МАГНИТООПТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОМАГНИТНОЙ СТРУКТУРЫ И ПРОЦЕССОВ НАМАГНИЧИВАНИЯ АМОРФНЫХ МИКРОПРОВОЛОК ИЗ Со₆₉Fe₄Si₁₂B₁₅

Е. Е. Шалыгина^{а*}, В. В. Молоканов^{b*}, М. А. Комарова^а

^а Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова 119899, Москва, Россия

^b Институт металлургии и материаловедения им А. А. Байкова Российской академии наук 119911, Москва, Россия

Поступила в редакцию 12 ноября 2001 г.

Проведено магнитооптическое исследование микромагнитной структуры аморфных проволок из Co₆₉Fe₄Si₁₂B₁₅ диаметром 10–50 мкм. Экспериментально доказано, что в приповерхностной области микропроволок существуют домены с поперечным круговым направлением намагниченности. Найдена зависимость ширины круговых доменов от длины и диаметра проволоки. Показано, что приповерхностная микромагнитная структура изучаемых аморфных проволок изменяется под действием напряжения, возникающего в результате растяжения. Доказано, что перемагничивание микропроволок в продольном магнитном поле осуществляется за счет вращения локальных векторов намагниченности в круговых доменах.

PACS: 75.50.Kj, 75.60.-d, 78.20.Ls

1. ВВЕДЕНИЕ

Несмотря на то что аморфные магнитные материалы были открыты более тридцати лет назад, интерес к исследованию их структурных, магнитных и кинетических свойств сохранился по настоящее время. Это обусловлено в первую очередь тем, что относительно недавно в магнитомягких аморфных материалах, изготовленных в виде лент и проволок, было обнаружено гигантское изменение высокочастотного сопротивления под воздействием постоянного магнитного поля (магнитоимпеданс) [1-5]. На основе этого явления были разработаны высокочувствительные датчики магнитных полей и напряжений, магниторезистивные тонкопленочные головки. Известно [2, 3, 6], что магнитоимпеданс определяется наведенным полем изменением толщины скин-слоя, которая зависит от поперечной (относительно приложенного магнитного поля) магнитной проницаемости образца. В дальнейшем было показано [7], что значение магнитоимпеданса зависит от

приповерхностной микромагнитной структуры (равновесного распределения намагниченности) ферромагнитного материала. В связи с этим микромагнитная структура аморфных лент и проволок стала предметом изучения для многих исследователей. Наше внимание было обращено на перспективные для практических приложений обогащенные кобальтом аморфные микропроволоки с отрицательной магнитострикцией λ_s . Согласно существующим представлениям [2], в приповерхностной области микропроволок с $\lambda_s < 0$ должны существовать домены с поперечной круговой ориентацией вектора намагниченности. Некоторые экспериментальные данные, подтверждающие это предположение, были получены в работах [8,9]. Доменная структура в обогащенных кобальтом проволоках наблюдалась с помощью магнитооптического контраста на образцах, приведенных полировкой к полуцилиндрической форме, т. е. заведомо нарушалось исходное состояние материала. Вообще говоря, из-за малых размеров микропро-

^{*}E-mail: shal@magn.phys.msu.su

¹¹ ЖЭТ Φ , вып. 3 (9)

волок изучение их магнитных свойств и микромагнитной структуры связано с большими трудностями. Все предложенные к настоящему времени модели распределений намагниченности в объеме и приповерхностном слое проволок, обогащенных как железом, так и кобальтом, основываются на некоторых косвенных данных. В частности, учитываются существующие при изготовлении аморфных проволок внутренние напряжения (продольные, радиальные, круговые), значение магнитострикции, измеряются объемные петли гистерезиса и кривые намагничивания. Сканирующая керр-микроскопия, ставшая особенно популярной в последнее время, является прямым методом исследования приповерхностной микромагнитной структуры ферромагнитных материалов. Этот метод позволяет измерять локальные магнитные свойства и составляющие намагниченности приповерхностных участков площадью 1 мкм² с линейным разрешением вплоть до 0.2 мкм.

