

05,12

Магнитная анизотропия микропроводов и доменная структура микрополосок PrDyCoFeB

© Д.В. Королев¹, Р.А. Валеев¹, В.П. Пискорский¹, О.В. Коплак^{2,¶}, О.С. Дмитриев³,
А.Д. Таланцев², Р.Б. Моргун^{1,2,3}

¹ Всероссийский институт авиационных материалов,
Москва, Россия

² Институт проблем химической физики,
Черноголовка, Россия

³ Тамбовский государственный технический университет,
Тамбов, Россия

¶ E-mail: o.koplak@gmail.com

Поступила в Редакцию 6 апреля 2021 г.

В окончательной редакции 15 апреля 2021 г.

Принята к публикации 15 апреля 2021 г.

Исследованы микропровода и микрополоски, полученные экстракцией из расплава PrDyFeCoB. Угловая зависимость магнитного момента микропроводов качественно изменяет вид в „сильном“ магнитном поле, близком к полю насыщения намагниченности 4–5 кОе. Возникновение дополнительного максимума магнитного момента на угловой зависимости в сильных полях объяснено в рамках многодоменной модели Стоннера–Вольфарта (SW). В микрополосках разложение петли гистерезиса на две составляющие показывает, что коэрцитивная сила фазы α -FeCo (500–700 Ое) определяет ширину петли гистерезиса вблизи нулевого поля, в то время, как коэрцитивная сила фазы 2-14-1 (10 кОе) отвечает боковым петлям гистерезиса. Полосовые домены и их эволюция при намагничивании микрополосок выявлены с помощью магнито-оптической микроскопии Керра.

Ключевые слова: микропровод, магнитная анизотропия, магнитомягкая фаза, домены.

DOI: 10.21883/FTT.2021.08.51160.077

1. Введение

В [1,2] были подробно исследованы угловые зависимости намагниченности микропроводов на основе редкоземельного сплава PrDyCoFeB, которые выявили слегка неколлинеарную ориентацию намагниченности оболочки и ядра, а также позволили показать, что аморфная оболочка не обладает анизотропией и коэрцитивной силой, а ее намагниченность в малых полях ~ 100 Ое почти не дает вклада в суммарную намагниченность микропровода. Насыщение магнитного момента редкоземельной аморфной оболочки достигается вблизи 10 кОе потому, что спин-орбитальное взаимодействие в ионах Dy, Pr и энергия локальной магнитной анизотропии превышает энергию обменного взаимодействия в ферромагнетике. В больших полях ~ 10 кОе ядро микропровода пребывает в магнитном насыщении и имеет такой же магнитный момент, что и при 100 Ое, а аморфная оболочка, напротив, достигает насыщения намагниченности. Поэтому в сильном поле оболочка дает вклад в намагниченность микропровода, сравнимый со вкладом ядра. Такие системы с хаотично распределенными направлениями локальной магнитной анизотропии представляют значительный интерес для развития представления о спин-фрустрированных состояниях, магнитных стеклах и аморфных ферромагнетиках [3–5].

В упомянутой многофазной системе с ядром α -Fe исследование магнитной анизотропии сильно затруднено

из-за необходимости разделять вклады редкоземельной оболочки и ядра микропровода, а также вклад кристаллических редкоземельных включений. Поэтому в настоящей работе исследованы химически однородные микропровода, полученные охлаждением из расплава с несколько меньшей скоростью, чем в работах [1,2], где было обнаружено формирование железного ядра. Подробно морфология и фазовый состав описаны в работах [6,7], где было показано, что микропровода приготовленные в режиме пониженной скорости охлаждения не содержат ядра α -Fe и его включений. Мы рассчитывали, что анализ магнитной анизотропии такой системы будет более простым и даст возможность для количественного определения магнитной анизотропии. При этом микропровода, исследуемые в данной работе, по-прежнему нельзя назвать однофазными, так как они содержат аморфную и кристаллическую фазы 2-14-1, доминирующие над другими фазами. Цель настоящей работы заключалась в анализе магнитной анизотропии аморфных микропроводов PrDyFeCoB с включениями кристаллической фазы (PrDy)₂(FeCo)₁₄B.

