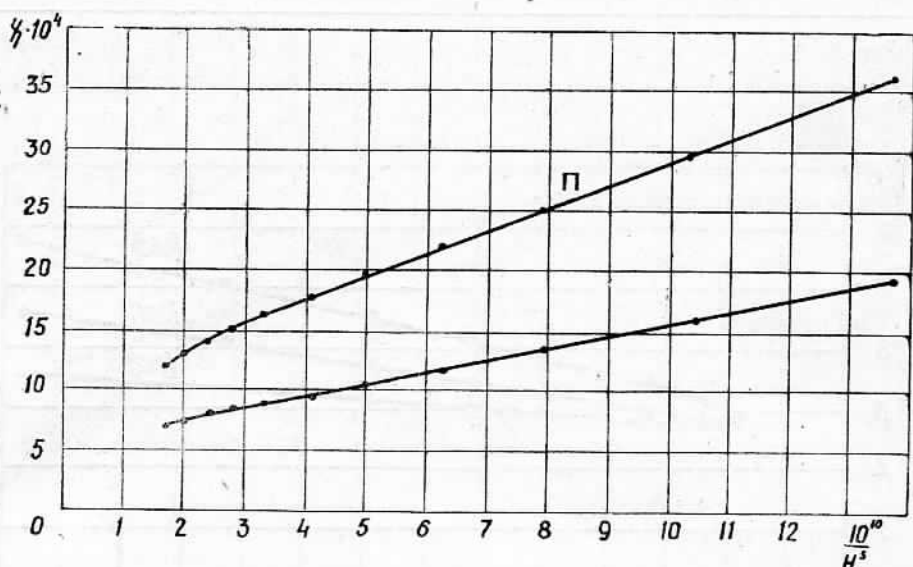


Рис. 5. Зависимость χ от $\frac{1}{H^3}$. Верхняя кривая соответствует поликристаллическому образцу. Нижняя кривая для [443] взята из рис. 4, б.

Обсуждение результатов

Из приведенных исследований вытекает, что закон приближения к насыщению в его классической форме не применим к монокристаллическим образцам значительных размеров. Это, очевидно, следует отнести за счет того, что в законе приближения к насыщению в виде (1) не учтена доменная структура, которая существенно зависит от размеров кристалла. Весьма большую роль при этом играют, по-видимому, поверхностные и замыкающие домены. Известно, что поверхностные

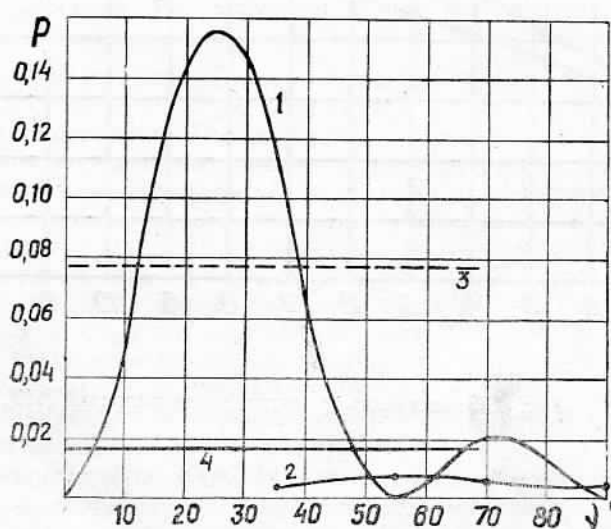


Рис. 6. Зависимость коэффициента ρ от угла γ' .

домены весьма устойчивы и при намагничивании ферромагнитного кристалла сохраняются еще на значительном интервале полей после исчезновения основных доменов.

С уменьшением размеров кристалла роль поверхностных и замыкающих доменов уменьшается, а в малых кристаллитах они отсутствуют вовсе. Следовательно, на мелких кристаллах закон приближения к насыщению должен осуществляться с большей степенью точности.

На рис. 6. приведены графики, выражающие зависимость коэффициента p от угла ν' между тетрагональной осью кристалла и направлением поля. Кривая 1 относится к значениям p , соответствующим соотношению (2). Кривая 2 соответствует экспериментальным значениям p , полученным на монокристалле. Пунктирная прямая 3 соответствует теоретическим значениям, согласно классической теории закона приближения к насыщению для поликристалла.

Очевидно, значение p для поликристалла с достаточно крупными кристаллитами при любой их текстуре будет лежать между значениями p для монокристалла и классическими его значениями для поликристаллического образца. Подтверждением этому служит прямая 4, являющаяся опытной прямой значения p для образца с крупными кристаллитами, линейные размеры которых 0,1—0,3 мм.

ЛИТЕРАТУРА

1. N. S. Akulov. Z. Phys., 69, 822, 1931.
2. Н. Дапан, С. г. Acad. sci., 242, № 6, 748, 1956.
3. Н. Дапан, С. г. Acad. sci., 238, № 12, 1304, 1954.
4. Н. С. Акулов и К. М. Большова. Вестник МГУ, № 9, 79, 1950.
5. Л. Пал. Вестник МГУ, 49, 1955.
6. Л. В. Киренский и Г. М. Родичев. Изв. вузов МВО СССР. Физика, № 5, 27, 1958.

Институт физики СО АН СССР
г. Красноярск