Целью нашей работы является исследование с помощью метода сканирующей керр-микроскопии приповерхностной микромагнитной структуры и процессов намагничивания аморфных микропроволок из Co₆₉Fe₄Si₁₂B₁₅, а также изучение влияния напряжений, возникающих при растяжении, на локальные магнитные свойства микропроволок.

2. ОБРАЗЦЫ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДИКИ

Аморфные микропроволоки из $Co_{69}Fe_4Si_{12}B_{15}$ диаметром металлической части 10–50 мкм и стеклянным покрытием толщиной 5–10 мкм были получены с помощью модернизированного метода Тейлора [10]. Константа магнитострикции λ_s в изучаемых образцах была порядка $-2 \cdot 10^{-7}$. Аморфное состояние образцов было подтверждено с помощью рентгеноструктурного анализа. После удаления стеклянной оболочки микропроволоки имели цилиндрическую форму. Для исследований были отобраны образцы, изменения диаметра D которых были не больше чем 5 %. Микропроволоки были разрезаны на куски длиной 6, 10 и 15 мм.

Изучение микромагнитной структуры микропроволок проводилось с помощью магнитооптического микромагнитометра, созданного на базе высокоразрешающего микроскопа МИМ-8. Микроскоп позволяет получать изображение изучаемого объекта с 1200-кратным увеличением. Световой детектор (фотоумножитель) расположен в плоскости изображения микроскопа. Размер исследуемого микроучаст-

ка определяется размером щели, установленной перед световым детектором. Измерение распределений намагниченности в образце и локальных магнитных характеристик осуществляется при сканировании щели по изображению объекта. В данном случае распределения тангенциальных компонент намагниченности (параллельной и перпендикулярной приложенному магнитному полю Н), а также локальные петли гистерезиса были измерены с помощью экваториального эффекта Керра (ТКЕ) при сканировании щели размером $0.5\times 2~{\rm mkm}^2$ по изображению микропроволоки вдоль ее длины L. Поскольку для повышения чувствительности методики использовался модуляционный метод регистрации магнитооптических сигналов, образец перемагничивался переменным магнитным полем H с частотой f = 80 Гц. Поле Н было приложено вдоль длины микропроволок. При этом регистрируются два сигнала. Первый сигнал U_ пропорционален интенсивности света, отраженного от ненамагниченного образца (I_0) . Второй сигнал $U_{\sim} \propto \Delta = (I - I_0)$, где I — интенсивность света, отраженного от намагниченного образца. Появление щели Δ обусловлено магнитооптическим эффектом, возникающим при перемагничивании образца. Значения U_{-} и U_{\sim} измеряются соответственно микровольтметром постоянного тока и селективным усилителем. Величина магнитооптического сигнала определяется соотношением

$$\delta = U_{\sim}/U_{-} = (I - I_0)/I_0.$$

Ошибка регистрируемых значений δ не превышала 5%. Были измерены зависимости $\delta(H,L)/\delta_s \propto \propto M(H,L)/M_s$ (где δ_s — величина экваториального эффекта Керра при $M = M_s$, M_s — намагниченность насыщения), что позволило получить информацию о локальных магнитных свойствах и микромагнитной структуре изучаемых образцов. Все измерения проводились в центральной части образцов, чтобы уменьшить влияние краевых эффектов, в частности, изменения локальных размагничивающих факторов. Растягивающее напряжение прикладывалось вдоль длины микропроволоки.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 приведены типичные локальные петли гистерезиса, наблюдаемые для микропроволок фиксированного диаметра, но различной длины в аксиальном магнитном поле. Параметры локальных петель гистерезиса (начальная магнитная проницаемость, поле насыщения), измеренные в центральной



Рис.1. Локальные петли гистерезиса, полученные в аксиальном магнитном поле для центральной части микропроволоки диаметром 10 мкм. Петли 1 и 2 были измерены для образцов длиной соответственно 15 и 10 мм. Здесь $M_{\parallel}(H)/M_s \propto \delta(H)/\delta_s$, где δ_s — величина экваториального эффекта Керра при $M=M_s$

