

УДК 537.611.3

МАРТЕНСИТНАЯ И МАГНИТНАЯ ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА ФЕРРОМАГНИТНЫХ СПЛАВОВ ГЕЙСЛЕРА

**О.М. Корпусов, Ю.М. Смирнов, В.В. Коледов*,
А.Б. Залётов, С.А. Чигиринский, Д.С. Юленков**

Кафедра прикладной физики

*Институт радиотехники и электроники РАН

Исследованы условия выявления мартенситной и магнитной доменной структуры поли- и монокристаллических образцов ферромагнитных сплавов Гейслера Ni-Mn-Ga и Co-Ni-Ga методами оптической микроскопии с использованием светлопольного освещения, поляризованного света, микроинтерферометрии, индикаторных феррит-гранатовых и металлических плёнок и магнитных жидкостей.

Введение. Как было показано в ряде работ, обзор которых был недавно опубликован А.Н. Васильевым с соавторами [1], сплавы Гейслера типа Ni₂MnGa обладают редким сочетанием ферромагнетизма и структурных фазовых превращений из кубической высокотемпературной фазы (аустенит) в тетрагональную, менее симметричную, низкотемпературную фазу (мартенсит). В сплавах Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga замещение Mn на Ni приводит к понижению точки Кюри и одновременно к повышению температуры мартенситного перехода до их полного слияния в интервале концентраций $x = 0,18-0,2$ при $T = 334$ К. Аналогичное поведение наблюдается в сплавах системы Co_{2+x}Ni_{1-x}Ga [2]. Специфика наблюдаемых в этих сплавах магнитоупругих эффектов состоит в том, что в качестве взаимодействующих объектов выступают скоррелированные ансамбли мартенситных и ферромагнитных доменов [1; 3].

Целью данной работы явилось экспериментальное исследование мартенситной и магнитной ДС в сплавах Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga и Co_{2+x}Ni_{1-x}Ga.

Методика эксперимента. Образцы Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga и Co_{2+x}Ni_{1-x}Ga с различными значениями x от 0,12 до 0,19 были получены методом дуговой плавки. После выплавки проводился гомогенизирующий отжиг при 800°C в течение 100 часов с последующей закалкой в воду. Монокристаллы этих соединений выращивались методом Бриджмена в печи сопротивления в корундовых тиглях из слитков, полученных трёхкратной дуговой переплавкой. Исходная загрузка нагревалась и выдерживалась в вакууме порядка 10⁻⁴ мм рт. ст. при 1200 °С. Затем камера заполнялась аргоном особой чистоты для минимизации испарения марганца в процессе роста, температура поднималась до 1350 °С и образовавшийся расплав выдерживался один час. Последующее вытягивание тигля с расплавом проводилось со скоростью 20 мм в час.

Температуры мартенситных и магнитных переходов определялись методом термомагнитного анализа (ТМА) по температурной зависимости начальной магнитной восприимчивости. Наблюдения микроструктуры и магнитных доменов проводились поляризационно-оптическим методом на

модифицированном металлографическом микроскопе МИМ-8 с цифровой регистрацией и обработкой изображений. Использовались взаимно дополняющие друг друга методики выявления ДС с помощью эффектов Керра, техники порошковых осадков и магнитных индикаторных плёнок ферритов-гранатов [4] и сплавов Tb-Fe-Co.

Особенности наблюдения мартенситной и магнитной ДС. Металлографические шлифы изучаемых сплавов обладают рядом особенностей. Плоские полированные поверхности, подготовленные на образцах, находящихся в аустенитном состоянии (при температурах выше температуры мартенситно-аустенитного превращения) становятся рельефными после перехода в низкотемпературную фазу. Благодаря этому создаётся оптический контраст между соседними мартенситными доменами, что позволяет изучать их структуру при обычных светлопольных наблюдениях (рис. 1). При повторных переходах в аустенитную фазу рельеф исчезает и поверхность снова становится гладкой. Если же плоская поверхность подготовлена в мартенситном состоянии, то в аустенитной фазе возникает деформационный рельеф, не исчезающий при повторных переходах обратно в мартенситную фазу. В поляризованном свете на плоских поверхностях мартенситные домены выявляются благодаря оптической анизотропии низкотемпературной фазы [5] (рис. 2).

