

05,11

## Кристаллическая структура и магнитные свойства керамики $(\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{Fe}_2\text{O}_4$ с градиентом состава

© В.Н. Шут<sup>1</sup>, С.Р. Сырцов<sup>1</sup>, Л.С. Лобановский<sup>2</sup>, К.И. Янушкевич<sup>2</sup><sup>1</sup> Институт технической акустики НАН Беларуси, Витебск, Беларусь<sup>2</sup> НПЦ НАН Беларуси по материаловедению, Минск, Беларусь

E-mail: shut@vitebsk.by

(Поступила в Редакцию 15 февраля 2016 г.)

По толстопленочной технологии с использованием двухступенчатого режима спекания изготовлена однородная и градиентная многослойная керамика на основе феррита  $(\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{Fe}_2\text{O}_4$  ( $x = 0-0.2$ ). Определены параметры элементарных кристаллических ячеек и значения основных магнитных характеристик: температуры Кюри, удельной намагниченности и магнитной восприимчивости, изучены петли магнитного гистерезиса. Исследованы температурные и полевые зависимости удельной намагниченности и магнитной восприимчивости. Показано, что увеличение содержания цинка в керамике приводит к увеличению удельной намагниченности от 45.30 до 70.95  $\text{A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$  при комнатной температуре и магнитного момента от 2.09 до 3.48  $\mu\text{B}$  вблизи температуры жидкого азота. Увеличение на  $\sim 0.8\%$  параметра  $a$  элементарной кристаллической ячейки вызывает ослабление магнитных обменных взаимодействий между катионами и обуславливает уменьшение температуры Кюри от 790 до 720 К. Изучены особенности намагничивания многослойных структур при двух вариантах воздействия внешнего магнитного поля: параллельно и перпендикулярно плоскости слоев. Сдвига петель магнитного гистерезиса в исследуемых материалах при различной геометрии эксперимента не обнаружено. Проведен анализ возможных причин отсутствия сдвига петель в объемных магнитных материалах с градиентом состава.

### 1. Введение

В физике диэлектрических материалов интенсивно развивается новое направление: разработка структур с изменяющимися по объему характеристиками — градиентных ферроиков (graded ferroics) [1]. Значительный прогресс достигнут в получении и исследовании градиентных сегнетоэлектрических структур различного состава. В частности, создание градиентных структур на основе твердых растворов титаната бария-стронция  $(\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3)$  позволило преодолеть присущий однородным материалам недостаток — их температурную нестабильность, обусловленную значительным изменением диэлектрических характеристик в рабочей области температур [2,3]. Кроме практической значимости градиентные сегнетоэлектрики представляют интерес с точки зрения получения фундаментальных знаний о природе сегнетоэлектрической неустойчивости. В то же время результаты экспериментальных исследований процессов поляризации в градиентных сегнетоэлектриках не подтверждают наличие эффектов (сдвиг петель гистерезиса), предсказанных теорией [4–6]. Единое термодинамическое описание явлений в различных ферроиках (подход Ландау–Гинзбурга) позволило предположить, что подобные эффекты могут проявляться и в других структурах с пространственно изменяющимися характеристиками (составом), в частности в градиентных ферромагнетиках [1]. Так, из уравнения магнитостатики  $\nabla \mathbf{B} = 0$  для вектора магнитной индукции

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M}) \text{ следует, что}$$

$$\nabla \mathbf{H}_{\text{int}} = -\nabla \mathbf{M} \neq 0, \quad (1)$$

т.е. пространственное изменение намагниченности  $\mathbf{M}$  должно приводить к появлению в системе „встроенного“ магнитного поля  $\mathbf{H}_{\text{int}}$  [1,7,8]. Несомненный интерес представляет также создание градиентных магнитных структур и с целью модификации „традиционных“ характеристик материалов: магнитной проницаемости, удельной намагниченности, петель гистерезиса и т.п. В последние годы появились работы, подтверждающие увеличение магнитоэлектрического эффекта в композиционных структурах с градиентной магнитной подсистемой [9,10]. В отличие от сегнетоэлектриков для градиентных магнитных структур объем экспериментальных исследований невелик.