части микропроволок на различных микроучастках, различались не более чем на 10%. На рис. 1 видно, что изучаемые образцы имеют безгистерезисные петли с характерным линейным ростом намагниченности при увеличении магнитного поля Н. В поперечном относительно длины образца поле наблюдались практически прямоугольные петли гистерезиса. Следует указать, что во всех измерениях внешнее магнитное поле было приложено вдоль длины проволоки параллельно поверхности изучаемого микроучастка. В поле, перпендикулярном поверхности микроучастка, экваториальный эффект Керра при $H \leq 1$ кЭ в пределах ошибки эксперимента отсутствовал. Согласно существующим представлениям [11], линейная зависимость намагниченности от величины приложенного магнитного поля и прямоугольная петля гистерезиса свидетельствуют о перемагничивании образцов соответственно вдоль осей трудного и легкого намагничивания. В данном случае из-за аксиальной симметрии образцов ось легкого намагничивания совпадает с круговым направлением. Объяснение этого экспериментального факта состоит в следующем. Известно (см., например, [8, 9, 12]), что в аморфных сплавах магнитокристаллическая анизотропия отсутствует. Магнитная анизотропия в этих материалах имеет магнитоупругое происхождение. Энергия магнитоупругой анизотропии зависит от значения магнитострикции λ_s и внутренних остаточных напряжений в образ-



Рис.2. Зависимость экспериментально найденных (кривая 1) и расчетных (кривая 2) значений поля насыщения H_s от отношения L/D (L — длина микропроволоки, D — диаметр)

це, наведенных в процессе его изготовления. Во время этого процесса внешняя оболочка проволоки затвердевает первой, а внутренняя ее часть затвердевает под влиянием напряжений со стороны уже сформировавшейся твердой внешней оболочки. Результирующее остаточное напряжение в обогащенных кобальтом аморфных проволоках с отрицательной магнитострикцией обусловливает круговую ориентацию оси легкого намагничивания в приповерхностном слое.

На рис. 1 можно видеть также, что наклон петель гистерезиса уменьшается, а значение поля насыщения *H_s* увеличивается с уменьшением длины микропроволоки L. Изменения магнитных свойств наблюдались и для образцов с различными диаметрами D. Для иллюстрации этого факта на рис. 2 приведена зависимость экспериментально найденных значений H_s от отношения L/D (кривая 1). Увеличение H_s при уменьшении длины микропроволоки и/или увеличении их диаметра можно объяснить усилением влияния макроскопического размагничивающего поля $H_N = -NM_s$ на магнитные свойства изучаемых образцов. Здесь N — макроскопический размагничивающий фактор, M_s — намагниченность насыщения. Расчет *H_N* для микропроволок различных размеров был выполнен нами с использованием выражения для макроскопического размагничивающего фактора N, приведенного в [13] (см. кривую 2 на рис. 2). На рис. 2 видно, что ход кривых $H_s(L/D)$ качественно согласуется с расчетными данными, но расчетные значения H_s в 4-5 раз меньше полученных экспериментально. Это количественное расхо-



Рис. 3. Типичные распределения тангенциальных компонент намагниченности, параллельной (кривая 1) и перпендикулярной (кривые 2 и 3) внешнему магнитному полю, вдоль длины микропроволоки L. Кривые 1, 2 и 3 были измерены в центральной части микропроволоки диаметром 10 мкм и длиной 15 мм при однополярном синусоидальном магнитном поле $H = 8 \ni (1 \ u \ 2)$ и 10 $\ni (3)$

ждение, по-видимому, обусловлено тем, что для образцов с отрицательной магнитострикцией, характеризующихся безгистерезисными петлями в аксиальном магнитном поле, расчет H_N должен быть выполнен с учетом наличия приповерхностной области с круговыми доменами. Решение этой микромагнитной задачи достаточно сложное и в литературе нами не найдено.

