

УДК 538.245

ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ И ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ $R(\text{Co}, \text{Cu})_5$ МЕТОДАМИ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Ю.В. Кузнецова, Н.П. Супонев, О.Б. Дегтева, Е.В. Калинкина
Тверской государственный университет,
кафедра магнетизма

Исследован рельеф поверхности и доменная структура ряда редкоземельных интерметаллидов методами сканирующей зондовой микроскопии.

В настоящее время сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) – это бурно развивающаяся область научного приборостроения и комплекс уникальных методов исследований. Термин “сканирующая зондовая микроскопия” используется для обозначения целого комплекса экспериментальных методов, к числу которых относятся: сканирующая туннельная микроскопия, атомно-силовая микроскопия, магнитно-силовая микроскопия, электросиловая микроскопия, ближнепольная оптическая микроскопия и ряд других.

С помощью методов СЗМ проводят разнообразные исследования твердого тела с высоким пространственным разрешением. Благодаря высокому разрешению, СЗМ позволяет регистрировать мельчайшие структурные особенности поверхности образцов от микронных до нанометровых размеров. Поэтому методы СЗМ используются не только в научных исследованиях, но и как средство технологического контроля в условиях производства новых материалов.

Применительно к магнитным материалам использование методов СЗМ позволяет получить данные для построения теоретических моделей процессов намагничивания и перемагничивания, усовершенствовать существующие и разработать новые магнитотвердые материалы с экстремальными характеристиками.

В настоящей работе были разработаны соответствующие экспериментальные методики и проведено исследование микроструктуры и доменной структуры ряда редкоземельных интерметаллидов методами сканирующей зондовой микроскопии.

Работа атомно-силового микроскопа (АСМ) основана на взаимодействии острой иглы кантилевера (гибкой пластины) с поверхностью образца. Острие кантилевера может находиться в контакте с образцом (контактный режим), а может совершать колебания над поверхностью образца (полуконтактный или прерывисто-контактный режим).

Нами для изучения рельефа поверхности был освоен контактный режим сканирования. Были подобраны оптимальные параметры установки и время, а также участки металлографических шлифов для сканирования. Для улучшения качества отображений рельефа был применен метод латеральных сил, который основан на том, что силы трения по поверхности образца вызывают скручивание кантилевера. Фиксируя параметры скручивания, можно получить распределение сил трения на поверхности образца, что позволяет различать области с различными коэффициентами трения и подчеркивает особенности рельефа поверхности.

Для исследования доменной структуры была применена методика магнито-силовой микроскопии, основанная на взаимодействия между кантилевером, покрытым ферромагнитным материалом, и собственными размагничивающими полями образца. Применяя полуконтактный режим в данной методике, можно исследовать особенности как невысоких полей рассеивания мелких поверхностных доменов, так значительных по величине полей крупных основных доменов, в зависимости от высоты кантилевера над поверхностью образца.

Соединения типа R-Co-Cu являются важными объектами для исследования, так как на их основе созданы сплавы для современных высокоэнергетических постоянных магнитов. Высококоэрцитивное состояние в данных сплавах реализуется в отдельных зернах, то есть в результате синтеза сплавов формируется микроструктура, обеспечивающая высокие магнитные характеристики образцов (в частности высокие значения коэрцитивного поля).

Известно, что тонкая структура в соединениях $Gd(Co_{1-x}Cu_x)_5$ и $Sm(Co_{1-x}Cu_x)_5$ [3] формируется по механизму спинодального распада. Структурные неоднородности в них, представляют собой микрообласти, обогащенные и обедненные медью относительно среднего состава по меди. Размеры этих областей сопоставимы по величине с эффективной шириной доменной границы и составляют несколько сотен ангстрем. Локальные вариации концентрации меди оказывают сильное влияние на величину фундаментальных физических характеристик таких областей, что приводит к вариациям обменного параметра и констант магнитокристаллической анизотропии, а, следовательно, к большим градиентам плотности энергии доменных границ. Это и является причиной высококоэрцитивного состояния квазибинарных сплавов. В частности, увеличение концентрации меди в сплаве до 2,5 ат. единиц сопровождается увеличением значений коэрцитивной силы. При $x > 2,5$ происходит выпадение второй фазы, что сопровождается падением значений H_c .