2. Методика и образцы

Методика изготовления микропроводов, основанная на сверхбыстром охлаждении капли расплава PrDyFeCoB на вращающемся холодном диске, подробно

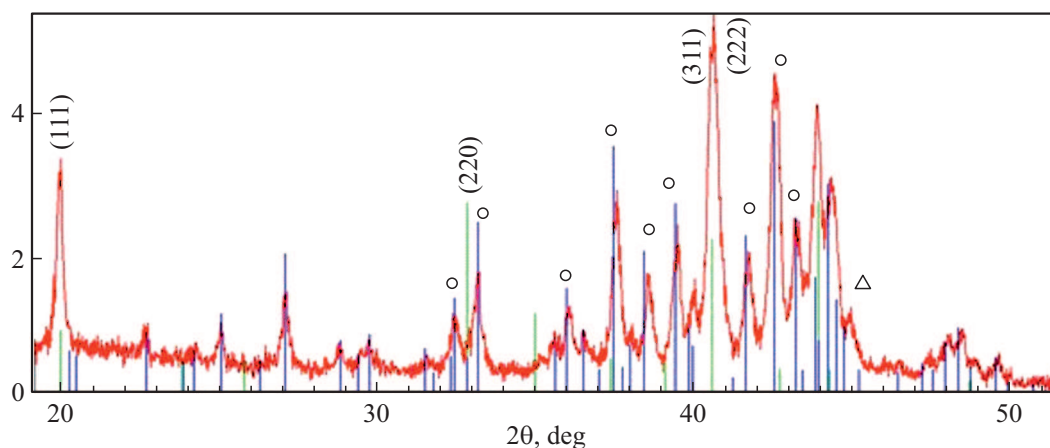


Рис. 1. Спектр рентгеновской дифракции микрополоски, полученной охлаждением при 18 м/с. Кружками показаны рефлексы жесткой магнитной фазы 2-14-1, треугольник — линия α -Fe, кристаллографические индексы указаны для рефлексов фазы Лавеса 1-2, остальные пики относятся к фазе 1-4-1.

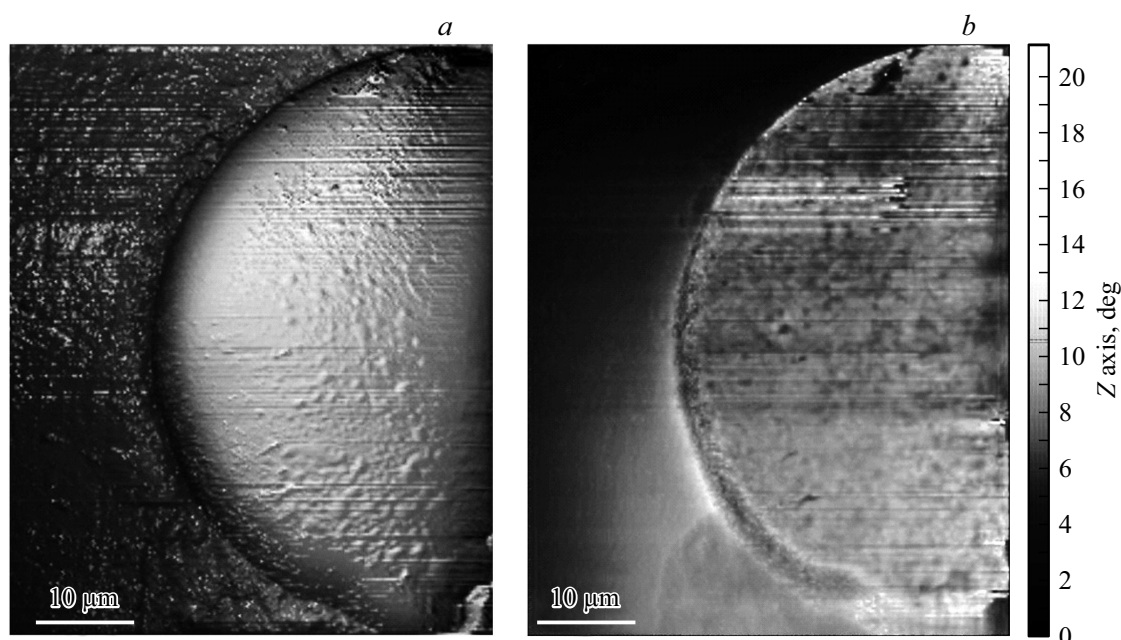


Рис. 2. Изображение торца микропровода ($D = 70 \mu\text{m}$), полученное атомно-силовым микроскопом в полуконтактном режиме (а) и доменная структура, выявленная в режиме магнито-силового микроскопа в торце микропровода (b).

описана в статьях [1,2], где также был проведен структурно-химический анализ, указывающий на наличие компонент α -Fe и аморфного материала $(\text{PrDy})_2(\text{FeCo})_{14}\text{B}$. В настоящей работе мы использовали такую же методику экстракции капли расплава, однако вращение охлаждающего диска производилось с меньшей скоростью, как это описано в [6,7]. Сначала сплав был приготовлен в вакуумной индукционной печи, затем путем быстрой закалки методом спиннинга расплав вытекал через отверстие на диск под давлением 1.25 atm. При этом скорость вращения медного диска-охладителя варьировалась в пределах 18–50 м/с. Рентгеноструктурный анализ проводили для измельченных в порошок образцов на рентгеновском дифрактометре D/MAX-2500

фирмы „Rigaku“ в монохроматическом излучении трубки $\text{CuK}\alpha$ в геометрии Брега–Брентано. Расшифровка дифрактограмм проведена с помощью специализированной программы HighScore и структурной базы данных PDF-2. Рентгеновская съемка проводилась в диапазоне углов $2\theta = 20\text{--}100^\circ$. Типичный спектр рентгеновской дифракции микрополосок показан на рис. 1. Установлены фазы 2-14-1, 1-4-1, 1-2, α -FeCo, присутствующие в образцах.

