

05,12

Ориентационная зависимость магнитного момента микропроводов α -Fe(PrDy)(CoFeB)

© О.В. Коплак¹, Е.В. Дворецкая¹, А.Д. Таланцев¹, Д.В. Королев², Р.А. Валеев², В.П. Пискорский², А.С. Денисова³, Р.Б. Моргун^{1,2,3}

¹ Институт проблем химической физики, Черноголовка, Россия

² Всероссийский институт авиационных материалов, Москва, Россия

³ Первый московский государственный медицинский университет им. И.М. Сеченова, Москва, Россия

E-mail: o.koplak@gmail.com

Поступила в Редакцию 12 декабря 2019 г.

В окончательной редакции 12 декабря 2019 г.

Принята к публикации 12 декабря 2019 г.

Исследована анизотропия намагниченности микропроводов, состоящих из ядра α -Fe и оболочки (PrDy)(FeCo)B при 300 К. Разделены компоненты намагниченности ядра α -Fe вдоль оси микропровода и неколлинеарная компонента оболочки микропровода с разными полями насыщения намагниченности ~ 100 Ое и > 10 кОе соответственно. Направления намагниченностей оболочки и ядра отличаются на 170° .

Ключевые слова: ферромагнитные микропровода, магнитная анизотропия, размагничивающий фактор.

DOI: 10.21883/FTT.2020.04.49121.649

1. Введение

Магнитные микропровода привлекают внимание специалистов в связи с обширными применениями в качестве сенсоров магнитного поля, температуры, деформации, магнитных пинцетов и манипуляторов для биологии и медицины [1,2]. Одним из наиболее привлекательных свойств микропроводов является гигантский магнитоимпедансный эффект (GMI), вызванный влиянием магнитного поля на глубину скин-слоя [3,4]. Наблюдение GMI на уровне 1000% и выше [5] свидетельствует о том, что область применения микропроводов может оказаться даже шире, чем для сложных в изготовлении гетероструктур планарной спинтроники, гигантское магнитосопротивление (GMR) которых обычно составляет сотни процентов [6]. Весьма перспективным представляется новый тип микропроводов с ядром α -Fe и оболочкой (PrDy)(FeCo)B, о которых сообщалось в [7–10]. Эти микропровода, выращенные методом экстракции висящей капли расплава, диаметром ~ 80 – $100 \mu\text{m}$ и длиной 10–20 мм демонстрируют прямоугольную петлю гистерезиса из-за быстрого перемагничивания в ядре α -Fe, низкое поле переключения намагниченности (менее 100 Ое) и высокую положительную магнитострикцию оболочки (PrDy)(FeCo)B. Контакт ферромагнитного ядра α -Fe с ферромагнитной оболочкой (PrDy)(FeCo)B в этих микропроводах может создавать эффекты обменного смещения, что выглядит многообещающим с точки зрения комбинирования магнитоимпедансных и магниторезистивных свойств. В литературе редко встречаются данные о микропроводах, содержащих переход-

ные и редкоземельные элементы. Хотя возможность модификации магнитной фазы, и соответственно остаточной намагниченности, коэрцитивной силы и т.д. в микропроводах на основе NdFeB/Ta были показаны в [11]. Коаксиальная двухфазная структура микропровода приводит не только к появлению эффекта GMI, но и к конкуренции магнитной анизотропии ядра и оболочки, которая приводит к формированию спирального [12] или азимутального [13] направления намагниченности в микропроводе. Данные о магнитной анизотропии ядра и оболочки микропровода могут быть получены из анализа анизотропии магнитных свойств микропровода. Цель настоящей работы заключалась в анализе магнитной анизотропии микропроводов, состоящих из ядра α -Fe и оболочки (PrDy)(FeCo)B, полученных сверхбыстрым охлаждением расплава (DyPr)(FeCo)B.

