

05,07

## Формирование доменной структуры в аморфизированных лазером областях микропроводов PrDyFeCoB

© Е.В. Дворецкая<sup>1</sup>, Р.Б. Моргунов<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Федеральный исследовательский центр проблем химической физики и медицинской химии РАН, Черноголовка, Россия

<sup>2</sup> Тамбовский государственный технический университет, Тамбов, Россия

E-mail: Dvoretzskaya95@yandex.ru

Поступила в Редакцию 18 июля 2024 г.

В окончательной редакции 8 октября 2024 г.

Принята к публикации 9 ноября 2024 г.

Локальное облучение поликристаллического микропровода PrDyFeCoB создает на его поверхности тонкий слой аморфного-кристаллического материала глубиной 2–3  $\mu\text{m}$ . Этот магнитомягкий материал с коэрцитивной силой 10 Oe разбивается на домены, с намагниченностью, направленной в плоскости поверхностного слоя. Движение доменной границы с ростом магнитного поля и поглощение доменов обратной намагниченности является главным механизмом в поверхностном слое. В локально аморфизированных областях зависимость скорости доменной стенки от магнитного поля соответствует режиму ползучести доменных стенок. В полностью аморфных микропроводах скорость движения доменов на два порядка величины выше и демонстрирует переход от режима ползучести к режиму скольжению.

**Ключевые слова:** микроструктуры, магнитная доменная структура, лазерная аморфизация, микромагниты, аддитивные технологии.

DOI: 10.61011/FTT.2024.11.59324.198

### 1. Введение

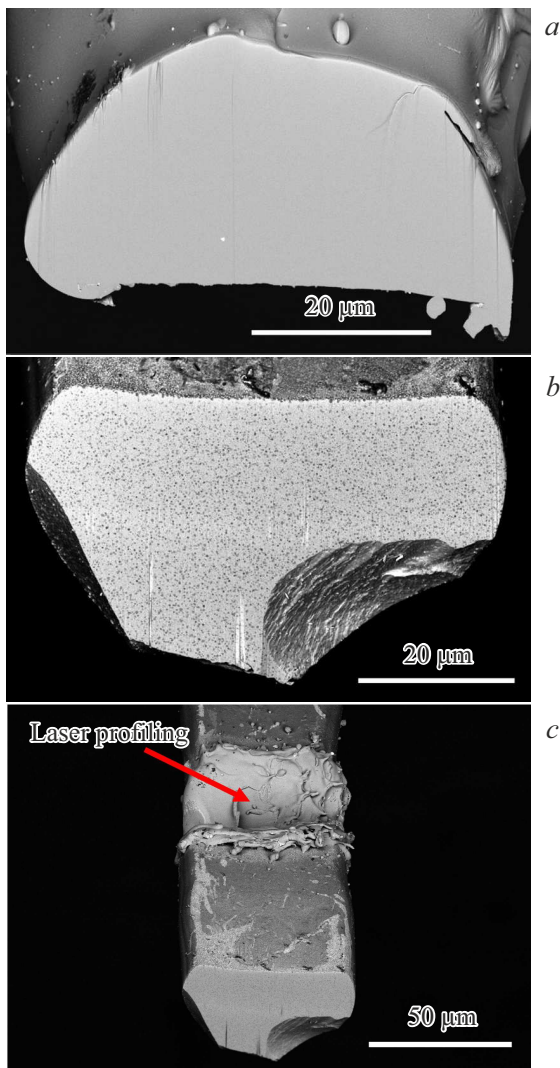
Известно, что облучение ферромагнетиков короткими импульсами лазера не сводится к одному только кратковременному нагреву, а изменение их свойств не объясняется кратковременным повышением температуры. В литературе описаны эффекты, связанные с полностью оптическим перемагничиванием тонких ферромагнитных пленок [1,2], а также обсуждаются данные об изменении структуры и фазового состава под действием ударной тепловой волны и электромагнитного поля световой волны. Сам по себе кратковременный нагрев также не эквивалентен отжигу материала и, приводя к возникновению новых метастабильных фаз, является по существу экстремальным состоянием. Формирование кратера в ферромагнетиках на основе редкоземельных металлов под действием лазерного излучения было исследовано ранее [3,4]. Было установлено, что в результате такого облучения появляются фазы, которые не существовали в исходном материале, происходит существенное перераспределение химических элементов в зоне облучения, а также значительное изменение коэрцитивной силы и других магнитных свойств.