Перспективным объектом для создания градиентной (многослойной) керамики являются магнитомягкие никель-цинковые ферриты  $(\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{Fe}_2\text{O}_4$ . Составы этой системы кристаллизуются в кубической плотноупакованной гранцентрированной структуре пространственной группы  $Fd\bar{3}m$  и представляют собой твердые растворы замещения, образованные двумя простыми ферритами, один из которых  $(\text{NiFe}_2\text{O}_4)$  является ферримагнетиком, а другой  $(\text{ZnFe}_2\text{O}_4)$  — немагнитным материалом. Катионы цинка в элементарной кристаллической ячейке  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  занимают тетраэдрические междоузлия, а катионы железа — октаэдрические. В элементарной ячейке  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  половина ионов железа находится в тетраэдрах, а вторая половина и все ионы

никеля — в октаэдрах. Разбавление твердого раствора немагнитным ферритом вызывает ослабление основного обменного взаимодействия типа А–О–В, что выражается в монотонном снижении температуры Кюри  $T_c$  и возрастании намагнитченности насыщения при увеличении мольной концентрации  $ZnFe_2O_4$  до 30 mol.% в составе феррошпинели [11,12].

Целью настоящей работы является получение многослойной керамики на основе никель-цинковых ферритов  $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$ , а также изучение ее магнитных характеристик.

## 2. Образцы и методы эксперимента

Объектом исследования являлись многослойные структуры  $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$ , состоящие из слоев, содержащие цинка в которых составляло  $x = 0, 0.1, 0.2$ . В качестве исходных компонентов использовались оксиды  $ZnO$  и  $Fe_2O_3$  марки чда и  $NiO$  квалификации ч. Смешивание и помол компонентов осуществлены в шаровой мельнице в присутствии жидкой среды (этиловый спирт) в течение 1 h. Синтез проводился на воздухе в два этапа. На первом этапе синтез осуществлялся при температуре  $1020^\circ C$  в течение 2 h. Далее следовали повторный помол и спекание при температуре  $1020^\circ C$  в течение 1 h. В таких условиях синтезированы поликристаллические порошки  $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$  трех составов:  $x = 0, 0.1, 0.2$ . Из приготовленных порошков методом шликерного литья получали пленки толщиной  $\sim 25 \mu m$  [2]. Однородные структуры (с фиксированной концентрацией цинка) собирались из пленок одинакового состава. Для изготовления градиентных структур совместно прессовались пленки различных составов  $(Ni_1Fe_2O_4 + (Ni_{0.9}Zn_{0.1})Fe_2O_4 + (Ni_{0.8}Zn_{0.2})Fe_2O_4$ , по три пленки каждого состава). Из пакетов вырубались заготовки размером  $5.5 \times 4.0 mm$ . Для уменьшения диффузионных процессов на границах слоев с различным составом был применен двухступенчатый режим спекания образцов. На первом этапе температура полученных заготовок повышалась до максимального значения  $1270^\circ C$ , затем она снижалась до значения  $1100^\circ C$ , при котором осуществлялась выдержка в течение 3 h. Окончательная толщина многослойных образцов составляла  $\sim 200 \mu m$ .

Рентгеноструктурные исследования образцов выполнены при температуре  $\sim 300 K$  с использованием  $CuK_\alpha$ -излучения в режиме съемки дифракционного рассеяния по точкам. Время набора информации в точке составляло  $\Delta t = 3 s$ , шаг сканирования по углу  $\Delta 2\theta = 0.03^\circ$ . При необходимости получения более четких профилей рефлексов использовался следующий режим съемки:  $\Delta t = 5 s$ ,  $\Delta 2\theta = 0.01^\circ$ .

Температурные зависимости удельной намагнитченности  $\sigma = f(T)$  и магнитной восприимчивости  $10^{-2}/\chi = f(T)$  исследованы пондеромоторным методом [13]. Зависимости удельной намагнитченности от

величины индукции магнитного поля  $\sigma = f(B)$  изучены при помощи автоматизированного вибрационного магнитометра фирмы Cryogenic Limited. Исследования проводились при двух вариантах приложения внешнего магнитного поля: параллельно и перпендикулярно плоскости образца.