Величина коэрцитивного поля является структурно чувствительной характеристикой магнитного материала, поэтому исследование структуры в совокупности с магнитными измерениями позволяют объяснить физическую природу высококоэрцитивного состояния образцов. Величина коэрцитивного поля в сплавах с Sm зависит от содержания меди варьируется от 1 до 30 кЭ и от 1 до 4 кЭ в сплавах с Gd. Таким образом, изменяя содержание меди в шихте исходного сплава можно контролировать величину H_C в широком интервале значений. Основным механизмом магнитного гистерезиса в данных сплавах является задержка смещения доменных границ на структурных неоднородностях, формирующихся в процессе спинодального распада.

Методами оптической микроскопии исследовать такую микроструктуру достаточно сложно, поскольку размеры ликваций сопоставимы с пределом разрешения метода. В то же время, с помощью атомно-силовой микроскопии можно получить качественные картины распределения ликвационных неоднородностей в материале и, далее пользуясь стандартными методиками стереометрической металлографии, оценить их форму, плотность и распределение по размерам.

При подготовке поверхности металлографических шлифов применялись несколько методов травления, которые способствуют выявлению рельефа. Оптимальный результат был достигнут при использовании электрохимического травления. Выявление рельефа химическим методом затруднено, так как большое количество продуктов травления остается на поверхности шлифа, что мешает получению адекватной картины рельефа при сканировании кантилевером. Исследования структуры поверхности проводились на монокристаллических образцах, полученных из крупных зерен слитков сплавов в различном состоянии: после выплавки и после изотермического отжига при температуре 1100 °С в течение 5 часов.

На рис. 1–3 представлен рельеф поверхностей образцов сплавов $\text{Sm}(\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x)_5$ и $\text{Gd}(\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x)_5$, полученный на сканирующем силовом микроскопе Solver P47 методом измерения латерального (торсионного) изгиба кантилевера (микроскопия латеральных сил (МЛС)).

На основе анализа полученных изображений можно сделать вывод, что в зернах отожженного сплава, как и ожидалось, формируется структура, в которой присутствуют микрообласти. Фактически это зоны, представляющие собой твердый раствор на основе структуры типа CaCu_5 обогащенные или обедненные медью. Предположительно области с повышенной концентрацией меди имеют ширину до 100 Å, которая сопоставима с эффективной шириной доменной границы данных материалов.

В работе впервые использована методика магнитно-силовой микроскопии для выявления доменной структуры на базисной плоскости монокристалла SmCo_5 . На рис. 4 хорошо видна характерная доменная структура «звездочек», причем при больших увеличениях удалось выявить в поле зрения размером 5×5 мкм одну «звездочку».

