

УДК 669.1'4 : 538.221

**ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ И ПЕРЕСТРОЙКИ
ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ В ПЛАСТИНАХ МАГНЕТОПЛОМБИТА**

*Л. С. Палатник, Л. И. Лукашенко, Л. З. Лубяный,
В. И. Лукашенко, Ю. А. Мамалуй*

Изучены закономерности формирования и перестройки доменной структуры монокристаллических пластин магнетопломбита во внешних магнитных полях. Нормаль к пластине составляла угол $\sim 50^\circ$ с осью легкого намагничивания. Сделано сопоставление полученных данных с опубликованными ранее результатами по доменной структуре наклонно осажденных пленок пермаллоя с перпендикулярной анизотропией.

В работе [1] описаны результаты исследования доменной структуры (ДС), образующейся в процессе перемагничивания наклонно осажденных пленок пермаллоя. Благодаря особым условиям конденсации в них создавалась одноосная анизотропия, которая обусловлена столбчатой формой кристаллитов и большой концентрацией пор, располагающихся по границам кристаллитов. Ось легкого намагничивания (о.л.н.) составляла угол $\sim 50^\circ$ с нормалью к слою. Обнаружено большое разнообразие форм доменов в зависимости от величины и ориентации внешнего магнитного поля: кинжаловидные домены, наклоненные цилиндрические домены (НЦД), расположенные беспорядочно или выстроенные в цепочки, полосовая доменная структура и др. Для понимания природы наблюдавшихся явлений необходимо выяснить, какие из описанных в [1] закономерностей формирования и перестройки ДС являются общими для поликристаллических слоев с наведенной анизотропией и одноосных монокристаллов и каково влияние субструктуры конденсированных пленок. Под субструктурой здесь подразумевается совокупность дефектов кристаллической решетки (дислокации, избыточные вакансии и примеси, дисперсность блоков, углы разворота между блоками, микронапряжения, дефекты упаковки и т. п.).

В литературе имеются сведения о влиянии внешнего поля на ДС пластин одноосных материалов, вырезанных перпендикулярно или под малыми углами к о.л.н. [2, 3]. Данные о процессах формирования и перестройки ДС в слоях, о.л.н. которых составляет значительный угол с нормалью к пластине, в литературе отсутствуют. В связи с этим, в настоящей работе исследована ДС одноосных монокристаллических пластин с о.л.н., наклоненной под углом $\sim 50^\circ$ к слою.

Указанный вопрос представляет и самостоятельный интерес для физики магнитных явлений, поскольку выбранная ориентация кристалла является промежуточной между двумя предельными ориентациями (параллельной и перпендикулярной о.л.н.), описанными в литературе. Кроме того, монокристаллы с о.л.н., отклоненной на значительный угол от нормали к слою, обладают рядом особенностей, благодаря которым они могут успешно использоваться в технике магнитной записи информации [4]. Таким образом, изучение ДС таких кристаллов представляет практический интерес.

В настоящей работе исследовали монокристаллы магнетопломбита $\text{PbFe}_{12}\text{O}_{19}$ (константа кристаллографической анизотропии $K_1 = 2,2 \cdot 10^6 \text{ эрг/см}^3$, намагниченность насыщения $I_s = 320 \text{ гс}$). Толщина слоев составляла 50 мкм. Образцы изготавливали сле-

дующим образом. Пластины толщиной 500 мкм вырезали алмазным диском с внутренней режущей кромкой. Путем последующей шлифовки и полировки алмазными порошками толщину слоев доводили до 50 мкм. На последнем этапе применяли химико-механическую обработку поверхности. ДС изучалась порошковым методом. Магнитную суспензию изготавливали по рецепту Эльмора [5] с некоторыми изменениями: в качестве исходного материала вместо FeCl_3 использовали раствор $\text{Fe}(\text{OH})_3$, подвергнутый диализу, что позволило увеличить чувствительность суспензии к полям рассеяния.

