

© 1991

## РЕКОНСТРУКЦИЯ ОБЪЕМНОЙ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ КРЕМНИСТОГО ЖЕЛЕЗА ПО НЕЙТРОН-РЕФРАКЦИОННЫМ ИЗОБРАЖЕНИЯМ ВНУТРЕННИХ ДОМЕННЫХ ГРАНИЦ

*К. М. Подурец, Д. В. Сокольский, Р. Р. Чистяков,  
С. Ш. Шильштейн*

Методом нейтронной радиографии с рефракционным контрастом получены изображения внутренних доменных границ в массивных монокристаллах кремнистого железа, выращенных методом бестигельной зонной плавки. По нескольким проекциям реконструирована объемная доменная структура. Средний размер доменов близок к 1 мкм. Центральная часть кристаллов построена из слоев, разделенных на домены. Замыкание магнитного потока происходит внутри слоев и в приповерхностной области кристаллов между слоями. Такая доменная структура с внутренним замыканием сохраняется при изменении огранки исходного цилиндрического кристалла путем травления.

Доменная структура (ДС) массивных монокристаллов ферромагнетиков изучается обычно путем наблюдения выходов доменных границ (ДГ) на поверхность с использованием метода порошковых фигур или эффекта Керра, которые позволяют получить изображение ДС. О внутренней ДС судят на основании предполагаемой связи внутренней и поверхностной ДС. Прямую информацию об ориентации ДГ и данные об их взаимном расположении в среднем по объему образца в массивных ферромагнитных монокристаллах дает нейтрон-рефракционный метод [1]. Этим методом была изучена внутренняя ДС монокристаллов кремнистого железа цилиндрической формы с осью цилиндра [001], совпадающей с одной из осей легкого намагничивания [2]. Результаты исследования позволили сделать заключение о преимущественном замыкании магнитного потока вокруг оси цилиндра и о слоистом характере ДС. В [3] было высказано предположение о замыкании магнитного потока между слоями вблизи цилиндрической поверхности. Однако метод не дал возможности получить прямое изображение ДС и установить конкретный вид ДС и способ замыкания магнитного потока. Разработанный в последнее время метод нейтронной радиографии с рефракционным контрастом [4] позволяет непосредственно наблюдать ДГ в объеме ферромагнетика [5]. В настоящей работе с помощью этого метода реконструирована внутренняя ДС монокристаллов кремнистого железа.

### 1. Методика эксперимента

Принцип метода состоит в формировании изображения объекта (радиограммы) пучком нейтронов, прошедших его без преломления, а преломление вызывает локальное уменьшение яркости на изображении. ДГ преломляют нейтронный пучок и, следовательно, выглядят на радиограммах как темные области на светлом фоне. Разделение преломленных и непреломленного пучков производится с помощью двухкристального спектрометра: объект помещается между двумя параллельными идеальными кристаллами — монохроматором и анализатором (рис. 1). Регистрируются

после отражения от анализатора только те нейтроны, которые не изменили своего направления либо в результате преломления в объекте отклонились на углы, не превышающие углового разрешения спектрометра. Высокое угловое разрешение реализуется только в плоскости рассеяния (горизонтальной плоскости), а отклонение пучка в вертикальном направлении почти не влияет на отражение нейтронов от анализатора. Поэтому ДГ, преломляющие пучок только в вертикальном направлении, не выявляются на радиограммах. Такими границами являются ДГ, лежащие горизонтально и наклоненные так, что нормаль к границе лежит в параллельной пучку вертикальной плоскости. Границы, образующие системы параллельных равноотстоящих плоскостей, имеют наилучшие условия для наблюдения, когда они ориентированы вдоль пучка. При этом достигается высокий контраст и не происходит наложения изображений соседних ДГ. Такой ориентации систем ДГ соответствует максимум пропускания нейтронов [1], что дает дополнительную возможность юстировки образца.

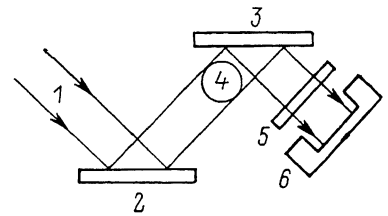


Рис. 1. Схема эксперимента.