Микропровода были близки по форме к полуцилиндру и имели диаметры $\sim 70 \mu\text{m}$ (рис. 2) и $\sim 19 \mu\text{m}$ (обозначаемых, как образцы I и II). Во всех экспериментах использовали два микропровода длиной $\sim 15 \text{mm}$. Торец микропровода диаметром $70 \mu\text{m}$ был зафиксирован в

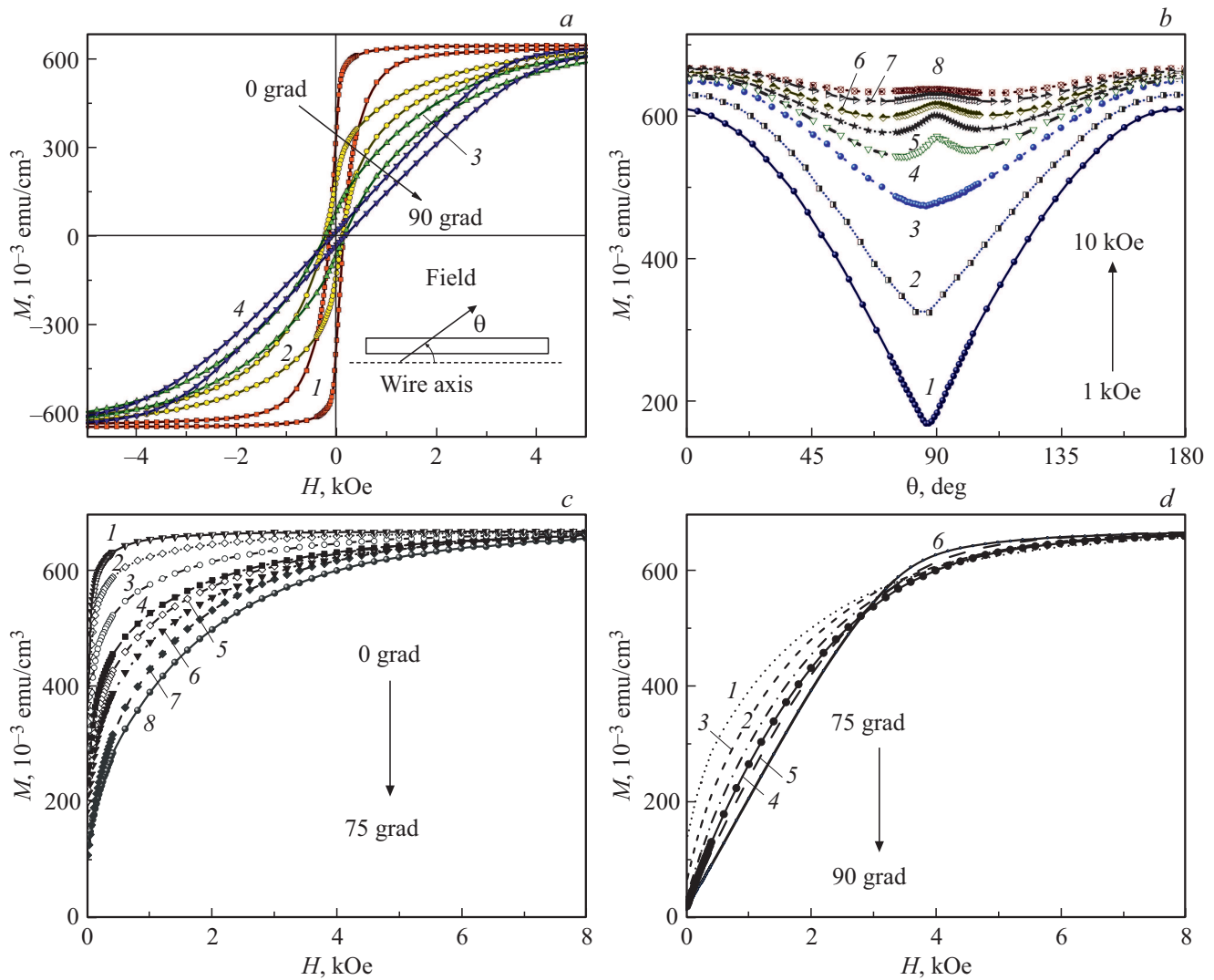


Рис. 3. (а) Петли гистерезиса $M(H)$, записанные при ориентациях приложенного поля $\theta = 0^\circ$ (1), 60° (2), 75° (3) и 90° (4) по отношению к оси микропровода ($D = 70 \mu\text{m}$); (б) угловые зависимости магнитного момента, измеренные при различных приложенных полях 1 — 10 kOe: 1 (1), 2 (2), 3 (3), 4 (4), 5 (5), 6 (5), 8 (6) и 10 (8) kOe. Серия кривых $M(H)$ при разных углах приложенного поля относительно оси микропровода: 0° (1), 30° (2), 35° (3), 55° (4), 60° (5), 65° (6), 70° (7) и 75° (8) (с). Серия кривых $M(H)$ при разных углах приложенного поля относительно оси микропровода: 75° (1), 80° (2), 83° (3), 85° (4), 88° (5), 90° (6) (d).

полимерной матрице и отсканирован на атомно-силовом микроскопе Integra Aura NT-MDT двухпроходным методом в полуконтактном режиме (tapping mode). В качестве зонда использовался кантилевер с покрытием из ферромагнитного материала. На первом проходе в режиме атомно-силовой микроскопии (АСМ) в зондовом датчике вблизи резонанса возбуждались вынужденные колебания амплитудой 10–100 nm, при этом происходила регистрация изменения амплитуды и фазы колебаний. АСМ-изображение рельефа поверхности торца микропровода (рис. 2, а) формируется за счет взаимодействия Ван-дер-Ваальса между зондом и поверхностью образца. На втором проходе в режиме магнито-силовой микроскопии (МСМ) фиксировались отклонения кантилевера, отведенного от поверхности образца на такое расстоя-

ние Z_0 , где магнитное взаимодействие превышает силы Ван-дер-Ваальса, при этом траектория зонда повторяет рельеф поверхности образца ($Z_0 = \text{const}$). Таким образом, МСМ-изображение торца микропровода (рис. 2, б) отражает неоднородность магнитных сил, действующих на кантилевер со стороны образца. На рис. 2, б внутри микропровода видна доменная структура лабиринтного типа. Магнитный контраст в виде опоясывающего ободка соответствует поверхностной намагниченности. Ориентационные зависимости магнитного момента микропровода были получены с помощью вибромагнетометра Lakeshore при одинаковой температуре 300 К.

