## 05,13

# Радиальные домены в микропроводах DyPr-FeCo-B

© О.В. Коплак<sup>1</sup>, В.Л. Сидоров<sup>2</sup>, Е.В. Дворецкая<sup>1</sup>, И.В. Шашков<sup>3</sup>, Р.А. Валеев<sup>4</sup>, Д.В. Королев<sup>4</sup>, Р.Б. Моргунов<sup>1,4</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем химической физики РАН,

Черноголовка, Россия

<sup>2</sup> Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,

Москва, Россия

<sup>3</sup> Институт физики твердого тела РАН,

Черноголовка, Россия

<sup>4</sup> Всероссийский институт авиационных материалов,

Москва, Россия

E-mail: o.koplak@gmail.com

Поступила в Редакцию 9 октября 2020 г. В окончательной редакции 9 октября 2020 г. Принята к публикации 13 октября 2020 г.

В микропроводах DyPr–FeCo–B с легкой осью намагниченности, направленной вдоль оси микропровода, обнаружены домены с радиальной намагниченностью методом магнитооптических индикаторных пленок. Ширина радиальных доменов уменьшается с ростом поля вплоть до 30 mT, и увеличивается с ростом диаметра микропровода в диапазоне  $60-105\,\mu$ m. В проводах меньшего диаметра критическое поле возникновения радиальных доменов меньше. Обнаружено влияние периодического рельефа, нанесенного скрайбированием, на распределение намагниченности, перпендикулярной к микропроводу.

Ключевые слова: доменная структура, поля рассеяния, микропровода, редкоземельные магниты, магнитные домены, ферримагнетики.

DOI: 10.21883/FTT.2021.02.50470.215

## 1. Введение

Открытие новых фундаментальных явлений и разнообразие возможных практических применений ферромагнитных микропроводов привело к их использованию в современных областях магнитной энергонезависимой памяти [1,2], сверхбыстрого движения доменных границ [3,4], гигантского магнитоимпедансного эффекта [5,6] и т.д. Предложены и реализованы перспективные применения магнитных микропроводов в качестве микроманипуляторов в биологии [7-9], датчиков слабого магнитного поля [10], температуры [11], напряжений [12] и др. Дорожная карта магнетизма [13] очерчивает новые пути для развития физики микропроводов и создания многофазных микропроводов, сочетающих переходные и редкоземельные металлы. Разработка магнитно-модулированных структур на основе микропроводов позволит их применять в биомедицинских технологиях [14], поскольку период пространственного распределения магнитного поля рассеяния вдоль микропровода сопоставим с типичными размерами живых клеток ~ 1 µm [7,9]. Спонтанная "магнитная модуляция", возникающая в виде радиальных поверхностных доменов с перпендикулярным направлением намагниченности, может быть использована в магнитных манипуляторах для перемещения магнитомеченных клеток и биомолекул. Оптимизация магнитостатической энергии возможна благодаря подбору геометрических параметров микропровода по

отношению к толщине доменной стенки. Современные методы создания искусственной магнитной модуляции ограничены ростом проволок в порах с переменным диаметром [15] и неравномерностью стеклянной оболочки, покрывающей железные микропровода [16]. В то время как в микропроводах на основе многокомпонентного сплава DyPr-FeCoB контроль обменного смещения, прямоугольности петли гистерезиса, величины коэрцитивной силы и полей перемагничивания возможен путем варьирования их фазового состава, диаметра, доли аморфности и кристалличности [17-20]. Работа направлена на установление поверхностной доменной структуры в микропроводах DyPr-FeCoB различного диаметра и управление процессами перемагничивания поверхностного слоя микропровода с помощью механического воздействия.

### 2. Образцы и методы исследования

Микропровода DyPr-FeCoB были получены методом экстракции висячей капли расплава (ЭВКР), подробно описанной в [17,18]. Капля расплава создается путем локального нагрева кромки спеченного магнита PrDyFeCoB сфокусированным высокоэнергетическим электронным пучком. Структура микропровода получается за счет быстрого охлаждения капли расплава PrDy-FeCoB, стекающей на латунный цилиндр с водяным охлаждением, вращающийся с линейной скоростью  $\sim 40$  m/s. В работе были проанализированы микропровода диаметром от 60  $\mu m$  до  $105\,\mu m$ . Изображения микропроводов получали с помощью оптического микроскопа AxioImager.A1 (Zeiss) и сканирующего автоэмиссионного электронного микроскопа SUPRA25 (Zeiss). Магнитные гистерезисы для образцов при температурах 300 К получены на СКВИД-магнетометре MPMS XL Quantum Design.