Хотя наиболее распространенным типом постоянных магнитов являются сплавы NdFeB, их практическое применение ограничено высокой хрупкостью, значительным изменением намагниченности с температурой, невозможностью создания нужной геометрии намагниченности в спеченном магните. Поэтому вариацией химиче-

ского состава подрешеток редкоземельных и переходных металлов добиваются совместимости этих свойств при небольшой потере намагниченности в родственном сплаве PrDyFeCoB. Микропровода PrDyFeCoB обладают необычными микромагнитными свойствами, обусловленными наличием слоев, обменного смещения, а также переключением намагниченности [5,6] и используются при создании микропинцетов в биологии [7].

Аморфизация поверхности микропроводов помимо микромагнитных применений в технологиях Micro-Electro Mechanical Systems (MEMS) интересна и важна еще и тем, что аморфные сплавы этой группы обычно представляют собой весьма прочные и устойчивые ко внешним химическим воздействиям покрытия. Поэтому образование аморфной пленки на поверхности микромагнита является ее естественной защитой от агрессивной внешней среды, когда, например, магнитный микропинцет используется в организме *in vivo*. Лазерная инженерия поверхностного аморфного слоя, дизайн аморфного „рисунка“ в заданных областях, программируемое создание доменной структуры в аморфизированных участках микропроводов, все это открывает новые возможности для совершенствования микромагнитов.

Целями работы являются подбор параметров лазерной обработки, которая приводит к локальной аморфизации кристаллических микропроводов PrDyFeCoB, а также обнаружение и анализ доменной структуры аморфизированных участков, и ее сравнение с доменной структурой образцов, подвергнутых вакуумному отжигу.



**Рис. 1.** SEM-изображения отполированного торца аморфного микропровода: *a* — до отжига и *b* — после вакуумного отжига, *c* — микропровода после вакуумного отжига и лазерного профилирования.

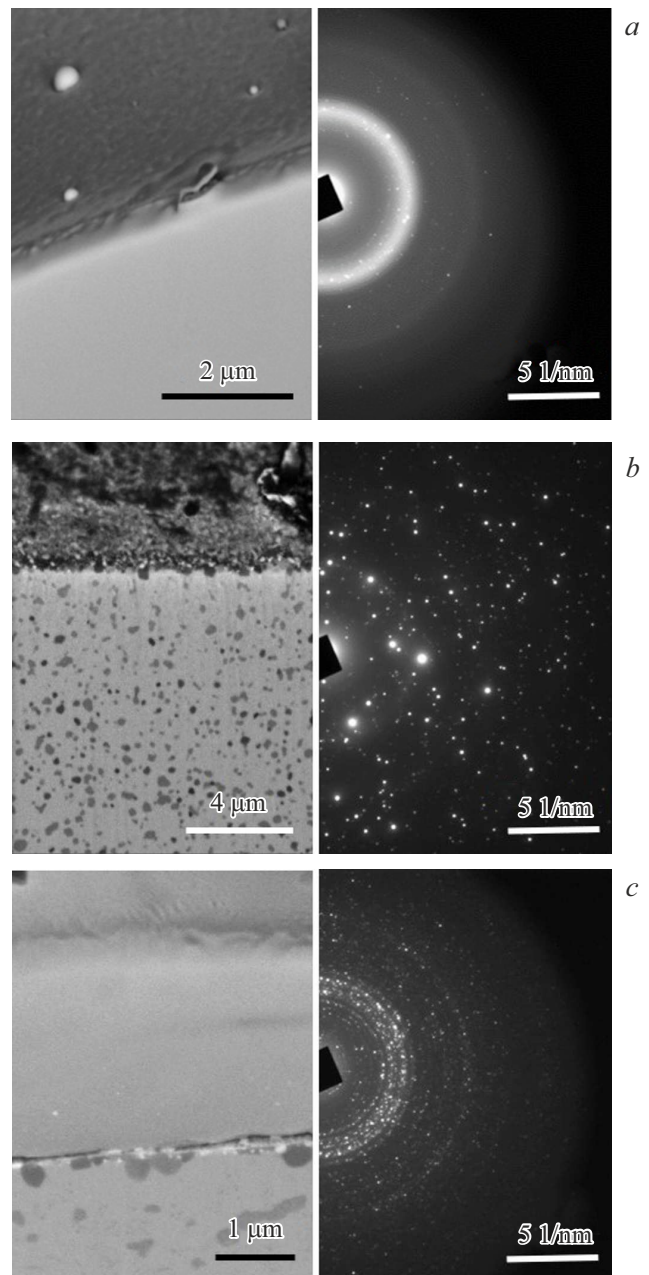
## 2. Образцы и методика экспериментов

Аморфные микропровода PrDyFeCoB длиной  $\sim 1$  см и диаметром  $\sim 50 \mu\text{m}$  получены при быстром охлаждении со скоростью около  $\sim 10^6$  K/s методом экстракции висящей капли расплава (ЭВКР), нагретой высокоэнергетическим электронным пучком [5–8]. На рис. 1, *a* показано SEM-изображение отполированного торца аморфного микропровода. Для сравнения на рис. 1, *b* показано поперечное сечение в том же микропроводе после вакуумного отжига при  $900^\circ\text{C}$  в течение 2 h при давлении  $10^{-5}$  Торг.