2. Методика и образцы

Микропровода выращивались методом экстракции висящей капли расплава. Предварительно, многокомпонентный расплав нагревали в индукционной вакуумной печи. Ферробор и кобальт плавляли в керамическом тигле, а затем добавляли Pr и Dy в расплав. Полученный расплав PrDyFeCoB охлаждали и слиток измельчали до среднего размера частиц $\sim 30 \mu\text{m}$. Порошок PrDyFeCoB прессовали в форме призмы и спекали при 1140°C в вакууме 10^{-5} Торр. Спеченная призма подвергалась локальному облучению электронным пучком для локального плавления и образования капель расплава. Расплавленная капля соприкасалась с латунным цилиндром с водя-

ным охлаждением, вращающимся с постоянной линейной скоростью поверхности 30–40 м/с, обеспечивающей скорость охлаждения $\sim 10^6$ К/с. Структурно-химический анализ извлеченных микропроводов был подробно описан ранее, включая идентификацию химического состава ядра $\alpha\text{-Fe}$ и оболочки PrDyFeCoB [7–10]. Относительные объемные доли ядра $\alpha\text{-Fe}$ и оболочки PrDyFeCoB приблизительно равны. Изображение микропроводов были получены на оптическом микроскопе AxioImager.A1 (Zeiss) и сканирующем автоэмиссионном электронном микроскопе SUPRA 25 (Zeiss). Во всех экспериментах использовались микропровода длиной ~ 15 мм и диаметром $\sim 60\text{--}70$ μm . Зависимости $M\text{--}H$ при комнатной температуре и угловые зависимости намагниченности были измерены на вибромагнитометре 7407 Lakeshore в режиме качающегося поля. Диапазон поля составлял от -10 кОе до $+10$ кОе. Постоянная времени составляла 0.3 с, а время усреднения составляло 1 с на точку.

3. Экспериментальные результаты и обсуждение

Микропровода имели форму, близкую к цилиндрической, длиной 2–3 мм и диаметром 50–70 μm (рис. 1). Зависимости магнитного момента микропровода от магнитного поля $M(H)$ показаны на рис. 2, *a*, для двух ориентаций магнитного поля вдоль и перпендикулярно оси микропровода. Полевые зависимости производной dM/dH приведены на рис. 2, *b*. Как видно из рис. 2, *a*, в ориентации поля вдоль оси микропровода наблюдается его резкое перемагничивание в магнитном поле $H_S \sim 200\text{--}300$ Ое, что хорошо согласуется с ранее развитыми представлениями о бистабильности и однодоменности ядра микропроводов [1–3]. При перпендикулярной ориентации магнитного поля насыщение магнитного момента достигается в значительно большем поле эффективной анизотропии $H_{shell} \sim 10$ кОе. Можно предполагать, что $H_S \sim 200\text{--}300$ Ое характеризует перемагничивание ядра микропровода, в то время, как $H_{shell} \sim 10$ кОе имеет отношение к магнитным свойствам оболочки.

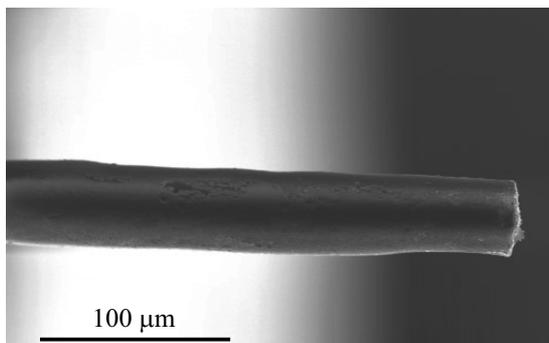


Рис. 1. Изображение цилиндрического микропровода $\alpha\text{-Fe}(\text{PrDy})(\text{CoFeB})$.

