

Министерство науки и высшего образования РФ  
ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»  
Физико-технический факультет  
Направление 03.03.03 Радиофизика  
Профиль «Физика и технология радиоэлектронных приборов и устройств»

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА  
(ВЫПУСКНАЯ РАБОТА БАКАЛАВРА)

ПОСТРОЕНИЕ ПОЛЕВЫХ И ТЕМПЕРАТУРНЫХ ЗАВИСИМОСТЕЙ  
НАМАГНИЧЕННОСТИ НА ОСНОВЕ АНАЛИЗА ТРАНСФОРМАЦИИ  
ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ

Автор: Дунаева Галина Григорьевна

Подпись:

Научный руководитель:  
к.ф.-м.н., доцент,  
Карпенков А.Ю.

Подпись:

Допущен (а) к защите:  
Руководитель ООП  
к.ф.-м.н., доцент Б.Б. Педько:

---

*(подпись, дата)*

Тверь 2020

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ .....	6
1.1. Доменная структура ферромагнетиков.....	6
1.2. Причина образования доменной структуры ферромагнетиков.....	9
1.3. Основные типы доменной структуры ферромагнетиков.....	14
1.4. Процессы перемагничивания магнетиков .....	16
2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА .....	19
2.1. Полевые измерения. Разработка и создание методики по получению изображений магнитной доменной структуры во внешнем магнитном поле .....	19
2.2. Температурные измерения. Разработка и создание методики по получению изображений магнитной доменной структуры в режиме изменяющейся температуры.....	25
2.3. Компьютерная программа для автоматической регистрации изображений процесса перестройки доменов.....	30
2.4. Алгоритм построения полевых и температурных зависимостей намагниченности на основе анализа изображений трансформации доменной структуры магнетиков .....	34
3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ .....	38
3.1. Исследования процессов перемагничивания соединения $\text{SmCo}_5$ на основе анализа трансформации доменной структуры во внешнем магнитном поле .....	38
3.2. Исследование температурной зависимости намагниченности соединения $\text{Mn}_5\text{Ge}_3$ на основе анализа изображений трансформации доменной структуры .....	41

ВЫВОДЫ.....	45
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....	46

## ВВЕДЕНИЕ

Построение и анализ полевых и температурных зависимостей намагниченности магнитных материалов являются важнейшими этапами прогнозирования их работы в различных устройствах. Процессы перемагничивания во многом зависят от свойств доменной структуры (ДС) магнетиков.

Анализ магнитной доменной структуры является эффективным инструментом локального микромагнитного анализа магнитных материалов[1]. Если объект исследования представляет собой поликристалл или образец со сложной гетероструктурой, то оценить вклад в процессы перемагничивания от зерен с различной ориентацией результирующих магнитных моментов или других структурных составляющих можно лишь на основе прямых наблюдений изменения доменной структуры по внешнем магнитном поле. Основным критерием выделения сильных магнетиков является наличие в интервале температур  $0 < T < T_C$  ( $T_C$  - температура Кюри) спонтанной намагниченности  $\vec{I}_S$ , обусловленной внутренними взаимодействиями в веществе. Причиной широкого практического применения магнитных материалов стало то, что для поддержания спонтанной намагниченности в ферромагнетиках не требуется никаких затрат энергии и сохраняется она сколь угодно долго. Особый интерес представляет знание температурной зависимости спонтанной намагниченности. При температуре, равной температуре Кюри, энергия теплового движения атомов ферромагнитного вещества становится достаточной для «разрушения» самопроизвольной ориентации магнитных моментов: спонтанная намагниченность  $\vec{I}_S$  становится равной нулю.  $T_C$  соответствует температуре фазового перехода «ферромагнетик-парамагнетик».

Наиболее распространенный способ измерения кривых намагничивания, петель магнитного гистерезиса и температурных зависимостей намагниченности - метод вибрационного магнитометра. Однако, если измеряемый образец обладает сложной микроструктурой, то интерпретация

результатов может быть затруднена, что не позволяет корректно оценить вклад составляющих микроструктуры в процессы перемагничивания[2]. Также, используя метод вибрационного магнитометра, не удаётся получить явную зависимость спонтанной намагниченности от температуры.

В связи с вышесказанным, целью данной работы стала разработка и реализация методики получения и автоматического анализа изображений магнитной доменной структуры образцов во внешнем магнитном поле или в режиме изменяющейся температуры, а также построение полевых и температурных зависимостей намагниченности на основе анализа полученных изображений трансформации ДС.

Для достижения поставленной цели были определены задачи:

1. Разработать и создать методики исследования трансформаций ДС, индуцированных внешним магнитным полем и температурой.
2. Разработать программное обеспечение для автоматической регистрации и анализа изображений ДС в условиях изменяющегося внешнего магнитного поля и температуры.
3. Провести исследования трансформации ДС для образцов соединений  $\text{SmCo}_5$  при изменении внешнего магнитного поля, и образца соединения  $\text{Mn}_5\text{Ge}_3$  при изменении температуры. По полученным данным построить полевые и температурные зависимости намагниченности.

# 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

## 1.1. Доменная структура ферромагнетиков

Общепринято под термином магнитная доменная структура понимать микромагнитную структуру с пространственным распределением магнитных моментов в объеме образца. Форма доменов, их размер, взаимное расположение доменов и доменных границ (стенок) — все это входит в понятие «доменная структура» (ДС) магнетика [4]. Ферромагнитный домен – небольшая, но макроскопическая область спонтанной намагниченности, внутри которой магнитные моменты атомов направлены параллельно друг другу, благодаря наличию особой формы кулоновского взаимодействия – обменного взаимодействия. Доменная граница - слой с непараллельными магнитными моментами, которые разделяют домены с различной ориентацией намагниченности.

Впервые идея о существовании внутри ферромагнитного тела особого «молекулярного поля» была высказана в 1892 г. русским физиком Б. Л. Розингом, который называл это поле «частичной магнитной силой», вызываемой «магнитным движением»[11]. Первая количественная теория, описывавшая свойства ферромагнетиков, была разработана Вейссом в 1907 году [5]. Он выдвинул две гипотезы:

- 1) в ферромагнетиках существует внутреннее магнитно-молекулярное поле, которое упорядочивает элементарные магнитные моменты в интервале температур  $0 < T < T_C$ , в результате чего, в отсутствие внешнего магнитного поля в ферромагнетиках возникает спонтанная намагниченность  $\vec{I}_S$ , обусловленная обменным взаимодействием;
- 2) всякий ферромагнетик в интервале температур  $0 < T < T_C$  разбивается на макроскопические области (магнитные домены), в каждой из которых существует ненулевая спонтанная намагниченность  $\vec{I}_S$  в отсутствие

внешнего магнитного поля, но направление векторов  $\vec{I}_S$  в различных доменах различно.

Позднее в 1919 г. Г.Баркгаузен [8] обнаружил, что намагничивание ферромагнетика сопровождается многочисленными скачками намагниченности - эффект, получивший название эффекта Баркгаузена [6]. В работе [10] Сикстусу и Тонксу удалось получить крупные магнитные домены, прикладывая растягивающее напряжение к образцу в виде проволоки из пермаллоя (железо - никелевого сплава). Эксперименты, выполненные по их методике, подтвердили существование магнитных доменов. Реализовать попытку увидеть доменную структуру с помощью микроскопа попробовали первыми, независимо друг от друга, в 1932 г. Ф. Биттер и тандем Хамоса и Тиссена. В своих экспериментах[12],[13] они наносили на поверхность ферромагнетика суспензию с содержанием мелких взвешенных ферромагнитных частиц, а с помощью микроскопа пытались рассмотреть полученное изображение доменов. Теоретическое описание доменной структуры, причин её возникновения в магнитном материале впервые представили в 1935 году советские ученые Л. Д. Ландау и Е. М. Лифшиц[14].

Первые расчёты мелкой доменной структуры с учётом магнитостатической энергии были проведены Неелем в 1944г.[15] , которые были подтверждены экспериментами Уильямса, Бозорта и Шокли [16]. Из-за недостатка математического аппарата, невозможности решения теоретической задачи о доменной структуре в общем виде высокими темпами развивались технологии и методики исследования ДС магнетиков.

В настоящее время к основным методам наблюдения доменной структуры можно отнести:

1. Метод Акулова-Биттера (метод порошковых фигур), техника которого заключается в нанесении тонкого слоя коллоида на поверхность шлифа. Ферромагнитные частицы собираются над доменными границами, потому что именно там наблюдается наибольший градиент магнитного поля.

Данный метод является достаточно распространенным, поскольку можно исследовать любые образцы независимо от ориентации поверхности шлифа, его качества и типа анизотропии. Однако существенным недостатком является то, что нельзя прямо определить направление вектора спонтанной намагниченности  $\vec{I}_S$  в домене.

2. Магнитооптический метод наблюдения доменной структуры, основанный на эффекте Керра. Он используется в данной работе для выявления изображений ДС. Его суть заключается в том, что если линейно поляризованный луч света падает на ферромагнетик, обладающий некой намагниченностью, плоскость поляризации отраженного луча поворачивается на угол, зависящий от направления и пропорциональный величине намагниченности  $\vec{I}$  домена.
3. Оптический метод на основе эффекта Фарадея. Этот метод некий аналог предыдущего, поскольку также связан с поворотом плоскости поляризации света, но при прохождении света через ферромагнитную среду. Угол поворота зависит от величины и направления вектора намагниченности  $\vec{I}$ , оптической длины пути и длины волны падающего света. Но исследования таким способом могут быть проведены только для прозрачных магнетиков. Чаще всего он применяется для экспериментов с плёнками ферритов-гранатов –  $R_3Fe_5O_{12}$ .
4. Нейтронография относится к дифракционным методам исследования структуры кристаллического вещества. По картинам дифракции тепловых нейтронов (нейтрон так же имеет магнитный момент) на кристаллах ферромагнетиков можно определить распределение магнитных моментов, а также исследовать доменную структуру.
5. Метод лоренцевской электронной микроскопии. Данный метод позволяет наблюдать ДС тонких магнитных плёнок с помощью электронного микроскопа. Электронный пучок, проходя через плёнку, под влиянием силы Лоренца отклоняется в разных доменах на различные углы. В фокальной



плоскости проекционной электронной линзы появляется изображение доменных стенок в виде чёрных или светлых линий[6]. Ограничением метода является то, что исследуемые образцы должны иметь небольшую толщину, чтобы сквозь них мог проходить электронный пучок.

На рисунке 1 представлены изображения, полученные различными методами наблюдения доменной структуры.

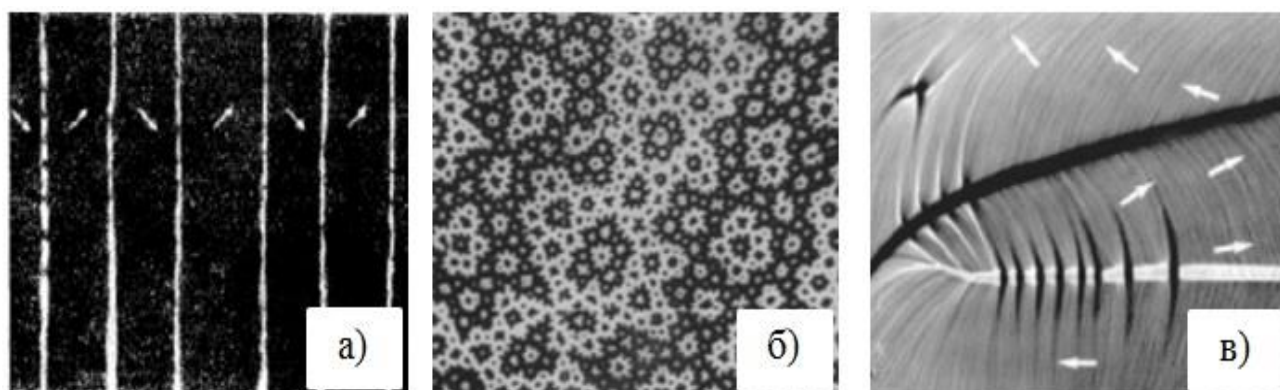


Рис.1а) Простая доменная структура в монокристалле Si-Fe. Изображение получено с помощью метода магнитных порошковых структур [20]. б) Доменная структура массивного магнитоодноосного кристалла на плоскости, перпендикулярной ОЛН, выявленной с помощью эффекта Керра[4]. в) доменные границы различного типа, выявляемые с помощью Лоренцевской микроскопии [17].

## 1.2. Причина образования доменной структуры ферромагнетиков

Несмотря на большое количество экспериментальных данных, задача о доменной структуре до сих пор не решена. На данный момент найти аналитическое выражение для распределения векторов спонтанной намагниченности  $\vec{I}_S$  в общем виде невозможно. В связи с этим теоретические задачи о размерах и форме доменов, о структуре доменных границ, о влиянии магнитного поля, температуры и других факторов на доменную структуру можно решать чисто термодинамически, основываясь на энергиях, связанных с различными взаимодействиями в ферромагнетике. В 1935 году Л.Д. Ландау и Е.М. Лифшиц показали, что конкуренция между вкладами в полную энергию

ферромагнитного образца приводит к образованию доменной структуры [14].

Для равновесной магнитной структуры выполняется условие минимума полной энергии образца в целом, учитывая также его форму и размеры.

Полная энергия  $E$  исследуемого ферромагнетика складывается из:

1. Обменной энергии  $E_{\text{обм}}$  – энергии квантового взаимодействия между спиновыми магнитными моментами соседних атомов, являющейся причиной образования спонтанной намагниченности  $\vec{I}_S$ .

Выражение для нахождения обменной энергии:

$$E_{\text{обм}} = -2J_{ij} \sum_{ij} (\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j) \quad (1)$$

$J_{ij}$  – обменный интеграл, величина которого зависит от расстояния между атомами  $i$  и  $j$ ,  $\vec{S}_i, \vec{S}_j$  – спиновые магнитные моменты атомов  $i$  и  $j$ . Для оценки плотности обменной энергии соседних спиновых моментов  $S$  в решётке, когда угол  $\varphi$  между ними достаточно мал:

$$\varepsilon_{\text{обм}} = -2JS^2 \cos\varphi \quad (2)$$

Для примера: объемная плотность энергии кубического кристалла при условии равенства спинов будет равна:

$$E_{\text{обм}} = A \left[ (\nabla\alpha_x)^2 + (\nabla\alpha_y)^2 + (\nabla\alpha_z)^2 \right], \quad (3)$$

где  $\nabla$ - градиент,  $\alpha$  - направляющий косинус спина  $S$ ,  $A$ - обменный параметр, зависящий от типа кристаллической решётки.