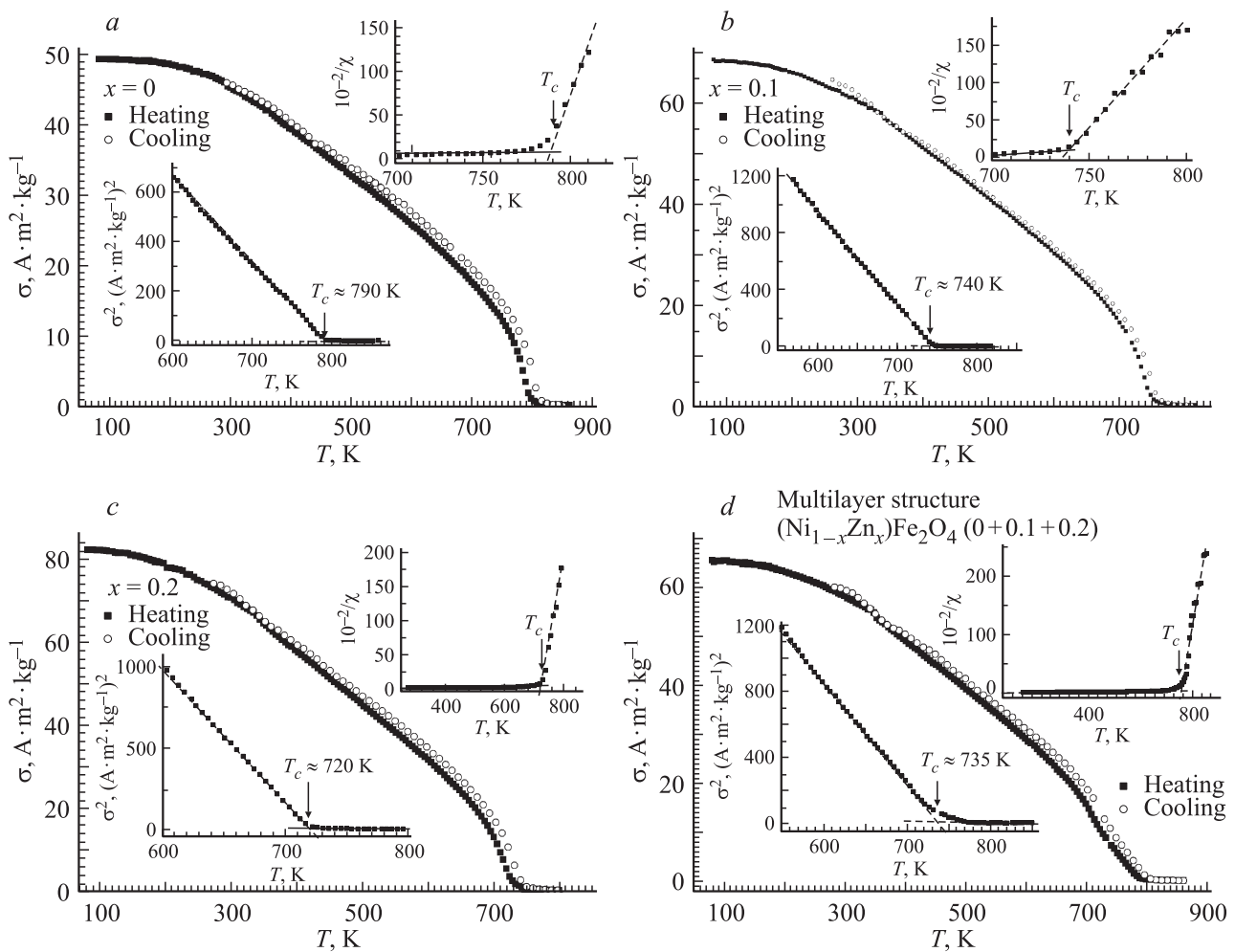
## 3. Результаты эксперимента и их обсуждение

Рентгеноструктурные исследования как однородных, так и градиентных образцов показали, что используемая технология синтеза позволяет получать однофазные структуры в диапазоне концентрации замещения никеля цинком  $x = 0-0.2$ . Результаты дифракционного анализа керамики составов  $NiFe_2O_4$ ,  $(Ni_{0.9}Zn_{0.1})Fe_2O_4$  и  $(Ni_{0.8}Zn_{0.2})Fe_2O_4$  представлены в табл. 1.

