

用克尔磁光效应对 $(\text{Sm}, \text{Gd}, \text{Er})\text{Co}_5$ 磁畴结构的研究*

杨先称 金如良
(中国科学院电子学研究所)

提 要

本文介绍了利用克尔磁光效应观察 $(\text{Sm}, \text{Gd}, \text{Er})\text{Co}_5$ 的磁畴结构,研究了两个内禀矫顽力相差较大的样品在分级磁化和退磁过程中磁畴结构的变化。结果表明,该材料的矫顽力主要受成核机制的控制。因此,为了提高磁体的性能,就应当抑制早期反磁化核的生成,为此,就要求保持成份精确、均匀,提高磁体的致密度,减少杂质、孔洞等缺陷,使磁畴取向尽可能一致。

一、克尔磁光效应

入射的平面偏振光被铁磁物质表面反射时,偏转面都要旋转一个角度,这种现象称为克尔(Kerr)磁光效应^[1-3]。由于各磁畴的磁化方向不同,反射偏振光的旋转角也不同。因此,可用克尔磁光效应来观察磁畴结构。

克尔磁光效应的偏转角是很小的。当样品抛光面垂直于磁化方向时,得到的偏转角最大,也只有 $20'$ 左右^[2],此时,称为克尔极性效应;当抛光面平行于磁化方向时,偏转角则只有 $5'$ 甚至接近于零,此时,称为克尔纵向(或横向)效应。因此,在偏光显微镜下,一般仅能看到克尔极性效应显示的磁畴结构。

采用优质的偏振镜,增强入射光的亮度和缩短波长,加大物镜的数值孔径,插入 $1/4\lambda$ 的波长转换片,适当减小显微镜的孔径光阑和采用倾斜照明等方法,均能提高显微图象的质量。

二、样品的制备

观察试样选用 $(\text{Sm}, \text{Gd}, \text{Er})\text{Co}_5$ 永磁体**。 $(\text{Sm}, \text{Gd}, \text{Er})\text{Co}_5$ 先经熔炼成合金,然后球磨成粉,再在磁场中压制成型,最后用液相法烧结等工艺,制成尺寸约为 $6 \times 6 \times 7\text{mm}$ 的金相用样品。然后对样品垂直于磁化方向的截面进行研磨、抛光(用氧化镁抛光微粉),以获得

* 1983年7月25日收到,1984年7月30日修改定稿。

** $(\text{Sm}, \text{Gd}, \text{Er})\text{Co}_5$ 合金是一种低温度系数 $\alpha < 0.01\%/\text{C}$ ($-50-110^\circ\text{C}$)的永磁材料,主要用于空间行波管,精密仪表等产品中,我们研制的 $(\text{Sm}, \text{Gd}, \text{Er})\text{Co}_5$ 合金的基本性能如下: $B_r = 7600-8200\text{Gs}$, $H_c = 7000-7800\text{Oe}$, $(BH)_{\max} = 14-16\text{MGoe}$ 。

用于观察磁畴结构的抛光面。

我们使用“Nu2”型显微镜,用100W汞灯作光源,仅用一般的加膜起检偏振镜,即能清晰地观察到克尔极性效应的磁畴结构(见图1)。平行于磁化方向的磁畴很难观察到。当观察面与磁化方向约成40°角时,可以观察到条状的磁畴结构(见图2)。

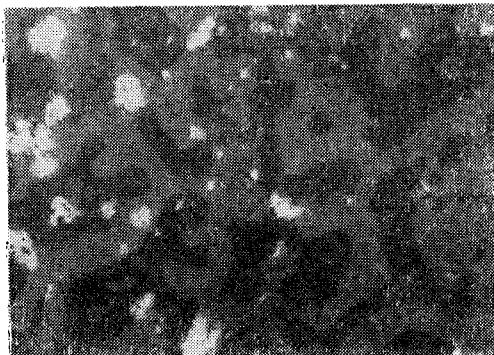


图1 用克尔磁光效应显示的经热处理和淬火后的(Sm、Gd、Er)Co₅的磁畴结构
(1200×, 截面垂直于磁性取向方向)