Для локального лазерного профилирования микропровода после вакуумного отжига использовали излучение импульсного иттербиевого волоконного лазера G-MARK100 с длиной волны 1070 nm, фокусируемое линзой Ф-100 (размер лазерного пятна 8–12  $\mu\text{m}$ ).

Профилирование проводилось в воздухе при скорости перемещения лазерного луча 850 mm/s, мощностью  $P \approx 16$  W, частотой импульсов 25 kHz, энергией одиночного импульса 1 mJ и длительностью 120 ns. Пример фрагмента микропровода, подвергнутого лазерному облучению, приведен на рис. 1, *c*.

Изображения микропроводов получены с помощью сканирующего электронного микроскопа (SEM) SUPRA 25 (Zeiss). Электронную дифракцию получали с помощью просвечивающего электронного микроскопа



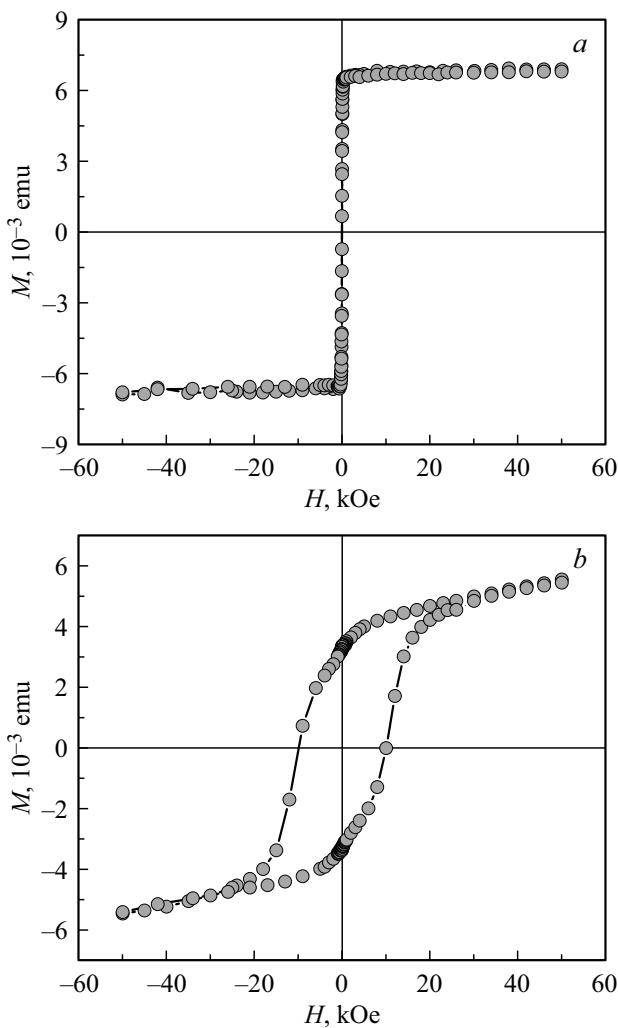
**Рис. 2.** SEM-изображения и соответствующие им электрограммы для ламелей: *a* — аморфного микропровода, *b* — микропровода после вакуумного отжига, *c* — микропровода после вакуумного отжига и лазерного профилирования.

высокого разрешения JEOL (HR TEM) при ускоряющем напряжении 200 kV.

