

©1994

**ОРИЕНТАЦИЯ ДОМЕННЫХ ГРАНИЦ  
В МОНОКРИСТАЛЬНОЙ ПЛАСТИНЕ (110)  
КРЕМНИСТОГО ЖЕЛЕЗА**

*P.P. Чистяков, К.М. Подурец, С.Ш. Шильштейн*

С помощью нейтрон-рефракционных методов исследования ориентация доменных границ в монокристальной пластине кремнистого железа толщиной 1 мм с ориентацией (110). Показано, что  $180^\circ$  границы имеют среднюю ориентацию вдоль плоскостей (110) и зигзагообразное строение, причем плоские участки границ ориентированы по плоскостям {100} и составляют угол  $45^\circ$  со средней ориентацией границ.

Магнитные свойства ферромагнетика определяются видом и изменением доменной структуры, которые зависят от его формы и размеров, особенно для многоосных кристаллов [1]. Поэтому доменная структура интенсивно исследуется. В частности, много работ посвящено изучению доменной структуры монокристаллов кремнистого железа, которое широко используется в технике и является модельным объектом. Общий характер и типы доменной структуры в кремнистом железе описаны довольно подробно, однако по вопросу об ориентации доменных границ (ДГ) в объеме кристаллов существуют противоречия. Так, для пластин с ориентацией (110), типичной для зерен трансформаторной стали, согласно расчетам [2],  $180^\circ$ -ДГ должны образовывать угол около  $60^\circ$  с плоскостью пластины. В то же время «равновесные» ориентации ДГ в железе, характеризующиеся минимальной удельной поверхностной энергией, соответствуют плоскостям (100) для  $180^\circ$ -ДГ и (110) для  $90^\circ$ -ДГ [3,4]. Это означает, что  $180^\circ$ -ДГ в объеме пластины (110) должны быть ориентированы под углом  $45^\circ$  к ее внешним граням. По данным [5], при разных размерах и различном уровне внутренних напряжений в пластинах (110) реализуется ориентация ДГ под углом к пластине как в  $60$ , так и  $90^\circ$ , т.е. по плоскости (110). В [6] показано, что разные типы ДГ в железе, особенно  $90^\circ$ -ДГ с ориентацией (110), неустойчивы по отношению к зигзагообразному искривлению. Оно действительно было обнаружено экспериментально в монокристальных цилиндрах кремнистого железа с осью [001] и [110] [7,8].

Для уменьшения влияния внутренних напряжений на ориентацию ДГ в объеме кристалла желательно изучить кристалл максимального совершенства с простой доменной структурой. В [9] изучалось преломление нейтронов на ДГ в объеме пластины (110) с одной системой про-

дольных  $180^\circ$ -ДГ, ориентированных вдоль ребра [001]. Эксперимент был поставлен таким образом, что ориентация ДГ по отношению к плоскости пластины не могла быть определена. В данной работе этот же кристалл исследовался с помощью методов, основанных на преломлении нейтронов, с целью локализации и определения ориентации ДГ в объеме кристалла.

## 1. Методика эксперимента

Исследования проводились на монокристальной пластине кремнистого железа, вырезанной из массивного кристалла, выращенного методом бестигельной зонной плавки [10] и имеющего мозаичность около  $1'$ . Размеры кристалла составляли  $14 \times 10 \times 1$  mm, плоскость пластины параллельна плоскости (110), длинное ребро параллельно [001].

В результате преломления на ДГ нейтроны отклоняются на углы порядка угловых секунд, поэтому для разделения преломленных и непреломленных пучков используется обладающая достаточным угловым разрешением схема двухкристального спектрометра: образец помещался между двумя совершенными кристаллами, находящимися в положении брэгговского отражения. Нейтроны, которые после преломления отклонялись от первоначального направления, не отражаются кристаллом-анализатором, поэтому в непреломленном пучке получаются «теневые» изображения ДГ [11,12]. С помощью метода нейтронной радиографии с рефракционным контрастом (рис. 1, а) получается визуальная картина расположения ДГ в объеме кристалла, а при сканировании узким пучком нейтронов (рис. 1, б) — количественная информация о доле нейтронов, испытавших преломление на данной ДГ. Зависимость пропускания нейтронов от поворота кристалла относительно пучка выявляет ориентацию ДГ в кристалле по максимумам