Из данных табл. 1 следует, что угловые положения наблюдаемых на рентгенограммах дифракционных рефлексов твердых растворов ферритов системы  $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$  смещаются в сторону меньших углов при изменении концентрации от  $x = 0$  до  $0.2$ . Это указывает на увеличение объема элементарной ячейки при увеличении концентрации цинка. Данный факт подтверждают и расчеты параметров элементарной ячейки исследуемых составов. Параметр элементарной ячейки увеличивается от значения  $a = 0.834 nm$  для  $x = 0$  до  $a = 0.840 nm$  для состава с  $x = 0.2$  (нижняя строка табл. 1). Это находится в корреляции с влиянием размерного фактора для твердых растворов замещения, когда радиус иона замещения (Zn) больше, чем у замещаемого иона (Ni). Размеры элементарной ячейки синтезированной керамики близки к значениям, приве-

**Таблица 1.** Угловые положения  $2\theta$ (deg) рефлексов рентгенограмм твердых растворов ферритов системы  $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$  и параметры элементарных ячеек (нижняя строка)

(hkl)	$NiFe_2O_4$	$(Ni_{0.9}Zn_{0.1})Fe_2O_4$	$(Ni_{0.8}Zn_{0.2})Fe_2O_4$
111	18.39	18.37	18.23
220	30.30	30.26	30.08
311	35.70	35.66	35.42
222	34.31	37.28	37.07
400	43.36	43.31	43.04
422	53.79	53.75	53.42
511	57.36	57.32	56.93
440	62.93	62.92	62.54
620	71.48	71.41	70.97
533	74.65	74.48	74.00
622	75.55	75.49	75.02
444	79.58	79.49	78.99
642	87.45	87.38	86.95
731	90.39	90.28	89.88
800	95.28	95.19	94.70
a, nm	0.834	0.836	0.840



**Рис. 1.** Температурные зависимости удельной намагниченности  $\sigma = f_1(T)$ , обратной магнитной восприимчивости  $10^{-2}/\chi = f_2(T)$  (верхняя вставка), прямолинейного участка квадратичной зависимости  $\sigma^2 = f_3(T)$  (нижняя вставка) твердых растворов  $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$  с  $x = 0$  (a), 0.1 (b), 0.2 (c) и многослойной структуры (d).

денным в базе данных PCPDFWIN [14]. Это указывает на хорошее качество структуры поверхности полученных материалов и сбалансированность условий их синтеза. Дифракционный анализ градиентных структур показал, что параметры элементарных ячеек с каждой из сторон образцов идентичны соответствующим значениям для однородных материалов. Поэтому при анализе результатов последующих экспериментов можно предположить, что изменения кристаллической структуры, состава, магнитных и диэлектрических характеристик происходят преимущественно по толщине пленок, а каждый из слоев многослойной структуры имеет магнитную восприимчивость  $\chi$  и удельную намагниченность  $\sigma$ , близкие к параметрам однородных материалов соответствующего состава.

Результаты изучения удельной намагниченности и магнитной восприимчивости твердых растворов ферритов системы  $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$  ( $x = 0, 0.1, 0.2$ ) и многослойной структуры на их основе представлены в виде температурных зависимостей на рис. 1.

При изучении температурных зависимостей  $\sigma = f_1(T)$  и  $10^{-2}/\chi = f_2(T)$  установлено, что удельная намагниченность и магнитная восприимчивость синтезированных однородных по составу слоев и многослойных структур устойчивы к прогреву до температуры 850 К. В режимах измерений „нагрев“ и „охлаждение“ зависимости практически идентичны (рис. 1). Тот факт, что проекция прямолинейной части высокотемпературной составляющей зависимостей  $10^{-2}/\chi = f_2(T)$  находится в положительной области температур, убедительно указывает на наличие ферромагнитной составляющей в магнитном упорядочении исследуемых тонких слоев. С помощью зависимостей  $\sigma^2 = f_3(T)$  и  $10^{-2}/\chi = f_2(T)$  определены температуры Кюри исследуемых твердых растворов  $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$  ( $x = 0, 0.1, 0.2$ ). При увеличении содержания цинка в образцах величина  $T_c$  уменьшается от значения  $T_c = 790$  К для состава  $x = 0$  до  $T_c = 720$  К для состава  $x = 0.2$ , а удельная намагниченность соответственно увеличивается от 50.0 до  $82.4 \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$  вблизи температур жидкого азота.