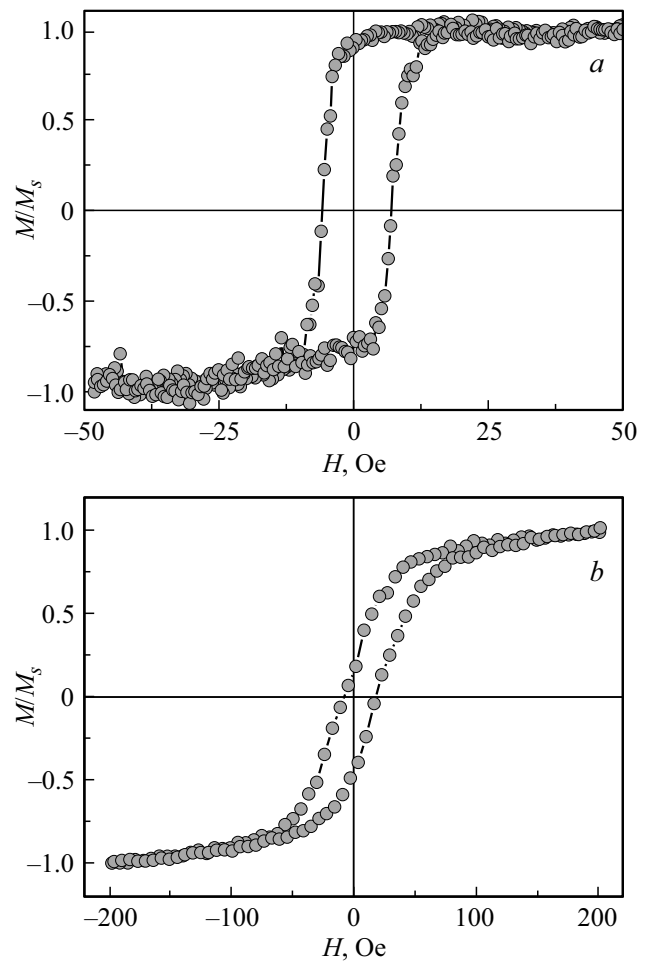
Определение интегральных магнитных характеристик микропроводов проводилось методом SQUID-магнитометрии на приборе MPMS XL Quantum Design. Локальный магнитный гистерезис, визуализация магнитных доменов и процесса перемагничивания микропроводов были получены с использованием магнитооптического микроскопа NEOARK Neomagnesia Lite ВН-753, записывая эффект Керра (МОКЕ) в продольной геометрии. Во всех экспериментах внешнее магнитное поле было направлено вдоль оси микропровода.

### 3. Экспериментальные результаты и обсуждение

До отжига структура микропроводов выглядит однородной (рис. 1, *a* и 2, *a*) после отжига наблюдается