В ферромагнетиках эта энергия минимальна, когда все магнитные моменты атомов параллельны друг другу.

2. Энергии магнитокристаллической анизотропии (МКА)  $E_A$  – энергия, определяющая «направление» намагниченности. В кристаллических образцах существуют оси легкого и трудного намагничивания (ОЛН и ОТН соответственно). Вектор намагниченности  $\vec{I}$  стремится сориентироваться вдоль кристаллографического направления, соответствующего ОЛН, поскольку для намагничивания кристалла вдоль других направлений потребуется приложить более сильные магнитные поля. На рисунке 2

приведены элементарные ячейки для Fe, Ni и Co с указанием кристаллографических направлений и кривые намагничивания монокристаллов вдоль этих направлений.

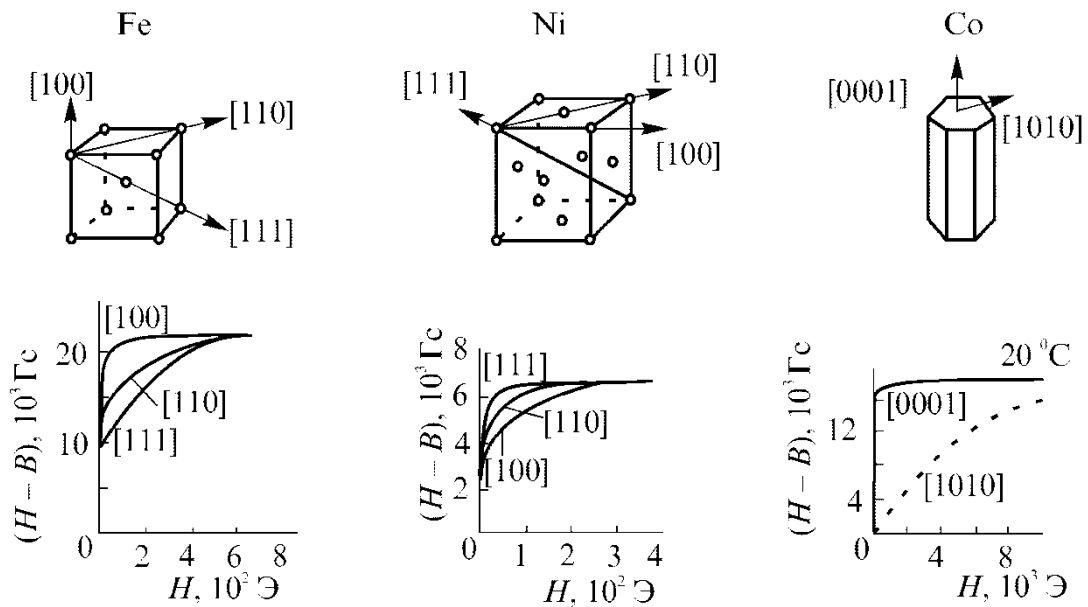


Рис.2 Кривые намагничивания монокристаллов железа (Fe), никеля (Ni), кобальта (Co) вдоль главных кристаллографических направлений [19].

Энергия МКА – это работа внешнего поля, которую необходимо затратить для поворота вектора спонтанной намагниченности  $\vec{I}_S$  из положения, соответствующего ОЛН, в положение, параллельное направлению внешнего магнитного поля. В общем виде выражение для этой энергии записывается в виде:

$$E_A = K_{n_x, n_y, n_z} \alpha_x^{n_x} \alpha_y^{n_y} \alpha_z^{n_z} \quad (4)$$

где  $K_{n_x, n_y, n_z}$  - константы МКА,  $\alpha_x^{n_x}, \alpha_y^{n_y}, \alpha_z^{n_z}$  – направляющие косинусы вектора спонтанной намагниченности  $\vec{I}_S$  относительно осей декартовой системы координат. Вернемся к примеру про кубический кристалл, в этом случае энергия МКА может быть записана в виде:

$$E_A = K_0 + K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + K_3(\alpha_1^4 \alpha_2^4 + \alpha_2^4 \alpha_3^4 + \alpha_1^4 \alpha_3^4) + \dots \quad (5)$$

$K_0, K_1, K_2, K_3$  – константы МКА,  $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  – направляющие косинусы

вектора спонтанной намагниченности  $\vec{I}_S$ , сумма квадратов которых равна единице:

$$\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + \alpha_3^2 = 1 \quad (6)$$

Минимальное значение энергии магнитокристаллической анизотропии достигается при ориентации вектора намагниченности вдоль оси легкого намагничивания.

3. Магнитостатической энергии  $E_{\text{мст}}$  – энергии полей рассеяния. Она возникает по причине появления магнитных полюсов на поверхности ферромагнитного тела. Объемная плотность энергии взаимодействия ферромагнетика с собственным размагничивающим полем равна:

$$E_{\text{мст}} = -\frac{1}{2}(\vec{H}_0 \cdot \vec{I}) \quad (7)$$

$\vec{H}_0$  – напряженность собственного размагничивающего поля,  $\vec{I}$  – вектора намагниченности ферромагнетика. Состояние однородной намагниченности может быть реализовано только для образцов в форме эллипсоида вращения. Напряженность собственного поля размагничивания связана с вектором намагниченности  $\vec{I}$  коэффициентом пропорциональности  $N$ , который носит название – размагничивающий фактор (фактор формы) ферромагнетика.

$$\vec{H}_0 = -N\vec{I} \quad (8)$$

Причина возникновения доменной структуры – уменьшение магнитостатической энергии образца за счёт возникающих аннигилирующих полей рассеяния, то есть магнитный поток замыкается внутри кристалла. Разделение на домены (рис.3) сопровождается возникновением большого числа доменных границ. Разбиение заканчивается тогда, когда затраты энергии на создание переходной области могут компенсироваться соответствующим уменьшением магнитостатической энергии. Магнитостатическая энергия наиболее проста с точки зрения физики и, напротив, очень трудна в плане математического аппарата.

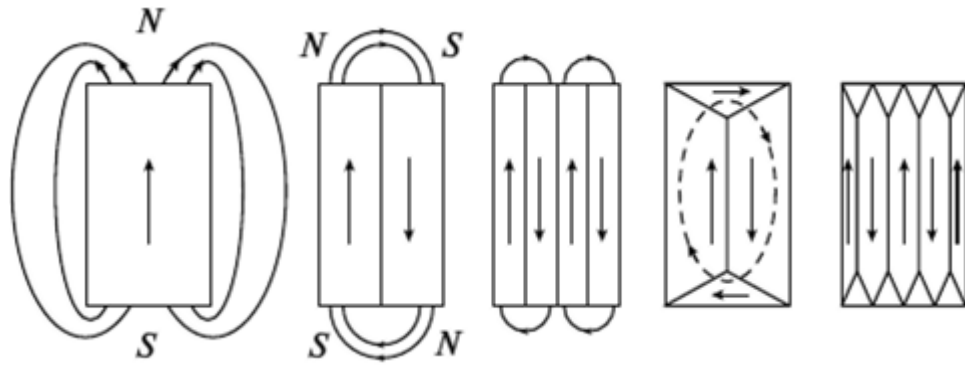


Рис.3 Схема процесса разбиения ферромагнетика на домены. Крайняя конфигурация ДС носит название структуры Ландау и Лифшица.

4. Упругой  $E_y$  и магнитоупругой энергии  $E_\lambda$ . Вторая связана с явлением магнитострикции, т.е. изменением при намагничивании образца его формы и размеров. Однако увеличению магнитострикционной деформации препятствует возрастание упругой энергии  $E_y$ . Её объемная плотность равна:

$$E_y = 1/2 C_{ijkl} e_{kl} e_{ij} \quad (9)$$

$C_{ijkl}$  – тензор упругих констант 4 ранга (81 компонента),  $e_{kl}, e_{ij}$  – деформации. Магнитоупругая энергия определяет вид замыкающих доменов. Для кубического кристалла с учётом первых трех членов разложения в ряд выражение для магнитоупругой энергии принимает вид:

$$E_{my} = b_0(e_{11} + e_{22} + e_{33}) + b_1 \left[ \left( \alpha_1^2 - \frac{1}{3} \right) e_{11} + \left( \alpha_2^2 - \frac{1}{3} \right) e_{22} + \left( \alpha_3^2 - \frac{1}{3} \right) e_{33} \right] + b_2 [\alpha_1 \alpha_2 (e_{12} + e_{21}) + \alpha_1 \alpha_3 (e_{13} + e_{31}) + \alpha_2 \alpha_3 (e_{23} + e_{32})] \quad (10)$$

$\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  – направляющие косинусы вектора  $\vec{l}_s$ ,  $e_{i,j}$  – деформации,  $b_1, b_2, b_3$  – константы магнитоупругой связи.

5. Энергии во внешнем магнитном поле  $E_H$ , которая определяется формулой:

$$E_H = -(\vec{H}_e \cdot \vec{l}) \quad (11)$$

$\vec{H}_e$  – напряженность внешнего магнитного поля,  $\vec{l}$  – вектор намагниченности ферромагнетика. Условие минимума для этого вклада энергии достигается при параллельной ориентации векторов напряженности магнитного поля  $\vec{H}_e$  и намагниченности образца  $\vec{l}$ .

### 1.3. Основные типы доменной структуры ферромагнетиков

Благодаря перечисленным методам наблюдения ДС магнетиков в п.1.1., было обнаружено большое количество различных конфигураций доменной структуры ферромагнетиков, зависящих от типа кристаллической решетки, типа магнитной кристаллографической анизотропии, толщины образца и ориентации поверхности наблюдения.

В массивных бездефектных кристаллах с одноосной кристаллической решёткой и магнитокристаллической анизотропией типа «лёгкая ось» выявляются доменные структуры на базисной плоскости – «звёздочки» (рис.4а), на призматической плоскости – «полосы» (рис.4б), на произвольно ориентированной плоскости – искаженные «звёздочки», «клинья», «капли» (рис.4в).

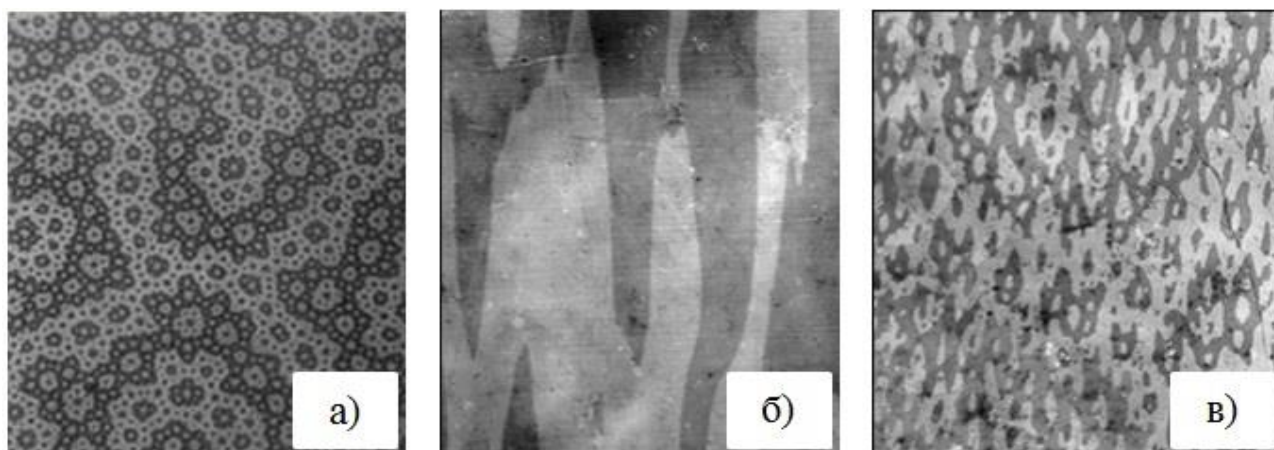


Рис.4 Изображения конфигураций доменной структуры: а) типа «звёздочки» на базисной плоскости кристалла  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ ; б) типа «полосы» на призматической плоскости монокристалла  $\text{SmCo}_5$ ; в) типа искажённые «звёздочки» при наблюдении доменной структуры на поверхности монокристалла  $\text{SmCo}_5$  при отклонении от оси  $c$  на  $60^\circ$ .

В тонких ферромагнитных плёнках с одноосной кристаллической решёткой и магнитокристаллической анизотропией типа «лёгкая ось»

наблюдаются «лабиринтная» (рис.5а), «сотовая» (рис.5б) и «спиральная» (рис.5в) конфигурации доменной структуры.

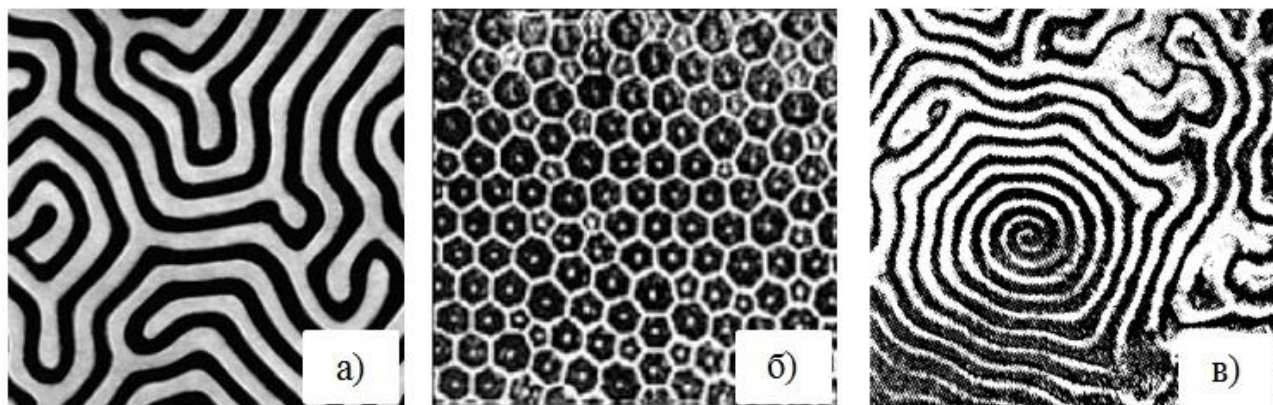


Рис.5 Типы наблюдаемых доменных структур в тонких магнитных пленках: а) «лабиринтная» б) «сотовая» доменная структура тонкой плёнки феррита-граната[4]; в) «спиральные» магнитные домены в тонкой плёнке феррита-граната в переменном магнитном поле[9].