Для исследования ДС применяли следующую экспериментальную методику. Образец, который представлял собой диск диаметром ~ 3 мм, располагался между полюсами электромагнита ФЛ-1. Ширина зазора составляла 12 мм. Держатель образца можно было перемещать по вертикали, а также вращать и смещать в двух взаимно перпендикулярных направлениях в горизонтальной плоскости. Поскольку о.л.н. составляла $\sim 50^\circ$ с нормалью к пластине, при повороте образца на угол α в пределах от 0 до 90° угол между полем H и о.л.н. изменялся от ~ 40 до 90° . Начало отсчета ($\alpha=0$) соответствовало проекции о.л.н. на плоскость слоя. Порошковые фигуры наблюдались при помощи оптического микроскопа, все детали которого были изготовлены из немагнитных материалов. Кристаллографическая ориентация образца устанавливалась рентгеновским методом.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1—6 приведены результаты исследования порошковых фигур на поверхности монокристаллических пластин магнетоплюмбита.

1. На рис. 1а показана картина порошковых осадков в поле H_0 , близком к полю зародышеобразования, после насыщения пластины в направлении $\alpha=0$. Видно, что перемагничивание начинается путем роста кинжаловидных доменов, как это имело место в случае наклонно осажденных пленок пермаллоя [1], или, например, монокристаллических пластин кобальта с о.л.н., составляющей небольшой угол с плоскостью пластины [6]. При дальнейшем уменьшении поля число доменов растет (рис. 1б), и в состоянии остаточной намагниченности в кристаллах магнетоплюмбита, как и в пленках, наблюдается полосовая ДС (рис. 1в). В отрицательных полях полосовая ДС переходит в структуру кинжаловидных (рис. 1г) и затем наклоненных цилиндрических доменов — НЦД (рис. 1д).

Заметим, что несимметричное размытие осадка суспензии, создающее впечатление утолщения кинжаловидного домена с одной стороны (см. рис. 1), объясняется взаимодействием частиц суспензии с внешним магнитным полем.

В работе [6] рассмотрена схема образования и роста зародыша перемагничивания в направлении $\alpha=0$ для пластин, о.л.н. которых не лежит в плоскости слоя. Приведенная в [6] схема вполне приложима к изученным нами объектам, хотя о.л.н. и составляет значительный угол ($\sim 40^\circ$) с плоскостью слоя.

2. При $\alpha=25^\circ$ механизм перестройки ДС тот же, что и при $\alpha=0$ (рис. 2а), однако число зародышей перемагничивания больше, чем при $\alpha=0$, и это приводит к менее регулярной ДС в состоянии остаточной намагниченности (рис. 2б). Аналогичный эффект наблюдается на пленках пермаллоя [1].

3. В области $\alpha=50-60^\circ$, как и в случае пленок, видна тенденция к образованию зародышей в виде цепочек, выстроенных вдоль направления $\alpha=0$ (рис. 3а). В пленках пермаллоя этот эффект выражен ярче (рис. 1в работы [1]).

Можно предположить, что короткие домены на рис. 3а являются результатом распада кинжаловидных доменов, параллельных о.л.н. При уменьшении поля ниже H_0 растут кинжаловидные домены, ориентированные вдоль направления $\alpha=0$. Однако вследствие одновременного действия внешнего магнитного поля, кристаллографической анизотропии и размагничивающего влияния поверхности пластины, границы кин-