На рис. 3 приведены типичные распределения тангенциальных компонент намагниченности, параллельной (M_{\parallel}) и перпендикулярной (M_{\perp}) аксиально приложенному внешнему магнитному полю, наблюдаемые в центральной части микропроволок вдоль длины *L*. Зависимости *M*_{||}(*L*) были измерены в поперечной конфигурации (поле Н параллельно L и перпендикулярно плоскости падения света). Известно, что экваториальный эффект Керра пропорционален изменению под действием внешнего магнитного поля тангенциальной компоненты намагниченности, перпендикулярной плоскости падения света. Чтобы получить информацию о распределении M_{\perp} вдоль L, была использована продольная конфигурация (Н параллельно L и плоскости падения света). В этом случае экваториальный эффект Керра пропорционален изменению тангенциальной компоненты намагниченности, перпендикулярной полю Н и, соответственно, длине микропроволоки. Предварительные измерения показали, что в случае сину-





Рис. 4. Форма магнитооптических сигналов, возникающих при перемагничивании микроучастков образца за счет вращения локальных векторов намагниченности. а) Внешнее синусоидальное магнитное поле параллельно длине образца и перпендикулярно плоскости падения света; углы $\pm \theta \neq \pm 90^{\circ}$, отсчитываемые от осевой линии образца, определяют ориентацию намагниченности в соседних доменах. б) Внешнее синусоидальное магнитное поле и длина образца параллельны плоскости падения света; $\pm \theta = \pm 90^{\circ}$. ϵ) Однополярное магнитное поле параллельно длине образца и плоскости падения света; $\pm \theta = \pm 90^{\circ}$. Ориентация векторов намагниченности \mathbf{M}_s в доменах типа I, II, III и IV при $\mathbf{H} = 0, +\mathbf{H}, -\mathbf{H}$ обозначена соответственно как 0, 1 и 2. В доменах V и VI ориентация векторов M_s при $\mathbf{H} \neq 0$ обозначена штриховыми линиями

соидального магнитного поля первая гармоника магнитооптического сигнала, пропорционального M_{\perp} , равна нулю. Зависимости $M_{\perp}(L)$ (и для единообразия распределения компоненты M_{\parallel} вдоль L) были измерены при перемагничивании образцов с помощью однополярного синусоидального магнитного поля. На рис. З видно, что компонента M_{\parallel} имеет один и тот же знак вдоль L, а M_{\perp} имеет осциллирующий знакопеременный характер.

Чтобы объяснить эти экспериментальные факты, была проанализирована форма магнитооптических сигналов с учетом различных механизмов перемагничивания образца. Результаты этого анализа приведены на рис. 4. Были рассмотрены продольная и поперечная ориентации образцов относительно плоскости падения света, а также поведение намагниченности под действием синусоидального и однополярного магнитного поля в различных доменах, обозначенных на рис. 4 римскими цифрами I, II, III, IV, V, VI. Было найдено, что в поперечной конфигурации знакопеременное распределение компоненты M_{\perp} вдоль L возможно в том случае, когда в исходном состоянии локальный вектор намагниченности M_s на различных микроучастках (доменах) направлен под углами $\pm \theta$ относительно длины образца (положение 0), и перемагничивание этих микроучастков осуществляется за счет вращения вектора \mathbf{M}_s от положения 1 к положению 2 (см. рис. 4a). Детектирование M_{\perp} в этом случае возможно путем измерения экваториального эффекта Керра при ±45-градусной поляризации света ($\delta^{\pm 45^{\circ}}$). При этом в соответствии с выполненными нами ранее расчетами и экспериментальными исследованиями [14,15] должен существовать вклад нечетного по углу поляризации света меридионального интенсивностного эффекта δ_{MIE} , пропорционального компоненте намагниченности, параллельной плоскости падения света (соответственно перпендикулярно длине образца). Таким образом, путем измерения $\delta^{\pm 45^{\circ}} = \delta_{TKE}(M_{\parallel}) \pm \delta_{MIE}(M_{\perp})$ можно найти значения $\delta_{MIE}(M_{\perp}) \stackrel{=}{=} (\delta^{+45^{\circ}} - \delta^{-45^{\circ}})/2$ для различных микроучастков изучаемой проволоки.

Анализ магнитооптических сигналов также показал, что если предположить, что перемагничивание микроучастков осуществляется за счет движения доменной стенки или когда θ не меняет знака, кривая распределения намагниченности имеет один знак или равна нулю. Более того, было найдено, что в поперечной и продольной конфигурациях при ±90-градусной ориентации намагниченности в соседних доменах относительно длины образца первая гармоника магнитооптического сигнала, пропорционального компоненте намагниченности, перпендикулярной **H**, равна нулю. Измерение M_{\perp} возможно с помощью экваториального эффекта Керра в продольной конфигурации при использовании однополярного магнитного поля (см. рис. 4δ , ϵ).