В массивных бездефектных кристаллах с одноосной кристаллической решёткой и магнитокристаллической анизотропией типа «конус лёгких осей» и «плоскость лёгких осей» можно увидеть ориентированные «звёздочки» (рис.6а), «полосы»(рис.6б), «клинья»(рис.6в), «капли».

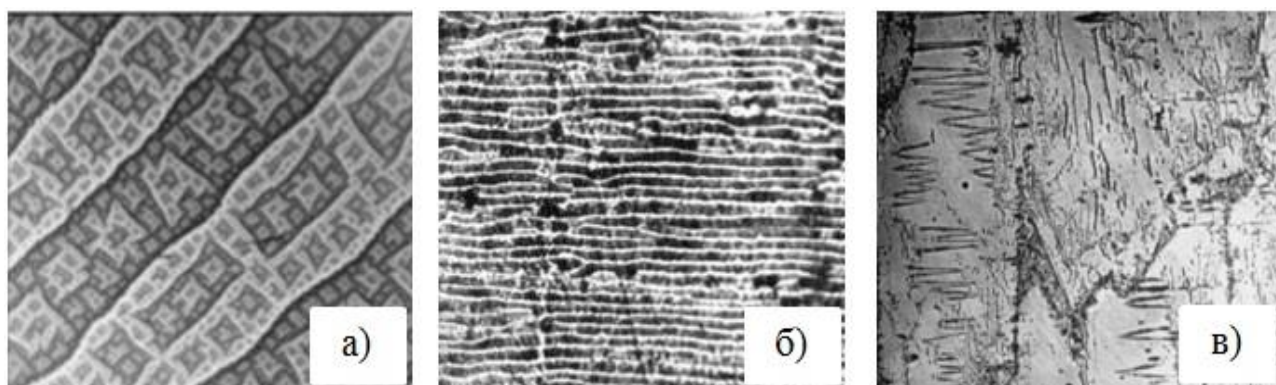


Рис.6 Сложные доменные структуры: а) ориентированные «звёздочки» на базисной плоскости монокристалла  $Nd_2Fe_{14}B$ ; б) «полосы» на призматической плоскости монокристалла  $Tb_{1.1}Fe_3Co_2Ti$ ; в) ДС конфигурации «клинья» соединения  $Tb_2Co_{17}$ .



#### 1.4. Процессы перемагничивания магнетиков

Доказательство того, что в магнитном материале происходит разбиение на домены, позволило определить типы процессов намагничивания в ферромагнетиках. Существуют два механизма, которые играют основную роль в этом процессе: смещение доменных границ и поворот вектора намагниченности  $\vec{I}$ . На рисунке 7 представлено схематичное изображение кривой намагничивания  $I(H)$  с выделенным указанием участков, характеризующих ход данной кривой.

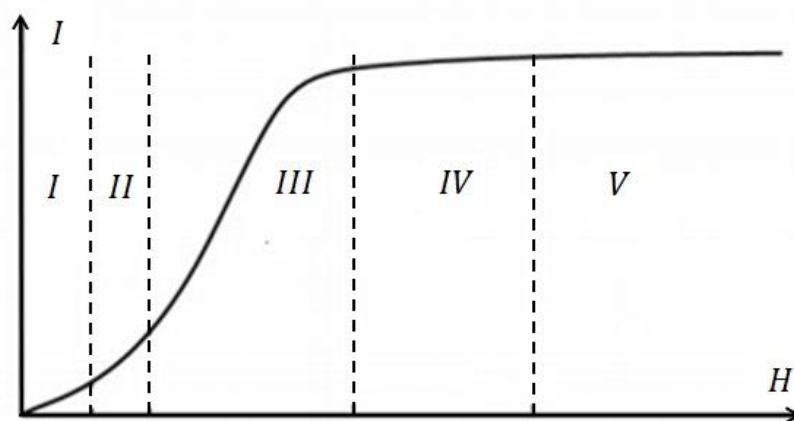


Рис.7. Схематичное изображение кривой намагничивания. Участок I соответствует области первоначального намагничивания; II – область Рэлея; III – область наибольших проницаемостей; IV – область приближения к насыщению; V – область парапроцесса.

Для области начального намагничивания (рис.7(I)) характерна линейная зависимость намагниченности от внешнего магнитного поля. Постоянным коэффициентом пропорциональности является магнитная восприимчивость  $\chi$ . Данная область соответствует участку обратимых процессов перемагничивания: изменение намагниченности  $\Delta I$  при возрастании или убывании напряженности магнитного поля  $H$  прямо пропорционально этому изменению  $\Delta H$ . Для магнитомягких материалов на данном этапе намагничивание обусловлено процессами обратимого смещения доменных границ, но оно не наблюдается, если материал обладает сильно выраженной



одноосной магнитной анизотропией. Для магнитотвёрдых материалов, наоборот, решающее значение имеют процессы вращения вектора намагниченности  $\vec{I}$  в доменах [22]. В области Рэлея (рис.7(II)) в аналитической зависимости  $I(H)$  добавляется дополнительное слагаемое: намагниченность образца квадратично возрастает относительно изменения напряженности внешнего магнитного поля:

$$I = \chi_H H + RH^2 \quad (12)$$

$R$  – постоянная Рэлея. Намагничивание на данном этапе в основном осуществляется за счёт, как обратимых, так и не обратимых процессов смещения доменных границ. На участке наибольших проницаемостей (рис.7(III)) можно отметить значительный рост намагниченности магнетика. Величина дифференциальной магнитной восприимчивости достигает максимума :

$$\chi_D = dI/dH \quad (13)$$

При увеличении напряженности внешнего магнитного поля на этом участке намагниченность образца будет испытывать ступенчатое изменение, так называемый «эффект Баркгаузена», который связан с необратимым смещением доменных границ в образце, то есть росте доменов «одного знака» за счёт убыли доменов «другого». Здесь наблюдается и такое явление как магнитная вязкость, связанное с запаздыванием во времени изменения намагниченности  $\Delta I$  относительно изменения поля  $\Delta H$ . Конечной границей данной области можно считать те значения магнитных полей, при которых магнитная восприимчивость, достигнув максимума, испытывает сильный регресс. Здесь значительную роль играют процессы вращения вектора намагниченности в домене.

При приближении намагниченности  $I$  к насыщению начинается область IV (рис.7(IV)). Изменение намагниченности ферромагнетика возможно лишь путем поворота вектора намагниченности  $\vec{I}$  вдоль направления внешнего

магнитного поля  $\vec{H}$ . Нередко при достаточно больших полях можно увидеть незначительный рост намагниченности образца. Данный участок соответствует парапроцессу (рис.7(V)). Это явление связано с выстраиванием элементарных магнитных моментов, отклоняемых тепловым движением, вдоль вектора напряженности магнитного поля  $\vec{H}$ . Количественный прирост намагниченности достаточно мал. Для процессов намагничивания ферромагнетиков в основном характерна их необратимость. Одному и тому же значению магнитного поля могут соответствовать различные значения намагниченности. Эта особенность поведения магнитного вещества называется гистерезисом (рис.8).

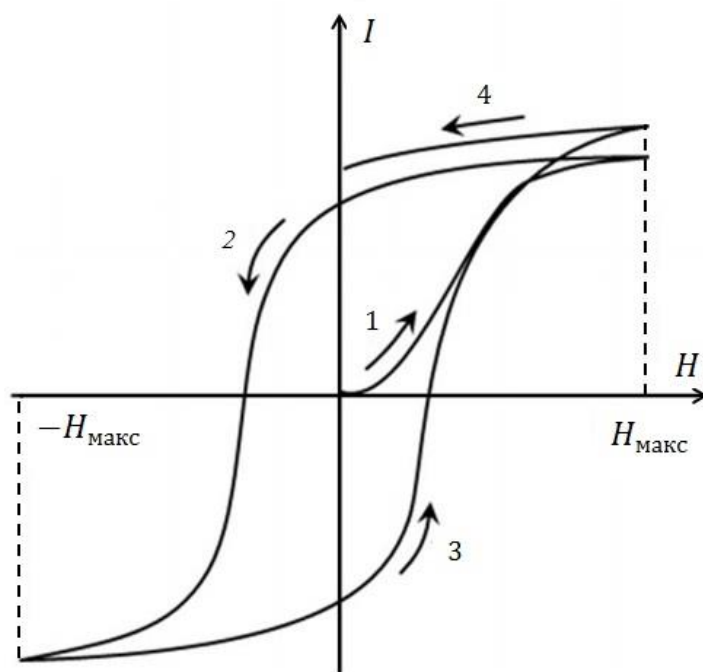


Рис.8 Схематическое изображение петли гистерезиса.1) первоначальное намагничивание внешним магнитным полем до значения  $+H_{\text{макс}}$ ; 2) последующее уменьшение поля до значения, равного  $-H_{\text{макс}}$ ; 3) следующее возрастание поля; 4) уменьшение значения напряженности магнитного поля до нуля.

Отличие в ходе кривых связано с неустановившимся циклом перемагничивания. После нескольких повторений, изменения намагниченности в каждом цикле будут повторяться.

## 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

### 2.1. Полевые измерения. Разработка и создание методики по получению изображений магнитной доменной структуры во внешнем магнитном поле

Для исследования распределения вектора спонтанной намагниченности  $\vec{I}_S$  ферромагнетика на его поверхности и в объеме образца наблюдение доменной структуры является одним из ключевых инструментов микромагнитного анализа[1]. Информация, полученная в ходе исследования выявленной картины доменной структуры, очень важна для определения локальных магнитных свойств экспериментального образца. Об основных методах наблюдения доменной структуры магнетиков было изложено в пункте 1.1. Реализованная в данной работе общая схема методики для автоматической регистрации изображений трансформации доменной структуры магнетиков во внешнем магнитном поле представлена на рисунке 9.

Данный программно-аппаратный комплекс был создан с использованием оборудования лаборатории магнитных материалов Центра коллективного пользования научной аппаратурой и оборудованием Тверского государственного университета. Аппаратная часть комплекса была реализована на базе оптического металлографического микроскопа NEOPHOT-30 (Zeiss), позволяющего выявлять магнитную ДС методом полярного эффекта Керра[2]. При проведении эксперимента важно выбрать такой метод наблюдения, который не окажет сильного воздействия на объект исследования. Используемый магнитооптический метод, основанный на эффекте Керра, является безынерционным, поэтому не вносит изменений в структуру образца.

Различают три типа магнитооптических эффектов Керра: полярный, меридиональный, экваториальный. Разница их заключается во взаимном расположении вектора намагниченности  $\vec{I}$ , плоскости поверхности исследуемого образца и плоскости падения света.

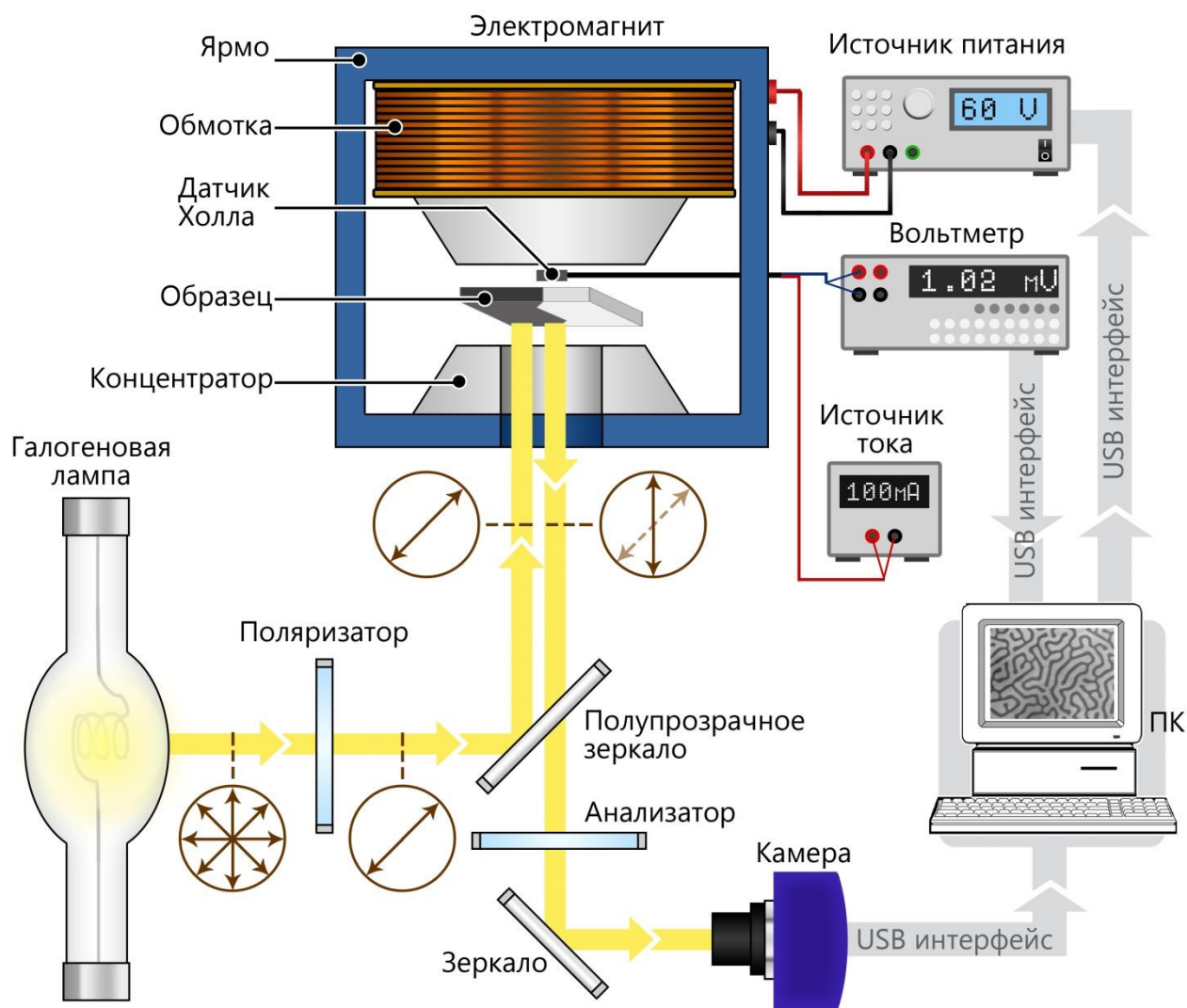


Рис.9. Общая схема методики наблюдения и регистрации изображений трансформации доменной структуры магнетиков в магнитном поле.