图2 用克尔磁光效应显示的经热处理和淬火后的(Sm、Gd、Er)Co₅的磁畴结构(1200×, 截面与磁性取向方向之间的夹角约40°)

三、实验方法

为了弄清样品在磁化和退磁过程中磁畴结构的变化,选用内禀矫顽力相差较大的两个样品A、B*作分级磁化和退磁试验。用电磁铁或脉冲磁场分别对样品进行所需的磁化或退磁后,再用显微镜观察样品在相应的剩磁状态下同一微观区域磁畴结构的变化,并测出每一级磁化或退磁后,样品的表面磁场作对比。分级磁化前,在样品磨面的近中心部位,打上显微硬度压痕作标记,确保在分级磁化和退磁过程中能观察同一微观区域磁畴结构的变化,并用照片记录。

* 样品A和B的磁性能: 样品A: $B_r = 7800 \text{Gs}$, $\text{r}H_c = 14900 \text{Oe}$, $\text{b}H_c = 7600 \text{Oe}$, $(BH)_{\max} = 15.2 \text{MGOe}$;
样品B: $B_r = 7600 \text{Gs}$, $\text{r}H_c = 9500 \text{Oe}$, $\text{b}H_c = 6800 \text{Oe}$, $(BH)_{\max} = 14.2 \text{MGOe}$ 。

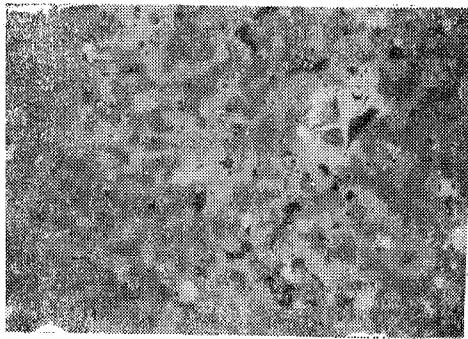
根据以上方法，在分级磁化过程中观察到的磁畴结构的变化情况和样品对应的表面磁场列于表 1。磁畴结构的变化如图 3 所示。同样，在分级退磁过程中的情况列于表 2 和图 4。

表 1 磁性能不同的样品在分级磁化过程中磁畴结构的变化

磁化场 (Oe)	样 品 A		样 品 B		备 注
	磁畴结构的变化情况	表面场 (Oe)	磁畴结构的变化情况	表面场 (Oe)	
热退磁	极性相反的两种磁畴 (180°畴), 体积大致相等, 对外不显示磁性	0	同 A 状态	0	磁中性状态
3000	正向畴迅速扩大, 许多晶粒被磁化成单畴	2550	正向畴(浅色)开始扩大, 少数晶粒被磁化成单畴	1400	
5000	正向畴继续扩大, 只剩下很少量的反向畴	3100	正向畴迅速扩大	2500	
7000	磁畴已接近全部取向, 个别区域仍有少量反向畴	3200	正向畴继续扩大, 照片中还有二个晶粒有反向畴	2900	样品 A 趋近饱和和磁化
10000	样品表面反向畴很少	3300	仍有少量反向畴, 照片中仍有一个晶粒有反向畴	3000	
15000	反向畴极少	3400	磁畴已接近全部取向, 个别区域仍有少量反向畴	3300	样品 B 趋近饱和和磁化
26000	反向畴极少	3400	个别区域有少量反向畴	3300	