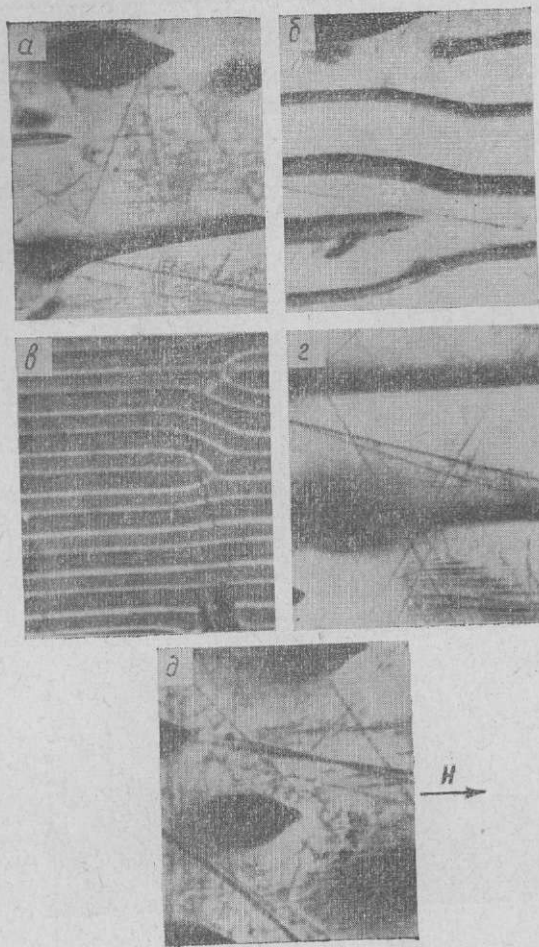


Рис. 1. Порошковые фигуры, наблюдаемые при переманчивании пластины в направлении $\alpha=0$; $H=2,1$ (а), 1,8 (б), 0 (в), $-2,3$ (г), $-2,4$ кэ (д); $\times 610$.

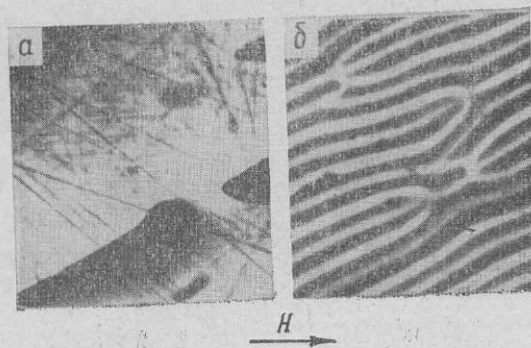


Рис. 2. Порошковые фигуры, наблюдаемые при переманчивании пластины в направлении $\alpha=25^\circ$; $\times 610$:
а — $H=2,3$ кэ; б — $H=0$.

жаловидных доменов оказываются заряженными (рис. 3д). Уменьшение энергии стенки достигается путем разбиения кинжаловидного домена на отдельные фрагменты. По-видимому, распад кинжаловидного домена происходит на начальном этапе его роста и магнитной суспензией не обнаруживается.

Заметим, что образование цепочек доменов наблюдается при больших α , когда энергия поля $\sim I_s H_0$ сравнима с энергией анизотропии. Как следует из рис. 7, в области $\alpha = 50-60^\circ$ поле зародышеобразования

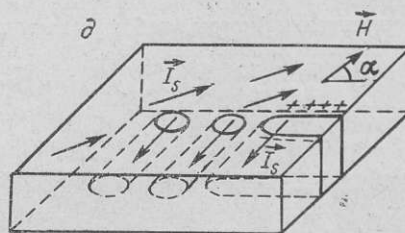
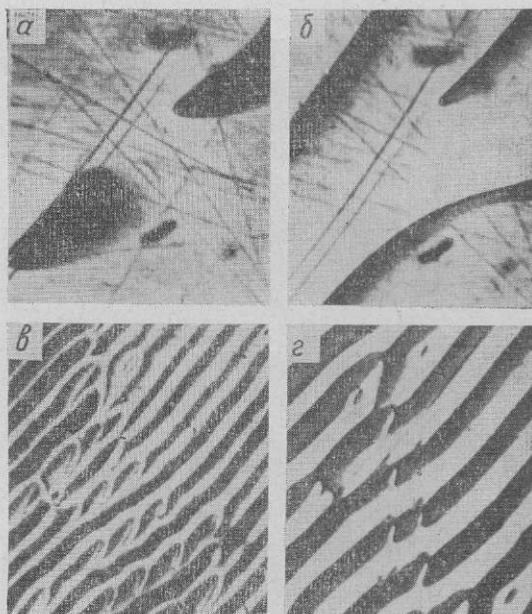


Рис. 3. Порошковые фигуры, наблюдаемые при переманчивании пластины в направлении $\alpha = 50^\circ$; $H = 3,8$ (а), $3,5$ (б), 0 (в), $-1,5$ кэ (г); д — схема образования цепочек НЦД; $\times 610$.