В случае полярного типа эффекта Керра вектор намагниченности  $\vec{I}$  перпендикулярен плоскости поверхности образца и параллелен плоскости падения света (рис.10а); меридионального – вектор намагниченности  $\vec{I}$  параллелен как плоскости поверхности объекта, так и плоскости падения света (рис.10б); экваториального – вектор намагниченности  $\vec{I}$  параллелен поверхности образца и перпендикулярен плоскости падения света (рис.10в). Если направление падения света перпендикулярно к плоскости поверхности образца, то полярный эффект Керра является максимальным, а меридиональный и экваториальный не наблюдаются.

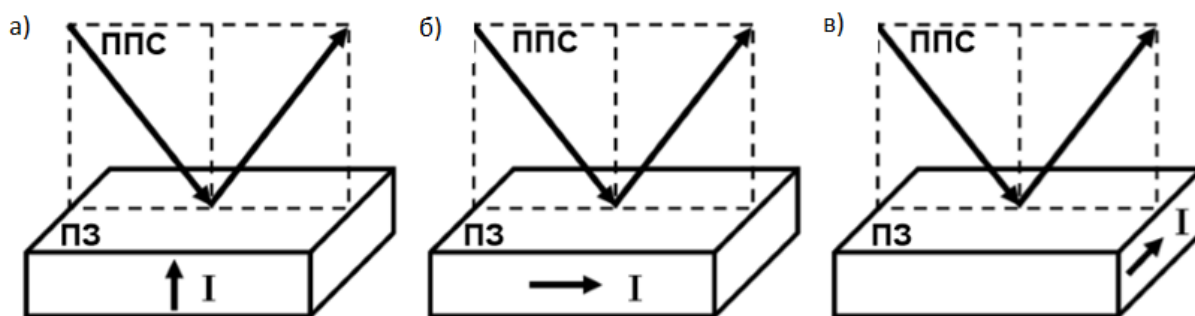


Рис.10. Три типа магнитооптического эффекта Керра: а) полярный, б) меридиональный, в) экваториальный.

Свет, испускаемый галогеновой лампой, установленной в оптическом микроскопе, считается естественным, то есть не обладает поляризацией. Для того, чтобы свет стал поляризованным, колебания вектора напряженности электрического поля  $\vec{E}$  должны совершаться вдоль выделенного направления. Средством достижения этой цели являются поляризационные фильтры в виде стеклянных пластинок с находящейся между ними плёнкой – ацетилцеллюлозой. В поляризационном оптическом микроскопе НЕОРНОТ-30 перед конденсором – зеркально-линзовой оптической системой, собирающей лучи света от источника излучения и необходимой для направления их на поверхность испытуемого образца, помещается поляризатор, за окуляром – анализатор. Поскольку конструкция микроскопа устроена так, что направление света перпендикулярно плоскости поверхности объекта исследования, для наблюдения доменной структуры можно использовать лишь полярный тип магнитооптического эффекта Керра. Однако добавляется важное условие: в ферромагнетике вектор намагниченности  $\vec{I}$  должен иметь перпендикулярную составляющую к поверхности шлифа, который так же должен обладать высоким качеством. Большим преимуществом данного метода наблюдения является возможность исследования перестройки доменов во внешнем магнитном поле и при изменении температуры.

Согласно общей схеме методики (рис.9), естественный свет при прохождении поляризатора становится линейно поляризованным, при помощи полупрозрачного зеркала падает на поверхность шлифа исследуемого образца. При падении линейно поляризованного света на поверхность ферромагнетика плоскость поляризации отраженного луча повернется на угол, зависящий от направления и величины вектора намагниченности  $\vec{I}_S$  в каждом домене. Выявленное изображение чередования «светлых» и «тёмных» участков – доменной структуры через оптический канал микроскопа выводится на цифровую камеру Levenhuk M800PLUS. Её технические характеристики: максимальное разрешение: 3624x2448, число мегапикселей: 8, формат изображений: \*.jpg, \*.bmp, \*.png, \*.tif, кадровая частота: 1.9 кадров в секунду при максимальном разрешении, 8 кадров в секунду при разрешении 1600x1200, 27 кадров в секунду при разрешении 800x600, время выдержки: 0,4-2000 мс, питание осуществляется через кабель USB 2.0. Для осуществления связи с компьютером используется программное обеспечение Levenhuk.

Для того чтобы наблюдать процессы трансформации доменной структуры ферромагнетика во внешнем магнитном поле, необходим источник магнитного поля. В данной методике в его качестве используется электромагнит – устройство, которое создаёт магнитное поле при прохождении тока через него. Он представляет собой катушку, в которую помещён ферромагнитный сердечник. Поскольку вес электромагнита не позволяет непосредственно расположить его на столике оптического металлографического микроскопа, для его крепления над объективом была изготовлена станина, основание которой жёстко закреплено. При протекании тока по проводнику в катушке создаётся магнитное поле, силовые линии которого пронизывают сердечник. Для концентрации силовых линий магнитного поля, созданного электромагнитом, в конструкции предусмотрено ярмо с отверстием, диаметр которого равен диаметру используемого усилителя магнитного потока (концентратора).

Главной особенностью конструкции электромагнита является возможность наблюдения ДС на базисной плоскости при намагничивании образца вдоль ОЛН. Для этого в нижнем концентраторе имеется отверстие, через которое свет падает на исследуемый объект.

Закономерность работы электромагнита такова: увеличивая ток на намагничивающей обмотке, увеличивается и магнитное поле им созданное. Однако этот процесс продолжается до наступления магнитного насыщения. На рисунке 11 представлена кривая зависимости индукции магнитного поля в зазоре электромагнита от выходного напряжения/тока, подаваемого на катушку.

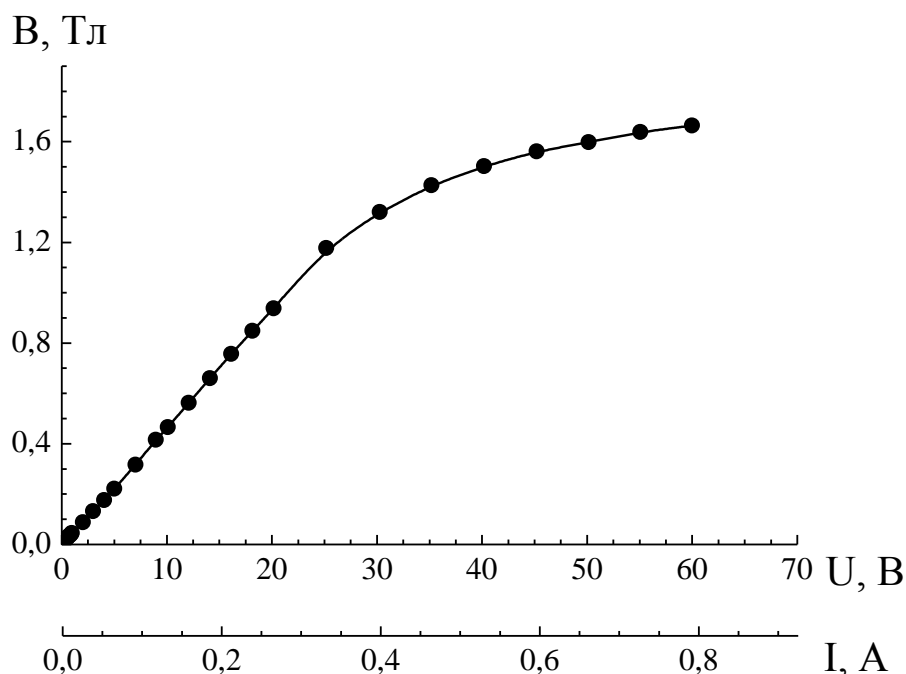


Рис.11 Зависимость индукции магнитного поля в зазоре электромагнита от выходного напряжения/тока.

При подаче напряжения до значения  $\approx 25\text{В}$  зависимость имеет линейный характер. На данном этапе рост поля объясняется процессом намагничивания сердечника. Насыщение ярма, сердечника, полюсов электромагнита приводит к уменьшению роста индукции магнитного поля в зазоре при увеличении напряжения. На этом участке вольтовой характеристики основной вклад в

магнитное поле вносит обмотка. Максимальное поле, которое возможно достичь при выходном напряжении 60В в зазоре 1 мм равно 1,7 Тл.

Для того чтобы регулировать создаваемое магнитное поле электромагнитом, увеличивая напряжение/ток, используется импульсный программируемый источник питания АКПП-1141. Диапазон выходного напряжения: 0-60В, выходного тока: 0-6А. Дискретность, равная 1мВ/0,21мА, позволяет с высокой точностью управлять полем[2]. Во время проведения эксперимента величина магнитного поля измеряется при помощи датчика Холла, закрепленного в специально изготовленном корпусе и расположенного непосредственно на полюсном наконечнике электромагнита. Датчик представляет собой полупроводниковую прямоугольную пластину с четырьмя контактами: первая пара контактов является токовой, вторая – потенциальной. Принцип работы основан на эффекте Холла. Если пропустить вдоль пластины постоянный электрический ток, а линии магнитной индукции будут направлены перпендикулярно поверхности проводника, то на боковых гранях возникнет так называемая Холловская разность потенциалов  $U_{\text{хол}}$ . Именно её фиксирует вольтметр В7-78/3. Величина тока, подаваемая с источника постоянного тока равна 100мА. Важной характеристикой датчика Холла является его чувствительность  $\gamma$ . Для нахождения величины индукции внешнего магнитного поля используют формулу:

$$\vec{B} = U_{\text{хол}}/\gamma \quad (14)$$

Чувствительность датчика Холла, используемого в данной методике равна 0,63 мкВ/мТл. Чтобы найти величину напряженности магнитного поля в системе СГС необходимо полученное значение индукции магнитного поля умножить на 10000.

Все измерительные устройства через различные интерфейсы имеют связь с компьютером. Это позволяет проводить исследования перестройки доменов магнитных образцов полностью в автономном режиме.



## 2.2. Температурные измерения. Разработка и создание методики по получению изображений магнитной доменной структуры в режиме изменяющейся температуры

Упорядочение атомных магнитных моментов в кристаллической решётке в магнитоупорядоченных веществах определяется обменным взаимодействием, разупорядочение – тепловым движением атомов[3].

Важнейшей характеристикой ферромагнетика является спонтанная намагниченность  $I_s$ . Под действием внутреннего молекулярного поля соседние спиновые магнитные моменты атомов ориентируются параллельно друг другу, возникает дальний магнитный порядок. Но ферромагнитные свойства могут наблюдаться только до достижения некой характеристической температуры  $T_C$ , называемой температурой Кюри. При нагревании тепловые флуктуации атомов стремятся разрушить спиновое упорядочение. Важные технические характеристики такие, как намагниченность насыщения  $I_s$ , остаточная индукция  $B_r$ , коэрцитивная сила  $H_C$  при увеличении температуры уменьшаются. При температуре, которая выше температуры Кюри  $T_C$ , самопроизвольная намагниченность стремительно уменьшается до 0, вещество

считается парамагнитным. На рисунке 12 представлена зависимость спонтанной намагниченности от температуры.

Разрушение ферромагнитных связей происходит постепенно. При низких температурах ферромагнитный образец находится в упорядоченном состоянии, разрушение параллельной ориентации магнитных моментов происходит достаточно слабо. При дальнейшем увеличении

температуры нарушение ориентации спинов облегчается, энергии для

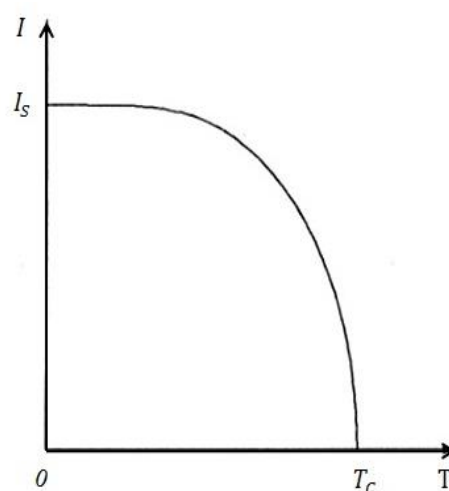


Рис.12 Зависимость спонтанной намагниченности от температуры

разупорядочения требуется меньше. При температуре Кюри все обменные связи разрушаются и магнитный порядок исчезает.

Для выявления доменной структуры магнетиков при изменяющейся температуре была создана методика, схема которой изображена на рисунке 13.