表 2 磁性能不同的样品在分级退磁过程中磁畴结构的变化

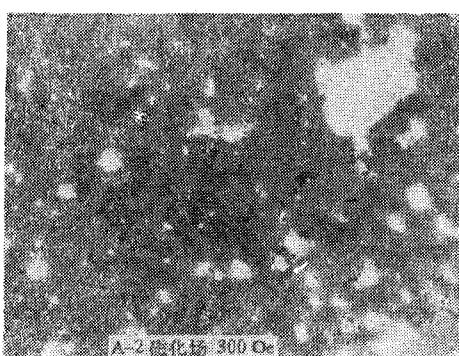
退磁场 (Oe)	样 品 A		样 品 B		备 注
	磁畴结构的变化情况	表面场 (Oe)	磁畴结构的变化情况	表面场 (Oe)	
3000	照片中没有出现反向畴	3400	在原来最难磁化的部位, 已出现反向畴	3300	
5000	从部分晶界开始出现少量反向畴	3400	出现较多的反向畴(黑色)	3000	
7000	反向畴稍有增加	3400	出现更多的反向畴	1600	
9000	反向畴稍有增加	3200	出现大量反向畴	800	
15000	出现大量反向畴	1300	反向畴大量增加, 已超过正向畴	-2000	样品 B 已反向磁化
30000	磁畴已接近全部反向磁化, 仅个别区域有少量反向畴	-2900	反向磁化已趋近饱和, 照片中仍有一反向畴晶粒	-3100	样品 A 已反向磁化
50000	反向磁化已饱和, 个别区域有极少量反向畴	-3200	照片中已无反向畴, 个别区域仍有少量反向畴	-3100	