Магнитные свойства на отдельных полосках и микропроводах размером $1 \times 0.1 \times 0.01 \text{ mm}$ исследовали в SQUID-магнетометре MPMS XL Quantum design

при 300 К. Магнито-оптические измерения проведены при 290 К с помощью микроскопа Керра NEOARK Neomagnesia Lite ВН-753 в конфигурации продольного магнито-оптического эффекта с магнитным полем до 1 кОе, направленным в плоскости микрополоски вдоль ее длинной стороны.

3. Экспериментальные результаты и обсуждение

3.1. Магнитная анизотропия микропроводов

Магнитное поле и угловые зависимости одиночного микропровода диаметром $70 \mu\text{m}$ были записаны с помощью магнитометра VSM (7407 Lake Shore) при комнатной температуре (рис. 3). Полевые зависимо-

сти, записанные при различной ориентации микропровода, демонстрируют поле насыщения, изменяющееся от $H_S = 300 \text{ Oe}$ при приложении поля вдоль микропровода до $H_S = 4.5 \text{ kOe}$ в перпендикулярном поле (рис. 3, *a*). Намагниченность насыщения микропроводов $M_S \sim 670 \text{ emu/cm}^3$ соответствуют размагничивающему полю $2\pi M_S = 4.2 \text{ kOe}$. Она близка к намагниченности насыщения $M_S \sim 650\text{--}700 \text{ emu/cm}^3$ ранее наблюдаемой в спеченных объемных магнитах аналогичного состава PrDyFeCoB [8,9]. Угловая зависимость с одним минимумом в малых полях $0\text{--}3.5 \text{ kOe}$ меняется на угловую зависимость с дополнительным максимумом при 90° в сильных магнитных полях $3.5\text{--}10 \text{ kOe}$ (рис. 3, *b*). Вместо минимума при 90° , наблюдаемого в слабых полях, появляется небольшой максимум, который растет с увеличением магнитного поля (рис. 3, *b*). Конкуренция продольной и поперечной намагниченностей объясняет постепенно изменяющиеся полевые зависимости в малых полях (рис. 3, *c*) и пересекающиеся полевые зависимости в сильных магнитных полях $> 3.5 \text{ kOe}$ (рис. 3, *d*). Аналогичные результаты были получены для микропровода диаметром $19 \mu\text{m}$ (рис. 4, *a, b*).