Таким образом, полученные экспериментальные данные и результаты анализа магнитооптических сигналов позволяют утверждать, что в изучаемых микропроволоках существуют приповерхностные круговые домены с ±90-градусной относительно длины образца круговой ориентацией намагниченности в соседних доменах. Здесь следует также указать, что измерения полярного эффекта Керра



показали, что нормальная к поверхности образца компонента намагниченности отсутствует. Обнаруженные особенности распределения компонент намагниченности вдоль длины микропроволок и безгистерезисные петли свидетельствуют о том, что перемагничивание микропроволок в аксиальном магнитном поле осуществляется в основном за счет вращения векторов спонтанной намагниченности.

Следующий этап наших исследований состоял в наблюдении приповерхностной доменной структуры микропроволок по магнитооптическому контрасту, осуществленном с помощью меридионального эффекта Керра. В этом случае длина L микропроволок была перпендикулярна плоскости падения света. На рис. 5 приведены типичные картины доменных структур, наблюдаемые для изучаемых образцов в поле $\mathbf{H} = 0$. Фактически для всех микропроволок наблюдались четко выраженные светлые и темные полосы, перпендикулярные L. Размер полос (соответственно круговых доменов) зависел от длины и диаметра микропроволок. Заслуживающим особого внимания является тот факт, что магнитооптический контраст становился слабее, а затем полностью исчезал при повороте микропроволоки от поперечной ориентации к продольной относительно плоскости падения света. Этот результат был дополнительным подтверждением наличия приповерхностных круговых доменов с ±90-градусной ориентацией вектора намагниченности в соседних доменах.

Очевидно, что ширина W круговых доменов может быть определена по расстоянию между нулевыми значениями на знакопеременных кривых $M_{\perp}(L)$ (рис. 3) или из доменных картин, наблюдаемых для микропроволок (рис. 5). На рис. 6 приведены зависимости W от диаметра микропроволок при фикси-



Рис. 6. Зависимости ширины кругового домена от диаметра микропроволок, имеющих длину 15 мм (кривая 1), 10 мм (кривая 2) и 6 мм (кривая 3), полученные из распределений компоненты намагниченности, перпендикулярной аксиальному магнитному полю



Рис.7. Локальные кривые намагничивания $M_{\parallel}(H)/M_s$, наблюдаемые для микропроволоки диаметром 10 мкм и длиной 15 мм. Кривые 1, 2 и 3 были измерены при наличии растягивающих напряжений соответственно $\sigma = 0$, 15 и 30 МПа

рованной длине образца. Сравнение величин W, полученных по распределению намагниченности и из доменных картин микропроволок, показало, что различие значений W не превышает 10 %.

Известно, что микромагнитная структура аморфных материалов может существенно изменяться под влиянием внешних воздействий. В данной работе было изучено влияние напряжений растяжения на локальные магнитные свойства и микромагнитную структуру исследуемых аморфных микропроволок. Было обнаружено, что ло-



Рис.8. Зависимости приведенной начальной магнитной проницаемости μ/μ_0 от величины растягивающих напряжений σ , полученные для микропроволок длиной 15 мм и диаметром 10 и 30 мкм (соответственно кривые 1 и 2). Здесь μ_0 — значение μ при $\sigma = 0$

кальные кривые намагничивания и соответственно параметры локальных петель гистерезиса микропроволок изменяются под влиянием напряжений, обусловленных растяжением (см. рис. 7). Было установлено, что начальная магнитная проницаемость μ уменьшается, а поле насыщения увеличивается с повышением величины напряжения растяжения σ. На рис. 8 приведены зависимости приведенной начальной магнитной проницаемости μ/μ_0 от величины напряжений σ для микропроволок длиной 15 мм диаметром 10 и 30 мкм. Здесь μ_0 значение μ при $\sigma = 0$. Наблюдаемое уменьшение значений μ/μ_0 с ростом σ можно объяснить усилением круговой магнитной анизотропии, что характерно для образцов с отрицательной величиной магнитострикции. Различие кривых $\mu/\mu_0(\sigma)$ для микропроволок разного диаметра обусловлено влиянием макроскопического размагничивающего поля *H_N* на локальные магнитные свойства. Как уже отмечалось выше, при фиксированной длине образца H_N увеличивается с увеличением диаметра микропроволоки [12, 13]. В результате влияние напряжений растяжения на локальные магнитные свойства микропроволок большего диаметра при прочих равных условиях уменьшается.