Визуализация магнитных доменов и процесса перемагничивания микропроводов получены методом магнитооптических индикаторных пленок (МОИП), описанным в [21,22]. Метод МОИП основан на магнитооптическом эффекте Фарадея, который заключается в повороте плоскости поляризации линейно поляризованного света при его прохождении через оптически активное вещество, расположенное в магнитном поле. Микропровод крепился на предметном столике поляризационного микроскопа. Для намагничивания исследуемых образцов применялись катушки Гельмгольца, которые позволяют создавать однородное внешнее поле до 60 mT. При этом конструкция катушек допускает их вращение в плоскости предметного столика, что позволяет прикладывать внешнее поле как вдоль, так перпендикулярно относительно главной оси микропровода. На поверхность образца наносилась пленка железо-иттриевого граната, которая являлась проявителем магнитных полей рассеяния микропровода. В отсутствие внешнего магнитного поля намагниченность индикаторной пленки лежит в ее плоскости. При наличии магнитных полей рассеяния, в нашем случае создаваемых микропроводом, в области этих полей намагниченность индикаторной пленки отклоняется от плоскостной ориентации. Поляризованный свет падает перпендикулярно поверхности пленки и отражается от нижней ее границы, которая для лучшего отражения покрыта тонким слоем алюминия. При слегка раскрещенных поляризаторе и анализаторе, в зависимости от направления и величины локального отклонения вектора намагниченности, на магнитооптическом изображении порождаются темные и светлые контрасты областей с соответствующими изменениями интенсивности.

Создание периодического рельефа на поверхности микропровода получали методом механического скрайбирования на нанотвердомере "NanoScan-4D", который позволяет создавать на образце линейные надрезы-царапины, пересекающие всю конструкцию микропровода, при этом располагаясь параллельно и не пересекаясь [23]. Скрайбирование на поверхности микропровода осуществлялось с помощью инструментального царапания трехгранной алмазной пирамидой Берковича. Предварительно микропровол был закреплен на поверхности полимерной матрицы из фенилсалицилата (С13H10O3) для фиксации образца при профилировании и нанесении механического рельефа в виде "царапин", перпендикулярных центральной оси микропровода, с шагом между царапинами 25 µm. Нагрузка на индентор была одинакова и составляла 10 mN.

### 3. Экспериментальные результаты

На рис. 1 представлена петля гистерезиса намагниченности микропровода диаметром  $70\,\mu$ m при 300 К. Прямоугольная петля гистерезиса (линия 1) с полем насыщения при 30 mT и коэрцитивной силой 0.5 mT наблюдается при приложении поля вдоль оси микропровода. Перпендикулярно оси микропровода (линия 2) насыщение достигается при 0.5 T. Это говорит о том, что легкой осью намагниченности является ось, совпадающая с главной осью образца.

С помощью метода МОИП были получены изображения намагниченности микропроводов диаметром 60, 70, 75, 90, 100 и 105 µm в продольном внешнем магнитном поле (рис. 2, a-f). Взаимно противоположная намагниченность поверхностных доменов микропроводов представлена в виде черных и белых контрастов. Возникновение многодоменной структуры в микропроводах зависит как от величины внешнего магнитного поля, так и от диаметра микропроводов. Обнаружена зависимость порогового продольного поля, после которого развивается многодоменная структура. Для микропроводов малых диаметров (60-75 µm) формирование доменной структуры в виде светлых и темных областей магнитной неоднородности возникает при  $H = 3.5 \,\mathrm{mT}$ . Полное переключение наблюдается при  $H = \pm 10.5 \, \text{mT}$ (рис. 2, a-c). В то время как для микропроводов больших диаметров (90-105 µm) необходимо прикладывать магнитное поле в три раза больше. Размеры концевых доменов уменьшаются с увеличением магнитного поля. В нулевом внешнем поле (H = 0) многодоменная структура образцов отсутствует (рис. 2, d-e). В магнитном поле, перпендикулярном оси микропровода, многодоменная структура также не наблюдаются.



**Рис.** 1. Гистерезис намагниченности микропровода DyPr-FeCo-B диаметром 70 $\mu$ m при T = 300 K. Магнитное поле направлено вдоль (линия 1) и перпендикулярно (линия 2) образцу. На вставке: увеличенный фрагмент петли гистерезиса для ориентации  $H \parallel$  оси образца.