1 — пучок нейтронов; 2, 3 — кристаллы монокроматора и анализатор; 4 — образец; 5 — кассета с пленкой; 6 — детектор.

Эксперименты проводились на спектрометре [6] с идеальными кристаллами Ge (111). Длина волны нейтронов составляла 1.5 Å, кривая отражения анализатора без образца имела ширину 3.5''. Рефракционное отклонение нейтронов, попадающих на ДГ в железе под углами скольжения менее 10°, превосходит ширину кривой отражения анализатора, в результате чего эти нейтроны им не отражаются. Изображения регистрировались рентгеновской пленкой типа РТ-5, РТ-4М с конвертором из естественного гадолиния. Время экспозиции составляло для двух типов пленки 10 и 5 ч соответственно. Пространственное разрешение, определяемое расходимостью пучка и расстоянием от образца до пленки, составляло 300 мкм.

Образцы представляли собой монокристаллы Fe—Si (3 вес.%), выращенные в ФИЧСАН (Прага) методом бестигельной зонной плавки в виде цилиндров диаметром 13 мм с осью [001] [7]. Мозаичность образцов составляла 5—7'. Исследовались цилиндры различной длины и две призмы размером 10×10×34 мм с длинным ребром [001] и боковыми гранями типа {100} и {110}, изготовленные из исходных цилиндров путем травления.

Объемная картина ДС реконструировалась по ее изображениям в нескольких проекциях, количество которых определяется числом систем ДГ и тем, что при разных положениях образца одни и те же системы ДГ находятся в различных условиях съемки. Поскольку ДГ в железе ориентированы по плоскостям {100} и {110} [2], проекции ДС снимались таким образом, чтобы пучок проходил параллельно этим плоскостям при горизонтальном, вертикальном и наклонном положениях образца. На рисунках, кроме радиограмм, приведены поясняющие схемы, показывающие основные детали изображений и соответствие деталей изображений, полученных при разных положениях образца.

## 2. Результаты экспериментов

Изображения ДС цилиндрического кристалла в разных радиальных и аксиальной проекциях приведены на рис. 2, 3. На рис. 2, а; 3, а видны контрастные изображения сплошных ДГ, параллельных (001), отстоящих друг от друга на ≈1.5 мм. Эти границы разбивают кристалл на слои, перпендикулярные оси цилиндра. Область слоев занимает около 2/3

объема кристалла, однако ДГ, разделяющие слои, не доходят до внешней цилиндрической поверхности, а приповерхностная область толщиной  $\approx 1.5$  мм имеет иное строение.

Протяженность межслоевых ДГ, полученная из зависимости ширины изображения отдельных ДГ от угла поворота образца при его горизон-