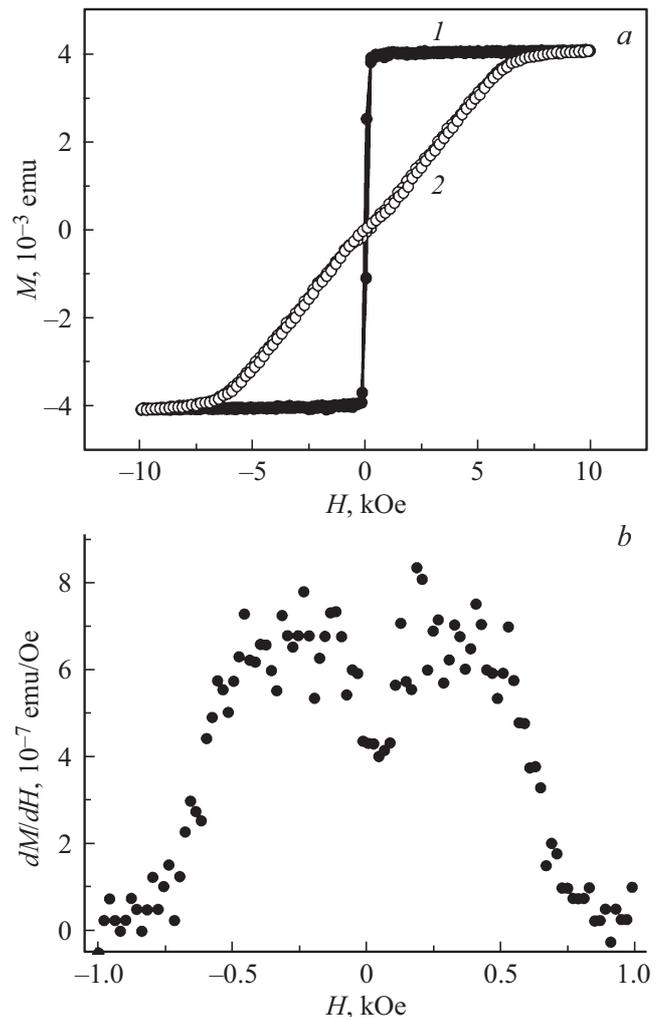


Рис. 2. (*a*) — Петли магнитного гистерезиса в магнитном поле, параллельном (1) и перпендикулярном (2) оси микропровода. На вставке показано сечение половины микропровода, полученной резким охлаждением в жидком азоте. (*b*) — Зависимость магнитной восприимчивости $\chi = dM/dH$ от магнитного поля H для ориентации поля перпендикулярно оси микропровода.

На вставке к рис. 3 показано сечение половины микропровода, приготовленной путем помещения цилиндрического образца в жидкий азот и расколотого пополам внутренними механическими напряжениями, возникшими при резком охлаждении. Из вставки на рис. 3 видно, что сечение микропровода соответствует правильному полуцилиндру, а аморфная оболочка неправильной формы имеет разную толщину вдоль оси микропровода вплоть до полного ее исчезновения.

Если не принимать во внимание наличие магнитного ядра и оболочки, из рис. 2, *a* можно было бы сделать вывод, что главная ось намагниченности лежит вдоль оси микропровода, как это обычно бывает в результате анизотропии формы цилиндрического образца. Однако в слабых полях (рис. 2, *a*) имеется излом, который