$H_0 = 4-5$ кэ, то есть $I_s H_0 \sim E_a \sim 10^6$ эрг/см³. Поэтому в момент образования ДС намагниченность I_s в матрице может составлять небольшой угол с H , как это показано на рис. 3д.

Дальнейшая перестройка ДС показана на рис. 3б—г. Как видно, домены, образующие цепочку, не сливаются между собой, а прорастают параллельно о.л.н. В отрицательном поле перестройка ДС происходит путем смещения стенок.

4. В области $\alpha = 70-75^\circ$ возникающие при $H < H_0$ домены переманчивания располагаются беспорядочно (рис. 4а). По-видимому, в этом

случае зародыши образуются независимо друг от друга, а не являются результатом разбиения кинжаловидного домена на части. От зародышей, как и в случае $\alpha = 50-60^\circ$, прорастают кинжаловидные домены. Из рис. 4в следует, что там, где они не параллельны о.л.н., происходит разбиение на отдельные фрагменты А, представляющие собой НЦД.

Наряду с НЦД, на рис. 4в видны небольшие фигуры В овальной формы, вытянутые вдоль о.л.н. Они, очевидно, представляют собой поверх-

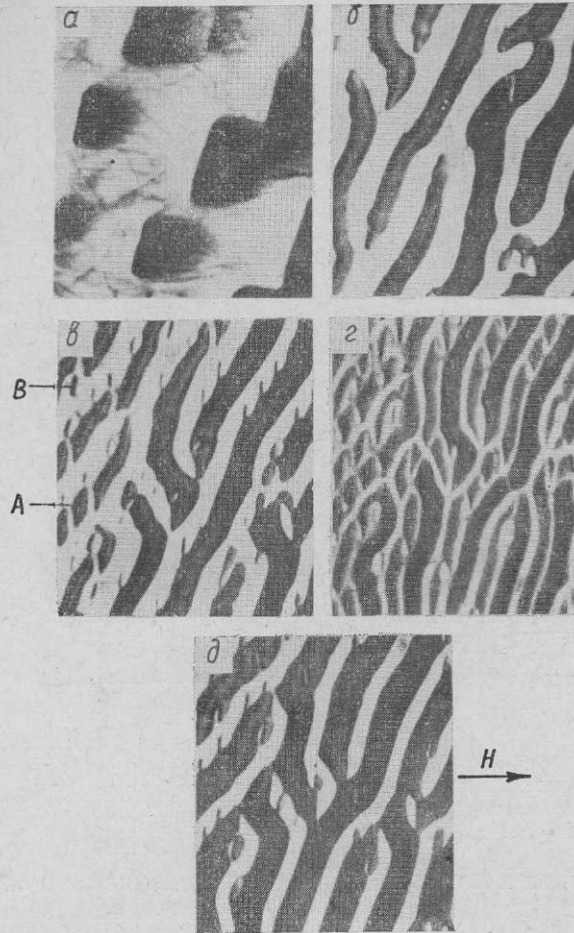


Рис. 4. Порошковые фигуры, наблюдаемые при перемагничивании пластины в направлении $\alpha = 75^\circ$; $H = 8$ (а), 6,4 (б), 1,8 (в), 0 (г) и $-2,7$ кэ (д); $\times 610$.