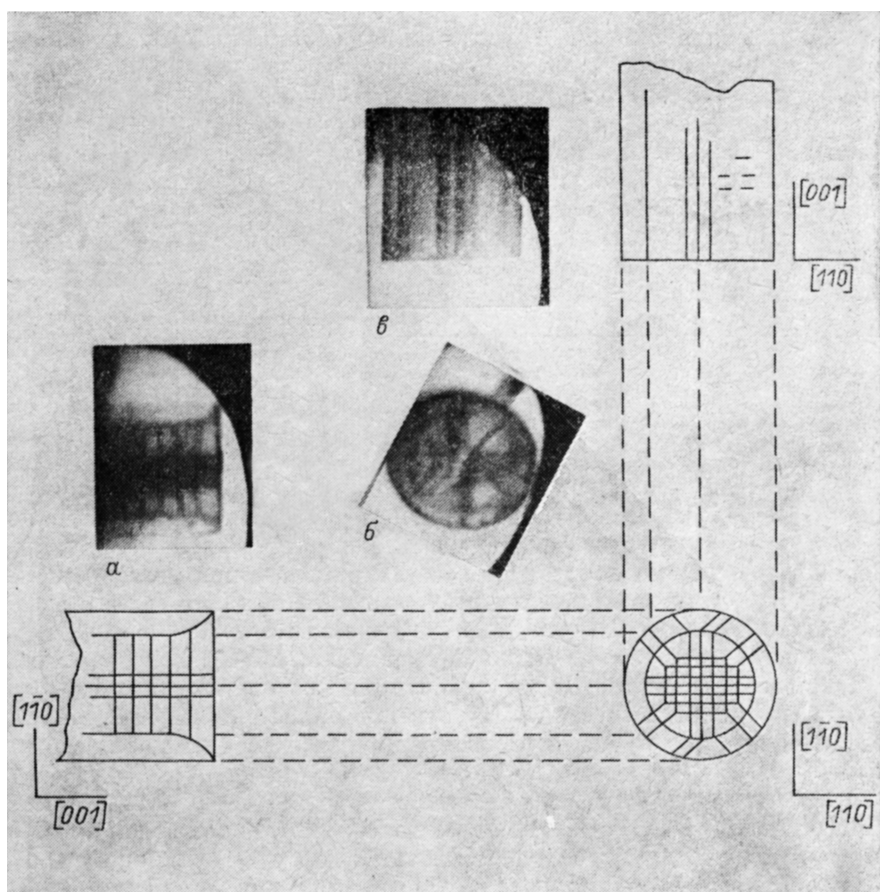


Рис. 2. Проекция ДС цилиндрического кристалла, снятые вдоль плоскостей  $\{100\}$  при горизонтальном (а), аксиальном (б) и вертикальном (в) положениях образца.

тальном положении относительно вертикальной оси пучка, составляет  $\approx 9$  мм и соответствует размеру их изображений на проекциях. При отвороте образца изображения межслоевых границ получаются сплошными, что свидетельствует о том, что эти ДГ не имеют разрывов. На некоторых проекциях изображения межслоевых границ отклоняются от направлений, перпендикулярных  $[001]$ , а при вертикальном расположении образца эти ДГ дают слабый контраст (рис. 2, в; на схеме показаны пунктиром), несмотря на то что при этой съемке они горизонтальны, т. е. должны быть не видны. Это свидетельствует о том, что ДГ  $(001)$  не являются плоскими, а некоторые их участки отклоняются от точной кристаллографической ориентации по меньшей мере на несколько градусов.

Слои в свою очередь состоят из доменов, ограниченных по плоскостям  $\{110\}$  и  $\{100\}$ , параллельным оси цилиндра. На радиальных проекциях при горизонтальном и вертикальном положениях образца и на аксиальной (рис. 3) хорошо видны системы ДГ, параллельных плоскостям  $(110)$  и  $(\bar{1}\bar{1}0)$  и отстоящих друг от друга на расстояние около 0.5 мм. Эти перпендикулярные системы ДГ образуют фигуру в форме креста (рис. 2, б; 3, б), так что центр каждого слоя представляет собой сетку из доменов, огра-

ненных ДГ  $\{110\}$ . Дальше от центра система  $(110)$  формирует домены в виде пластин (вертикальны на рис. 3, б), достигающих границы слоев с приповерхностной зоной. Аналогичные пластины, образованные ДГ  $(\bar{1}\bar{1}0)$  (горизонтальны на рис. 3, б), разделены на части ДГ  $(110)$ , соединенные с границей приповерхностной зоны ДГ  $(100)$  и  $(010)$ . Эти последние ДГ проходят также сквозь приповерхностную зону. ДГ  $(110)$ , лежащие по краям системы границ, обрываются на пересечениях с ДГ  $(110)$ ,  $(100)$  и  $(010)$ . Из сопоставления проекций следует, что перечисленные аксиаль-