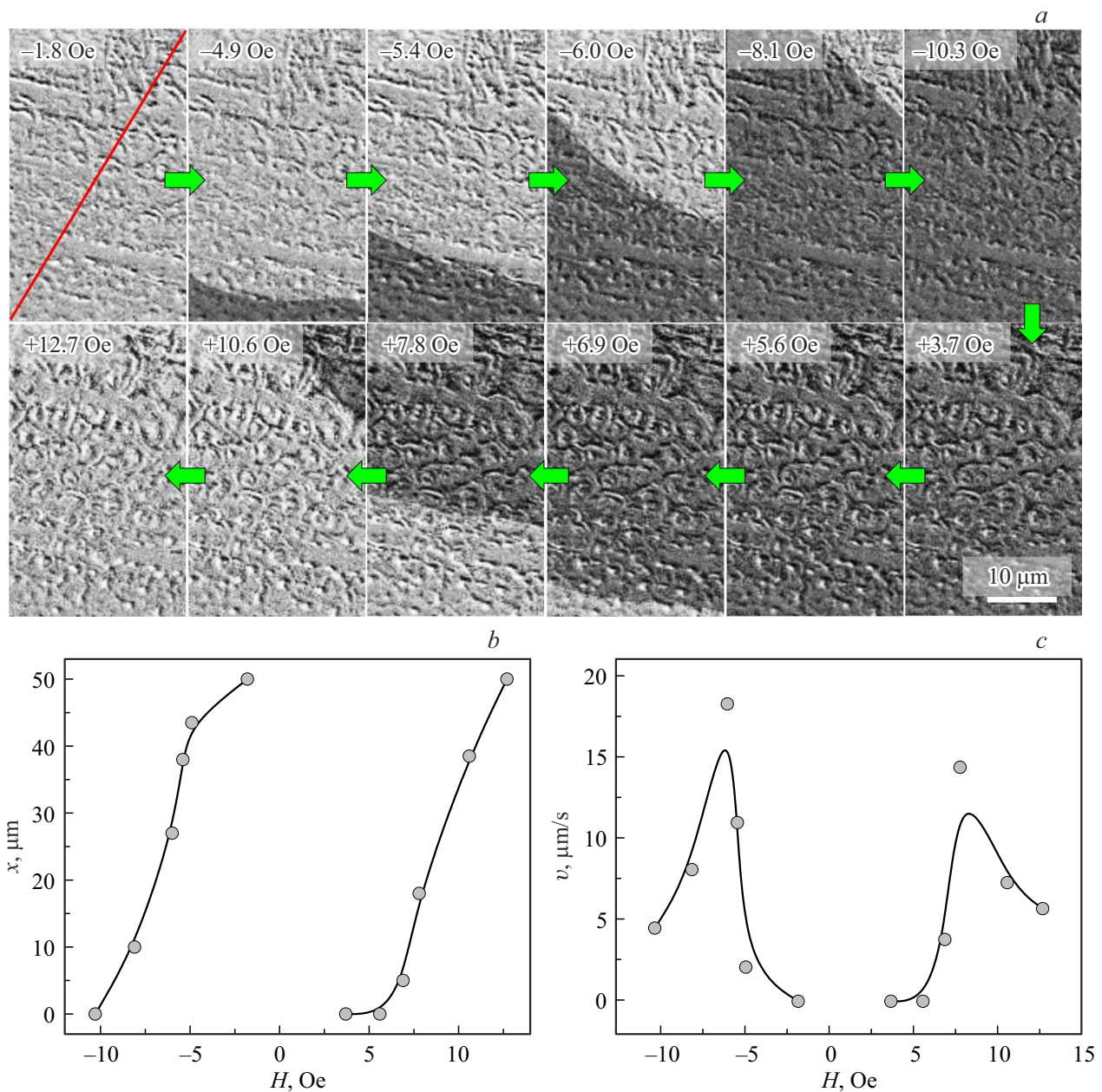


**Рис. 3.** Петли гистерезиса магнитного момента, полученные с помощью SQUID-магнитометра для одного и того же микропровода при температуре 300 К: *a* — до вакуумного отжига и *b* — после вакуумного отжига.



**Рис. 4.** Петли магнитного гистерезиса ( $M_s$  — намагниченность насыщения), полученные с помощью микроскопа Керра, при температуре 300 К на *a* — участке поверхности аморфного микропровода до вакуумного отжига и *b* — облученном лазером участке отожженного микропровода.

хаотичное, но равномерное распределение темных включений по всему объему микропровода (рис. 1, *b* и 2, *b*). Электронограмма макропровода до отжига обладает характерным гало с редкими рефлексам (рис. 2, *a*), соответствующим кристаллитам размером до 10 nm. Кристаллиты вероятнее всего соответствуют включениям 2-14-1-фазы и появляются в аморфных микропроводах при уменьшении скорости охлаждения с 55 до 50 m/s. Вакуумный отжиг приводит к формированию поликристаллической структуры в аморфных микропроводах, о чем свидетельствуют большое количество точечных рефлексов и отсутствие гало на электронограмме (рис. 2, *b*). Локальное лазерное профилирование поликристаллического микропровода вызывает локальную поверхностную аморфизацию материала глубиной до 3  $\mu\text{m}$  в месте воздействия лазерного луча, о чем свидетельствует слабых сплошных гало на SEM-изображении в окрестности расплавленного участка микропровода. (рис. 2, *c*). Электронограмма ламели (рис. 2, *c*), вырезанной из участка микропровода, под-