ностные замыкающие домены. В остаточном состоянии структура весьма нерегулярна (рис. 4г) и оказывается полосовой лишь на отдельных участках пленки. Этот результат согласуется с описанным в [1], хотя механизмы перестройки ДС несколько отличаются. Следует заметить, что пластины магнетоплюмбита имели сравнительно большую толщину, что обусловило образование поверхностных замыкающих областей. Тем не менее, прослеживаются общие закономерности в формировании ДС и характере остаточных структур для магнетоплюмбита и пленок: зарождение ДС путем образования беспорядочно расположенных НЦД; рост

кинжаловидных доменов при уменьшении поля; наличие нерегулярной ДС со значительным количеством НЦД в состоянии остаточной намагниченности. В отрицательном поле в пластинах магнетоплюмбита, как и в пленках, наблюдается смещение границ и переход к насыщению через структуру НЦД.

5. При $\alpha \gtrsim 85^\circ$ наблюдается резкое увеличение числа зародышей перемагничивания (рис. 5а). По мере уменьшения поля (рис. 5б—в) зародыши не сливаются в полосы, а превращаются в соты, несколько вытянутые в направлении $\alpha=0$. Последнее обусловлено наклоном о.л.н. от

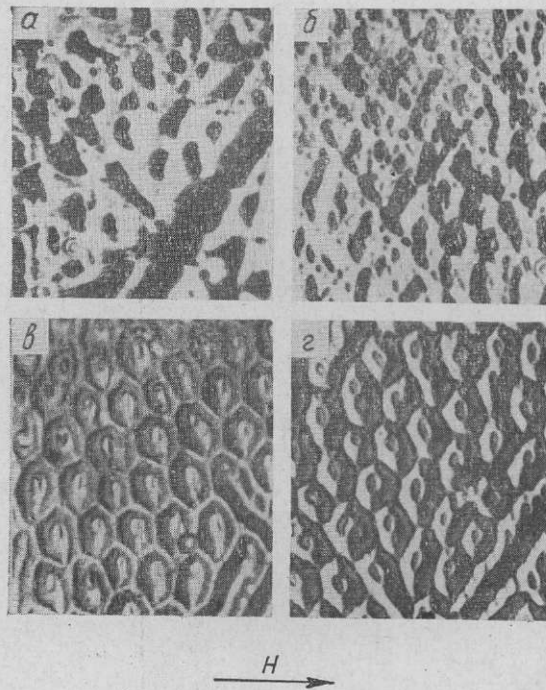


Рис. 5. Порошковые фигуры, наблюдаемые при перемагничивании пластины в направлении $\alpha=87^\circ$; $H=12,7$ (а), $9,1$ (б), 0 (в), $-12,7$ кэ (г); $\times 610$.

носителю нормали к пленке. ДС почти не изменяется в отрицательном поле (рис. 5г). В поле, близком к $-H'_s$ (поле исчезновения ДС), соты частично сливаются в полосы, параллельные $\alpha=0$. Описанные закономерности качественно совпадают с наблюдавшимися на пленках [1].

Образование структуры плотно упакованных НЦД (напоминающей сотовую) в пленках пермаллоя было объяснено нами увеличением числа зародышей с ростом α и магнитостатическим взаимодействием между ними. Эти рассуждения остаются в силе и в случае пластин магнетоплюмбита. Действительно, как следует из рис. 1—5, в области $\alpha \gtrsim 85^\circ$ резко возрастает число зародышей перемагничивания. Это объясняется уменьшением энергетического барьера, создаваемого анизотропией, при приближении к оси трудного намагничивания (о.т.н.) [7]. Об уменьшении энергии зародышеобразования свидетельствует рост положительного поля H_0 в области больших α (рис. 7).

По-видимому, выигрыш граничной энергии, реализующийся при слиянии зародышей перемагничивания, оказывается недостаточным, чтобы

В некотором интервале углов α вблизи о.т.н. реализуется сотовая ДС, как это имеет место в пластинах магнетоплюмбита (и других магнетиков), поверхность которых перпендикулярна о.л.н. [2]. Отсюда можно заключить, что вблизи направления трудного намагничивания в изученных образцах в механизме перемагничивания существенную роль играет вертикальная составляющая намагниченности, способствующая появлению НЦД.