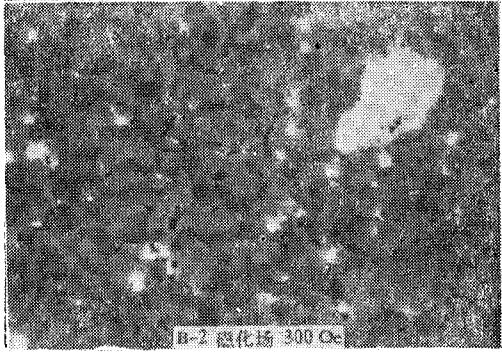
样品 A-1 热退磁



样品 B-1 热退磁



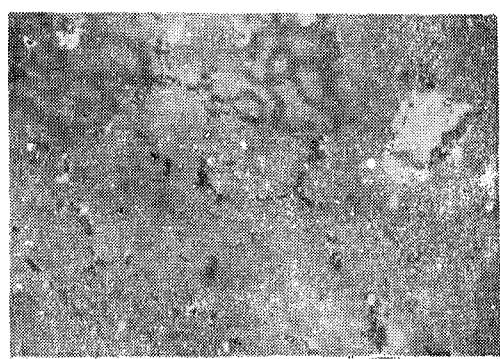
A-2 磁化场 300Oe



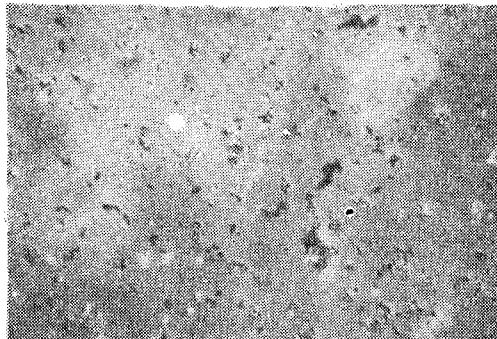
B-2 磁化场 300Oe



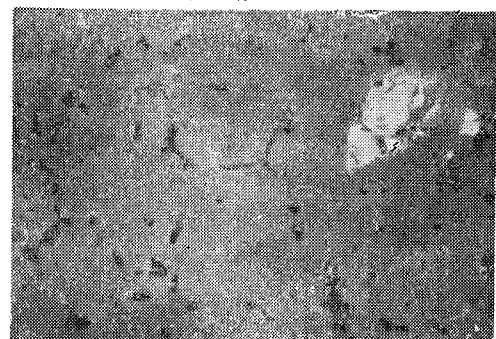
A-3 磁化场 7000Oe



B-3 磁化场 7000Oe

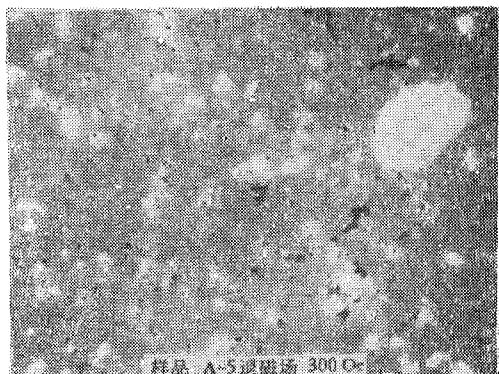


A-4 磁化场 15000Oe

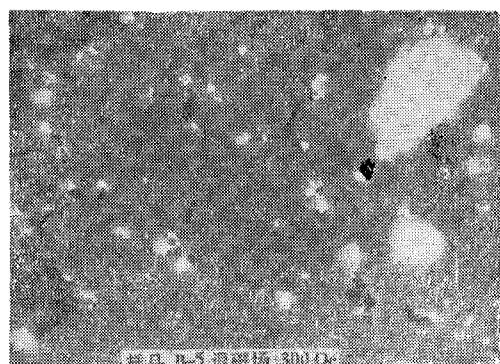


B-4 磁化场 15000Oe

图3 用克尔磁光效应显示的两个磁性能有较大差异的样品(A和B)在分级磁化过程中磁畴结构的变化(同一微区域,600×).



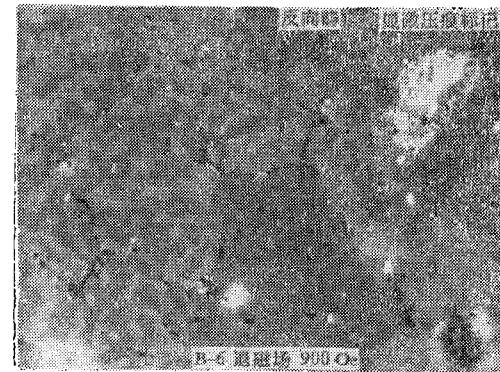
样品 A-5 退磁场 3000Oe



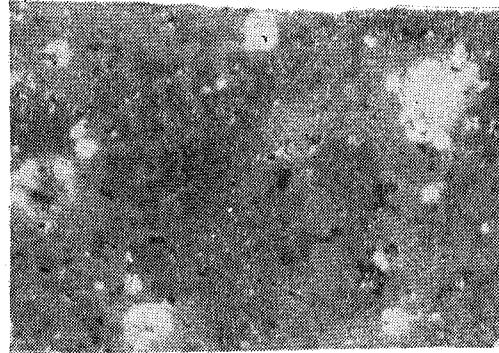
样品 B-5 退磁场 3000Oe



A-6 退磁场 9000Oe



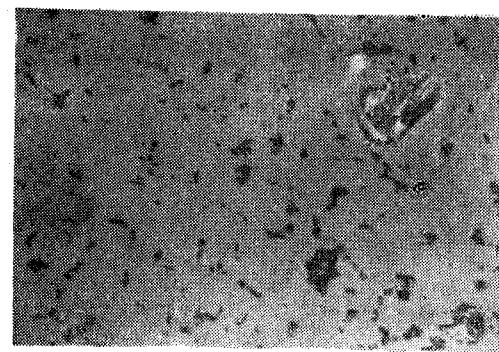
B-6 退磁场 9000Oe



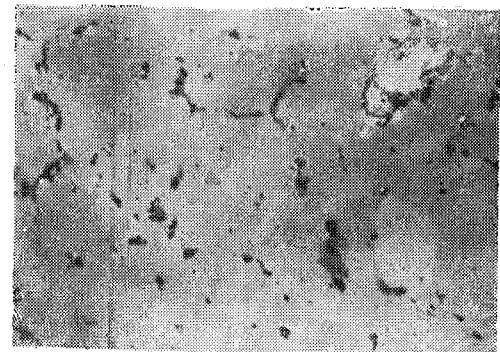
A-7 退磁场 15000Oe



B-7 退磁场 15000Oe



A-8 退磁场 50000Oe



B-8 退磁场 50000Oe

图 4 用克尔磁光效应显示的两个磁性能有较大差异的样品 (A 和 B) 在分级退磁过程中磁畴结构的变化(同一微观区域,600 \times).