Модель Стонера–Вольфарта (SW) может быть применена для описания зависимостей $M(\theta, H)$, когда микропровода находятся в однодоменном состоянии. Это условие выполняется, когда приложенное магнитное поле превышает значение поля насыщения легкой оси. Соответствующие значения поля составляют 0.9 и 0.4 kOe для микропроводов $70 \mu\text{m}$ и $19 \mu\text{m}$, соответственно. Таким образом, все угловые зависимости $M(\theta, H)$, измеренные в приложенном поле выше 0.9 kOe , могут быть описаны SW-моделью. Для данного приложенного магнитного поля H магнитное состояние микропровода определяется минимумом плотности магнитной энергии ε , которая представляет собой сумму трех компонент: энергии магнитной анизотропии ε_K , энергии внешнего поля ε_H и энергии размагничивающего поля ε_D [10,11]:

$$\varepsilon = \varepsilon_K + \varepsilon_H + \varepsilon_D = K_1 \sin^2 \theta_M - K_2 \sin^4 \theta_M - M_S H \cos(\theta_H - \theta_M) - 2\pi M_S^2 (N_{\parallel} - N_{\perp}) \sin^2 \theta_M, \quad (1)$$

$$\frac{\partial \varepsilon}{\partial \theta_M} = 0, \quad \frac{\partial^2 \varepsilon}{\partial \theta_M^2} > 0, \quad (2)$$

$$\theta_H(\theta_M) = \theta_M + \arcsin \frac{K_{EFF} \sin 2\theta_M + 4K_2 \sin^3 \theta_M \cos \theta_M}{M_S H}, \quad (3)$$

$$M(\theta_M) = M_S \cos(\theta_H - \theta_M), \quad (4)$$

где угол θ_M — угол между направлением легкой оси и направлением намагниченности, θ_H — угол между легкой осью и приложенным полем, M_S — намагниченность насыщения, K_1 и K_2 — константы анизотропии первого и второго порядка, соответственно, N_{\parallel} и N_{\perp} размагничивающие факторы вдоль и перпендикулярной

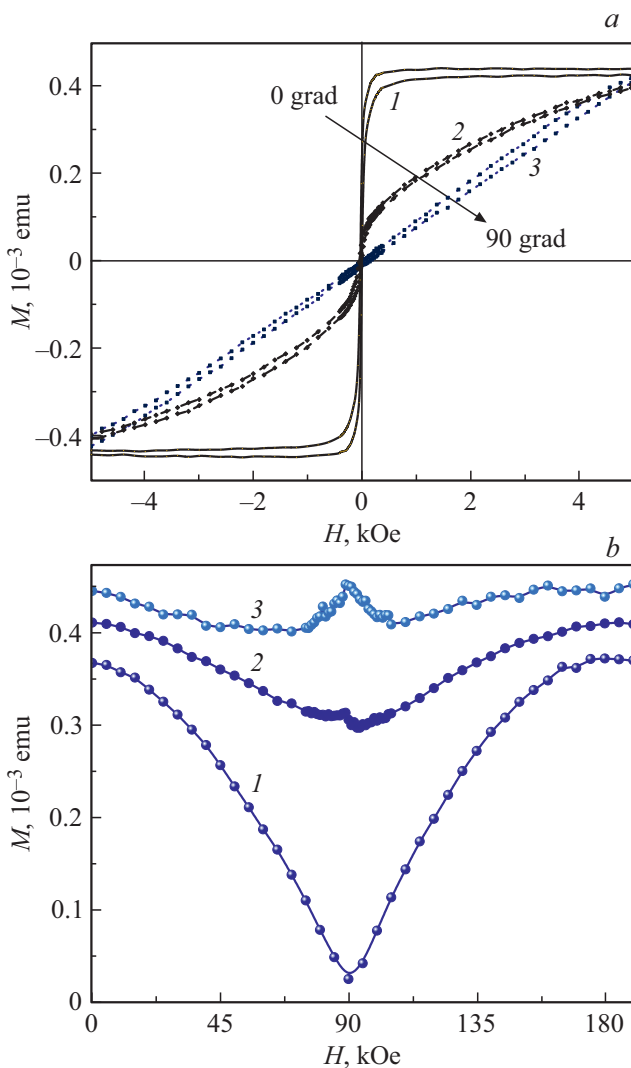


Рис. 4. (а) Зависимости $M(H)$, измеренные при различных ориентациях приложенного поля по отношению к оси микропровода ($D = 19 \mu\text{m}$): 0° (1), 75° (2) и 90° (3). (б) Угловые зависимости магнитного момента, измеренные при 1 (1), 4 (2) и 6 (3) кОе.