**Рис. 2.** МОИП-изображения доменной структуры микропроводов диаметрами 60 µm (a), 70 µm (b), 75 µm (c), 90 µm (d), 100 µm (e), 105 µm (f). Магнитное поле направлено вдоль образца.

Количество доменов *n* в 1 mm длины образца увеличивается с увеличением магнитного поля для микропроводов всех типов (рис. 3). Наибольшее значение *n* соответствует самому тонкому образцу диаметром  $60 \,\mu$ m, для которого в поле  $H = 35.1 \,\text{mT}$  плотность доменов примерно в два раза больше, чем в микропроводе диаметром  $105 \,\mu$ m. Для микропровода наименьшего диаметра ( $60 \,\mu$ m) также характерна самая высокая скоростью возрастания числа *n* и достижение насыщения, по сравнению с образцами больших диаметров.

Зависимость количества доменов n на единицу длины микропровода 1 mm от внешнего магнитного поля H можно представить в виде уравнения

$$n = a \cdot \left(1 - (H/H_0)\right)^c,\tag{1}$$

где *a*, *b*, *c* — постоянные величины, характеризующие скорость увеличения доменов.

На рис. З линиями показана аппроксимация зависимости количества доменов n в 1 mm длины образца от индукции внешнего магнитного поля для микропроводов разных диаметров. Угол наклона зависимостей 1–6 на рис. З увеличивается с уменьшением диаметра микропроводов. Заметим, что свойственные образцам с диаметрами 90–105  $\mu$ m большие затраты энергии на образование доменной структуры, смещают начало зависимостей вдоль оси абсцисс.

На рис. 4 представлена зависимость средней ширины домена D от диаметра образца d. С увеличением диаметра образца наблюдается рост ширины доменов. Измерения D(d) для всех образцов проводились при одном фиксированном значении индукции внешнего поля H = 35.1 mT. Микропровод с наименьшим диаметром  $d = 60 \,\mu$ m обладает более высокой плотностью доменов ( $\sim 25$  в 1 mm) и меньшей шириной доменов ( $D \sim 35 \,\mu$ m), чем образец диаметром  $105 \,\mu$ m ( $\sim 12$  в 1 mm), для которого средняя ширина доменов ( $D \sim 60 \,\mu$ m). При этом, ширина радиальных доменов уменьшается с ростом поля вплоть до 30 mT.

Согласно [24], средняя ширина домена *D* для монокристаллов одноосных ферромагнетиков различной толщины *T* может быть описана экспериментальной зависимостью

$$D \sim T^{2/3},\tag{2}$$

обусловленной наличием поверхностной доменной структуры. В тонких кристаллах ширина домена должна определяться законом Ландау и Лифшица или законом Киттеля, с соответствующей зависимостью. В этом слу-



**Рис. 3.** Зависимости количества доменов *n* в 1 mm длины образца от величины приложенного внешнего магнитного поля *H* для микропроводов диаметром  $60 \,\mu\text{m}(1)$ ,  $70 \,\mu\text{m}(2)$ ,  $75 \,\mu\text{m}(3)$ ,  $90 \,\mu\text{m}(4)$ ,  $100 \,\mu\text{m}(5)$ ,  $105 \,\mu\text{m}(6)$ . Сплошными линиями показана аппроксимация степенной функцией, описанной в тексте.



**Рис. 4.** Зависимость средней ширины доменов D от диаметра микропровода d в магнитном поле H = 10 mT. Сплошной линией показана аппроксимация функцией (3), описанной в тексте.



**Рис. 5.** Оптическое изображение микропровода диаметром  $d = 60 \,\mu$ m после механического профилирования (*a*), МОИП-изображение доменной структуры микропровода в продольном поле  $H = 10 \,\text{mT}$  (*b*), МОИП-изображение доменной структуры микропровода в нулевом поле (*c*).

чае показатель степени равен 1/2. Зависимость ширины домена D от диаметра d микропровода была аппроксимирована степенной зависимостью

$$D = a \cdot (d/d_0)^b, \tag{3}$$

где a = 2.2 и b = 0.7 — константы, определенные при построении графика с использованием метода наименьших квадратов. Близкие значения b = 2/3 обусловлены структурой поверхностных доменов и уменьшением магнитостатической энергии, возникающей от полей рассеяния в микропроводах.