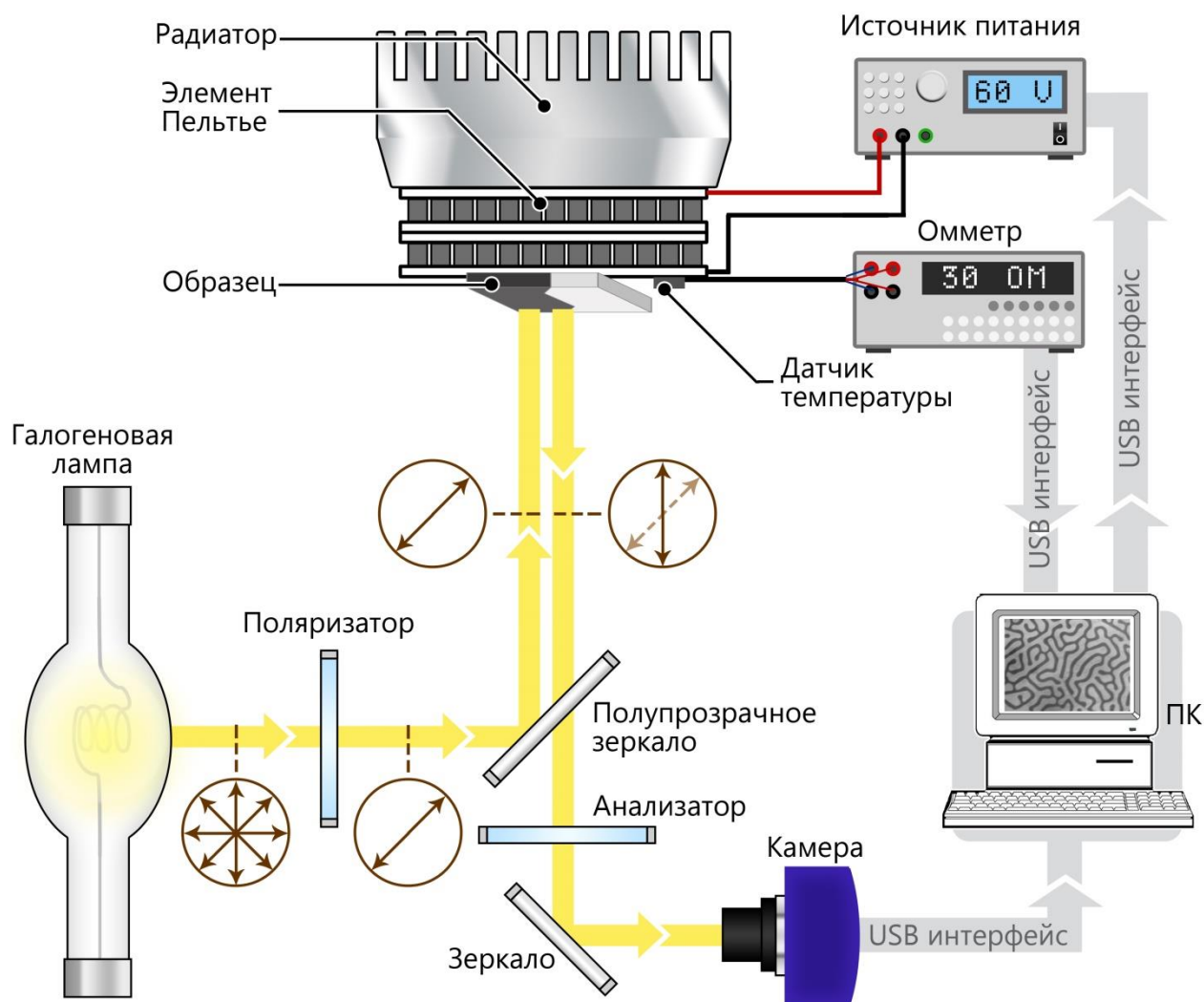


Рис.13 Схема методики наблюдения и автоматической регистрации изображений доменной структуры в режиме изменяющейся температуры.

Отличие от методики исследования доменной структуры при изменяющемся внешнем магнитном поле состоит лишь в устройстве, отвечающем за режим проведения исследований. При полевых измерениях это был электромагнит, при температурных – сборка из Пельтье элементов.

Элемент Пельтье – термоэлектрический преобразователь, принцип действия которого основан на эффекте Пельтье. Это явление, при котором выделяется или поглощается тепло при прохождении электрического тока в месте соединения двух разных проводников. Открыт этот эффект был в 1834 году благодаря французскому учёному Ж.Ш. Пельтье.

Минимальной единицей термоэлектрического модуля является термопара – спай p- и n- проводников. При пропускании через термопару электрического тока на контакте n-p будет происходить поглощение тепла, на p-n – его выделение. При изменении полярности подаваемого тока участок n-p будет нагреваться, p-n – охлаждаться. Элемент Пельтье – совокупность большого числа пар разноимённых полупроводников. Конструкция такова, что охлаждающие или нагревающие переходы расположены на противоположных сторонах модуля. В электрическом рассмотрении между собой они соединяются последовательно (рис.14). Термопары устанавливаются между двух пластин из керамики, соединяются при помощи медных шин. Количество термопар в некоторых технических конструкциях доходит и до нескольких сотен, поскольку мощность элемента Пельтье зависит и от их количества. Температурная разность, которая может получиться между нагреваемой и охлаждаемой сторонами термоэлектрического модуля, достигает 70°C.

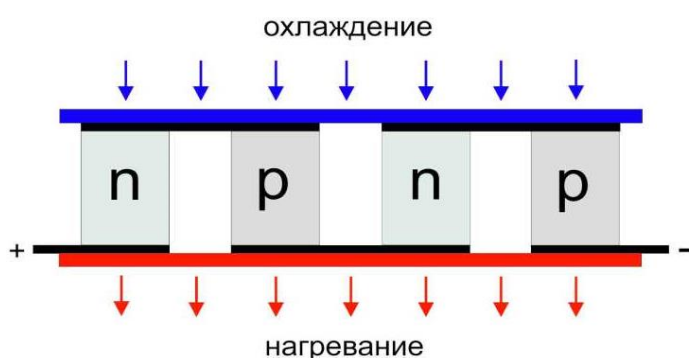


Рис.14. Схема устройства термоэлектрического модуля, состоящего из двух термопар, принцип работы которого основан на эффекте Пельтье.

Повышение температуры одной стороны элемента Пельтье происходит за счёт охлаждения другой стороны. Поэтому отвод тепла в окружающую среду от горячей стороны модуля осуществляется с помощью радиатора. Для увеличения градиента температур в данной методике используется

последовательное соединение 2 элементов Пельтье. Из преимуществ можно выделить: проведение исследований процесса перестройки ДС как при нагревании, так и при охлаждении, бесшумная работа, небольшие размеры и вес, отсутствие движущихся деталей и механизмов, непосредственный контакт образца с нагреваемой/охлаждаемой поверхностью, возможность плавного регулирования мощности нагревания или охлаждения.

Подача питания на сборку из модулей Пельтье осуществляется с импульсного программируемого источника питания АКПП-1141. Диапазон выходного напряжения: 0-60В, выходного тока: 0-6А. В конструкции для определения реальной температуры используется температурный датчик Pt-1000. Температурный диапазон для данного платинового датчика составляет от -70°C до +500°C. Являясь платиновым термометром сопротивления, Pt-1000 обладает высокой стойкостью к окислению и большой точностью измерения. Принцип работы основан на измерении электрического сопротивления при изменении температуры. При температуре, равной 0°C, сопротивление датчика равно 1кОм, согласно техническим характеристикам.

Измерение сопротивления в данной методике производится при помощи вольтметра В7-78/3 четырёхконтактным методом. Двухконтактный метод не достаточно точен, поскольку омметр измерит сопротивление цепи: сопротивление соединительных проводов и сопротивление самого датчика. Измеряя первой парой проводов силу тока, проходящего через термосопротивление, а второй – напряжение на его выводах, можно рассчитать сопротивление самого компонента, используя закон Ома. По проводам, подключенным к вольтметру, ток будет протекать незначительный, а значит, и падение напряжения на них будут достаточно малым и им можно пренебречь. Значение, измеренное вольтметром, будет равно значению, если бы вольтметр был бы подключен непосредственно к самому датчику. Падение напряжения на токовых проводах не будет измерено вольтметром, поэтому на расчёты сопротивления это никак не повлияет. Данный метод измерения сопротивления называется методом Кельвина.

Для получения реальной температуры измерения была проведена градуировка датчика Pt-1000, используя термопару. На рисунке 15 представлена таблица измеренных сопротивлений и соответствующих им температур.

$t, ^\circ\text{C}$	R, Ом	$t, ^\circ\text{C}$	R, Ом
-10,99203	957,89682	50,83447	1201,29306
-9,27358	965,04634	55,33248	1216,06092
-7,33916	973,0163	58,77442	1227,83006
-5,17936	982,97874	63,49911	1244,44522
-1,95845	996,30107	69,07638	1265,625
2,11368	1014,11517	73,57016	1282,33146
6,18304	1029,5483	78,51531	1298,94663
10,0425	1045,91796	81,95173	1313,3427
13,69538	1060,41235	85,80922	1325,5618
18,20813	1078,30056	90,10135	1341,08146
22,71758	1095,99719	93,10312	1351,05337
28,08171	1115,81461	96,32222	1362,14888
31,08453	1128,16011	101,049	1378,79213
35,79041	1146,0323	105,97952	1396,55899
39,02309	1157,16994	110	1409,5014
42,6643	1171,41152	115,00888	1427,39466
46,96562	1186,68147	120	1442,91433

Рис.15 Таблица градуированных данных. Измеренные значения сопротивления и соответствующие им температуры, измеренные с помощью термопары.

Линейно поляризованный свет после отражения от полупрозрачного зеркала падает на исследуемый образец, обладающий самопроизвольной намагниченностью  $I_S$ . Угол плоскости поляризации отраженного луча изменится в соответствии с направлением и значением вектора спонтанной намагниченности  $\vec{I}_S$  домена. Полученное изображение доменной структуры через оптический канал микроскопа выводится на камеру высокого разрешения Levenhuk. Изменяя значение напряжения, подаваемого на модуль Пельтье, данная методика позволяет наблюдать процесс изменения доменной структуры исследуемого образца в режиме изменяющейся температуры.

### 2.3. Компьютерная программа для автоматической регистрации изображений процесса перестройки доменов

Для того чтобы проводить полевые и температурные исследования трансформации доменной структуры магнетиков в автоматическом режиме, была написана компьютерная программа NEOPHOT-30 Ultimate на языке программирования C# в среде разработки Microsoft Visual Studio. Интерфейс представлен на рисунке 16.

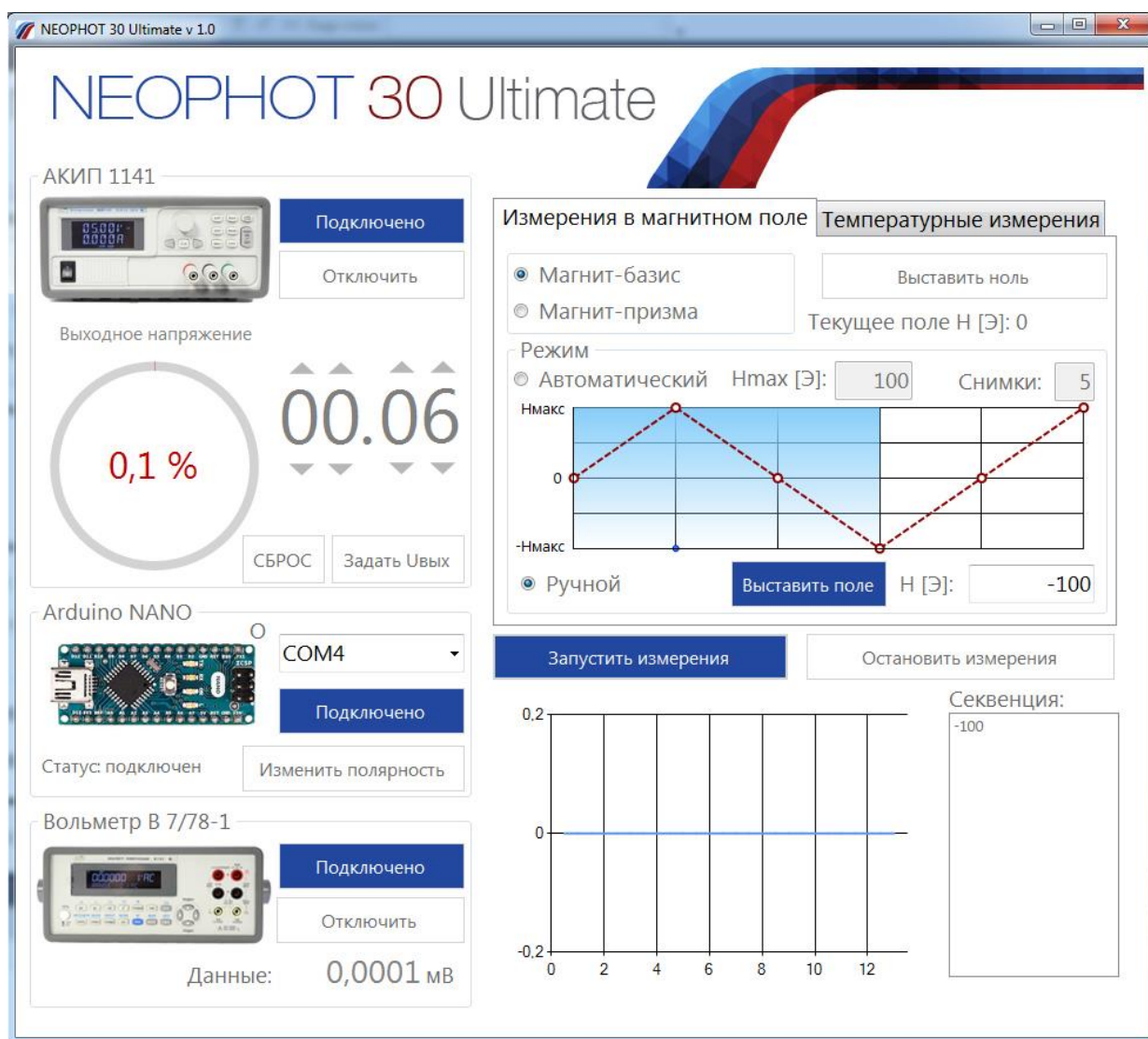


Рис.16. Интерфейс программы для автоматической регистрации изображений доменной структуры во внешнем изменяющемся магнитном поле.

Общий блок устройств, используемых в методиках, расположен слева. Необходимо отслеживать связь со всеми приборами: импульсным

программируемым источником питания АКИП-1141, вольтметром В7-78/3 и Arduino Nano – микроконтроллером для управления полярности напряжения, подаваемого в режиме полевых измерений – на электромагнит, температурных – сборку из элементов Пельтье. При подключении к приборам, кнопка «Подключить» сменит фоновый цвет на синий, что облегчает работу пользователя и означает, что устройства готовы к проведению эксперимента. Значение выходного напряжения можно задавать в ручном режиме: по типу счётчика, выбирая нужные разряды, максимум равен 60,00В. Круговая диаграмма показывает в процентном отношении значение поданного напряжения к максимальному.

Буквенные обозначения «О» или «П» свидетельствуют об обратной или прямой полярности подаваемого напряжения. Изначально пользователь выбирает, какой тип измерений будет осуществлён в эксперименте. Для этого нужно выбрать соответствующую вкладку: измерения в магнитном поле (рис.16) или температурные измерения (рис. 17).