**Таблица 2.** Температуры Кюри, значения удельной намагниченности и магнитных моментов твердых растворов  $(\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{Fe}_2\text{O}_4$  однородных составов и многослойной градиентной структуры при температурах 80 и 300 К

Состав	$T_c$ , К	$\sigma$ , $\text{A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$		Магнитный момент $\mu$ , $\mu\text{B}$	
		80 К	300 К	80 К	300 К
$x = 0$	790	50.02	45.30	2.09	1.90
$x = 0.1$	740	68.76	60.04	2.89	2.53
$x = 0.2$	720	82.42	70.95	3.48	2.99
Керамика с градиентом состава	735	65.46	58.20	2.77	2.42

**Таблица 3.** Параметры петель магнитного гистерезиса однородных и градиентных образцов

Параметр	$x$			Градиентный образец
	0	0.1	0.2	
$B_c$ , Т	0.0016	0.0010	0.0011	0.0014
$\sigma_r$ , $\text{A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$	11.1	9.5	8.5	11.2
$\sigma_s$ , $\text{A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$	45	55	63	59

Температура Кюри, величины удельной намагниченности и магнитного момента многослойной структуры имеют промежуточные значения, свойственные однородным составам с  $x = 0$  и 0.2 (табл. 2). Следует отметить, что характеристики многослойной структуры не являются средними значениями соответствующих величин образующих ее однородных слоев, а обладают несколько меньшими значениями. Результаты эксперимента по изучению температурных зависимостей магнитных характеристик однородных по составу толстых пленок согласуются с данными других авторов [11,12]. Смещение температуры Кюри в область низких температур может быть связано с особенностями технологии получения толстых пленок и используемым режимом их спекания.

Замещение никеля в октапорах элементарной кристаллической ячейки  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  ионами цинка с увеличением концентрации  $x$  приводит к усилению разкомпенсации антиферромагнитного упорядочения, свойственного этому ферриту. Как следствие, увеличиваются удельная намагниченность и величина магнитного момента от 2.09 до 3.48  $\mu\text{B}$  вблизи температур жидкого азота. С другой стороны, увеличение размеров элементарной кристаллической ячейки при повышении концентрации ионов цинка приводит к ослаблению магнитных обменных взаимодействий между катионами. В результате уменьшается температура фазового превращения магнитный порядок—магнитный беспорядок ( $T_c$ ).

Зависимости удельной намагниченности от величины индукции магнитного поля  $\sigma = f(\mathbf{B})$  изучены при комнатных температурах в геометрии параллельного и

перпендикулярного направления магнитного поля относительно плоскости пленок.

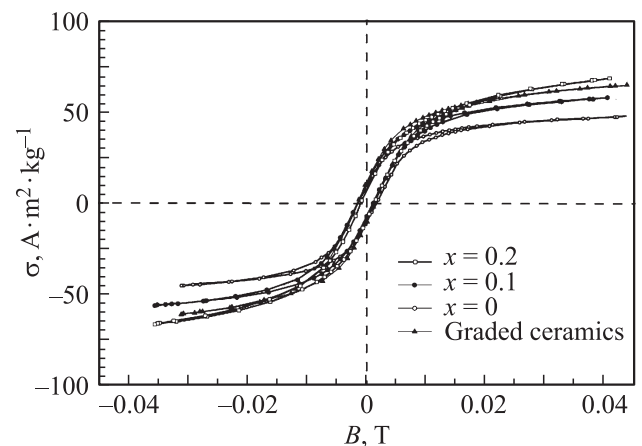
3.1. Поле параллельно плоскости образца. Для всех однородных образцов петли гистерезиса имели стандартный вид (рис. 2). Для аппроксимации петель гистерезиса использовались выражения, применяемые при анализе процессов поляризации сегнетоэлектрических систем [5,15]:

$$\sigma = \pm \sigma_s \operatorname{th} \left( \frac{\pm B - B_c}{2\delta} \right), \quad (2)$$