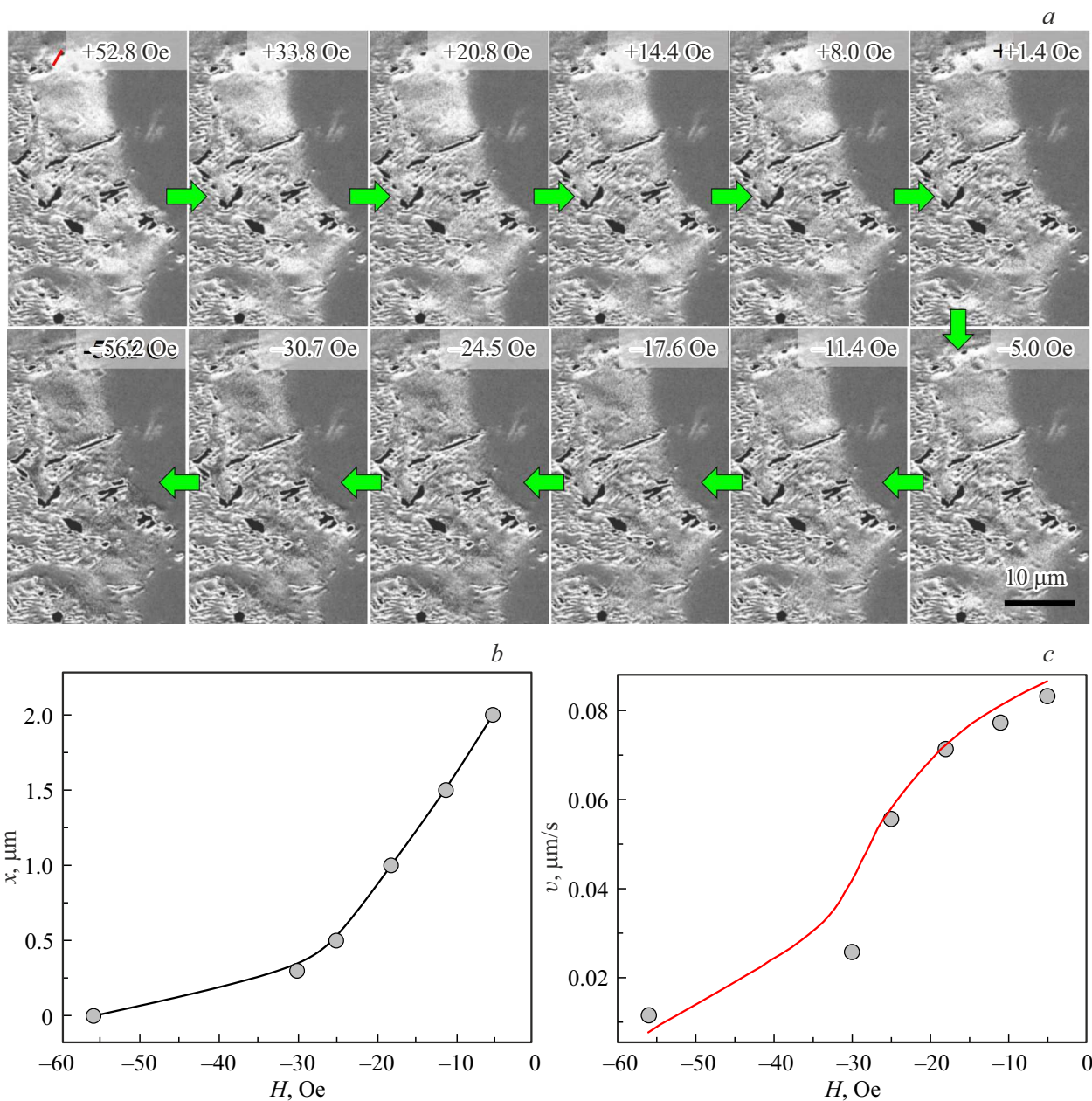
**Рис. 5.** Последовательное изменение доменной структуры участка аморфного микропровода (*a*) и зависимости координаты (*b*) и скорости (*c*) доменной стенки от поля для направления вдоль диагонали рисунка (показано красной линией). Скорость развертки поля 1 Oe/s.  $x$  — координата доменной стенки вдоль красной линии на панели (*a*).

вергнутого лазерному облучению, содержит как точечные рефлексы, так и слабо заметные размытые кольца, свидетельствующие о наличии кристаллитов в аморфном материале.

На рис. 3 представлены петли гистерезиса, полученные с помощью SQUID-магнитометра, для аморфного микропровода до отжига (рис. 3, *a*) и поликристаллического микропровода после вакуумного отжига при 900°C (рис. 3, *b*). Аморфные микропровода (рис. 3, *a*) характеризуются узкой прямоугольной петлей гистерезиса с насыщением в малых полях  $\sim 150$  Oe и низким значением коэрцитивной силы  $\sim 8$  Oe. Вакуумный от-

жиг вызывает значительное увеличение коэрцитивной силы до  $\sim 10$  kOe (рис. 3, *b*) для поликристаллических микропроводов, при этом намагниченность не достигает насыщения даже в полях  $\sim 50$  kOe, что связано с образованием жесткой магнитной фазы типа 2-14-1. Наличие ступенек на петле гистерезиса в малых полях (рис. 1, *b*) свидетельствует о наличии в поликристаллических микропроводах одновременно двух фаз: магнито-твердой высококоэрцитивной фазы 2-14-1 и магнитомягких фаз 1-4-1 и 2-1.

На рис. 4 представлены локальные петли магнитного гистерезиса, полученные с помощью микроскопа Керра,



**Рис. 6.** Последовательное изменение доменной структуры участка микропровода (а), подвергнутого вакуумному отжигу и последующему лазерному облучению, и зависимости координаты (b) и скорости доменной стенки (c) от поля для направления вдоль красной линии. Сплошной линией показана аппроксимация зависимости  $v(H)$  формулой (1). Скорость развертки поля 1 Oe/s.  $x$  — ширина домена в области вдоль красной линии на панели (а).