Для полевых измерений возможны два типа: магнит-базис и магнит-призма. В первом случае исследуемая поверхность ферромагнетика сориентирована перпендикулярно оси легкого намагничивания образца, во втором – направлена вдоль неё. В программе возможны два режима измерений: ручной или автоматический. Ручной режим позволяет пользователю выставить любое значение напряженности магнитного поля (до  $14500 \text{ Э (СГС)} = 1,16 \text{ МА/м (СИ)}$ ). В автоматическом режиме, задавая границы значений напряженности магнитного поля, регистрация изображений трансформации доменной структуры будет осуществляться согласно секвенции. Для её заполнения от оператора требуется задать максимальное значение напряженности магнитного поля  $H_{max}$ , количество снимков. Для различных случаев измерения: кривой намагничивания, намагничивания-размагничивания, петли гистерезиса алгоритм заполнения секвенции различен.

При положительной связи со всеми приборами, измерения можно запускать. В программе описаны все возможные случаи для достижения



задаваемой напряженности магнитного поля с учётом полярности выходного напряжения. Значение напряженности магнитного поля в зазоре электромагнита выводится на правую панель полевого блока измерений. Как только оно достигнет значения, указанного в секвенции, изображение доменной структуры с камеры Levenhuk будет автоматически зарегистрировано при помощи одноименного программного обеспечения; каждая измерительная точка в списке выделяется с указанием точного значения магнитного поля на момент съёмки картины ДС. При достижении последнего значения магнитного поля, измерения останавливаются, происходит автоматический сброс подаваемого напряжения до нуля. Весь процесс измерения можно наблюдать на графике  $H(t)$ , где  $t$ -время.

Чтобы сменить тип измерений на температурный, необходимо выбрать соответствующую вкладку «Температурные измерения» (рис.17). Для них так же предусмотрен автоматический или ручной режим. Текущая температура образца, соответствующая измеренному значению сопротивления температурного датчика Pt-1000, наглядно отображается в блоке температурных измерений. Пользователь в ручном режиме может выставить необходимое значение температуры в градусах Цельсия.

Для регулирования напряжения (тока), подаваемого на элементы Пельтье, используется импульсный программируемый источник питания АКПП-1141, выходной сигнал с которого задаётся пропорционально-интегральным дифференциальным регулятором (ПИД-регулятором). Он предназначен для поддержания задаваемого значения температуры. Работа ПИД-регулятора основана на подаче выходного сигнала, соответствующего мощности, необходимой для поддержания температуры на заданном уровне.

Для вычисления значения мощности необходимы три коэффициента: пропорциональный  $K_p$ , интегральный  $K_i$  и дифференциальный  $K_d$ . Пропорциональная составляющая рассчитывается как произведение настраиваемого коэффициента  $K_p$  и разности между текущей температурой и нужной температурой из секвенции. За компенсацию «внешних» воздействий



на объект исследования отвечает интегральная составляющая. Она обладает накопительным эффектом: к предыдущему значению добавляется произведение интегрирующего коэффициента  $K_i$  и ошибки измерения. Третья составляющая - дифференцирующая, компенсирующая влияния задержек между взаимодействием и реакцией системы. Она прогнозирует все отклонения, которые могут быть вызваны задержками на отклик системы или воздействия внешней среды, снижает выдаваемую мощность заранее. Её определяют как произведение дифференцирующего множителя  $K_d$  на разность предыдущей и текущей ошибок. Сумма всех составляющих определяет мощность. В данной программе эти коэффициенты равны:  $K_p=0.008$ ;  $K_d=2$ ;  $K_i=0.00166$ .

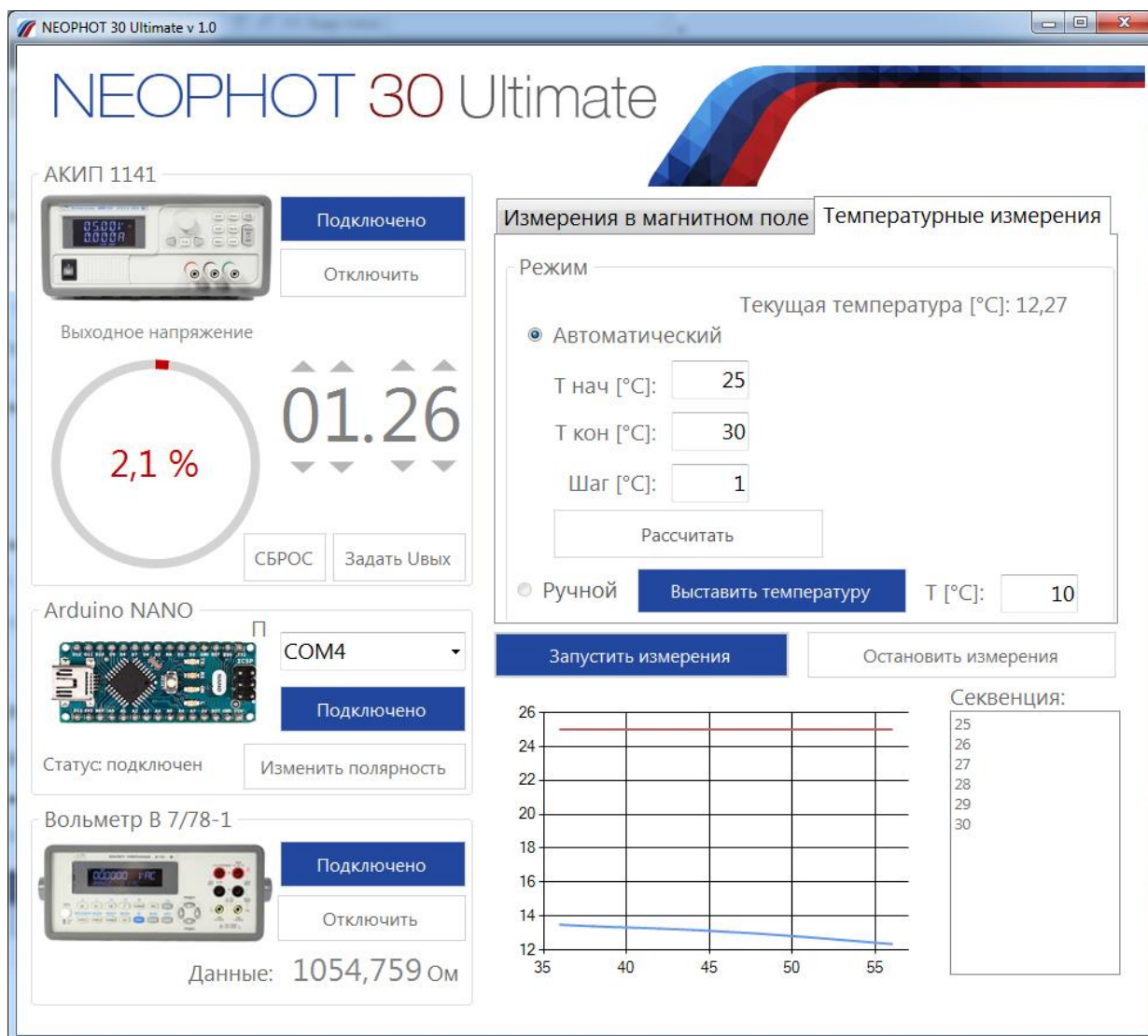


Рис.17. Интерфейс программы для автоматической регистрации изображений доменной структуры в режиме изменяющейся температуры.

## **2.4. Алгоритм построения полевых и температурных зависимостей намагниченности на основе анализа изображений трансформации доменной структуры магнетиков**

Важнейшими технически значимыми характеристиками магнитного материала являются коэрцитивная сила, индукция насыщения, температура Кюри и кривая намагничивания.

Одним из основных способов определения данных параметров и измерения кривых намагничивания, петель гистерезиса, температурных зависимостей намагниченности является метод вибрационного магнитометра. В основу его измерительной схемы положен индукционно-непрерывный метод, который основан на измерении ЭДС индукции, возникающей в системе специальных измерительных катушек при изменении магнитного потока, создаваемого образцом. Изменение магнитного потока достигается путем вибрации образца относительно измерительных катушек. Измерения намагниченности исследуемого образца на вибрационном магнитометре проводятся путем сравнения с намагниченностью эталонного образца отожженного никеля массой  $100 \pm 1$  мг, для которого магнитный момент единицы массы известен с достаточной точностью –  $55,3 \text{ А} \cdot \text{м}^2/\text{кг}$  в поле  $10 \text{ кЭ}$  ( $796 \text{ кА/м}$ ) при комнатной температуре[2].

Магнитная доменная структура является индивидуальной характеристикой магнитного материала и позволяет получить информацию о его локальных магнитных свойствах, что является практически важной задачей при анализе гетерофазных и поликристаллических образцов [1, 17].

Для реализации методики построения полевых и температурных зависимостей намагниченности на основе автоматического анализа изображений трансформации доменной структуры был разработан программный продукт. Программа «Оптический магнитометр» написана на языке C# в среде разработки Microsoft Visual Studio. На рисунке 18 представлен интерфейс данной программы, позволяющей строить полевыми и

температурную зависимость намагниченности в относительных единицах на основе анализа процесса перестройки доменов во внешнем магнитном поле.

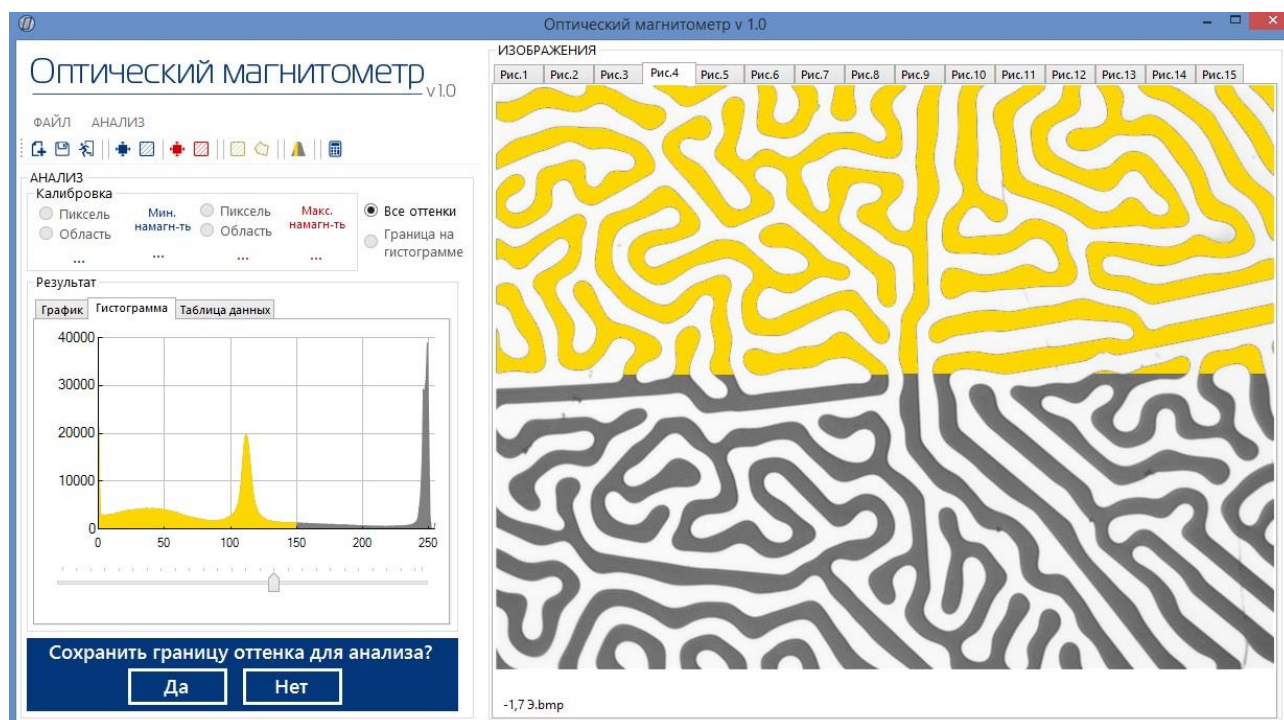


Рис.18. Интерфейс программы, позволяющей по цветовому оттенку пикселей микрофотографий доменной структуры строить температурные и полевые зависимости намагниченности исследуемых ферромагнетиков.

Программа позволяет анализировать одновременно 15 микрофотографий доменной структуры исследуемой поверхности образца. Изображения загружаются в формате \*.bmp. Строка состояния помогает пользователю отслеживать загрузку, по окончании отображается информация о количестве снимков, которые будут проанализированы. Далее оператор должен определиться с областью анализа. Это можно сделать, выбрав меню «Анализ», строку «Задать область анализа». Возможны два варианта: прямоугольная и полигональная фигура, контур которой пользователь определяет сам. Каждый выбранный параметр для процесса исследования трансформации ДС необходимо сохранить: нажать «Да» в специальной форме в левом нижнем углу.

Каждая фотография представляет собой битовую карту-матрицу, в которой хранится цвет пикселя. Поскольку при увеличении/уменьшении внешнего магнитного поля происходит рост доменов одного знака, за счёт убыли другого, то и среднее значение пикселей каждой фотографии будет различно. Анализировать изображения можно либо по всем оттенкам, подсчитывая среднее значение оттенка области, либо задавая границу оттенка пикселей. В первом варианте, необходимо выбрать в меню «Анализ» строку «Провести расчёт», во втором - «Выбрать границу анализа на гистограмме», задать её, сохранить границу оттенка и «Провести расчёт». На рисунке 18 представлен процесс выбора оттенка пикселей фотографий. Если оттенок пикселя принадлежит выбранному интервалу, он окрасится в желтый цвет. Таким образом, рассчитывается процентное содержание пикселей доменов одного знака, к общему количеству пикселей фотографии. Нажимая «Провести расчёт», строка загрузки информирует о состоянии запущенного процесса. Как только появится надпись «Анализ завершён», во вкладке «График» блока «Результат» в случае анализа по всем оттенкам пикселей микрофотографии появится кривая изменения цвета области анализа в зависимости от номера снимка. Во вкладке «Таблица данных» - рассчитанные средние значения оттенка каждого изображения относительно его номера. Для анализа фотографий по выбранной границе на гистограмме, в зависимости от номера снимка строится количество светлой фазы в процентном содержании к общему числу пикселей фотографий.