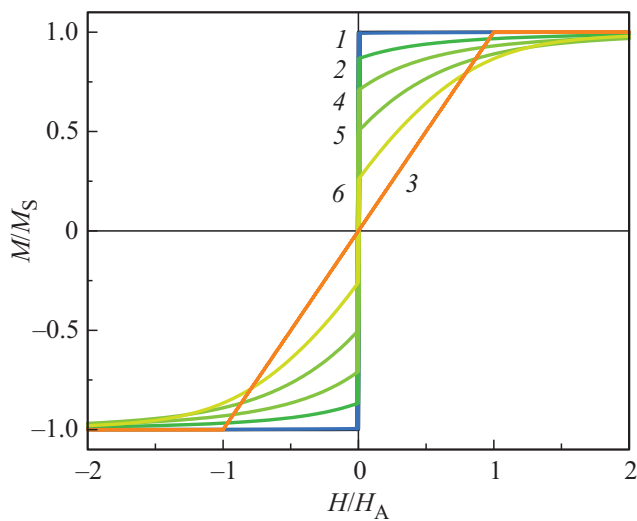


Рис. 5. Петли гистерезиса ферромагнитного микропровода $M/M_s(H/H_A)$, рассчитанные в рамках SW-модели для углов поля по отношению к оси микропровода 3 (1), 15 (2), 90 (3), 45 (4), 60 (5), 75 (6) deg.

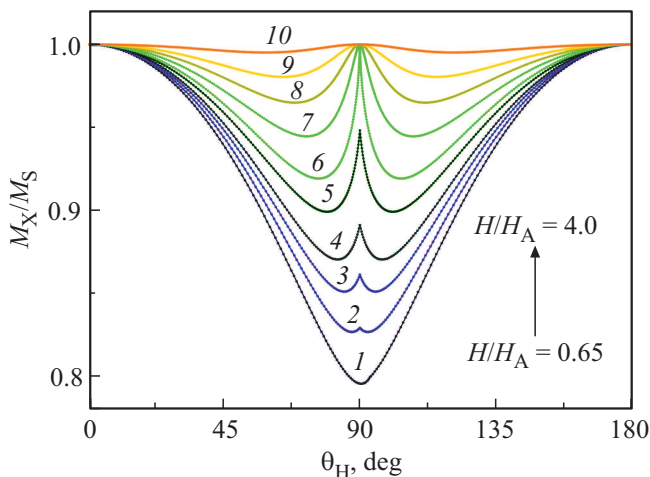


Рис. 6. Набор угловых зависимостей магнитного момента, нормированного на магнитный момент в насыщении, при различных значениях приложенного магнитного поля H от $H = 0.65H_A$ до $H = 4H_A$: 0.65 (1), 0.7 (2), 0.75 (3), 0.80 (4), 0.90 (5), 1.0 (6), 1.2 (7), 1.5 (8), 2.0 (9), 4.0 (10), рассчитанных в рамках модели SW.

оси микропровода, $K_{EFF} = K_1 - 2\pi M_s^2(N_{\perp} - N_{\parallel})$ — константа эффективной анизотропии. Набор петель магнитного гистерезиса и угловых зависимостей, рассчитанных с помощью выражений (1–4), показаны на рис. 5 и 6 соответственно. Эти расчетные кривые согласуются с экспериментальными данными и получены при следующих подобранных нами параметрах для микропроводов диаметрами $70\mu\text{m}$ (I) и $19\mu\text{m}$ (II) соответственно: $K_{EFF}(I) = 1.4 \cdot 10^6 \text{ erg/cm}^3$ и $K_{EFF}(II) = 2.4 \cdot 10^6 \text{ erg/cm}^3$, $K_2(I) \sim -1.5 \cdot 10^4 \text{ erg/cm}^3$ и $K_2(II) \sim -2.0 \cdot 10^4 \text{ erg/cm}^3$. Полученные значения эффективной анизотропии K_{EFF}

весьма близки к значению $2\pi N_{\perp} M_s^2$ для обоих образцов. Следовательно, значение магнитной анизотропии первого порядка $K_1 = K_{EFF} - 2\pi M_s^2(N_{\perp} - N_{\parallel}) \sim 10^4 \text{ erg/cm}^3$ весьма мало и составляет около 10% от энергии размагничивания $\sim 10^5 \text{ erg/cm}^3$. Таким образом, аппроксимация множества угловых зависимостей намагниченности не позволяет определить K_1 из-за преобладания анизотропии формы над магнитокристаллической первого порядка, но позволяет оценить константу анизотропии второго порядка K_2 в дополнение к K_{EFF} , определенной на основе измерений петли $M(H)$ вдоль легкой и трудной осей намагничивания.

Отметим, что в [7] были выявлены радиальные домены в приповерхностных слоях исследуемых нами микропроводов. Результаты, полученные в этой работе, свидетельствуют о том, что угловые зависимости магнитного момента микропроводов можно объяснить без привлечения радиальной намагниченности. Об этом свидетельствует рис. 2, b, демонстрирующий тонкую приповерхностную прослойку, в которой зарождаются радиальные домены, и вклад которой в намагниченность, очевидно, мал.