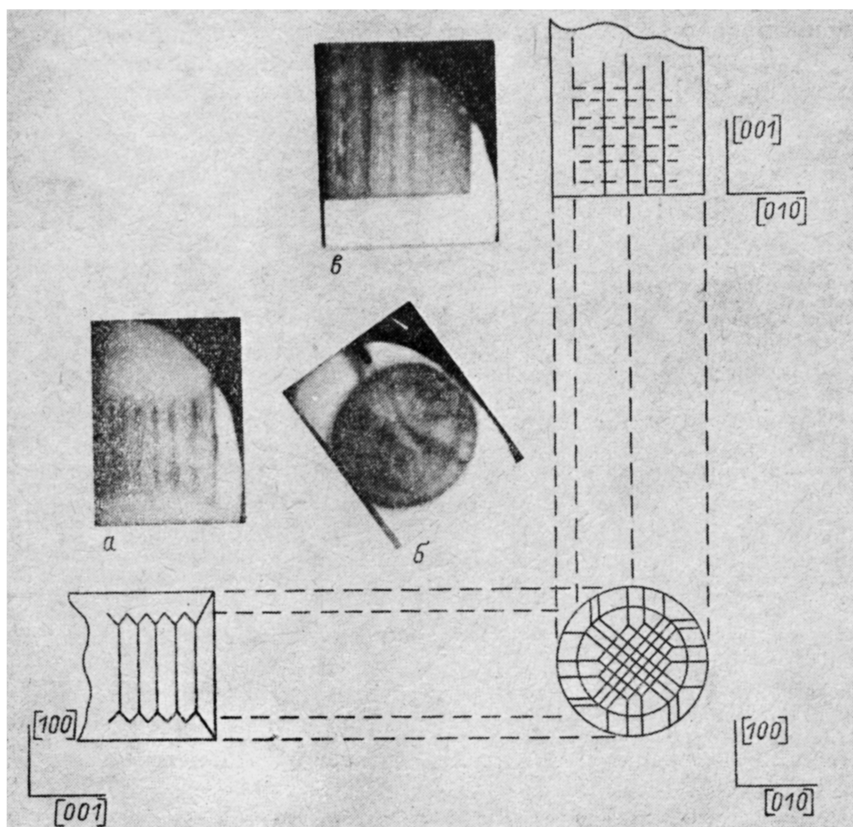


Рис. 3. Проекция ДС цилиндрического кристалла, снятые вдоль плоскостей  $\{110\}$  при горизонтальном (а), аксиальном (б) и вертикальном (в) положениях образца.

ные ДГ проходят через всю длину цилиндрического кристалла. Очевидно, они осуществляют жесткую корреляцию структур соседних слоев.

Изображения разных аксиальных ДГ, полученные при их горизонтальном расположении, различаются кардинальным образом. ДГ  $(110)$  и  $(\bar{1}\bar{1}0)$  на них видны (рис. 3, а), в то время как изображения ДГ  $(100)$  и  $(010)$  отсутствуют (рис. 2, а). Это говорит о том, что ДГ типа  $\{100\}$  являются плоскими, а ДГ типа  $\{110\}$  искривлены и их участки, отклоняющиеся от горизонтального положения, дают контраст на радиограммах. Однако их неплоскостность не наблюдается непосредственно на радиограммах, следовательно, размеры участков, отклоняющихся от ориентаций  $\{110\}$ , не превышают величины пространственного разрешения (300 мкм). Контрастность изображений аксиальных ДГ свидетельствует об их сплошности.

В приповерхностной области, отличающейся по структуре от внутренней, слоистой области кристалла, имеются только ДГ, параллельные  $[001]$ . ДГ, выходящие на поверхность кристалла, видны на аксиальных проекциях, их ориентации близки к  $(100)$  и  $(010)$  (рис. 2, в; 3, в). От сло-

стой приповерхностную область отделяет ДГ сложной формы, напоминающей гофрированный цилиндр. На аксиальной проекции (рис. 2, б; 3 б) она выглядит как кольцо, concentрическое сечению цилиндра. На рис. 2, а ее проекция образована ломаными линиями, участки которых параллельны направлениям  $[011]$  и  $[0\bar{1}1]$ , а на рис. 3, а ее проекция имеет вид волнистых линий. Вблизи этой границы в приповерхностной области имеются ДГ, попарно соединяющие вершины ломаной линии (рис. 2, а), хотя при горизонтальном образце эти ДГ не видны. На проекции вертикально расположенного образца они выглядят как штриховые линии (рис. 2, в; на схеме показаны у левого края цилиндра), причем размер штрихов и промежутков между ними соответствует толщине слоев. Лучше всего эти ДГ видны на проекции, полученной при прохождении пучка

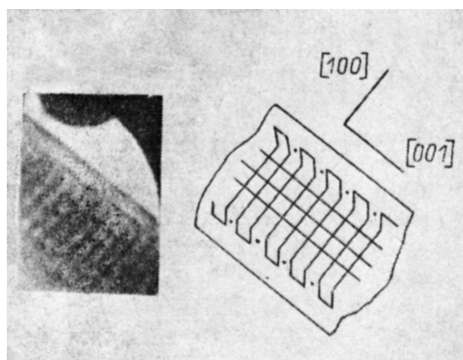


Рис. 4. Проекция ДС цилиндрического кристалла, наклонного на угол  $45^\circ$ , снятая вдоль плоскости  $(100)$ .