Представляет также интерес сопоставить наши экспериментальные данные о ДС с расчетом [8]. Согласно [8], критическое поле, ниже которого существует ДС, возрастает тем быстрее, чем больше угол между полем и плоскостью доменной стенки. Этот результат хорошо согласуется с полученными нами зависимостями H_0 и H'_s от α (рис. 7). Кроме того, из сравнения рис. 1 и 4 следует, что по мере приближения H к

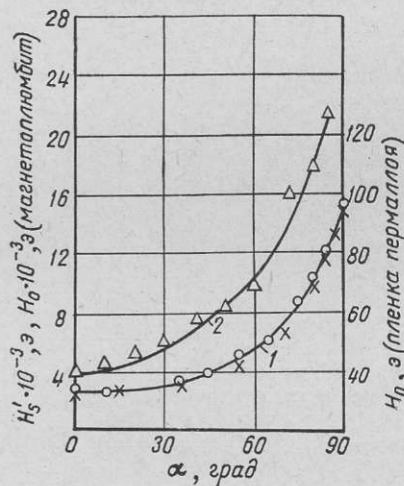


Рис. 7. Зависимость поля H_0 — зародышеобразования и H'_s — исчезновения доменной структуры от угла α ориентации внешнего поля для пластины магнетоплюмбита (1) и пленки пермаллоя (2):

○ — H'_s ; △, × — H_0 .

о.т.н. увеличивается интервал полей, в пределах которого мало изменяются относительные объемы (n_1 и n_2) двух магнитных фаз (матрицы и доменов перемагничивания); при $H \ll H_0$ скорость изменения dn_1/dH тем больше, чем меньше угол между H и о.л.н. Эти результаты также согласуются с расчетами [8].

Роль субструктуры и магнитных констант материала для перестройки ДС может быть выяснена из сравнения данных по ДС монокристаллических пластин магнетоплюмбита и поликристаллических пленок пермаллоя. Результаты исследования перестройки ДС в пластинах магнетоплюмбита сведены в таблицу. Сравнивая эти данные с таблицей из работы [1], можно отметить следующие общие черты в перестройке ДС. 1. Форма доменов в момент зародышеобразования существенно зависит от α , но оказывается одинаковой для пленок пермаллоя и пластин магнетоплюмбита. При $\alpha=0$ перемагничивание начинается путем роста кинжаловидных доменов. С увеличением α образуются ряды НЦД, затем система отдельно расположенных НЦД и полосовая ДС. 2. В обоих случаях поле зародышеобразования H_0 монотонно растет при увеличении α . 3. В состоянии остаточной намагниченности при $\alpha=0$ наблюдается полосовая ДС. Вблизи о.т.н. имеет место структура плотно упакованных НЦД (для пленок) или сотовая (для магнетоплюмбита). При $\alpha=90^\circ$ имеется тенденция к образованию нерегулярной полосовой ДС. 4. В малых отрицательных полях при $\alpha < 70^\circ$ наблюдается образование кинжаловидных доменов, которые вблизи насыщения переходят в систему

НЦД. 5. В области $\alpha \sim 85^\circ$ характер перестройки ДС также одинаков, хотя ДС магнетоплюмбита сохраняется в большем интервале полей, чем в случае пленок, и претерпевает изменения (соты сливаются в полосы) лишь вблизи $-H'_s$.

Пленки пермаллоя и пластины магнетоплюмбита обладают существенно различающимися характеристиками структуры и субструктуры. Согласно данным рентгеноструктурного анализа, пластины магнетоплюмбита являются монокристаллами, углы разориентации блоков