для участка на поверхности аморфного микропровода (рис. 4, а) и участка поликристаллического микропровода, подвергнутого лазерному профилированию (рис. 4, б). Для микропровода после термического отжига локальную петлю магнитного гистерезиса методом Керра записать не удалось, поскольку максимальная величина поля  $\sim 1$  кОе была недостаточной для перемагничивания образца. В исходном аморфном микропроводе наблюдается гистерезис намагниченности  $M$  с коэрцитивной силой  $\sim 10$  Ое и насыщением в малых полях  $\sim 20$  Ое (рис. 4, а). В аморфизированном лазером

участке микропровода значение коэрцитивной силы, как и для аморфного микропровода, составляет  $\sim 10$  Ое, при этом петля приобретает наклонную форму с полем насыщения 200 Ое. Этот факт говорит о близости структурных состояний исходного аморфного материала и аморфизированного под действием лазера.

На рис. 5 и 6 представлены изображения доменной структуры аморфного микропровода (рис. 5, а) и участка поликристаллического микропровода после лазерного облучения (рис. 6, а). Для поликристаллического микропровода без лазерного профилирования не удалось

зарегистрировать доменную структуру с помощью микроскопа Керра. В аморфном микропроводе (рис. 5, *a*) видна доменная граница и ее движение (перемещение светлых и темных контрастов), перемагничивание происходит расширением доменов при изменении величины и направления внешнего магнитного поля. Отметим, что, хотя в данной работе мы наблюдаем продольную компоненту намагниченности, ранее с помощью метода магнито-оптических индикаторных пленок (МОИП) [8] нами было установлено наличие в этих же микропроводах  $\text{PtDyFeCoV}$  доменов с радиальной намагниченностью в поверхностных слоях [9]. Это говорит о том, что полная намагниченность микропровода направлена под углом к его оси. На рис. 5, *b* и 6, *b* представлены зависимости координаты доменной стенки и ее скорости от внешнего магнитного поля. Об этом же свидетельствует довольно высокая скорость движения доменной стенки  $\sim 18 \mu\text{m/s}$  (рис. 5, *b*). Немонотонная зависимость скорости доменной стенки от магнитного поля типична для переходного режима от ползучести доменной стенки в слабом поле к режиму ее скольжения в полях выше 8 Ое [10].

Вакуумный отжиг аморфных микропроводов приводит к исчезновению доменной структуры в слабом поле до 1 кОе. Однако локальное лазерное облучение поликристаллических отожженных микропроводов восстанавливает в них доменную структуру (рис. 6, *a*). При этом размер доменов уменьшается, и их расположение становится хаотичным по сравнению с доменами в исходном аморфном образце (рис. 5, *a*). Динамика доменов в облученных лазером образцах также отличается от динамики доменов в исходных аморфных образцах (рис. 5, *a* и *b*). Скорость движения доменной стенки в локально облученных областях на два порядка величины меньше, чем в исходном полностью аморфном микропроводе  $\sim 0.1 \mu\text{m/s}$ . Поэтому зависимость скорости от магнитного поля монотонна, а переходного участка зависимости  $v(H)$  в режим скольжения доменной стенки не наблюдается (рис. 6, *c*).

Зависимость скорости доменной стенки от магнитного поля в режиме ползучести описывается формулой [11]:

$$v(H) = v_0 \exp\left(-\frac{U}{k_B T} \left(\frac{H_c}{H}\right)^{1/4}\right), \quad (1)$$

где  $U$  — высота потенциального барьера,  $k_B$  — постоянная Больцмана,  $T$  — температура,  $H_c$  — критическое поле. В наших опытах критическое поле, установленное по аппроксимации рис. 6, *c*, составляет  $H_c = -55$  Ое.

Таким образом, динамика доменных стенок в полностью аморфном и частично аморфизированном лазером микропроводах различаются по величине скорости и по режимам движения доменной стенки в них.

## Выводы

1. Отжиг аморфного микропровода  $\text{DyPtFeCoV}$  приводит к образованию поликристаллической магнетостойкой фазы 2-14-1 и к значительному увеличению

коэрцитивной силы с 8 Ое для аморфных микропроводов до 10 кОе для поликристаллических микропроводов.

2. В поликристаллических микропроводах  $\text{DyPtFeCoV}$ , приготовленных вакуумным отжигом, локальное лазерное профилирование приводит к появлению поверхностного аморфного слоя толщиной  $\sim 3 \mu\text{m}$  и к сужению петли гистерезиса по сравнению с исходным поликристаллическим микропроводом.

3. В аморфной части микропровода наблюдаются домены, которые полностью исчезают под действием вакуумного отжига. Локальное лазерное облучение приводит к возникновению мелких и хаотично расположенных доменов в области лазерной метки.