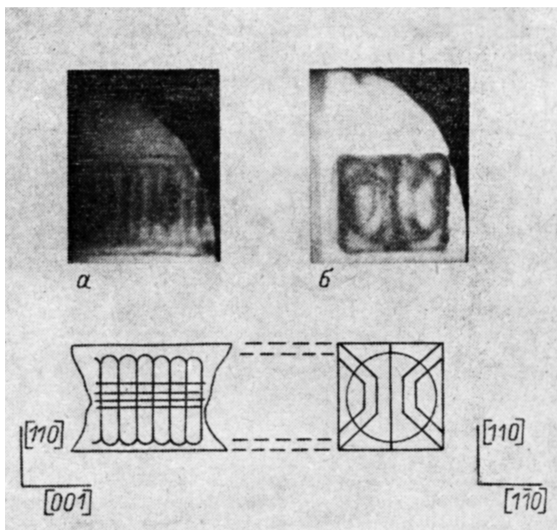


Рис. 5. Проекция ДС призматического кристалла, ограниченного плоскостями  $\{110\}$ , снятые при прохождении пучка вдоль короткого (а) и длинного (б) ребра призмы.

вдоль  $[100]$  при образце, наклоненном на  $45^\circ$  (рис. 4). Горизонтальные участки ДГ, разделяющей слоистую и приповерхностную области, при таком положении образца не видны (на схеме показаны точками), однако хорошо видно, что описываемые ДГ пересекаются с ДГ, разделяющей приповерхностную область от слоистой, именно в вершинах ломаных линий. Таким образом, в приповерхностной области имеются ДГ, по форме близкие к участкам цилиндрической поверхности, параллельные поверхности кристалла и соединяющие попарно ребра границы раздела приповерхностной и слоистой областей.

Полученные результаты аналогичны для цилиндрических образцов различной длины (от 3 до 95 мм). Во всех образцах наблюдаются внутренняя слоевая область, приповерхностная область и граница между ними. Толщина слоев и толщина приповерхностной области во всех цилиндрах одинаковы. Строение слоев, за исключением самого короткого образца, где расстояния между  $90^\circ$  ДГ в слоях увеличены до  $\approx 1$  мм, аналогично.

ДС призматического кристалла с боковыми гранями  $\{110\}$  и длинным ребром  $[001]$  состоит из тех же элементов, что и ДС цилиндрического кристалла. Здесь также имеется внутренняя область, имеющая слоистое строение (рис. 5, а), и приповерхностная область, отделенная от внутренней ДГ сложной формы. Межслоевые ДГ параллельны  $(001)$ , толщина слоев составляет  $\approx 1.5$  мм. Внутренняя область имеет форму, близкую

к цилиндрической. Диаметр внутренней области  $\approx 8$  мм, что на 2 мм меньше толщины призмы. Внутри слоев имеются ДГ, параллельные плоскостям (100), (010), (110) и ( $\bar{1}\bar{1}0$ ), пронизывающие кристалл по всей его длине (рис. 5, б). ДГ (110) и ( $\bar{1}\bar{1}0$ ) образуют системы плоскостей, отстоящих друг от друга на  $\sim 0.5$  мм. Эти границы непрерывны и пересекают всю слоевую область по ее толщине. В приповерхностной области ДГ, параллельные (001), отсутствуют.