Очевидно, что влияние растягивающих напряжений должно сказываться и на микромагнитной структуре микропроволок. На рис. 9 приведены распределения $M_{\perp}(L)$, полученные для микропроволоки длиной 15 мм и диаметром 10 мкм при



Рис.9. Распределения тангенциальных компонент намагниченности, перпендикулярных полю, полученные для центральной части микропроволоки диаметром 10 мкм и длиной 15 мм в однополярном аксиальном поле H=8 и 10 Э (соответственно кривые 1 и 2) при наличии растягивающего напряжения $\sigma=15$ МПа

 $\sigma = 15$ МПа. Сравнение кривых на рис. 3 и 9 показывает, что ширина круговых доменов уменьшается под влиянием растягивающих напряжений (W = 8 и 6 мкм соответственно при $\sigma = 0$ и 15 МПа). Обнаруженное изменение W под влиянием напряжения σ обусловлено также усилением магнитной круговой анизотропии. Этот результат хорошо согласуется с расчетами, выполненными в теоретической работе [16].

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе получен экспериментальный материал, подтверждающий тот факт, что сканирующая керр-микроскопия позволяет получать детальную информацию о равновесном распределении намагниченности и процессах перемагничивания материалов с размерами, один или два из которых лежат в микрометрическом диапазоне. Корректный выбор способов перемагничивания изучаемых микропроволок и используемых магнитооптических эффектов позволяет сравнить микромагнитную структуру, реализующуюся в образцах в исходном состоянии и при наличии растягивающих напряжений в нулевом и малом ($H < H_s$) квазистатическом магнитном поле, проанализировать влияние размеров образца на его магнитные свойства, установить особенности процессов перемагничивания изучаемых образцов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проекты 01-03-32986 и 02-02-16627).

ЛИТЕРАТУРА

- R. S. Beach and A. E. Berkowitz, Appl. Phys. Lett. 64, 3652 (1994).
- L. V. Panina, K. Mohri, K. Bushida, and M. Noda, J. Appl. Phys. 76, 6198 (1994).
- L. V. Panina and K. Mohri, Appl. Phys. Lett. 65, 1189 (1994).
- F. L. A. Machado, C. S. Martins, and S. M. Rezende, Phys. Rev. B 51, 3926 (1995).
- M. Knobel, M. L. Sánchez, C. Góomez-Polo, P. Marín, M. Vázquez, and S. Hernando, J. Appl. Phys. 79, 1646 (1996).
- L. D. Landau and E. M. Lifshitz, *Electrodynamics of* Continuous Media, Pergamon, Oxford (1975), p. 195.
- L. V. Panina and K. Mohri, J. Magn. Magn. Mat. 157/158, 137 (1996).
- M. Takajo, J. Yamasaki, and F. B. Humphrey, IEEE Trans. Magn. 29, 3484 (1993).
- J. N. Nderu, J. Yamasaki, and F. B. Humphrey, J. Appl. Phys. 81, 4036 (1997).
- 10. G. F. Taylor, Phys. Rev. 24, 655 (1924).
- E. C. Stoner and E. P. Wohlfarth, Phil. Trans. Roy. Soc. London A-240, 599 (1948).
- 12. J. Vázquez and A. P. Zhukov, J. Magn. Magn. Mat. 160, 223 (1996).
- A. P. Zhukov, M. Vázquez, J. Velázquez, H. Chiriac, and V. Larin, J. Magn. Magn. Mat. 151, 132 (1996).
- 14. Г. С. Кринчик, Е. Е. Чепурова, Ш. В. Эгамов, ЖЭТФ 74, 714 (1978).
- E. E. Shalyguina, L. M. Bekoeva, and N. I. Tsidaeva, Sensoers& Actuators 81, 216 (2000).
- N. Usov, A. Antonov, A. Dykhne, and A. Lagar'kov, J. Magn. Magn. Mat. 174, 127 (1997).