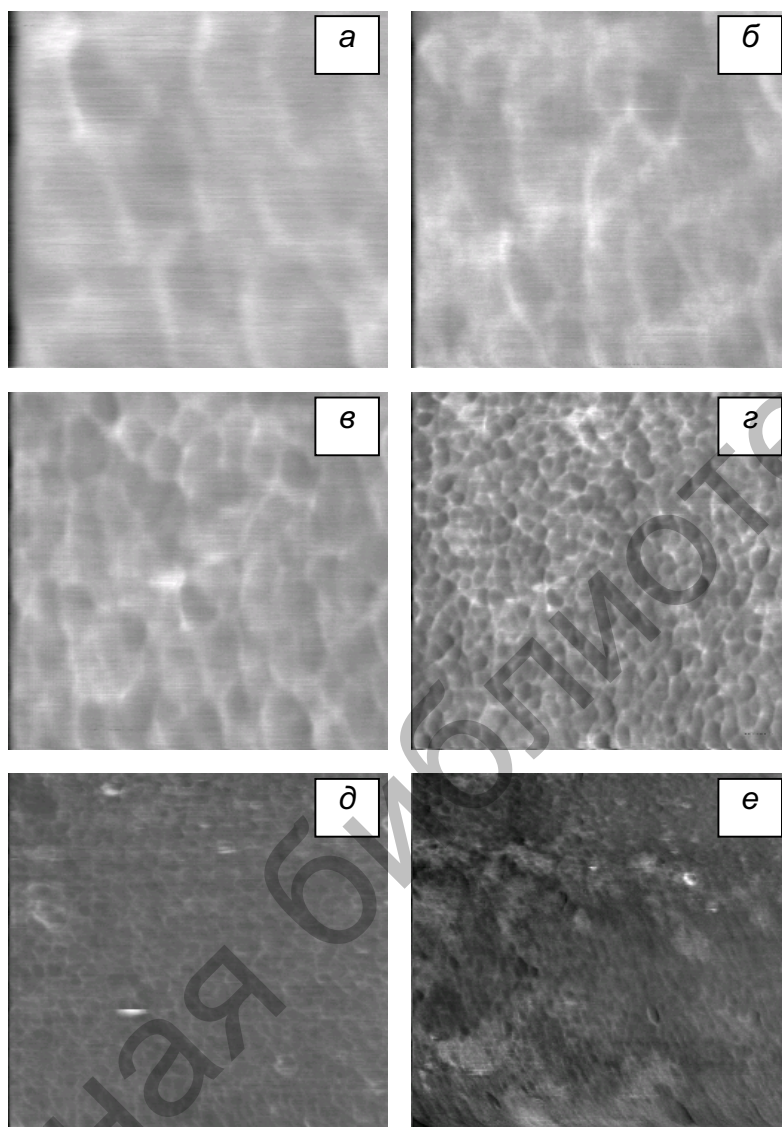


Рис. 1. Рельеф поверхности монокристалла GdCo_4Cu_1 до отжига при разном увеличении
Поле зрения – 500×500 нм (а), 800×800 нм (б), 1×1 мкм (в), 2×2 мкм (г), 3×3 мкм (д) и 4×4 мкм (е)