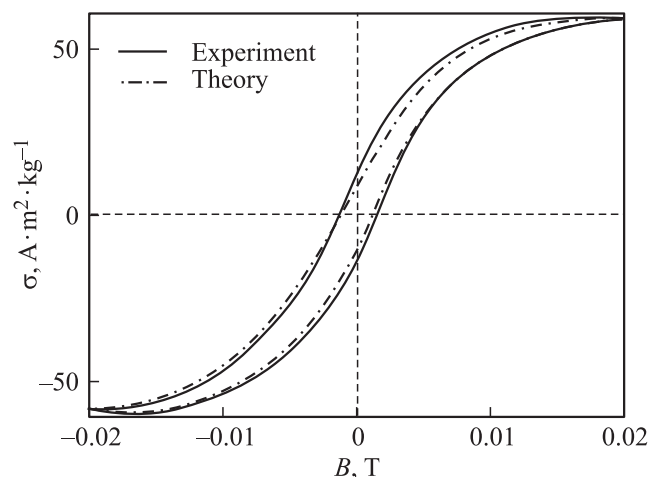
где  $\sigma_s$  — намагниченность насыщения,  $\sigma_r$  — остаточная намагниченность,  $B_c$  — индукция магнитного поля (верхний знак соответствует восходящей ветви петли, нижний знак — нисходящей). Значение параметра  $\delta$  определяется соотношением

$$\delta = B_c \left[ \ln \left( \frac{1 + \frac{\sigma_r}{\sigma_s}}{1 - \frac{\sigma_r}{\sigma_s}} \right) \right]^{-1}. \quad (3)$$

Используемая конфигурация внешнего поля и градиента величины намагниченности образца ( $\mathbf{H} \perp \nabla \sigma$ ) исключает



**Рис. 2.** Петли магнитного гистерезиса однородных образцов  $(\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{Fe}_2\text{O}_4$  ( $x = 0, 0.1, 0.2$ ) и градиентной керамики.



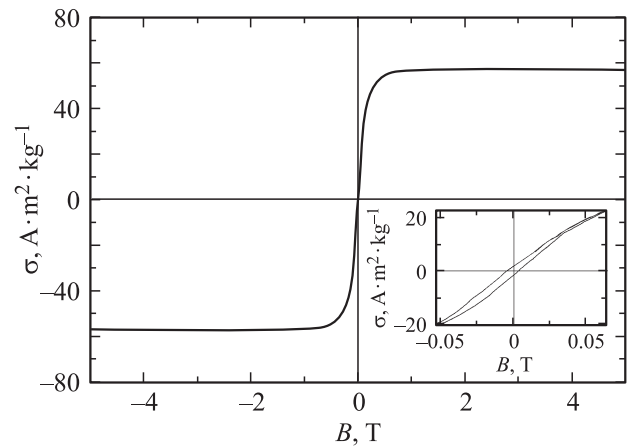
**Рис. 3.** Петли магнитного гистерезиса керамики с градиентом состава (магнитное поле параллельно поверхности слоя).

ет появление в системе внутреннего магнитного поля:  $\mathbf{H}_{\text{int}} = 0$ . Следовательно, изменение характеристик (состава) феррита по толщине образца не должно оказывать существенного влияния на процессы намагничивания каждого из слоев фиксированного состава: намагничивание различных слоев должно происходить независимым образом. Результаты эксперимента подтвердили предположение, что результирующая петля магнитного гистерезиса многослойной структуры может быть образована „суммированием“ ординат петель магнитного гистерезиса отдельных слоев структуры (рис. 2) [5].

Параметры петель магнитного гистерезиса, наблюдаемых в эксперименте, хорошо согласуются с рассчитанными величинами при использовании значений  $B_c (B_r)$  и  $\sigma_s (\sigma_r)$ , определенных для однородных образцов (рис. 3, табл. 3).