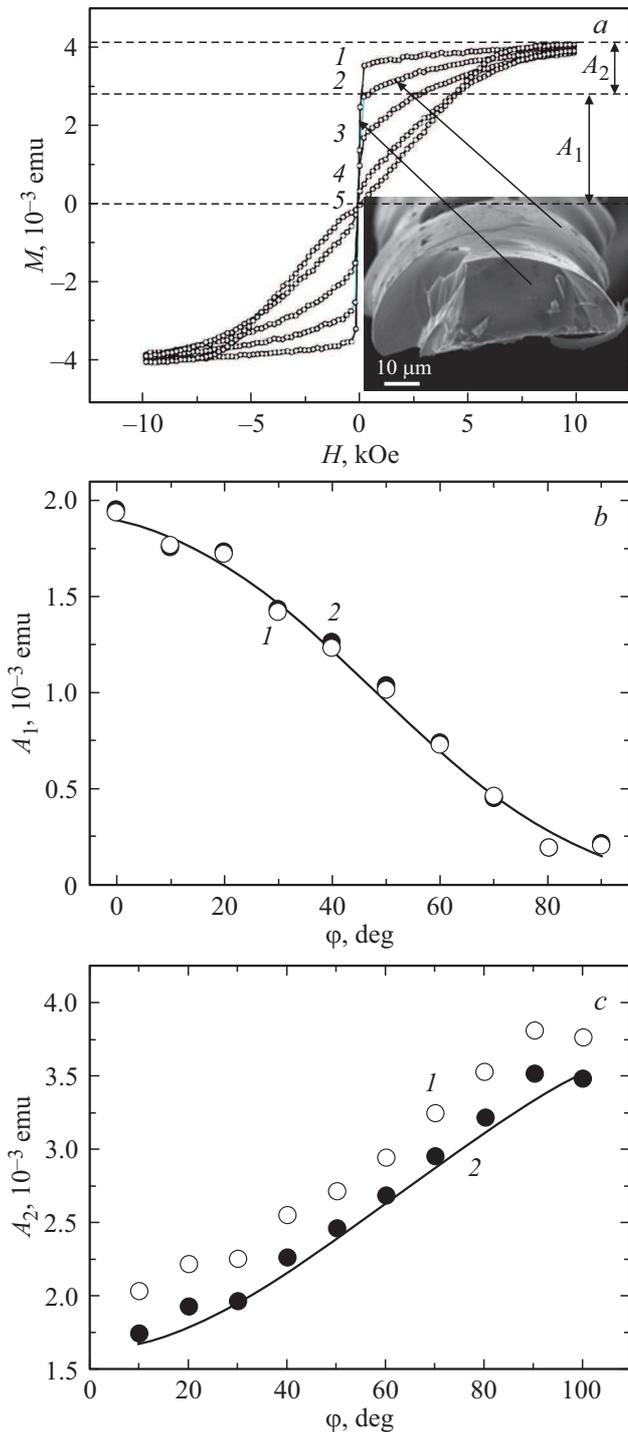


Рис. 3. (а) — Зависимости магнитного момента микропровода от магнитного поля, полученные при разных углах φ между осью микропровода и магнитным полем: 1) 0° , 2) 30° , 3) 45° , 4) 60° , 5) 90° . Показаны параметры A_1 и A_2 , отвечающие вкладам ядра и оболочки соответственно. Зависимости „низкополевого“ компоненты A_1 (b) и „высокополевого“ компоненты A_2 (c) от угла φ в полях 1 кОе (1) и 0.1 кОе (2). Сплошными линиями показаны аппроксимации функциями $\cos \varphi$ и $\cos(\varphi + \pi/2)$ соответственно.

более явно виден как резкое изменение производной dM/dH на ее зависимости от магнитного поля (рис. 2, b). Видно, что при 0.3–0.4 кОе наблюдается максимум производной на зависимости $dM/dH(H)$, который обычно не наблюдается в однокомпонентных микропроводах или микропроводах покрытых немагнитным материалом (стеклом). Наличие такого максимума свидетельствует о том, что вклад ядра в полевую зависимость магнитного момента при перпендикулярной ориентации магнитного поля мал и перестает иметь значение при $H > 300\text{--}400$ Ое.

Для проверки этого предположения полевые зависимости намагниченности были получены при нескольких разных углах вектора напряженности магнитного поля к оси микропровода 0° , 30° , 45° , 60° и 90° (рис. 3, a). Видно, что низкополевого часть зависимости $M(H)$ с амплитудой A_1 быстро насыщается в слабых полях (рис. 3, a) и уменьшается с ростом угла φ в полях 0.1 кОе и 1 кОе (рис. 3, b). Остальная часть полевой зависимости A_2 насыщается в сильных полях > 10 кОе (рис. 3, b) и растет с увеличением угла φ между микропроводом и магнитным полем в полях 0.1 кОе и 1 кОе (рис. 3, c). Из этого можно сделать вывод, что намагниченность ядра микропровода M_{core} направлена вдоль его оси и уменьшается, как $\cos \varphi$ с ростом угла. Проекция намагниченности оболочки M_{shell} , напротив, растет с увеличением угла φ .

Для независимого определения намагниченностей ядра и оболочки были получены ориентационные зависимости магнитного момента микропровода $M(\varphi)$ в магнитных полях 0 Ое (т.е. угловая зависимость остаточной намагниченности (рис. 4, a) и в магнитном поле 10 кОе, заведомо превышающем поле насыщения и ядра и оболочки (рис. 4, b). Видно, что ориентационная зависимость остаточной намагниченности в нулевом поле максимальна при направлении поля вдоль оси микропровода и в целом подчиняется функции $M = A_1 \cos \varphi$, показанной сплошной линией. Остаточную намагниченность логично относить к ядру микропровода с продольной намагниченностью, в то время как аморфная редкоземельная оболочка, не имеющая гистерезиса в нулевом поле, дает нулевой вклад в ориентационные зависимости $M(\varphi)$. Небольшое отклонение от этой зависимости наблюдается при углах $\varphi = 80\text{--}90^\circ$ (рис. 4, a). Это может быть связано с наличием ферромагнитных включений α -железа в оболочке микропровода.