四、实验结果和讨论

(一) 热退磁状态下的磁畴结构 利用克尔极性效应观察热退磁状态下的(Sm、Gd、Er)Co₅试样,显示迷宫状的磁畴结构(见图3 A-1, B-1),畴宽约为2.8μm。深色(反向畴)和浅色(正向畴)两种磁畴在数量上大致相等(180°反向畴,磁性互相抵消,样品显示无磁性)。全部晶粒都呈多畴状态。

(二) 分级磁化过程中磁畴结构的变化和对比情况 在分级磁化过程中,随外磁场的逐步增强,磁畴结构在不断变化。总的来说,正向畴迅速扩大,反向畴很快缩小(见图3 A-2, B-2)。样品磁化饱和时,反向畴几乎完全消失,形成单一正向畴(见图3 A-3, B-4)。还发现,正向畴的扩展与晶粒有关,同一晶粒中的正向畴往往在相近的某磁化场附近同时扩展,形成单畴晶粒(见图3A-2),并延伸至邻近晶粒,形成一正向畴群(单畴区,见图3(A-2),(B-3))。微观正向畴群分布较多之处,测得的表面磁场也较强;相反,在个别区域,样品虽经很强的外磁场(3×10^4 — 5×10^4 Oe)磁化,仍残存少量反向磁畴(见图5),此处的表面磁场就比较弱。我们认为,这种情况与样品成份、磁粉取向排列、烧结工艺和杂质多少及其分布等因素有关。

从样品A和B的对比试验表明,磁性能好、矫顽力高的样品A,在较低的磁化场下,就出现单畴晶粒和形成单畴区。饱和磁化后,残存的反向畴很少。从图3可以看出,样品A经3000Oe的磁场磁化后,已大部分磁化;经7000Oe磁化已接近饱和,即成为单一方向正向畴。而样品B,要达到相同的磁化状态,磁化场要分别提高到5000Oe和15000Oe。

(三) 退磁过程中磁畴结构的变化和对比情况 分级退磁过程是从样品的饱和磁化后的剩磁状态(接近单向畴)开始的,与热退磁状态下开始进行的分级磁化情况完全不同。经分级退磁,样品中逐渐出现反向畴,对应于退磁曲线的陡峭部分,出现大量反向磁畴(样品A,退磁场约为15000Oe时,样品B,退磁场约为9000Oe时)。退磁场约等于内禀矫顽力时,样品开始反向磁化,即反向畴数量超过正向畴,再继续加强退磁场,样品迅速反向磁化,直至接近饱和。

显然,在分级退磁过程中,如果样品反向畴群出现得越晚,则其内禀矫顽力越高。

对比样品A和B的磁化和退磁过程发现,在磁化时,较低磁化场下就能磁化并接近饱和的样品(容易磁化),在退磁过程中需要较高的退磁场才出现反向畴。如样品A在7000Oe磁化场下磁化接近饱和,须在15000Oe下退磁才出现大量反向畴。然而,较难磁化(较高的磁化场下,磁化才能接近饱和)的样品,在较低的退磁场下便出现反向畴。如样品B在15000Oe磁化场下磁化接近饱和,却在9000Oe退磁场下便出现大量反向畴。因此,样品A具有较高的内禀矫顽力。显微分析还发现,在磁化时难磁化的微区,即是退磁过程中最先出现反向畴的部位。反向畴由此逐步扩大。