ДС призматического кристалла с боковыми гранями {100} и длинным ребром [001] отличается от ДС кристалла с гранями {100} тем, что здесь межслоевые ДГ выходят на боковые грани призмы (рис. 6, а). Однако и

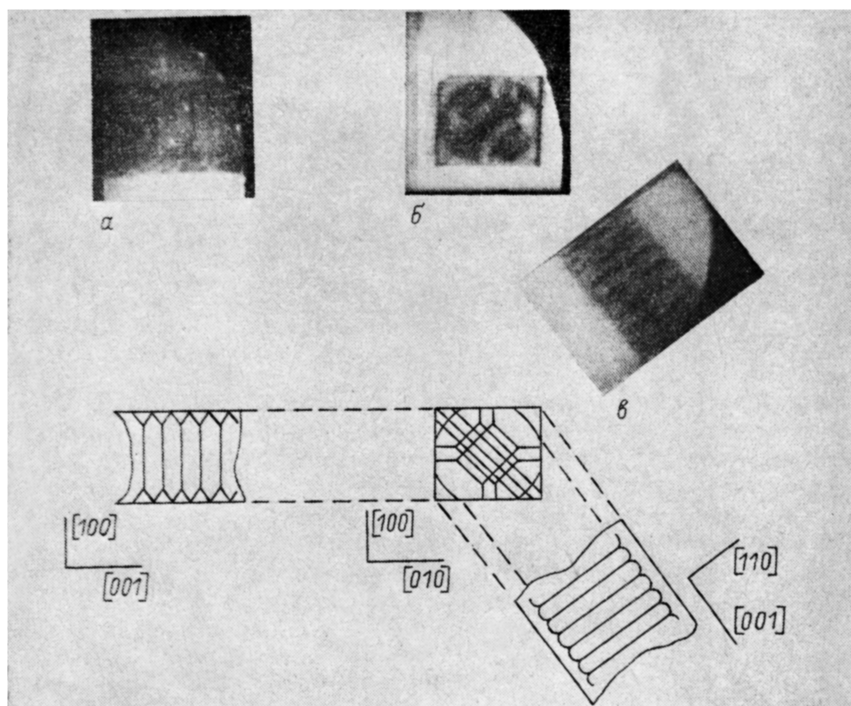


Рис. 6. Проекция ДС призматического кристалла, ограниченного плоскостями {100}, снятые при прохождении пучка вдоль короткого (а), длинного (б) ребра призмы и вдоль пространственной диагонали призмы при ее горизонтальном положении (в).

здесь имеются внутренняя слоевая и приповерхностная области, разделенные ДГ, по форме, близкой к цилиндрической. На проекции, полученной при просвечивании вдоль длинного ребра призмы, она образует вписанный в сечение призмы круг (рис. 6, б). На проекции, полученной при прохождении пучка вдоль пространственной диагонали призмы при ее горизонтальном расположении (рис. 6, в), видны сплошные ДГ, проходящие вдоль длинных ребер призмы [001] на расстоянии  $\approx 1.5$  мм от них и разделяющие кристалл на две области. Вблизи боковых граней призмы участки разделяющей ДГ параллельны плоскостям (011) и ( $0\bar{1}1$ ), а приповерхностная область разбивается на отдельные домены, в проекции имеющие треугольную форму (рис. 6, а). Слои, так же как в цилиндрическом кристалле и призме со сторонами {110}, состоят из доменов, разделенных ДГ, параллельными (110), ( $\bar{1}\bar{1}0$ ), (100) и (010).

### 3. Обсуждение результатов

Для полного восстановления ДС кристалла, кроме информации о взаимном расположении ДГ внутри него, необходимо также знание направлений намагниченности каждого домена. Преломление нейтронов на ДГ не зависит от направлений намагниченности, а определяется величиной

индукции насыщения материала и ориентацией границы по отношению к пучку [1]. Таким образом, для анализа полученных данных необходимо привлечение информации о направлениях намагниченности в железе. Известно [8], что векторы намагниченности могут быть направлены только вдоль осей легкого намагничивания  $\langle 100 \rangle$ , а поворот этого вектора осуществляется на  $180^\circ$  на ДГ, параллельных кристаллографическим плоскостям  $\{100\}$  ( $180^\circ$ -ные ДГ), либо на  $90^\circ$  на ДГ, параллельных плоскостях  $\{110\}$  ( $90^\circ$ -ные ДГ).