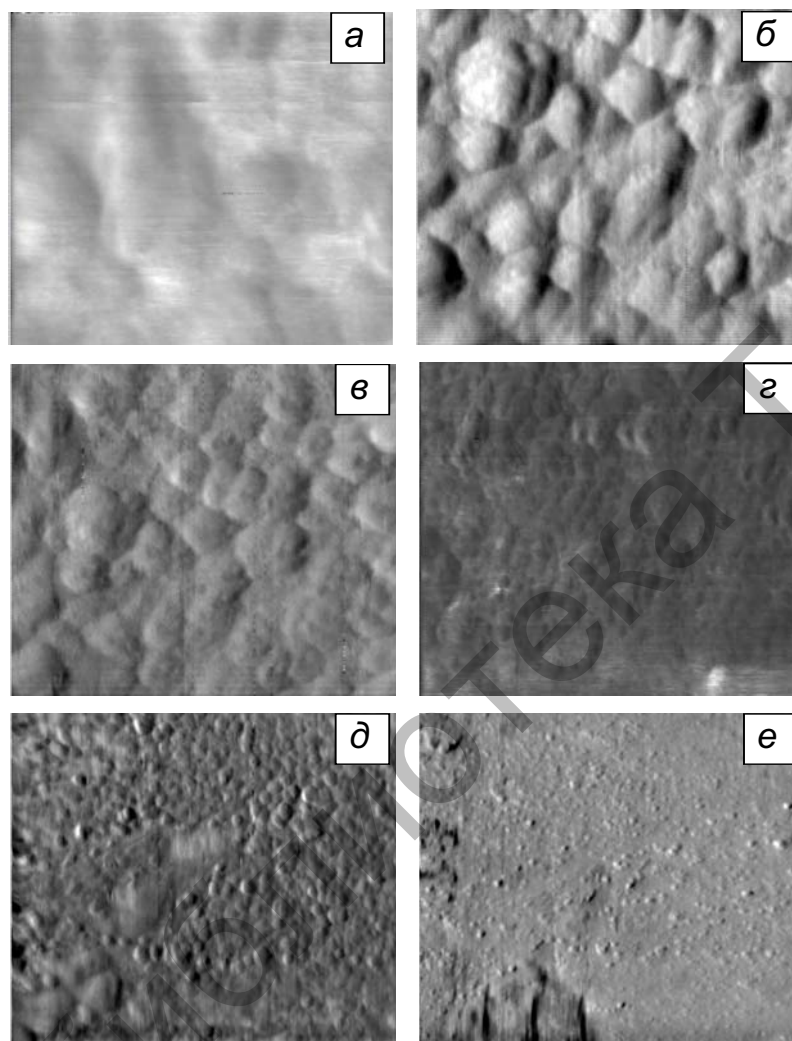


Рис. 2. Рельеф поверхности, полученный методом сканирующей силовой микроскопии на базисной поверхности шлифа отожженного образца $GdCo_4Cu_1$: 500x500 нм (а), 800x800нм (б), 1x1 мкм (в), 2x2 мкм (г), 3x3мкм (д), 4x4мкм (е)

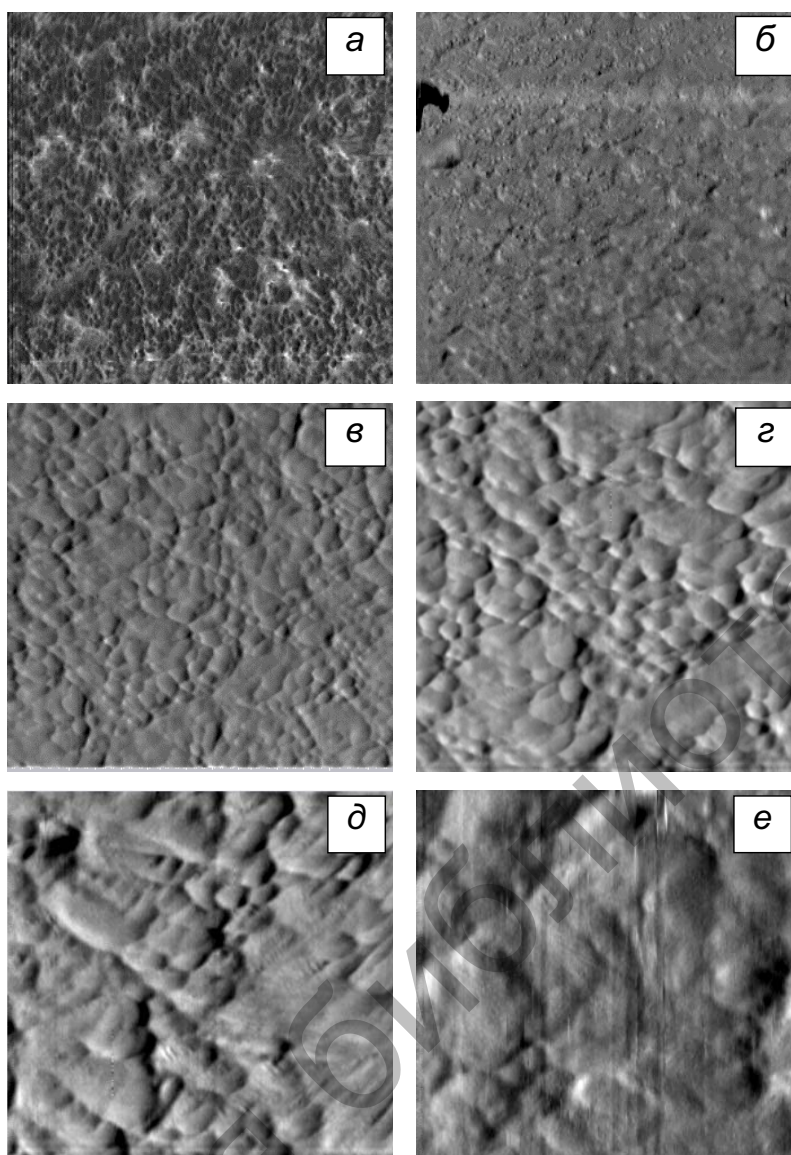


Рис. 3. Рельеф поверхности, полученный методом сканирующего силового микроскопа на базисной поверхности шлифа отожженного образца SmCo_3Cu_2 при разном увеличении: 10x10 мкм (а), 5x5 мкм (б), 3x3 мкм (в), 2x2 мкм (г), 1,5x1,5 мкм (д), 1x1 мкм (е)