3.2. Перемагничивание микрополосок

Микрополоски получались при экстракции из расплава в других условиях (менялась одновременно скорость истекания расплава, скорость вращения диска и другие параметры). При этом петля магнитного гистерезиса (рис. 7, a) состояла из двух компонент. Боковые части гистерезиса, очевидно, отвечают фазе 2-14-1 с высокой коэрцитивной силой $\sim 10 \text{ кОе}$. В то же время, измерения частичных петель гистерезиса демонстрируют вклад также магнитомягкой фазы. При изменении магнитного поля в диапазоне от -1 до 1 кОе относительная намагниченность $M/M_1 \text{ кОе}$, нормированная на ее значение в поле 1 кОе , измерялась с помощью микроскопа Керра. Петля магнитного гистерезиса, называемого частичным гистерезисом, представлена на рис. 7, b. Коэрцитивная сила, соответствующая данной частичной петле не превышает 500 Ое и может относиться, например, к магнитомягкой фазе $\alpha\text{-FeCo}$ ферромагнитной при комнатной температуре в соответствии с общепринятой методикой разложения петли на составляющие для двухфазных систем [12,13]. На вставках к рис. 7, b представлены изображения поверхности микрополоски, приготовленной при вращении диска со скоростью 18 м/с , в условиях наблюдения продольного эффекта Керра, т.е. падающий и отраженный линейно поляризованный лучи света лежат вне плоскости пленки, а намагниченность пленки лежит в ее плоскости. В этих условиях темные и светлые области соответствуют противоположным направлениям намагниченности, лежащей в плоскости пленки. Изменение магнитного поля вызывает рост темного поля и подавление светлого в положительных полях и обратный процесс в отрицательных полях. Таким образом, мы наблюдаем развитие доменов в процессе перемагничивания пленки. Поскольку коэрцитивная сила основной

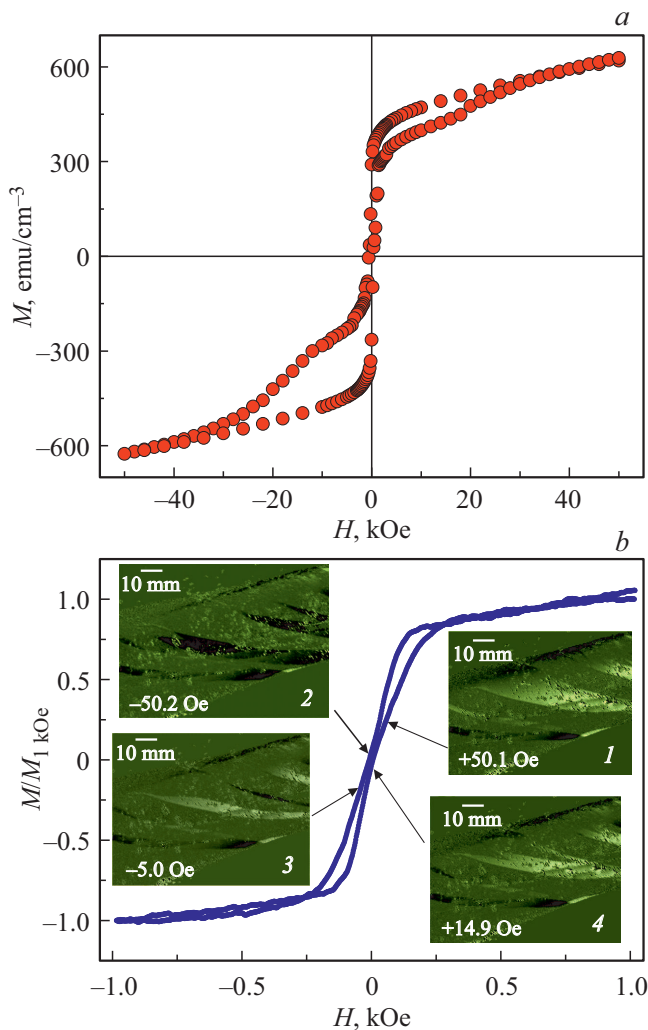


Рис. 7. (а) Полная петля гистерезиса микрополоски, записанная в СКВИД магнетометре; (б) частичная петля магнитного гистерезиса микрополоски, полученной при скорости вращения охлаждающего диска 18 м/с. На вставках показаны фотографии доменов в поляризованном свете микроскопа Керра в магнитных полях 50 (1), -5 (2), 50 (3), 15 (4) Ое.