В почти насыщающем магнитном поле 10 кОе (рис. 4, b), напротив, наблюдается минимум на зависимости $M(\varphi)$ при углах $\varphi = 60\text{--}65^\circ$. Считая, что вклад оболочки остается прежним, (т.е. подчиняется функции $M = A_1 \cos \varphi$), можно определить вклад оболочки, аппроксимируя экспериментальную зависимость магнитного момента суммой двух компонент оболочки и ядра: $M_{core} = A_1 \cos \varphi$ и $M_{shell} = A_2 \cos(\varphi + \theta)$, где θ — неизвестный угол ориентации намагниченности аморфной оболочки. На рис. 4, b сплошной линией

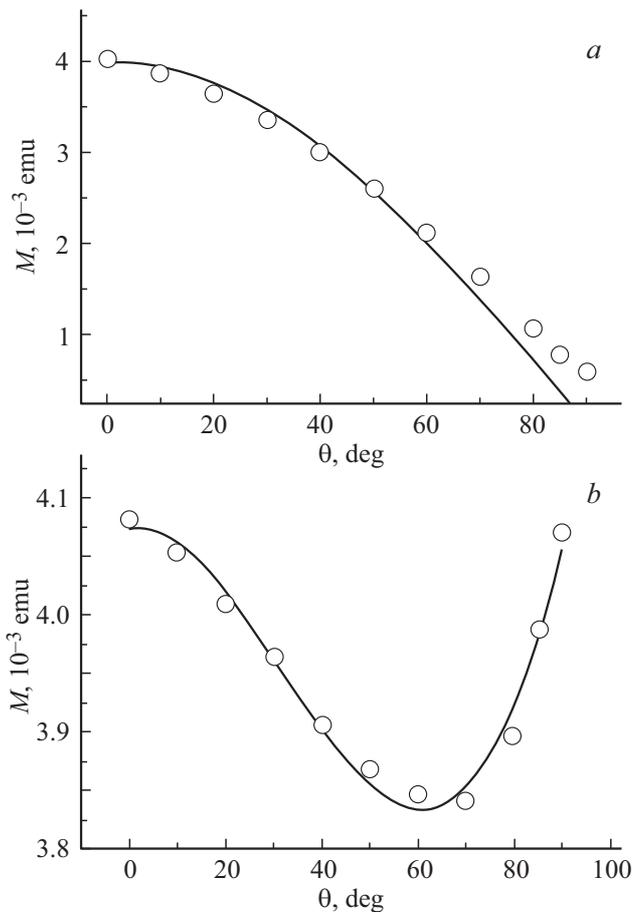


Рис. 4. Угловые зависимости магнитного момента микропровода, полученные в вибромагнетометре при постоянном значении магнитного поля: (а) 0 кОе, (б) 10 кОе. Сплошными линиями показаны аппроксимации зависимостей, описанные в тексте.

показана аппроксимация экспериментальной ориентационной зависимости функцией $M(\varphi) = M_{core} + M_{shell} = A_1 \cos \varphi + A_2 \cos(\varphi + \theta)$. Из этой аппроксимации определен угол $\theta = 170^\circ$ наклона намагниченности оболочки по отношению к намагниченности ядра $\theta = 0^\circ$. Из этого следует, что поле рассеяния ядра намагничивает аморфную оболочку почти в направлении силовых линий поля рассеяния, однако имеется небольшая перпендикулярная компонента. Аппроксимацией установлено, что в поле 10 кОе амплитуда вклада ядра A_1 оказалась \sim в 15 раз меньше амплитуды вклада оболочки A_2 (см. масштабы на рис. 4, а, б), что вполне ожидаемо для редкоземельных ионов оболочки, которые дают большее поле насыщения. Это связано с тем, что суммарный момент элементарной единицы редкоземельной оболочки $S_{\text{DyPrFe}} = 4$, т.е. сумме спинового момента иона железа $S_{\text{Fe}} = 1/2$ (его орбитальный момент заморожен) и разности $J_{\text{Dy}} - J_{\text{Pr}} = 15/2 - 4 = 7/2$ полных моментов ионов Dy и Pr. Поэтому ожидаемое отношение намагниченностей насыщения оболочки и ядра при

их одинаковых объемах можно оценить по формуле: $A_2/A_1 = S_{\text{DyPrFe}}(S_{\text{DyPrFe}} + 1)/S_{\text{Fe}}(S_{\text{Fe}} + 1) = 13.3$. Различие экспериментально полученного значения $A_2/A_1 = 15$ и теоретической оценки $A_2/A_1 = 13.3$ может быть связано с неточным определением объемов ядра и оболочки, отношение которых не постоянно вдоль оси микропровода (см. вставку на рис. 2). Таким образом, аппроксимация угловой зависимости магнитного момента двумя угловыми зависимостями с разной фазой и периодом удовлетворительно предсказывает отношение намагниченностей насыщения оболочки и ядра микропровода.