Применить эту методику к образцам сплава SmCo_5 не удалось, поскольку размер основных доменов сравним по величине с максимально возможным полем сканирования микроскопа Solver P47.

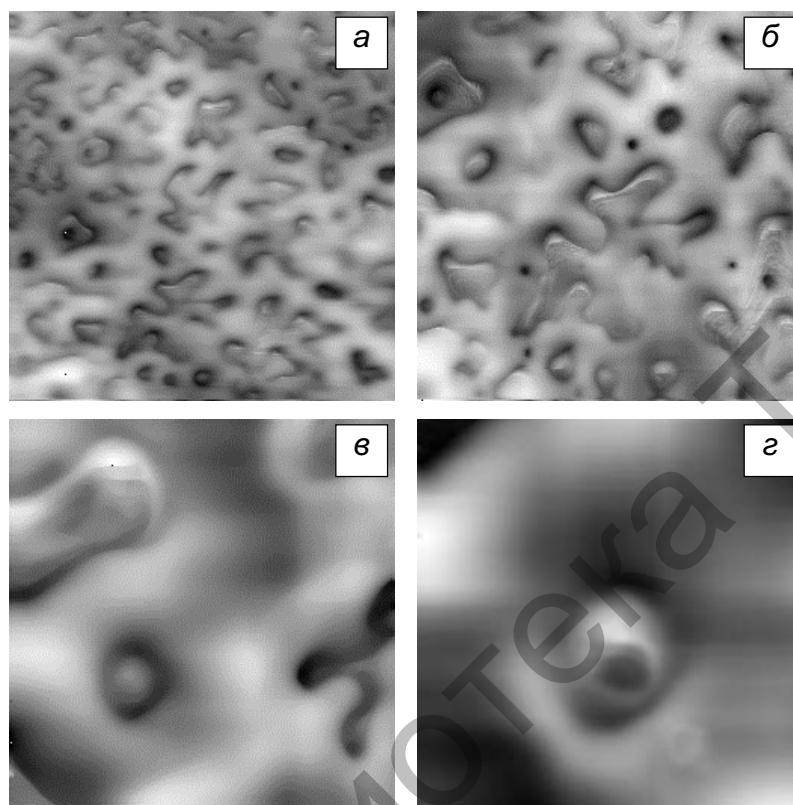


Рис. 4. MFM изображения базисной плоскости монокристалла SmCo_5 , полученные при резонансной частоте $F=139,141$ Гц. Поле зрения 50×50 мкм (а), 25×25 мкм (б), 10×10 мкм (в), 5×5 мкм (з)

В работе исследована поверхностная доменная структура (ДС) псевдомонокристаллов сплавов $\text{ErCo}_{6-x}\text{Cu}_x$, выявленная на базисных плоскостях образцов полуконтактным методом атомно-силовой микроскопии. Методами полярного эффекта Керра и порошковых осадков для составов с $x = 2,5; 3,0$ не удается выявить доменную структуру. Было сделано предположение, что она является сильно измельченной, это и было подтверждено в результате исследования данных образцов на атомно-силовом микроскопе (рис. 5). На фотографиях наблюдаются мелкие извилистые, кинжаловидные домены и домены типа “звездочек”, характерные для одноосных высокоанизотропных магнетиков.