магнитной фазы на два порядка величины больше, чем магнитное поле, используемое в микроскопии Керра, можно предположить, что природа наблюдаемого перемагничивания может быть связана с включениями α -Fe, ферромагнитного при комнатной температуре. Обычно, полосовые домены возникают при условии, что константа анизотропии первого порядка K_1 превышает энергию анизотропии формы магнита $K_1 > 2\pi M_s^2$. Это условие практически всегда выполняется для редкоземельных магнитов группы *Re-TM-B*, что было многократно подтверждено другими исследователями. Наличие полосовых доменов означает, что в быстро охлажденных микрополосках доля аморфной фазы невелика. Сплав $\text{Dy}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ имеет магнитокристаллическую анизотропию $H_A = 150 \text{ kOe}$, что вдвое выше, чем в сплаве $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Например, высокая коэрцитивная сила 64 kOe была

обнаружена в микрополосках, полученных спиннингом [14,15]. В объемных магнитах PrDyFeB аналогичного состава были выгодны извилистые полосовые домены, локализованные внутри зерен, в отличие от доменной структуры, выявленной нами в микрополосках.

4. Выводы

1) В химически однородном микропроводе $(\text{PrDy})_2(\text{FeCo})_{14}$. Изменение формы угловой зависимости при приближении внешнего поля к полю насыщения объясняется в рамках многодоменной модели Стонера–Вольфарта, учитывающей магнито-кристаллическую анизотропию второго порядка и анизотропию формы.

2) Радиальные домены, обнаруженные ранее в микропроводах магнитооптическими методами, имеют место в тонких приповерхностных слоях микропроводов и не дают заметного вклада в ориентационные зависимости их магнитного момента.

3) В микрополосках жесткая магнитная фаза 2-14-1 (с $H_c \sim 10 \text{ kOe}$) и магнитомягкая фаза α -Fe (с $H_c = 500\text{--}700 \text{ Oe}$) формируют петлю магнитного гистерезиса микрополосок. Высокая магнитная анизотропия фазы 2-14-1 приводит к схлопыванию петли в сильном магнитном поле 4 kOe . Магнитомягкая фаза α -Fe дает частичные петли магнитного гистерезиса в магнитных полях, близких к нулю. Магнитомягкая фаза в микрополосках демонстрирует перемагничивание расширением полосовых доменов, обнаруженных микроскопом Керра.

Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке гранта Президента РФ для поддержки ведущих научных школ 2644.2020.2 и гранта РФФИ 20-32-70025 „Стабильность“.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] R.B. Morgunov, O.V. Koplak, V.P. Piskorskii, D.V. Korolev, R.A. Valeev, A.D. Talantsev. *JMMM* **497**, 166004 (2020).
- [2] O.V. Koplak, R.B. Morgunov. *MSEB* **263**, 114845 (2021).
- [3] M.V. Feigel'man, M.V. Tsodyks. *JETP* **64**, 3, 563 (1986).
- [4] D.J. Sellmyer, S. Nafis. *J. Appl. Phys.* **57**, 3584 (1985).
- [5] А.С. Андреевко, С.А. Никитин. *УФН* **167**, 605 (1997).
- [6] О.В. Коплак, Е.В. Дворецкая, К.С. Кравчук, А.С. Усейнов, Д.В. Королев, Р.А. Валеев, В.П. Пискорский, О.С. Дмитриев, Р.Б. Моргунов. *ФТТ* **63**, 2026 (2020).
- [7] Д.В. Королев, Е.В. Дворецкая, О.В. Коплак, Р.А. Валеев, В.П. Пискорский, Р.Б. Моргунов. *ФТТ* **63**, 503 (2021).

- [8] Е.Н. Каблов, О.Г. Оспенникова, В.П. Пискорский, Р.А. Валеев, И.И. Резчикова, А.В. Бузенков. *Авиационные материалы и технологии* **5**, 94 (2014).
- [9] Е.Н. Каблов, А.Ф. Петраков, В.П. Пискорский, Р.А. Валеев, Е.Б. Чабина. *Металловедение и термическая обработка металлов* **600**, 12 (2005).
- [10] M. Donolato, B.T. Dalslet, C.D. Damsgaard, K. Gunnarsson, C.S. Jacobsen, P. Svedlindh, M.F. Hansen. *J. Appl. Phys.* **109**, 064511 (2011).
- [11] D.X. Chen, J.A. Brug, R.B. Goldfarb. *IEEE Trans. Magn.* **21**, 3601 (1991).
- [12] R.V. Lapshin. *Rev. Sci. Instrum.* **66**, 4718 (1995).
- [13] R.V. Lapshin. *Rev. Sci. Instrum.* **91**, 065106 (2020).
- [14] F.E. Pinkerton. *J. Magn. Magn. Mater.* **54**, 579 (1986).
- [15] M.M. Yazid, S.H. Olsen, G.J. Atkinson. *IEEE Trans. Magn.* **52**, 6, 1 (2016).

Редактор Т.Н. Василевская