4. В облученных областях зависимость скорости доменной стенки от поля согласуется с режимом ползучести, в котором доменная стенка термоактивационно преодолевает препятствия, которыми являются неоднородности аморфной фазы. В полностью аморфном микропроводе, не подвергавшемся облучению лазером и отжигу, зависимость скорости доменной стенки от поля немонотонна, а скорость движения на два порядка величины выше, чем в локальных аморфизированных областях. Это говорит о переходе режима ползучести в режим скольжения в полностью аморфных микропроводах, а также о разных механизмах торможения в полностью и частично аморфизированных микропроводах.

## Финансирование работы

Работа выполнена в рамках гос. задания ФИЦ Проблем химической физики и медицинской химии РАН 124013100858-3.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] C.-H. Lambert, S. Mangin, B.S.D.C.S. Varaprasad, Y.K. Takahashi, M. Hehn, M. Cinchetti, G. Malinowski, K. Hono, Y. Fainman, M. Aeschlimann, E.E. Fullerton. *Sci.* **345**, 6202, 1337 (2014).
- [2] J. Igarashi, Q. Remy, S. Iihama, G. Malinowski, M. Hehn, J. Gorchon, J. Hohlfield, S. Fukami, H. Ohno, S. Mangin. *Nano Lett.* **20**, 12, 8654 (2020).
- [3] O. Koplak, K. Kravchuk, A. Useinov, A. Talantsev, M. Hehn, P. Vallobra, S. Mangin, R. Morgunov. *Appl. Surf. Sci.* **493**, 470 (2019).
- [4] S. Iihama, Y. Xu, M. Deb, G. Malinowski, M. Hehn, J. Gorchon, E.E. Fullerton, S. Mangin. *Adv. Mater.* **30**, 51, 1804004 (2018).
- [5] О.В. Коплак, Е.В. Дворецкая, Д.В. Королев, Р.А. Валева, В.П. Пискорский, М.В. Гапанович, Ю.С. Погорелец, Р.Б. Моргунов. *ФТТ* **63**, 10, 1522 (2021). [O.V. Koplak, E.V. Dvoretzskaya, D.V. Korolev, R.A. Valeev, V.P. Piskorskii, M.V. Gapanovich, Yu.S. Pogorelets, R.B. Morgunov. *Phys. Solid State* **63**, 11, 1675 (2021).]

- [6] О.В. Коплак, Е.В. Дворецкая, Д.В. Королев, Р.А. Валеев, В.П. Пискорский, А.С. Денисова, Р.Б. Моргунов. ФТТ **62**, 8, 1187 (2020). [O.V. Koplak, E.V. Dvoretzskaya, D.V. Korolev, R.A. Valeev, V.P. Piskorskii, A.S. Denisova, R.B. Morgunov. Phys. Solid State **62**, 8, 1333 (2020).]
- [7] О.В. Коплак, Е.В. Дворецкая, В.Л. Сидоров, Н.Н. Дремова, И.В. Шашков, Д.В. Королев, Р.А. Валеев, В.П. Пискорский, Р.Б. Моргунов. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования **3**, 94 (2021). [O.V. Koplak, E.V. Dvoretzskaya, V.L. Sidorov, N.N. Dremova, I.V. Shashkov, D.V. Korolev, R.A. Valeev, V.P. Piskorski, R.B. Morgunov. J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech. **15**, 2, 292 (2021).]
- [8] О.В. Коплак, В.Л. Сидоров, Е.В. Дворецкая, И.В. Шашков, Р.А. Валеев, Д.В. Королев, В.П. Пискорский, Р.Б. Моргунов. ФТТ **63**, 2, 242 (2021). [O.V. Koplak, V.L. Sidorov, E.V. Dvoretzskaya, I.V. Shashkov, R.A. Valeev, D.V. Korolev, R.B. Morgunov. Phys. Solid State **63**, 2, 266 (2021).]
- [9] V.I. Nikitenko, V.S. Gornakov, L.M. Dedukh, A.F. Khapikov, L.H. Bennett, R.D. McMichael, L.J. Swartzendruber, A.J. Shapiro, M.J. Donahue, V.N. Matveev, V.I. Levashov. J. Appl. Phys. **79**, 8, 6073 (1996).
- [10] В.С. Горнаков, Л.М. Дедух, В.И. Никитенко, В.Т. Сыногач. ЖЭТФ **90**, 6, 2090 (1986). [V.S. Gornakov, L.M. Dedukh, V.I. Nikitenko, V.T. Synogach. JETP **63**, 6, 1225 (1986).]
- [11] S. DuttaGupta, S. Fukami, C. Zhang, H. Sato, M. Yamanouchi, F. Matsukura, H. Ohno. Nature Phys. **12**, 4, 333 (2016).

Редактор *Е.В. Толстякова*