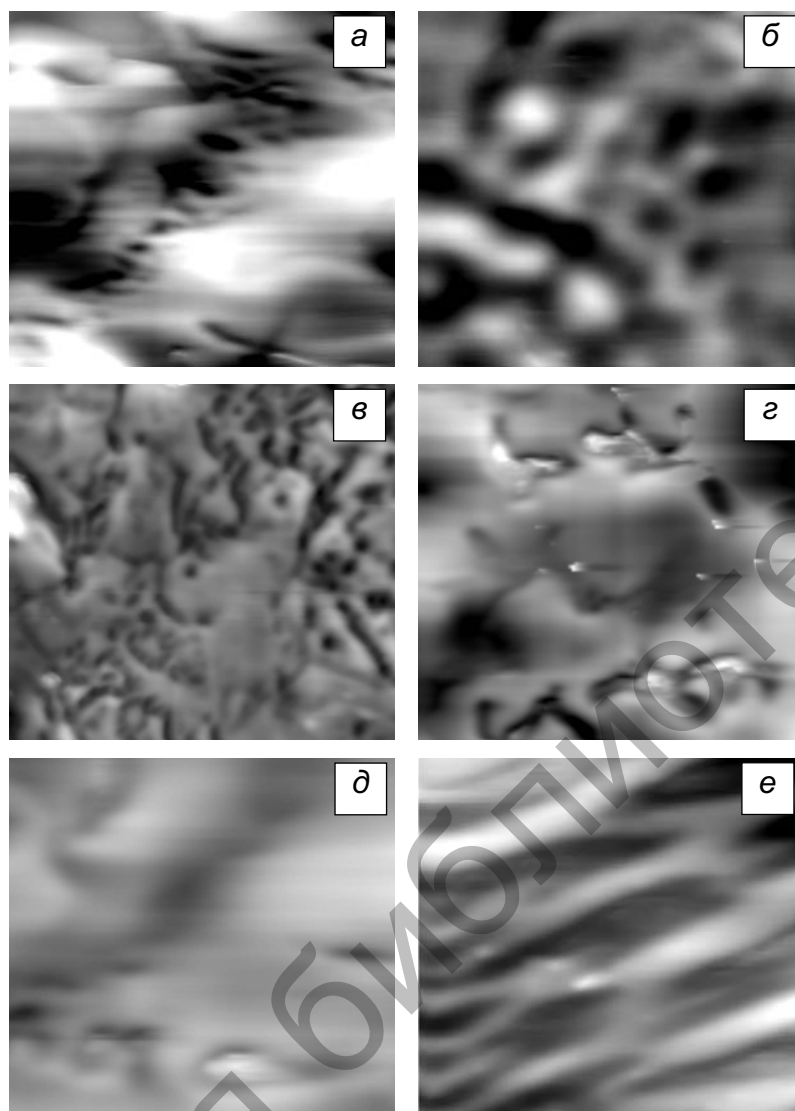


Рис. 5. Доменная структура на базисной плоскости сплавов $\text{ErCo}_{6-x}\text{Cu}_x$, выявленная на атомно-силовом микроскопе. $x = 0,5$ (a); $x = 1,0$ (б); $x = 1$ (в); $x = 2,0$ (г); $x = 2,5$ (д); $x = 3,0$ (e)

Картины ДС подтверждают ранее сделанные предположения о неоднородном структурном состоянии образцов. На всех микрофотографиях наблюдаются области с крупными и мелкими доменами, что свидетельствует о разной их намагниченности. Соседство областей с ДС типа "звездочек" с областями, в которых наблюдаются кинжаловидные и полосовые домены, свидетельствует о кристаллографической разориентации структурных составляющих.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ №05-02-17197, Минобрнауки РФ проект РНП.2.1.1.3674

Список литературы

1. Binnig G., Quate C.F., Gerber Ch. Atomic force microscope // *Phys. Rev. Lett.* 1986. V. 56. № 9. P. 930–933.
2. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии // РАН, ИФМ, Н. Новгород, 2004. С114.
3. Тейлор К. Дарби М. Физика редкоземельных соединений // М.: Мир, 1974.
4. Лукин А.А., Супонев Н.П., Первухин К.И. Доменная структура и процессы перемагничивания монокристаллов SmCo_3Cu_3 // *Физика магнитных материалов.* 1975. №3. С. 113-117.