Так же предусмотрена автоматическая калибровка полученных данных. Пользователь должен выбрать «Цвет пикселя минимальной/максимальной намагниченности», ввести калибровочное значение минимальной/максимальной намагниченности во всплывающем окне. Построенные кривые в соответствии с заданными параметрами при выборе действия «Калибровать» будут отображены в новых координатных осях: относительной намагниченности от параметра зависимости (напряженности магнитного поля в зазоре электромагнита при полевых измерениях,

температуры – в температурных). Табличные данные анализа могут быть сохранены пользователем при нажатии в «Меню» действия «Сохранить».

Для построения кривой намагничивания необходимо в программе для численного анализа данных каждому значению внешнего магнитного поля в зазоре электромагнита сопоставить рассчитанное программой значение относительной намагниченности, поскольку из-за конструкции металлографического оптического микроскопа нельзя количественно связать такие характеристики, как намагниченность домена и контраст изображения.

В работе [21] был предложен аналогичный способ построения полевой зависимости намагниченности на основе анализа изображений перестройки доменов исследуемого образца. Алгоритм заключается в подсчете суммарной площади чёрных областей и разности между площадями черных и белых областей в относительных единицах, приняв площадь фотографии за единицу. Однако данная методика может быть применена только для тонких плёнок, поскольку в них намагниченность доменов направлена в антипараллельные стороны.

Методика, описанная в данной работе, позволяет исследовать не только плёнки, но и объекты со сложной микроструктурой, когда образец является многофазным. Задавая область анализа в виде полигональной фигуры, можно исследовать процессы перемагничивания в отдельных кристаллических зёрнах образца, а также оценивать вклад в эти процессы от различных структурных составляющих. Данный программный продукт был зарегистрирован в Реестре программ для ЭВМ с присвоением номера соответствующего свидетельства №2019662041.

### 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

#### 3.1. Исследования процессов перемагничивания соединения $\text{SmCo}_5$ на основе анализа трансформации доменной структуры во внешнем магнитном поле

В качестве объекта исследования был выбран образец  $\text{SmCo}_5$ , т.к. это соединение характеризуется магнитокристаллической анизотропией типа «лёгкая ось» при комнатной температуре и является высокоанизотропным (поле анизотропии  $H_A \approx 400$  кЭ, намагниченность насыщения  $4\pi I_s \approx 10$  кГс). Исходный сплав был получен из высокочистых материалов методом индукционной плавки в атмосфере аргона. После механических обработок (удаление окислов с поверхности сплава, снятие механических напряжений) образец представлял собой одно зерно сплава сферической формы, на основе которого изготавливался шлиф. Для получения чётких изображений доменной структуры, используя магнитооптический эффект Керра, необходимо выполнение требования, связанного с высоким качеством шлифа поверхности во избежание рассеяния света на дефектах (царапинах, трещинах, местах выкрашивания образца). Ориентация поверхности производилась при помощи постоянного магнита с дальнейшей фиксацией положения при помощи эпоксидного клея. Процесс шлифования осуществлялся вручную сначала на стеклянных пластинах, используя алмазные пасты с крупностью частиц абразива от 10 до 3 мкм, а затем полировкой на пастах крупностью от 2 до 0,5 мкм на фильтровальной бумаге. В дальнейшем проводилась электролитическая полировка исследуемой поверхности.

Готовый образец крепился к электромагниту с помощью двустороннего скотча так, чтобы лучи света, проходя через концентратор, падали непосредственно на поверхность объекта. Направление внешнего магнитного поля совпадало с направлением оси лёгкого намагничивания образца. Максимально достигнутая напряженность магнитного поля в процессе



измерения составила  $H=12175\text{Э}$  (967 кА/м). На рисунке 19 представлены некоторые микрофотографии выявленной доменной структуры образца  $\text{SmCo}_5$ , полученные при помощи методики выявления и автоматической регистрации изображений перестройки ДС магнетиков.

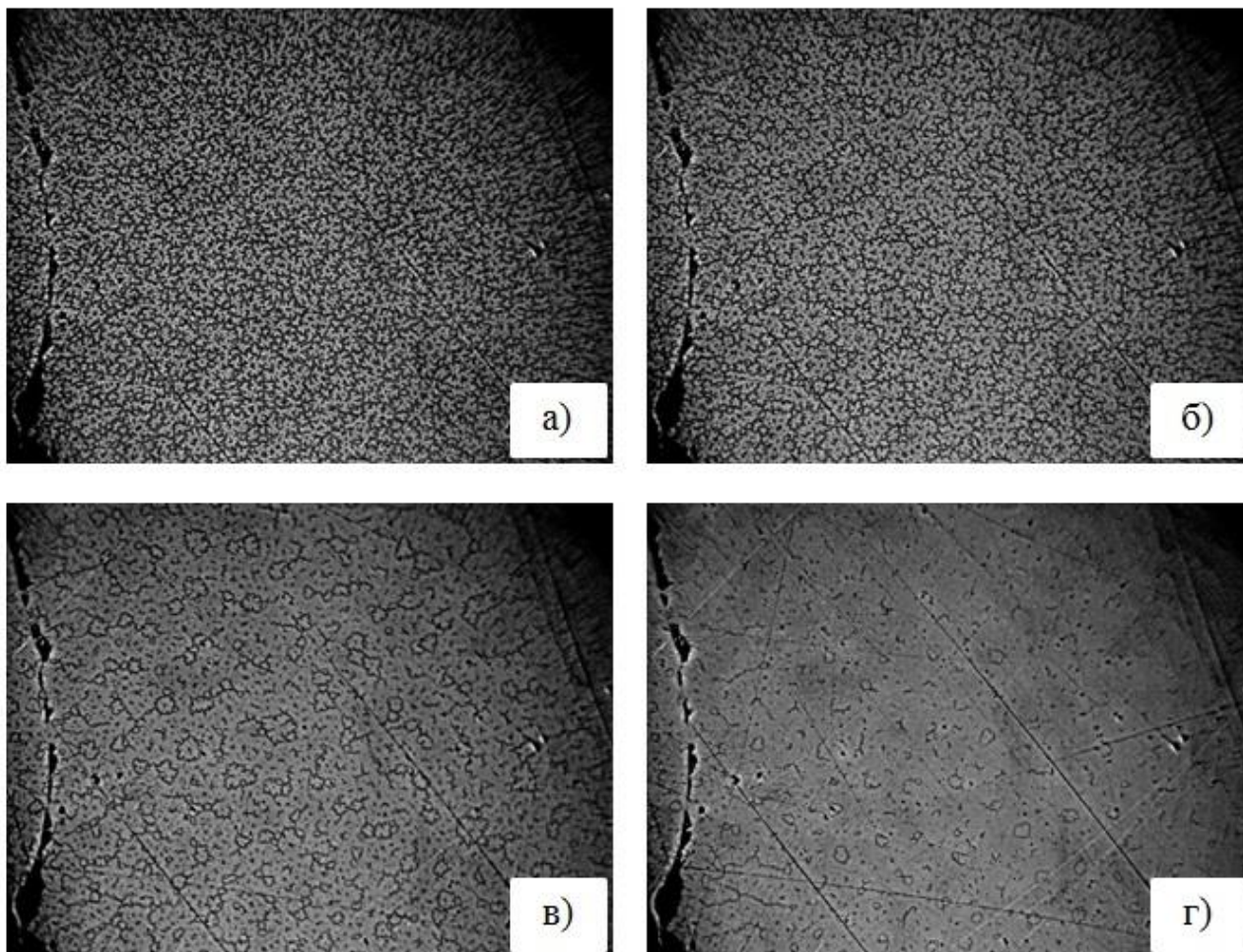


Рис.19. Микрофотографии доменной структуры образца  $\text{SmCo}_5$ , снятых при различных значениях напряженности внешнего магнитного поля: а)  $H=15\text{Э}$  (1,2 кА/м), б)  $H=4107\text{Э}$  (327 кА/м), в)  $H=8024\text{Э}$  (639 кА/м), г)  $H=12175\text{Э}$  (967 кА/м).

Доменная структура интерметаллического соединения  $\text{SmCo}_5$  на базисной плоскости представляет собой, так называемую структуру «звёздочек»[7]. Анализируя изображения, можно сделать вывод, что намагничивание осуществляется за счёт смещения доменных границ, которые в свою очередь имеют свойство задерживаться на структурных неоднородностях.

13 микрофотографий процесса перестройки доменов были загружены в специализированную программу, позволяющей по цветовому оттенку пикселей фотографий строить полевую зависимость намагниченности, алгоритм которой был описан в пункте 2.4. На рисунке 20 представлен график кривой намагничивания образца  $\text{SmCo}_5$  в виде прерывистой линии, построенной на основе анализа изображений ДС. Каждой точке соответствует микрофотография, зарегистрированная в соответствующем магнитном поле. Для верификации данных также была измерена кривая намагничивания образца методом вибрационного магнитометра, которая представлена на графике сплошной линией.

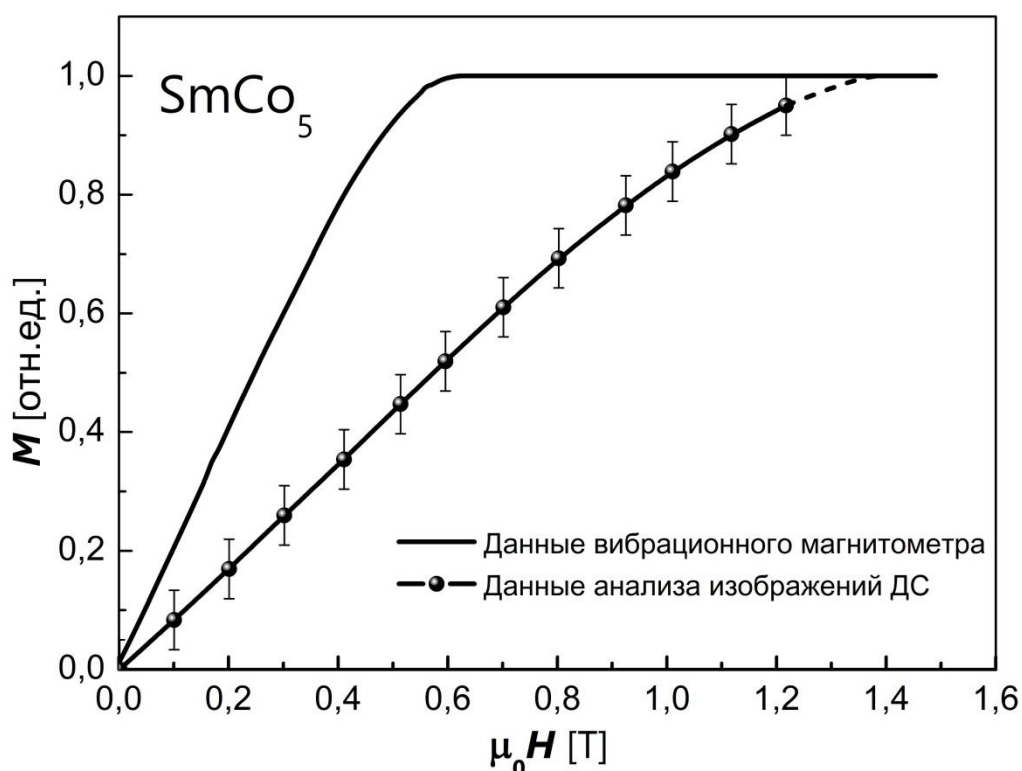


Рис.20 Кривые намагничивания образца  $\text{SmCo}_5$ , полученные методом вибрационного магнитометра вдоль оси легкого намагничивания и по данным анализа доменной структуры поверхности.

Анализируя полученные данные, видно, что ход кривых сильно различается: объем образца намагничивается до насыщения в поле 6 кЭ (477кА/м), а поверхность только при значении напряженности внешнего



магнитного поля порядка 14 кЭ (1114 кА/м). Таким образом, для намагничивания поверхности образца  $\text{SmCo}_5$  требуется внешнее магнитное поле, более чем в два раза превышающее поле насыщения образца, приложенного вдоль оси легкого намагничивания.

### **3.2. Исследование температурной зависимости намагниченности соединения $\text{Mn}_5\text{Ge}_3$ на основе анализа изображений трансформации доменной структуры**

Для исследования трансформации доменной структуры при изменяющейся температуре был выбран образец  $\text{Mn}_5\text{Ge}_3$ . Интерметаллические соединения на основе Mn исследуются как потенциальные новые постоянные магниты без редкоземельных металлов и как магнитные материалы с интересными спин-электронными свойствами [23,24]. В частности, соединение  $\text{Mn}_5\text{Ge}_3$  является перспективным кандидатом для применения его в спиновых устройствах благодаря высокой спиновой поляризации и эффективности инжекции в полупроводниковых матрицах [25,26,27], его термической стабильности и возможности улучшения магнитных свойств.

$\text{Mn}_5\text{Ge}_3$  представляет собой ферромагнитное интерметаллическое соединение, характеризующееся температурой Кюри ( $T_C$ ) вблизи комнатной, при этом ось легкого намагничивания ориентирована вдоль оси  $c$  гексагональной кристаллической структуры. Исследуемый образец представлял собой поликристалл, на основе которого изготавливался шлиф. Его ориентировка осуществлялась в поле постоянного магнита таким образом, чтобы поверхность наблюдения совпадала с базисной плоскостью кристалла. При проведении эксперимента не удалось выявить структуру поверхностных доменов, поскольку соединение при температуре, равной 275К, обладает небольшой намагниченностью  $I \approx 17 \text{ А} \cdot \text{м}^2/\text{кг}$  при напряженности внешнего магнитного поля  $H = 490\text{Э}$  (38 кА/м) согласно данным, полученным с помощью метода вибрационного магнитометра.

Главной характеристикой магнитооптического эффекта Керра является его контраст. Можно предположить, что перпендикулярная составляющая вектора намагниченности образца  $Mn_5Ge_3$  имеет малое числовое значение при данных параметрах исследования, значения рассеивающих полей недостаточны для обнаружения доменов на оптическом микроскопе НЕОРНОТ-30 при использовании эффекта Керра. При выявлении доменной структуры применялась индикаторная пленка феррита-граната планарного типа. В качестве примера на рисунках 21а-г приведены изображения доменной структуры основных доменов, полученные на одном и том же участке шлифа соединения  $Mn_5Ge_3$  при разных значениях температуры.