Угловая зависимость коэрцитивной силы H_c в магнитном поле 1 кОе приведена на рис. 5. Она аппроксимирована зависимостью $H_c(\varphi) = H_{c0}/\cos \varphi$ (сплошная линия), которая, согласно теоретическим представлениям о движении 180° доменной стенки [14], характеризует процесс перемагничивания ядра микропровода. Пропорциональность коэрцитивной силы фактору $H_{c0}/\cos \varphi$ отвечает ситуации, когда перемагничивание происходит путем нуклеации зародышей обратной намагниченности [15]. При этом параметр $H_{c0} = 20$ Ое в сложной композитной системе микропровода отвечает полю открепления доменных стенок от препятствий [15].

В заключение отметим, что наши простые оценки отнюдь не решают вопроса о сложном магнитном состоянии оболочки микропровода. Отдельных исследований и обсуждения требует наличие включений α -железа в оболочке, установленное нами в предыдущих работах, магнитное дипольное взаимодействие между ядром и оболочкой, а также обменное смещение, обнаруженное ранее с помощью микроскопии Керра [9,10]. Все эти факторы способны формировать сложную угловую зависимость намагниченности оболочки, как было ранее показано в работах, посвященных многослойным микропроводам [16–20]. В этой работе установлена лишь неколлинеарность намагниченностей ядра и оболочки в сильных магнитных полях на уровне 10 кОе. Обсужде-

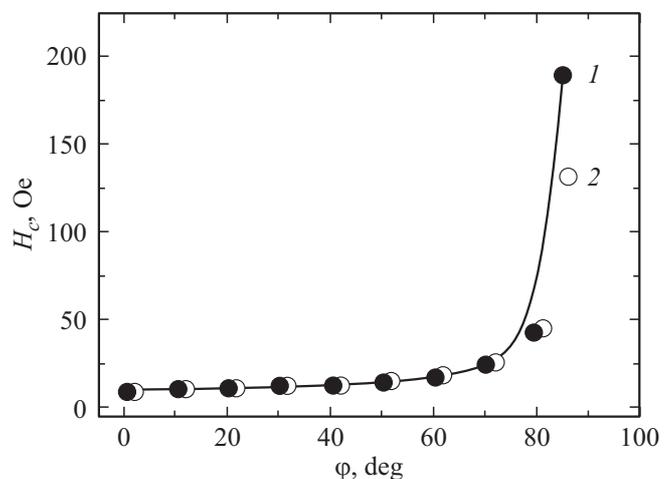


Рис. 5. Угловые зависимости коэрцитивной силы H_c микропровода в магнитных полях 0.1 кОе (1), 1 кОе (2). Сплошной линией показана аппроксимация зависимости при 0.1 кОе.

ние природы магнитной анизотропии оболочки, которая к тому же может оказаться частично кристаллизованной в виде наночастиц, требует детального анализа свойств и фазового состава сплава PrDyFeCoV.

4. Выводы

1. Полевые зависимости магнитного момента микропровода α -Fe в оболочке (PrDy)(FeCo)V состоят из двух компонент. Компонента магнитного момента α -Fe ядра микропровода насыщается в слабых полях ~ 100 Oe, уменьшается с ростом угла между полем и осью микропровода и направлена вдоль его оси. Компонента намагниченности редкоземельной оболочки (PrDy)(FeCo)V насыщается в поле > 10 kOe, нарастает при отклонении поля от оси микропровода и неколлинеарна оси микропровода.