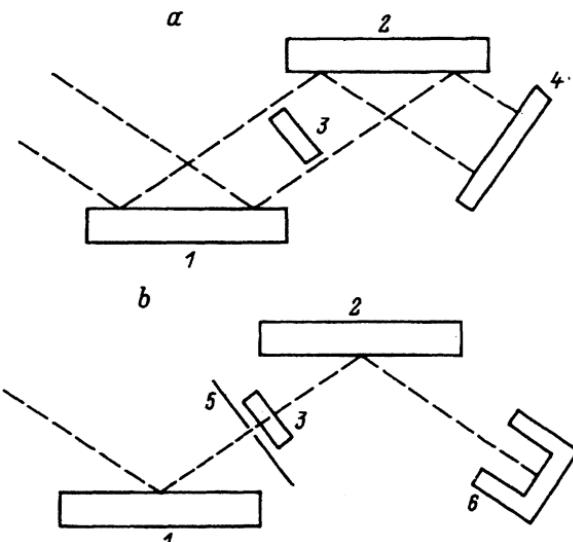


Рис. 1. Схема эксперимента по исследованию расположения ДГ в кристалле.

а — нейтронная радиография с рефракционным контрастом, б — сканирование узким пучком. 1, 2 — кристаллы монокроматор и анализатор; 3 — образец; 4 — пленка с конвертором; 5 — щель; 6 — детектор.

пропускания, которым соответствует прохождение пучка параллельно ДГ [13].

Эксперименты проводили на спектрометре «СТОИК» [14] в РНЦ КИ при длине волны  $\lambda = 2.26 \text{ \AA}$ . В качестве монохроматора и анализатора использовали кристаллы Ge(111), при этом угловое разрешение составляло около  $1''$ . Размер пучка превышал размер образца. Пространственное разрешение на радиограмме 0.3 mm, ширина щели при сканировании 0.5 mm, шаг сканирования 0.2 mm. Радиограммы регистрировались с помощью конвертора из металлического гадолиния и рентгеновской пленки РТ-5.

## 2. Результаты и их обсуждение

На радиограмме (рис. 2) видны изображения шести ДГ, которые проходят непрерывно вдоль всей длины пластины. Среднее расстояние между ДГ составляет 1.4 mm, что согласуется с результатами эксперимента по ориентационной зависимости пропускания для пучка, проходящего в плоскости пластины [9]. Ширина изображений ДГ близка к геометрическому разрешению, что свидетельствует о том, что ориентация ДГ в объеме пластины близка к нормальной по отношению к ее плоскости, т.е. к плоскости (110). Изображения ДГ, наклоненных к поверхности под углом в  $60^\circ$  либо  $45^\circ$ , имели бы с учетом разрешения ширину 0.8 либо 1.3 mm.

На картине сканирования (рис. 3) наблюдаются минимумы пропускания в тех местах, где пучок нейtronов проходит через ДГ. Положения минимумов соответствуют положениям изображений ДГ на радиограмме. Глубина минимумов определяется долей нейtronов, проходящих через ДГ. Для нормальных ДГ эта доля определяется протяженностью ДГ и расходностью пучка и не должна превышать 5%. Таким образом, наблюдаемая глубина минимумов (около 50% для сильнейших и около 15% для остальных) не может быть объяснена в предположении о плоских границах, нормальных к поверхности пластины. Из соотношения глубины минимумов и ширины щели можно определить ширину пучка, перекрываемого данной ДГ; она составляет 0.25 mm для сильнейших минимумов и около 0.1 mm для остальных. Из этого следует, что ДГ, будучи в среднем ориентированы нормально к поверхности пластины, не являются плоскими, а искажены так, что их проекция на плоскость (110) имеет указанную ширину.