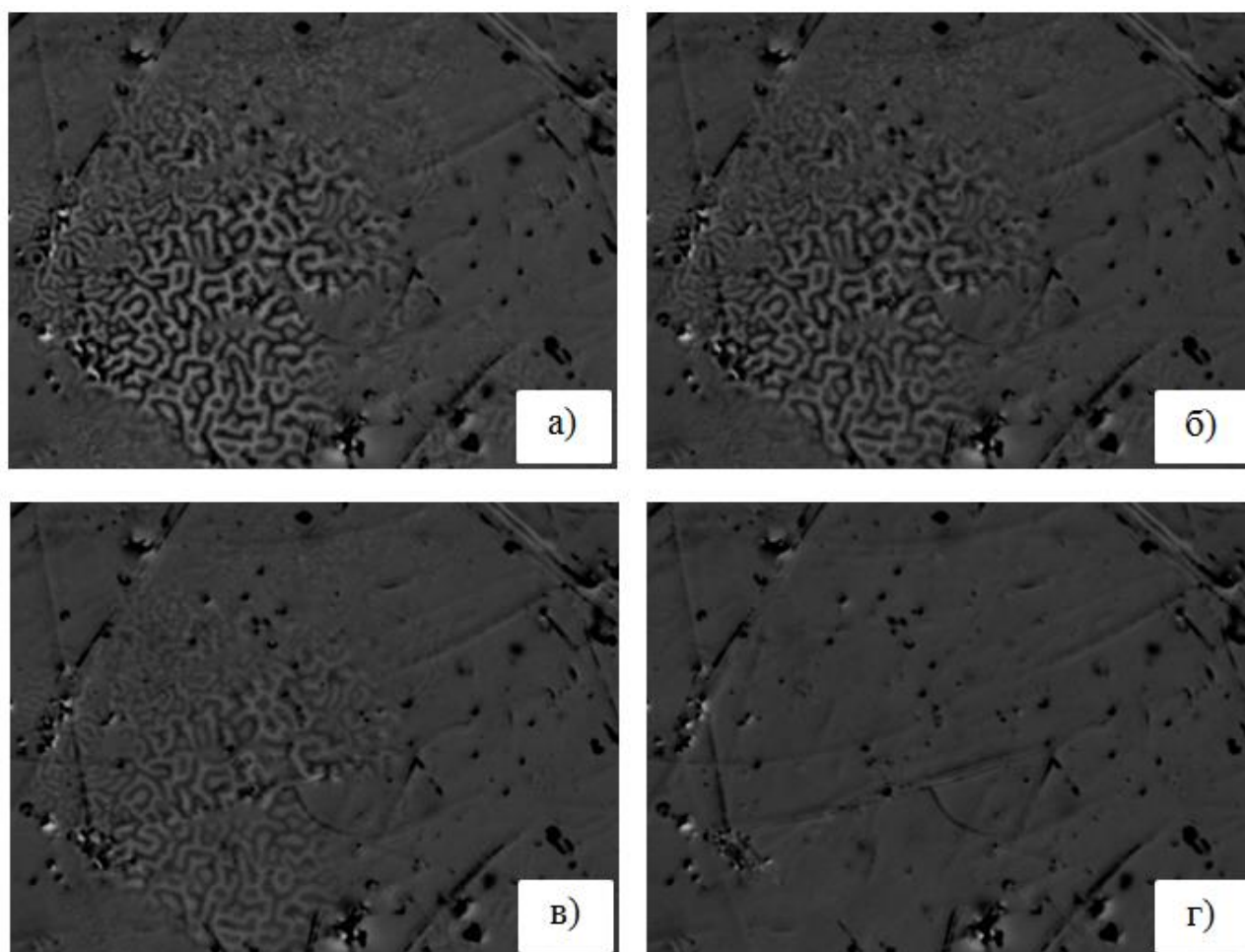


Рис.21. Микрофотографии доменной структуры соединения  $Mn_5Ge_3$ , снятые при температуре: а) 2,8К; б)11,5К; в)15,3К; г)20,6К.

При нагревании тепловое движение атомов решётки старается разупорядочить магнитные моменты, следствием этого является уменьшение величины составляющей намагниченности, которая перпендикулярна поверхности наблюдения, что приводит к изменению контраста изображений доменов.

15 изображений ДС соединения  $Mn_5Ge_3$  были загружены в программу для анализа и построения температурной зависимости намагниченности. Сравнивая средние значения цветности пикселей каждой фотографии, была построена зависимость намагниченности от температуры (рис. 22 кривая с открытыми маркерами).

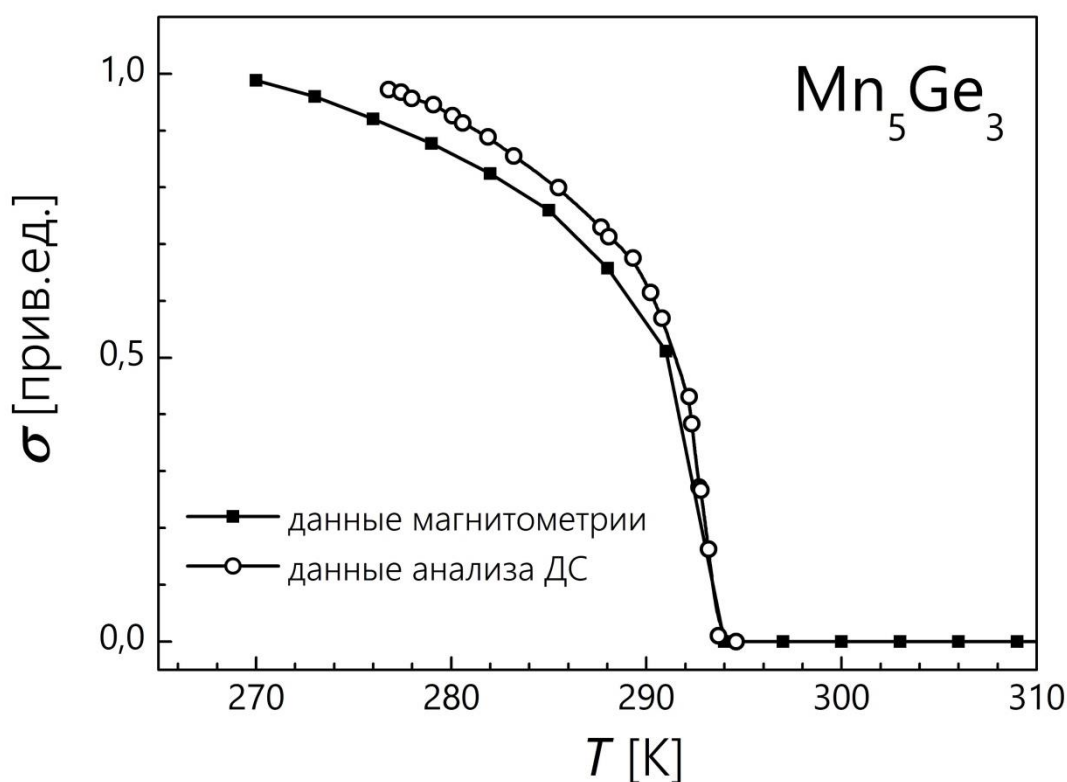


Рис.22 Температурные зависимости спонтанной намагниченности соединения  $Mn_5Ge_3$ , полученные на основе анализа изображений доменной структуры и магнитометрии.

При достижении температуры, равной 294К, контраст полностью пропадает, что соответствует достижению температуры магнитного

упорядочения. Необходимо отметить, что наблюдение трансформации ДС проводилось в отсутствие магнитного поля, поэтому была построена температурная зависимость спонтанной намагниченности образца. Для верификации данных, полученных при анализе ДС, с помощью метода вибрационного магнитометра были проведены исследования полевых зависимостей намагниченности, из которых в дальнейшем была построена кривая зависимости спонтанной намагниченности от температуры (рис.2 кривая с заполненными маркерами). Данная методика позволяет не только наблюдать изменения ДС от температуры, определять температуру магнитного упорядочения, но и исследовать спин-переориентационные переходы.

## ВЫВОДЫ

1. Разработана и создана методика для получения изображений трансформации магнитной доменной структуры для двух типов измерения: полевых - при изменении внешнего магнитного поля; температурных - при изменении температуры.
2. Написаны два программных продукта: для автоматической регистрации микрофотографий изменения доменной структуры магнетиков и программы для анализа данных изображений и последующего построения полевых и температурных зависимостей намагниченности магнетиков, используя алгоритм сравнения средних значений цветности пикселей каждой фотографии.
3. Проведены исследования доменной структуры соединения  $\text{SmCo}_5$  во внешнем магнитном поле. В процессе намагничивания образца происходит трансформация ДС по механизму смещения доменных границ. По полученным микрофотографиям построена кривая намагничивания поверхности, перпендикулярной оси легкого намагничивания. Величина поля насыщения  $H_S$ , рассчитанная из анализа ДС ( $H_S = 12\text{кЭ}$  (955 кА/м)) в два раза превышает значение  $H_S$  объёма образца ( $H_S = 6\text{кЭ}$  (477 кА/м)).
4. Проведены исследования трансформации доменной структуры соединения  $\text{Mn}_5\text{Ge}_3$  при изменении температуры. В процессе увеличения температуры наблюдается уменьшение Керровского контраста, что вызвано разориентацией магнитных моментов вследствие теплового движения атомов. Из анализа ДС была построена температурная зависимость спонтанной намагниченности образца. Ход полученной зависимости хорошо коррелирует с данными измерения намагниченности на вибрационном магнитометре. Температура магнитного упорядочения в обоих случаях совпадает и составляет 294 К.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пастушенков Ю.Г. Магнитная доменная структура. Количественный анализ микромагнитных параметров: Монография. Тверь: Тверской государственный университет, 2007. 3 с.
2. Карпенков А.Ю., Дунаева Г.Г., Ракунов П.А., Семенова Е.М. Метод анализа процессов перемагничивания магнетиков по изображениям магнитной доменной структуры //Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. – 2018. – №. 10. – С. 338-344.
3. Папорков В. А. Температурная зависимость магнитных параметров магнитоупорядоченных веществ : практикум ; Ярославль: Яросл. гос. университет им. П. Г. Демидова: ЯрГУ, 2017. 28 с.
4. Кандаурова Г. С. Хаос, порядок и красота в мире магнитных доменов //Известия Уральского государственного университета. 1997.№ 5. – 1997.
5. Weiss P. L'hypothèse du champ moléculaire et la propriété ferromagnétique. – 1907.
6. Тикадзуми С. Физика ферромагнетизма. Магнитные свойства вещества. Пер. с японского. М.: Мир, 1983. 304 с.
7. Мишин Д. Д. Магнитные материалы: Учеб. пособие для вузов.–2-е изд., перераб. и доп //М.: Высш. шк. – 1991. – С. 384.
8. Barkhausen H. Zwei mit Hilfe der neuen Verstärker entdeckte Erscheinungen //Phys. Z. – 1919. – Т. 20. – №. 17. – С. 401-403.
9. Кандаурова Г. С. Жизнь» магнитных доменов //Наука и жизнь. – 2007. – №. 5. – С. 26.
10. Sixtus K. J., Tonks L. Propagation of large Barkhausen discontinuities //Physical Review. – 1931. – Т. 37. – №. 8. – С. 930.
11. Розинг Б.Л., О магнитном движении вещества //ЖРФХО (часть физ.). - 1892. -№ 24. – С.105
12. Bitter F. Some Properties of Homogeneously Distorted Cubic Ferromagnetic Lattices //Physical Review. – 1932. – Т. 42. – №. 5. – С. 697.

13. Hámos L., Thiessen P. A. Über die Sichtbarmachung von Bezirken verschiedenen ferromagnetischen Zustandes fester Körper //Zeitschrift für Physik. – 1931. – Т. 71. – №. 7-8. – С. 442-444.
14. Landau L., Lifshitz E. On the theory of the dispersion of magnetic permeability in ferromagnetic bodies //Perspectives in Theoretical Physics. – Pergamon, 1992. – С. 51-65.
15. Néel L. Some theoretical aspects of rock-magnetism //Advances in physics. – 1955. – Т. 4. – №. 14. – С. 191-243.
16. Williams H. J., Bozorth R. M., Shockley W. Magnetic domain patterns on single crystals of silicon iron //Physical review. – 1949. – Т. 75. – №. 1. – С. 155.
17. Hubert A., Schäfer R. Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures. – Springer Science & Business Media, 2008.
18. Вонсовский С.В. Магнетизм. М., Наука, 1971, с.778-780, 918
19. Боровик Е. С., Еременко В. В., Мильнер А. С. Лекции по магнетизму. – Физматлит, 2011.
20. Киттель К. Физическая теория доменной структуры ферромагнетиков //Успехи физических наук. – 1950. – Т. 41. – №. 8. – С. 452-544.
21. Шапаева Т.Б., Курбатова Ю.Н., Шапаев Б.А. Определение кривой намагничивания и петли гистерезиса по анализу фотографий доменной структуры плёнки феррит-граната при перемагничивании : лабораторная работа. //Спецпрактикум кафедры магнетизма. Москва: МГУ. – 2017. – С.12.
22. М А. Л. Семенов, А. А. Гаврилюк, Н. К. Душутин, Ю. В. Ясюкевич Магнитные материалы микро- и наноэлектроники : учеб. пособие. Иркутск : Изд-во ИГУ. – 2012. – С.147.
23. Coey J. M. D. Permanent magnets: Plugging the gap //Scripta Materialia. – 2012. – Т. 67. – №. 6. – С. 524-529.
24. Jonietz F. et al. Spin transfer torques in MnSi at ultralow current densities //Science. – 2010. – Т. 330. – №. 6011. – С. 1648-1651.

25. Picozzi S., Continenza A., Freeman A. J. First-principles characterization of ferromagnetic Mn<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> for spintronic applications //Physical Review B. – 2004. – T. 70. – №. 23. – C. 235205.
26. Zeng C. et al. Epitaxial ferromagnetic Mn<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> on Ge (111) //Applied Physics Letters. – 2003. – T. 83. – №. 24. – C. 5002-5004.
27. Gajdzik M. et al. Strongly enhanced Curie temperature in carbon-doped Mn<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> films //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2000. – T. 221. – №. 3. – C. 248-254.