3.2. Поле перпендикулярно плоскости образца. При такой геометрии эксперимента внешнее поле коллинеарно градиенту величины намагниченности (или градиенту состава):  $\mathbf{H} \parallel \nabla \sigma$ . Именно такое расположение внешнего поля относительно направления градиента намагниченности наиболее благоприятно для возникновения в системе внутреннего магнитного поля  $\mathbf{H}_{\text{int}}$ , приводящего к сдвигу петли гистерезиса [1,8]. Согласно соотношению  $\mathbf{H}_{\text{int}} = - \int \frac{dM}{dz} dz$ , следующему из уравнения (1), при созданной в исследуемых образцах величине градиента намагниченности  $\frac{d\sigma}{dz} \approx 90 \text{ A} \cdot \text{m}^2 / (\text{kg} \cdot \text{mm})$  горизонтальный сдвиг петли должен быть значительным ( $\sim 0.1 \text{ T}$ ). Однако в пределах погрешности эксперимента сдвига петли гистерезиса (ни по оси удельной намагниченности  $\sigma$ , ни по оси магнитной индукции  $B$ ), свидетельствующего о наличии в исследуемых материалах внутреннего поля, нами обнаружено не было (рис. 4).

Заметим, что при аналогичных исследованиях процессов намагничивания более толстых ( $\sim 2.5 \text{ mm}$ ) многослойных образцов другого состава  $\text{BaCo}_x\text{Ti}_y\text{Fe}_{12-2x}\text{O}_{19}$  ( $x = 0, 0.4, 1.2, 1.4$  и  $1.6$ ) с градиентом  $\frac{d\sigma}{dz} \approx 12 \text{ A} \cdot \text{m}^2 / (\text{kg} \cdot \text{mm})$  значительных внутренних полей также обнаружено не было: их величины оказались на два порядка меньше теоретически предсказанных [7]. Вряд ли такое существенное расхождение эксперимента и расчета может быть связано с различием пространственного изменения состава в исследованных образцах и идеальных градиентных структурах, анализируемых теоретически. Замена постоянного градиента состава ступенчатым законом и связанное с этим не учтенное в теории влияние межслойных границ могут, по видимому, приводить к изменению характеристик системы, но не столь радикальным. Наблюдаемое расхождение эксперимента и теории должно объясняться более фундаментальными причинами. Теоретическое описание физических эффектов в градиентных ферроиках [1,7,8] базируется на феноменологическом подходе Ландау–Гинзбурга — разложении свободной энергии системы в ряд по параметру порядка (поляризации, намагни-



**Рис. 4.** Петля магнитного гистерезиса образца  $(\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{Fe}_2\text{O}_4$  с градиентом состава (магнитное поле  $\mathbf{H} \parallel \nabla \sigma$ ). На вставке приведена область вблизи  $B = 0$ .

ченности и т.п.) и его пространственным производным. В то же время хорошо известно, что количественные оценки, сделанные в рамках этой теории, могут сильно расходиться с результатами, наблюдаемыми экспериментально. Так, величина экспериментально измеренного электрического коэрцитивного поля существенно (на несколько порядков) отличается от значения для „феноменологической“ петли сегнетоэлектрического гистерезиса [16]. Данный подход строго верен лишь для монокристаллических ферроиков, тогда как на самом деле процесс перемагничивания происходит за счет зарождения и роста множества доменов.

Образование доменной структуры уменьшает свободную энергию системы, приводя к подавлению внутреннего электрического/магнитного поля. В отличие от сегнетоэлектрических структур в объемных магнетиках не существует другого компенсационного механизма размагничивания, кроме разбиения образца на совокупность доменов. Наличие в образцах с градиентным составом доменной структуры не позволяет выявить эффекты, предсказанные в рамках феноменологического подхода. Для подтверждения (или опровержения) эффектов, связанных с возникновением в градиентных ферромагнетиках встроенного магнитного поля, необходимо создание и тщательное исследование в широком диапазоне температур и внешних полей магнитных характеристик монокристаллических (например, наноразмерных) тонкопленочных градиентных структур.

## 4. Заключение

По толстопленочной технологии (метод шликерного литья) с использованием двухступенчатого режима спекания получены образцы однородной и градиентной (многослойной) керамики на основе твердых растворов никель–цинковых ферритов  $(\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{Fe}_2\text{O}_4$

( $x = 0-0.2$ ). Изучены температурные и полевые зависимости удельной намагниченности и магнитной восприимчивости. Установлено, что магнитные характеристики слоев  $(\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{Fe}_2\text{O}_4$  устойчивы к прогреву до температуры  $\sim 850$  К. Показано, что увеличение содержания цинка  $x$  в керамике приводит к усилению разкомпенсации антиферромагнитного упорядочения, свойственного этому ферриту, увеличению удельной намагниченности от  $45.30$  до  $70.95 \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$  при комнатной температуре и величины магнитного момента от  $2.09$  до  $3.48 \text{ мВ}$  вблизи температуры жидкого азота. При этом увеличение на  $\sim 0.8\%$  параметра  $a$  элементарной кристаллической ячейки приводит к ослаблению магнитных обменных взаимодействий между катионами и обуславливает уменьшение температуры Кюри от  $790$  до  $720$  К.