Нанесение механического профиля в виде царапин на поверхности микропровода (рис. 5, a), диаметром 60  $\mu$ m привело к внесению напряжений в структуру провода и как результат к отклонению магнитных моментов от оси провода. Эти моменты создают неоднородные поля рассеяния вдоль провода, которые служат хорошим якорем для доменной границы в индикаторе в отсутствии внешнего магнитного поля (см. рис. 5, b). Зубчатый характер границы между двумя доменами свидетельствует о крайне неоднородном распределении полей рассеяния вдоль которых сформировалась доменная граница. Следует отметить, что в индикаторе граница вдоль провода не наблюдается до скрайбирования (рис. 2, *a*). Как легко заметить на рис. 5, с, в продольном магнитном поле  $(H = 10 \,\mathrm{mT})$ , индикаторная пленка полностью намагничивается вдоль поля и проявляется периодическая доменная структура в микропроводе, с пучностями в области параллельных царапин и узлами между ними. Дальнейшее увеличение поля не приводит к изменению магнитооптического портрета.

## 4. Обсуждение

Магнитная структура большинства ранее исследованных ферромагнитных микропроводов на основе Со и Fe содержит удлиненное внутреннее ядро, намагниченное вдоль главной оси микропровода, и оболочку такого же химического состава с мозаичной намагниченностью, обусловленной поверхностными доменами [3,4,6,10]. Размеры доменов внутреннего ядра и оболочки зависят от механических напряжений на границе раздела, поэтому нанесение механического рельефа способно повлиять на механизмы образования и перемагничивания доменной структуры, которые также зависят и от геометрических параметров образца. С одной стороны, приближение диаметра микропровода к толщине доменной стенки обеспечивает магнитную модуляцию, где несущий сигнал — многодоменная структура в микропроводе, а модулирующий сигнал — переключение внешнего поля. С другой — форма и размер поверхностных магнитных доменов контролируются магнитокристаллической и магнитоупругой анизотропиями [16]. Исследуемые образцы DyPr-FeCo-В микропроводов отличаются высокой положительной магнитострикцией, обладают магнитной структурой, состоящей из ядра  $\alpha$ -Fe, намагниченного вдоль оси микропровода, и оболочки DyPr-FeCoB с меньшими доменами, направление магнитного момента в которых радиально [17]. В случае отрицательной магнитострикции оболочка имела бы круговую намагниченность [10].

Механическое профилирование микропровода диаметром 60  $\mu$ m приводит к возникновению сложного неоднородного распределения магнитного момента структуры в области механического рельефа в нулевом поле (рис. 5, b). Скрайбирование поверхностного слоя микропровода и нанесение серии параллельных царапин приводит к локальному выходу поля рассеяния однодоменного железного ядра через утонченный слой оболочки. Поэтому механические дефекты в виде "царапин" видны даже при нулевом магнитном поле на МОИП-изображении. Внешнее магнитное поле H = 10 mT приводит к упорядочиванию доменной структуры микропровода (рис. 5, c) с наличием четких параллельных границ доменов в областях механического профилирования.

### 5. Выводы

1. В микропроводах DyPr-FeCo-B, помимо основной намагниченности ядра микропровода, направленной вдоль его оси, в магнитных полях 5–10 mT наблюдается появление доменов с радиальной намагниченностью в поверхностных слоях.

2. Ширина доменов уменьшается с ростом продольного магнитного поля, и увеличивается с ростом диаметра микропровода. Существует пороговое продольное поле, после которого развивается радиальная доменная структура. Это поле растет с ростом диаметра микропровода. Средняя длина домена 50  $\mu$ m для самого тонкого микропровода диаметром 60  $\mu$ m в  $\sim$  3 раза меньше, чем для образца диаметром 105  $\mu$ m.

3. В магнитном поле, перпендикулярном оси микропровода, радиальные домены не наблюдаются.

4. Механическое профилирование микропровода приводит к возникновению поверхностных доменов во внешнем магнитном поле, период которых ограничен границами механического рельефа.

### Финансирование работы

О.В. Коплак поддержана грантом РФФИ "Стабильность" 20-32-70025, Е.В. Дворецкая поддержана грантом РФФИ 20-33-90256, Р.Б. Моргунов поддержан грантом 2644.2020.2 Президента Российской Федерации для государственной поддержки ведущих научных школ. Работа выполнена в рамках программы ИПХФ РАН АААА-А19-119092390079-8.

#### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- Kyoung-Woong Moon, Duck-Ho Kim, Changsoo Kim, Dae-Yun Kim, Sug-Bong Choe, Chanyong Hwang. J. Phys. D 50, 125003 (2017).
- [2] P. Corte-León, J.M. Blanco, V. Zhukova, M. Ipatov, J. Gonzalez, M. Churyukanova, S. Taskaev, A. Zhukov. Sci. Rep. 9, 12427 (2019).
- [3] R. Varga, A. Zhukov, J.M. Blanco, M. Ipatov. Phys. Rev. B 74, 212405 (2006).
- [4] V. Zhukova, P. Corte-Leon, M. Ipatov, J.M. Blanco, L. Gonzalez-Legarreta, A. Zhukov. Sensors 19, 4767 (2019).
- [5] H. Peng, F. Qin, M. Phan. Ferromagnetic Microwire Composites, From Sensors to Microwave Applications. Springer, Cham, Switzerland (2016). 997 p.
- [6] S.V. Shcherbinin, S.O. Volchkov, A.A. Chlenova, G.V. Kurlyandskaya. Key Engin. Mater. 826, 19–24 (2019).
- [7] T. Henighan, A. Chen, G. Vieira, A. J. Hauser, F.Y. Yang, J.J. Chalmers, R. Sooryakumar. Biophys. J. 98, 3, 412 (2010).
- [8] P. Kollmannsberger, B. Fabry. Rev. Sci. Instr. 78, 114301 (2007).
- [9] A.H.B. de Vries, B.E. Krenn, R. van Driel, J.S. Kanger. Biophys. J. 88, 2137 (2005).
- [10] M. Vazquez. Magnetic Nano- and Microwires. Design, Synthesis, Properties and Applications. 2nd ed. Woodhead Publishing, Cambridge, UK (2020). 997 p.11
- [11] M. Vazquez, C. Gomez-Polo, D.-X. Chen, A. Hemando. IEEE Trans. Magn. 30, 907 (1994).
- [12] M. Vazquez, A. Hemando. J. Phys. D 29, 4, 939 (1996).

- [13] D. Sander, S.O. Valenzuela, D. Makarov, C.H. Marrows, E.E. Fullerton, P. Fischer, J. McCord, P. Vavassori, S. Mangin, P. Pirro, B. Hillebrands, A.D. Kent, T. Jungwirth, O. Gutfleisch, C.G. Kim, A. Berger. J. Phys. D 50, 36, 363001 (2017).
- [14] P. Rinklin, H.-J. Krause, B. Wolfruma. Lab Chip 16, 24, 4749 (2016).
- [15] M. Vázquez, M. Hernández-Vélez, A. Asenjo, D. Navas, K. Pirota, V. Prida1, O. Sánchez, J.L. Baldonedo. Physica B 384, 1-2, 36 (2006).
- [16] A.S. Antonov, N.A. Buznikov, A.L. D'yachkov, A.A. Rakhmanov, V.V. Samsonova, T.A. Furmanova. J. Commun. Techn. Electron. 54, 11, 1315 (2009).
- [17] R.B. Morgunov, O.V. Koplak, V.P. Piskorskii, D.V. Korolev, R.A. Valeev, A.D. Talantsev. JMMM **497**, 166004 (2019).
- [18] О.В. Коплак, Е.В. Дворецкая, А.Д. Таланцев, Д.В. Королев, Р.А. Валеев, В.П. Пискорский, А.С. Денисова, Р.Б. Моргунов. ФТТ 62, 4, 562 (2020).
- [19] 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).
- [20] О.В. Коплак, В.Л. Сидоров, Е.И. Куницына, Р.А. Валеев, Д.В. Королев, В.П. Пискорский, Р.Б. Моргунов. ФТТ 61, 2090 (2019).
- [21] Yu. Kabanov, A. Zhukov, V. Zhukova, G. Gonzalez. Appl. Phys. Lett. 87, 14, 142507 (2005).
- [22] 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. J. Appl. Phys. **79**, *8*, 6073 (1996).
- [23] I.I. Maslenikov, V.N. Reshetov, A.S. Useinov. Instrum. Exp. Tech. 58, 711 (2015).
- [24] R. Gemperl, A. Gemperl. Phys. Status Solidi 26, 207 (1968).
- [25] W. Szmaja. JMMM 153, 215 (1996).

Редактор Ю.Э. Китаев