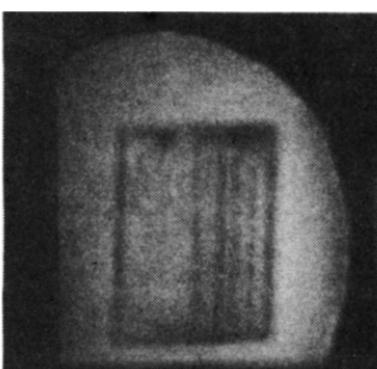


Рис. 2. Радиограмма пластины кремнистого железа.

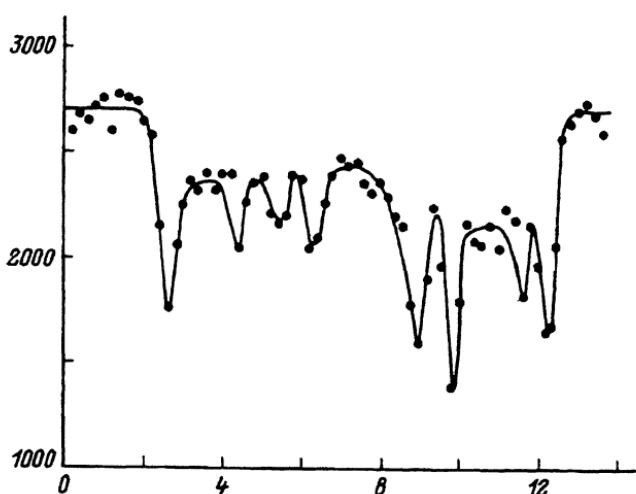


Рис. 3. Картина сканирования образца щелью шириной 0.5 мм.  
По оси абсцисс — положение щели (мм), по оси ординат — счет за 60 с.

На ориентационной зависимости пропускания нейтронов, снятой при повороте образца вокруг оси [001] (рис. 4), наблюдаются широкий максимум при нормальном прохождении пучка через пластину и два максимума, расположенные под углом  $45^\circ$  справа и слева от него. Наличие широкого максимума не может быть связано с изменением ослабления пучка из-за изменения эффективной толщины образца в результате наклона, и поэтому он имеет рефракционный характер и подтверждает вывод о том, что ДГ имеют среднюю ориентацию, близкую к (110). Однако наличие других, более острых максимумов говорит о преимущественной ориентации ДГ по плоскостям (100) и (010). Сопоставление этого результата с выводом об искривлении ДГ, полученным из картины сканирования, позволяет сделать вывод о том, что

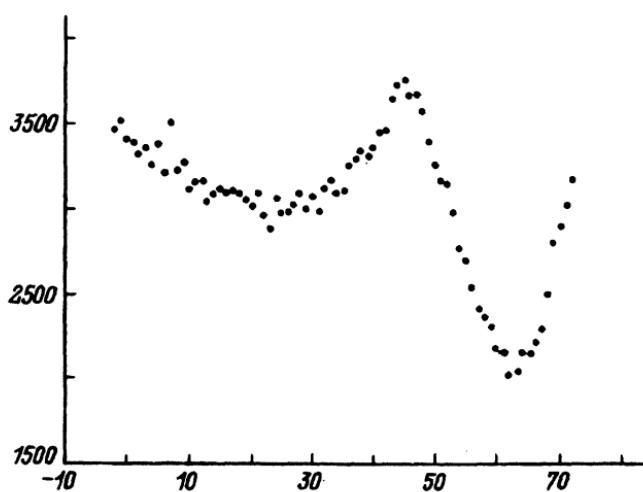


Рис. 4. Ориентационная зависимость пропускания нейтронов в условиях высокого углового разрешения, снятая при повороте образца вокруг оси [001].  
По оси абсцисс — угол поворота образца (град), по оси ординат — счет за 10 с.

ДГ в исследованном образце имеют зигзагообразное искажение: будучи в среднем параллельны плоскости (110), они состоят из участков, параллельных плоскостям (100) и (010). Средняя длина таких участков в направлении, перпендикулярном плоскости пластины, составляет 0.1–0.25 mm.