2. Угловые зависимости магнитного момента микропровода α -Fe в оболочке (PrDy)(FeCo)V имеют минимум при направлении магнитного поля под углом $10-30^\circ$ к оси микропровода в магнитном поле $5-10$ kOe. Этот минимум проявляется только в сильных полях, близких к полю насыщения оболочки микропровода, что свидетельствует о наличии компоненты намагниченности оболочки, неколлинеарной оси микропровода.

3. Угловая зависимость коэрцитивной силы α -Fe ядра микропровода в слабых полях следует закономерности Кондорского $H_c \sim 1/\cos\varphi$, отвечающей механизму нуклеации, ограниченному 180° доменной стенкой в ядре микропровода.

Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке РФФИ проект 20-32-70025 „Стабильность“. Р.Б. поддержан проектом по повышению конкурентоспособности ведущих российских вузов среди научно-образовательных центров (5–100).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] H.-X. Peng, F. Qin, M.-H. Phan. Ferromagnetic microwire composites: from sensors to microwave applications. Ser. Engineering Materials and Processes. Springer, (2016). 245 p.
- [2] M. Vazquez, H. Chiriac, A. Zhukov, L. Panina, T. Uchiyama. Phys. Status Solidi, 208, 3, 493 (2011).
- [3] V. Zhukova, M. Ipatov, J. Gonzalez, J.M. Blanco, A. Zhukov. J. Appl. Phys. **103**, 7, 07E714 (2008).
- [4] V. Zhukova, M. Ipatov, A. Zhukov. Sensors **9**, 11, 9216 (2009).
- [5] V.V. Popov, V.N. Berzhansky, H.V. Gomonay, F.X. Qin. J. Appl. Phys. **113**, 17, 17A326 (2013).
- [6] A. Fert. Rev. Mod. Phys., **80**, 4, 1517 (2008).
- [7] R.B. Morgunov, O.V. Koplak, V.P. Piskorskii, D.V. Korolev, R.A. Valeev, A.D. Talantsev. J. Magn. Magn. Mater. **497**, 166004 (2020).
- [8] В.П. Пискорский, Р.А. Валеев, Д.В. Королев, Р.Б. Моргунов, И.И. Резчикова. Тр. ВИАМ **7**, 79, 59 (2019).
- [9] Р.Б. Моргунов, О.В. Коплак, А.Д. Таланцев, Д.В. Королев, В.П. Пискорский, Р.А. Валеев. Тр. ВИАМ **7**, 79, 67 (2019).
- [10] О.В. Коплак, В.Л. Сидоров, Е.И. Куницына, Р.А. Валеев, Д.В. Королев, В.П. Пискорский, Р.Б. Моргунов. ФТТ **61**, 11, 2090 (2019).
- [11] R. Szary, I. Luciu, D. Duday, E.A. Perigo, T. Wirtz, P. Choquet, A. Michels. J. Appl. Phys., **117**, 17D134 (2015).
- [12] G. Kurylanskaya, P. Jantaratana, M. Cerdeira, V. Va'kovskiy. World J. Condens. Matter Phys., **3**, 1, 21, (2013).
- [13] A. Chizhik, V. Zhukova. Phys. Res. Int., **690793** (2012).
- [14] L. Janh, K. Elk, R. Schumann, J. Magn. Magn. Mater. **68**, 335(1987).
- [15] H. Kronmuller, K.D. Durst, G. Martinek. J. Magn. Magn. Mater. **69**, 149(1987).
- [16] J. Escrig, S. Allende, D. Altbir, M. Bahiana, J. Torrejon, G. Badini, M. Vazquez. J. Appl. Phys. **105**, 2, 023907 (2009).
- [17] V. Zhukova, M. Ipatov, J.J. del Val, A. Granovsky, A. Zhukov. IEEE Transact. Magn. **54**, 6, 1 (2018).
- [18] A. Zhukov, V. Rodionova, M. Ilyne, A.M. Aliev, R. Varga, S. Michalik, A. Aronin, G. Abrosimova, A. Kiselev, M. Ipatov, V. Zhukova, J. Alloys Comp., **575**, 73 (2013).
- [19] J. Torrejóna, L. Kraus, K.R. Pirota, G. Badini, M. Vázquez. J. Appl. Phys., **101**, 09N105 (2007).
- [20] J. Escrig, S. Allende, D. Altbir, M. Bahiana, J. Torrejon, G. Badini, M. Vázquez. J. Appl. Phys. **105**, 023907 (2009).

Редактор К.В. Емцев