(四) 讨论 我们认为,以上实验结果是符合RCo₅型永磁的磁化机制的。根据文献[4,5]报道,这种材料具有所谓高能窄畴壁的特征。在退磁过程中,起主导作用的是反磁化核的形成和长大,而畴壁的钉扎作用影响较小。样品的磁化是从热退磁状态开始的,在较低的磁化场下畴壁即开始移动,形成正向畴群,甚至单一方向正向畴。而在退磁过程

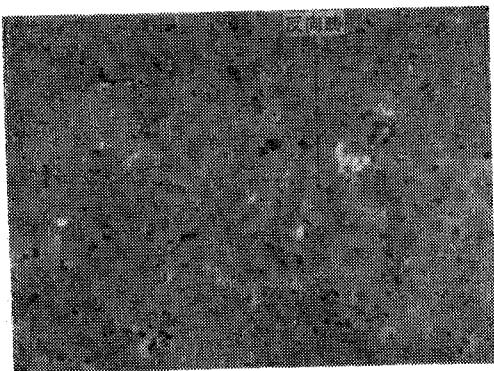


图5 样品A经30000Oe 直流磁场磁化后残存的反向畴(600×,浅色)

中,情况完全不同。样品处于单一方向正向畴状态,首先要形成反磁化核,然后长大,从而产生反向畴。反磁化核的形成需要较高的成核场,因此,内禀矫顽力的大小,由成核场的高低所决定。这就是为什么性能好的样品A,在退磁过程中需要较高的退磁场才能产生反向畴的原因,也是样品A具有较高的内禀矫顽力的原因。

以上讨论和分析表明,(Sm、Gd、Er)Co₅永磁体的矫顽力主要受成核机制所控制。要提高内禀矫顽力,必须提高成核场,尽可能抑制反磁化核的早期生成。从图4的A-6, B-5等照片中发现,往往在孔洞、缺陷、晶界和杂质等部位最先出现反向畴。因为这些部位有较多的成核条件,促使反向畴形成和扩展。实际上,这些部位也正是在磁化过程中最难磁化的部位,而在退磁过程中又容易出现反向畴、磁性能低的那些微区。因此,要提高磁体性能,就应当抑制早期反磁化核的生成,这就要求保持成份精确、均匀,提高磁体的致密度,减少杂质、孔洞等缺陷,使磁畴取向尽可能一致。

在本文写作过程中,得到中国科学院物理研究所李国栋先生的指导和帮助,特此致谢。

参 考 文 献

- [1] 北京大学物理系《铁磁学》编写组,铁磁学,科学出版社,1976年,第95页。
- [2] R. Carey and E. D. Isaac, Magnetic Domains and Techniques for Their Observation, the English Universities, 1966, p66.
- [3] F. A. Jenkins and H. E. White, Fundamentals of Optics, McGraw-Hill Book Company, Inc., 1957, p601
- [4] 李国栋,国外金属材料,1981年,第9期,第34页。
- [5] 杨应昌、何文望、林勤,稀土钴永磁反磁化机制,冶金部第一届永磁材料经验交流会资料汇编,1979年2月,第8页。

A STUDY OF THE DOMAIN STRUCTURE OF (Sm,Gd,Er)Co₅ BY THE MAGNETO-OPTICAL KERR EFFECT

Yang Xiancheng, Jin Ruliang
(Institute of Electronics, Academia Sinica)

A study of the magnetic domain structure of (Sm, Gd, Er) Co₅ magnet by magneto-optical Kerr effect is presented. Two samples with different intrinsic coercive forces are compared one another in their variations in the domain structure during different stages of magnetization and demagnetization.

The results indicate that the coercivity of the magnet made of this kind of magnetic material is mainly controlled by nucleation mechanism. Hence, to improve its magnetic properties, the reversal magnetized nucleation must be restrained. In practise, it can be done by keeping the composition of magnetic materials accurate and homogeneous, increasing the density of the magnet, decreasing the content of impurity and hole, etc..