Из ориентации межслоевых ДГ следует, что эти границы являются  $180^\circ$ -ными, т. е. разделяют домены, намагниченные в противоположных направлениях  $[100]$  или  $[010]$ , а аксиальные направления намагничен-

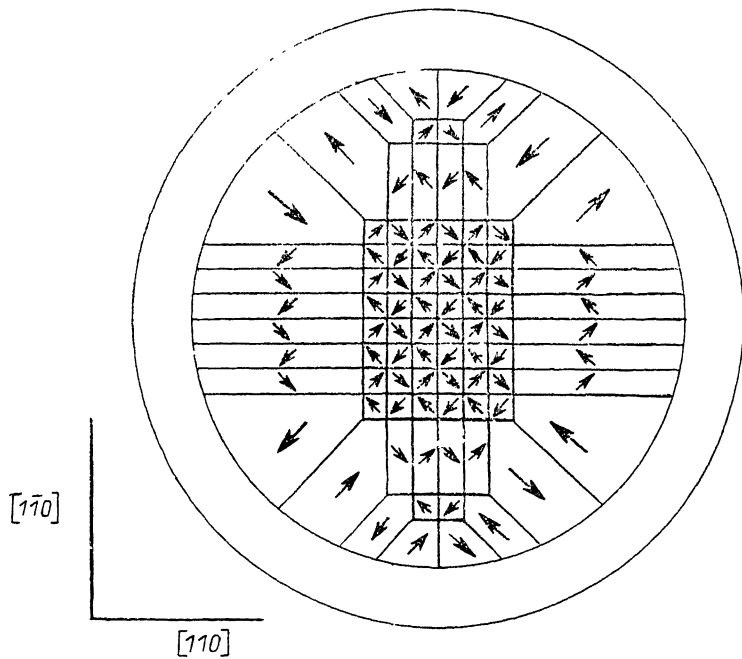


Рис. 7. Схема ДС слоя.

ности в слоях отсутствуют. Основными элементами внутренней структуры слоев (рис. 7) являются две взаимопроникающие системы  $90^\circ$ -ных ДГ, лежащих в плоскостях  $(110)$  и  $(\bar{1}\bar{1}0)$ . Магнитный поток в слоях замыкается на этих системах ДГ вокруг оси цилиндра. Межслоевые границы являются сплошными и имеют кривизну до  $\approx 10^\circ$ . Разбиение ДС кристалла на слои, замыкание магнитного потока вокруг оси цилиндра соответствуют результатам [2]. Направление намагниченности всех доменов в слое может быть задано намагниченностью одного домена, а структуры соседних слоев одинаковы с точностью до противоположного направления намагниченности, так как разделены они  $180^\circ$ -ной ДГ. Роль аксиальных  $180^\circ$ -ных ДГ в слоях заключается в том, чтобы вблизи границы раздела в внутренней и приповерхностной областей обеспечить направления намагниченности, максимально близкие к перпендикулярным ближайшей поверхности кристалла, и тем самым обеспечить замыкание магнитного потока между слоями через приповерхностную область. Поворот векторов намагниченности от направлений, перпендикулярных оси цилиндра, к параллельным происходит на границе раздела областей, поверхность которой всегда близка к равновесным ориентациям  $90^\circ$ -ных ДГ. В приповерхностной области ДГ лежат в плоскостях  $(100)$  и  $(010)$ . Для обеспечения замыкания магнитного потока между слоями в приповерхностной области имеются ДГ, соединяющие попарно зубцы разделяющей ДГ (рис. 8).  $90^\circ$ -ные ДГ, параллельные  $(110)$  и  $(\bar{1}\bar{1}0)$ , по-видимому, зигзагообразны в объеме кристалла, так же как это было обнаружено в [9, 10].

ДС призматических кристаллов с длинным ребром  $[001]$ , ограниченных плоскостями  $\{100\}$  и  $\{110\}$ , также состоит из внутренней, слоистой, области и приповерхностной. Направления намагниченности доменов в слоях перпендикулярны  $[001]$ . Характер замыкания магнитного потока аналогичен наблюдаемому в цилиндрических кристаллах. Некоторые различия в строении приповерхностной области связаны, по-видимому, с тем, что в одном из кристаллов, имеющем боковые грани, параллельные  $\{100\}$ , поверхность параллельна направлению легкого намагничивания, что облегчает замыкание потока. Однако в целом характер замыкания потока такой же, как и в цилиндрическом кристалле. Близость ДС исходных цилиндрических и изготовленных из них путем травли боковых поверхностей призматических кристаллов свидетельствует об устойчивости структуры с внутренним замыканием магнитного потока.