У верхнего и нижнего торца образца на радиограмме видны замкнутые области шириной, близкой к средней ширине основных доменов. Это области замыкающих доменов, образование которых обусловлено необходимостью устранения полей рассеяния на торцах, ориентированных перпендикулярно направлению намагниченности основных доменов — оси [001]. В соответствии с моделью, описанной в [5], размеры отдельных замыкающих доменов меньше ширины основных доменов и отдельные ДГ не разрешаются, с чем и связано сплошное затемнение этих областей на радиограмме.

Полученные данные указывают на то, что 180°-ДГ в объеме пластины Fe–Si, ориентированные по плоскости (110), имеют зигзагообразное искажение. Как отмечалось выше, такое искажение неоднократно наблюдалось для 90°-ДГ в железе, параллельных плоскостям {110}. Указание на возможное зигзагообразное искажение 180°-ДГ, близких по ориентации к плоскостям {110}, было получено в [15] в кристалле под одноосным растягивающим напряжением. Можно сделать вывод о том, что ДГ с ориентацией {110} в железе могут характеризоваться зигзагообразным искажением независимо от того, являются ли они 180°- или 90°-ными. Другими словами, неустойчивость ДГ по отношению к зигзагообразному искажению определяется не столько типом границ, сколько их ориентацией; такой неустойчивостью обладают ДГ с ориентацией по плоскости {110}. В то же время ЛГ с другой ориентацией, представленной в кристаллах кремнистого железа — {100}, более устойчивы по отношению к зигзагообразному искажению и являются плоскими.

Результаты работы были опубликованы в предварительной форме в [12].

Авторы благодарят В.А.Соменкова за внимание к работе и Ю.А.Булановского за помощь в проведении эксперимента.

Работа поддерживается Российским фондом фундаментальных исследований, проект № 93-022589.

### Список литературы

- [1] Вонсовский С.В. Магнетизм. М.: Наука, 1971.
- [2] Graham C.D., Newrath P.W. // J. Appl. Phys. 1957. V. 28. P. 888.
- [3] Neel L. // Cahiers de Phys. 1944. N 25. P. 1.
- [4] Lilley B.A. // Phil. Mag. 1050. V. 41. P. 792.
- [5] Стародубцев Ю.Н., Драгошанский Ю.Н. // ФММ. 1978. Т 48. № 5. С. 931–939.
- [6] Хуберт А. Теория доменных стенок в упорядоченных средах. М.: Мир, 1977.
- [7] Подурец К.М., Сокольский Д.В., Чистяков Р.Р., Шильштейн С.Ш. // ФТТ. 1991. Т. 33. № 10. С. 2954–2961.
- [8] Schaerpf O., Brandt K. // J. Magn. Magn. Mater. 1978. V. 9. P. 252.
- [9] Шильштейн С.Ш., Соменков В.А., Каланов М. // ЖЭТФ. 1972. Т. 63. С. 2214.
- [10] Kadečkova S., Šestak B. // Krist. Techn. 1969. V. 4. N 2. P. 243–252.
- [11] Подурец К.М., Соменков В.А., Шильштейн С.Ш. // ФТТ. 1989. Т. 59. № 6. С. 115–121.

- [12] Podurets K.M., Somenkov V.A., Chistyakov R.R., Shilstein S.S. // Phys. B. 1989. V. 156/157. P. 694-697.
- [13] Шильштейн С.Ш., Соменков В.А., Елютин Н.О., Бублейник А.О. // Препринт ИАЭ им. И.В.Курчатова. М., 1976, № 2755. 20 с.
- [14] Наумов И.В., Петушкин С.В., Подурец К.М., Соменков В.А., Тигин А.В., Шильштейн С.Ш. // ПТЭ. 1988. № 5. С. 42-44.
- [15] Квардаков В.В., Подурец К.М., Чистяков Р.Р., Шильштейн С.Ш., Елютин Н.О., Кулайджанов Ф.Г., Брадлер Я., Кадечкова С. // ФТТ. 1987. Т. 29. № 2. С. 400-408.

Российский научный центр  
«Курчатовский институт»  
Москва

Поступило в Редакцию  
15 апреля 1994 г.