α , град	Момент зарождения		Остаточное состояние	Малые отрицательные поля	Отрицательные поля, близкие к насыщению
	ДС	H_0 , кэ			
0	Кинжаловидные домены	2,2	Полосовые домены	Полосовые и затем кинжаловидные домены	Наклоненные цилиндрические домены
20—25	Кинжаловидные домены, на отдельных участках НЦД	2,4	Полосовые домены, на отдельных участках нарушение регулярности структуры	То же	То же
50—60	Ряды НЦД, удлиненных в направлении $\alpha=0$	4,0	Полосовые домены, на отдельных участках замыкающие поверхностные домены	» »	» »
75	Отдельно расположенные НЦД	6,4	Короткие полосовые, НЦД и замыкающие поверхностные домены	» »	» »
85	Отдельно расположенные НЦД	11	Сотовая ДС	Сотовая ДС	Соты и полосы в направлении $\alpha=0$
90	Нерегулярная полосовая ДС, на отдельных участках НЦД	15	Полосы, вытянутые в направлении $\alpha=0$, и соты неправильной формы	Полосы, вытянутые в направлении $\alpha=0$, и соты неправильной формы	Полосы, вытянутые в направлении $\alpha=0$

(размером ~ 100 мкм) не превосходят нескольких минут. Пленки пермаллоя представляют собой субдисперсный поликристаллический материал с размером блоков $\sim 0,1$ мкм. Текстура в пленках не обнаружена, то есть разориентация указанных блоков достигает 90° . Кроме того, пленки обладали большой концентрацией макро- и микродефектов, в частности, концентрация пор в них составляла до $\sim 10\%$.

Природа магнитной анизотропии в двух сравниваемых материалах различна. В кристаллах магнетоплюмбита анизотропия является природной — она связана со строением кристаллической решетки и тем больше, чем совершеннее кристалл. В пленках пермаллоя одноосная магнитная анизотропия создается искусственно. Константа естественной кристаллографической анизотропии близка к нулю. Одноосная анизотропия обусловлена столбчатой формой кристаллитов и большой концентрацией пор, располагающихся по границам кристаллитов. Можно считать, что пленка представляет собой гетерогенную систему, состоящую из Fe—Ni-сплава и из пор, то есть из «газообразной» примесной

фазы. Пустоты в порах могут быть заполнены остаточными газами или конденсированными фазами — продуктами распада масел и т. п. Константа одноосной анизотропии в пленках определяется концентрацией и распределением указанной примесной фазы и может регулироваться условиями конденсации в широких пределах.

Пластины магнетоплюмбита и пленки отличаются не только структурой, субструктурой и причинами анизотропии, но и магнитными константами. Так поле анизотропии составляло $\sim 14\,000$ э для магнетоплюмбита и ~ 300 э для пленок. Константа магнитострикции магнетоплюмбита $\sim 10^{-5}$, состав же пермаллоя соответствовал $\lambda < 10^{-6}$.

Таким образом, перечисленные общие закономерности формирования и перестройки ДС при перемагничивании магнетика практически не связаны со структурой и субструктурой кристалла. Они свойственны не только совершенным монокристаллам, но и сильно дефектным поликристаллическим материалам. Описанные особенности ДС не зависят от природы магнитной анизотропии и магнитных констант, изменяющихся в указанных пределах. Основной причиной описанных в настоящей работе закономерностей формирования и перестройки ДС является магнитная одноосность образца и значительное отклонение о.л.н. от нормали к слою. Структура и субструктура оказывают второстепенное влияние.

Авторы выражают благодарность И. Ф. Михайлову за рентгенографические измерения.

Харьковский политехнический институт
им. В. И. Ленина

Поступила в редакцию
15 января 1975 г.

ЛИТЕРАТУРА

1. Палатник Л. С., Лукашенко Л. И., Лубяный Л. З. ФММ, 1974, 38, 323.
2. Кандаурова Г. С., Мочалова Г. Л. Изв. вузов, Физика, 1965, № 5, 111.
3. Hubert A. Phys. stat. sol., 1967, 22, 709.
4. Четкин М. В., Шалыгин А. Н., Драчев В. А. Микроэлектроника, 1974, 3, 71.
5. Eitner W. C. Phys. Rev., 1938, 54, 309.
6. Шур Я. С., Драгошанский Ю. Н. ФММ, 1965, 19, 536.
7. Кандаурова Г. С. Автореф. докт. дисс., Свердловск, ИФМ УНЦ АН СССР, 1973.
8. Онопрненко Л. Г. ФММ, 1962, 13, 149.