Характер замыкания потока в изученных кристаллах во многом аналогичен известной структуре Ландау—Лифшица [8]. Более того, для призмы, ограниченной по плоскостям  $\{100\}$ , одна из проекций ДС (рис. 6, а) имеет такой же вид: основные домены, перпендикулярные поверхности, и треугольные замыкающие домены. Однако ДС массивного кристалла является более сложной, так как слои не являются однородно намагниченными и магнитный поток замыкается внутри них. Аналогия заключается в том, что в объеме кристалла число направлений намагниченности на одно меньше, чем направлений легкого намагничивания, а в масштабе всего образца магнитный поток замыкается у поверхности.

Возникновение слоистой ДС, в которой направления намагниченности в основном перпендикулярны оси цилиндра, может быть связано с условиями ее формирования в процессе послеростового охлаждения кристалла. После зонной плавки через точку Кюри последовательно проходят слои кристалла, при этом возникают домены, намагниченные параллельно поверхности, перпендикулярной температурному градиенту, т. е. перпендикулярно оси цилиндра. Не исключено, что на поверхности охлаждающего цилиндра градиент температуры направлен по нормали к поверхности, и с этим могут быть связаны параллельные оси цилиндра направления намагниченности доменов в приповерхностной области. С другой стороны, само наличие поверхности предопределяет отсутствие вблизи нее нормальных направлений намагниченности. По-видимому, условия формирования ДС здесь определяют глубину приповерхностной области.

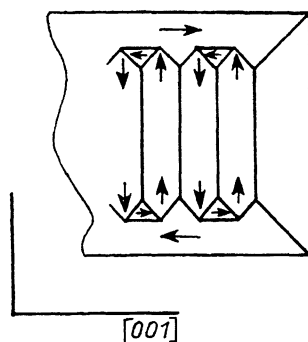


Рис. 8. Схема замыкания магнитного потока между слоями.

- С п и с о к л и т е р а т у р ы
- [1] Шильштейн С. Ш., Соменков В. А., Каланов М. // ЖЭТФ. 1972. Т. 63. № 6.
  - [2] Шильштейн С. Ш., Соменков В. А., Елютин Н. О., Бублейник А. О. // Препринт ИАЭ им. И. В. Курчатова. 1976. ИАЭ-2755; 1977. ИАЭ-2838.
  - [3] Квардаков В. В., Подурец К. М., Чистяков Р. Р., Шильштейн С. Ш. и др. // ФТТ. 1987. Т. 29. № 2. С. 400—408.
  - [4] Подурец К. М., Соменков В. А., Шильштейн С. Ш. // ЖТФ. 1989. Т. 59. № 6. С. 115—121; Physica B. 1989. V. 156 & 157. P. 691—693.
  - [5] Podurets K. M., Somenkov V. A., Chistyakov R. R., Shilstein S. Sh. // Physica B. 1989. V. 156 & 157. P. 694—697.
  - [6] Наумов И. В., Перушков С. А., Подурец К. М., Соменков В. А. и др. // ПТЭ. 1988. № 5. С. 42—44.
  - [7] Kadečkova S., Šestak V. // Krist. Techn. 1969. V. 4. № 2. P. 243—252.
  - [8] Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М. // ЖЭТФ. 1935. № 2. С. 153—159.
  - [9] Kraan W. H., von Loef J. J., Rekveldt M. Th., Ungemach V. J. // Physica C. 1983. V. 16. № 24. P. 4901—4916; 1985. V. 18. № 9. P. 1941—1953.
  - [10] Schärpf O., Brandt K. // J. Magn. Magn. Mat. 1978. V. 9. P. 252—256.

Институт атомной энергии им. И. В. Курчатова  
Москва

Поступило в Редакцию  
13 мая 1991 г.