Исследованы особенности намагничивания полученных многослойных структур при двух вариантах приложения внешнего магнитного поля: параллельно плоскости образца ( $\mathbf{H} \perp \nabla\sigma$ ) и перпендикулярно ей ( $\mathbf{H} \parallel \nabla\sigma$ ). Результирующая петля гистерезиса для многослойного образца получается „суммированием“ петель отдельных однородных слоев структуры. Параметры экспериментально полученных петель гистерезиса хорошо согласуются с теоретическими. Сдвига петель гистерезиса (ни по оси  $\sigma$ , ни по оси магнитной индукции  $B$ ) в исследуемых материалах обнаружено не было. Проведен анализ возможных причин отсутствия в эксперименте теоретически предсказанных эффектов. Вероятной причиной этого является наличие в системе полидоменной структуры, что препятствует возникновению внутреннего магнитного поля и соответственно сдвигу петли магнитного гистерезиса.

Используемый в работе метод получения градиентных структур может быть эффективен при изготовлении магнитных материалов (в частности, ферритов) с модифицированными характеристиками.

## Список литературы

- [1] J.V. Mantese, S.P. Alpay. Graded ferroelectrics, transpacitors and transponents. Springer, N.Y. (2005). 153 p.
- [2] V.N. Shut, S.R. Syrtsov, V.L. Trublovsky, A.D. Poleyko, S.V. Kostomarov, L.P. Mastyko. *Ferroelectrics* **386**, 125 (2009).
- [3] V.N. Shut, S.R. Syrtsov, V.L. Trublovsky. *Phase Trans.* **83**, 368 (2010).
- [4] R. Bouregba, G. Poullain, B. Vilquin, G. Le Rhun. *J. Appl. Phys.* **93**, 5583 (2003).
- [5] В.Н. Шут, С.Р. Сырцов, В.Л. Трубловский. *ФТТ* **53**, 1761 (2011).
- [6] В.Н. Шут. *ФТТ* **55**, 1339 (2013).
- [7] C. Sudakar, R. Naik, G. Lawes, J.V. Mantese, A.L. Micheli, G. Srinivasan, S.P. Alpay. *Appl. Phys. Lett.* **90**, 062502 (2007).
- [8] J.V. Mantese, A.L. Micheli, N.W. Schubring, R.W. Hayes, G. Srinivasan, S.P. Alpay. *Appl. Phys. Lett.* **87**, 082503 (2005).
- [9] V.M. Petrov, G. Srinivasan. *Phys. Rev. B* **78**, 184421 (2008).
- [10] S.K. Mandal, G. Sreenivasulu, V.M. Petrov, G. Srinivasan. *Phys. Rev. B* **84**, 014432 (2011).
- [11] A. Verma, T.C. Goel, R.G. Mendiratta, P. Kishan. *J. Magn. Magn. Mater.* **208**, 13 (2000).
- [12] A.K.M. Akther Hossain, S.T. Mahmud, M. Seki, T. Kawai, H. Tabata. *J. Magn. Magn. Mater.* **312**, 210 (2007).
- [13] A. Dolgyi, S.V. Redko, I. Komissarov, V.P. Bondarenko, K.I. Yanushkevich, S.L. Prishepa. *Thin Solid Films* **543**, 133 (2013).
- [14] PCPDFWIN. Version 2.00. JCPDS—International Center for Diffraction Data (1998). Cards 89-4927, 86-2267, 03-0875, 10-0325.
- [15] Л.С. Берман, И.Е. Титков. *ФТП* **38**, 710 (2004).
- [16] Дж. Барфут, Дж. Тейлор. *Полярные диэлектрики и их применения*. Мир, М. (1981). 512 с.