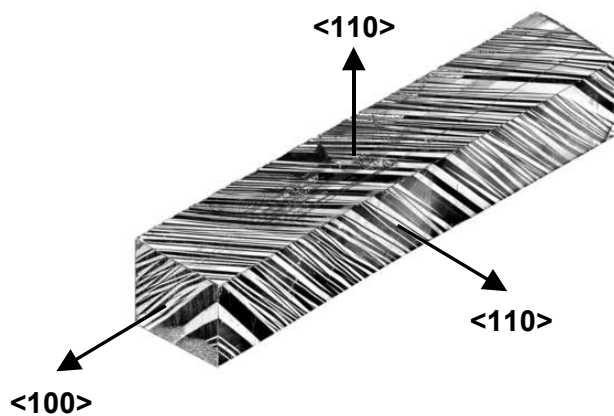


Рис. 1. Светлопольное изображение мартенситного рельефа ориентированного монокристалла $\text{Co}_{48}\text{Ni}_{22}\text{Ga}_{30}$. Размеры образца $3 \times 3 \times 15$ мм

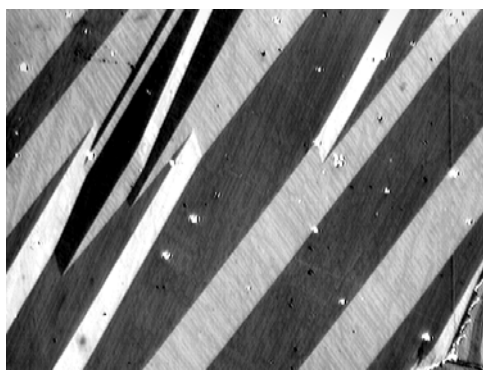


Рис. 2. Мартенситные домены в $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$, выявленные на механически полированной поверхности при наблюдении в поляризованном свете, $\times 120$

Эффективным средством выявления и контроля параметров микроскопического рельефа поверхности, обусловленного образованием мартенситной структуры, является интерференционная микроскопия [9]. Искривление интерференционных полос даёт информацию о микрорельефе поверхности, а измерение расстояний между соседними (светлыми или тёмными) полосами равной толщины, отвечающих разности в уровнях поверхности $\lambda/2$, позволяет получить количественную оценку его параметров (рис. 3).



Рис. 3. Интерференционная картина полисинтетических двойников первого и второго порядка на плоскости (110) монокристалла $\text{Co}_{48}\text{Ni}_{22}\text{Ga}_{30}$. $\times 140$

На рис. 4 представлены изображения поверхности полированного шлифа $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$ при прямом наблюдении в поляризованном свете, при опосредованном наблюдении с помощью индикаторной плёнки с зеркальным подслоем и методом порошковых осадков. В первом случае наблюдается мартенситная структура, во втором – нормальные компоненты полей рассеяния магнитной доменной структуры образца [4].

При наблюдении методом порошковых осадков картина основной доменной структуры в общем совпадает с картиной, наблюдаемой индикаторной плёнкой, но она осложняется наложением поверхностной структуры более сложных и мелких доменов. Сравнение рис. 4,б и 4,в показывает, что применение индикаторных плёнок позволяет избавиться от маскирующего действия поверхностной структуры, носящей вторичный характер и затрудняющей выявление главных закономерностей магнитного строения образца, определяемого основными доменами [6]. Этот эффект достигается благодаря тому, что индикаторная плёнка может быть расположена на некотором расстоянии от поверхности образца. Это расстояние нетрудно регулировать (обычно в пределах от единиц до нескольких десятков мкм) с помощью соответствующих приспособлений. При этом можно подобрать такое расстояние до образца, при котором короткодействующие поля рассеяния мелких поверхностных доменов в области индикаторной плёнки становятся пренебрежимо малыми, в то время, как дальнедействующие

поля основных доменов оказываются достаточными для формирования изображения. Эта особенность индикаторных плёнок полезна для быстрой оценки макростроения образцов и выявления их мартенситной структуры по наблюдениям магнитной доменной структуры, оценки качества монокристаллов и др. (рис. 5). В отличие от непосредственных наблюдений в поляризованном свете, требующих высокого качества поверхности, успешное выявление структуры с помощью индикаторных плёнок зачастую возможно при минимальной предварительной обработке образцов.

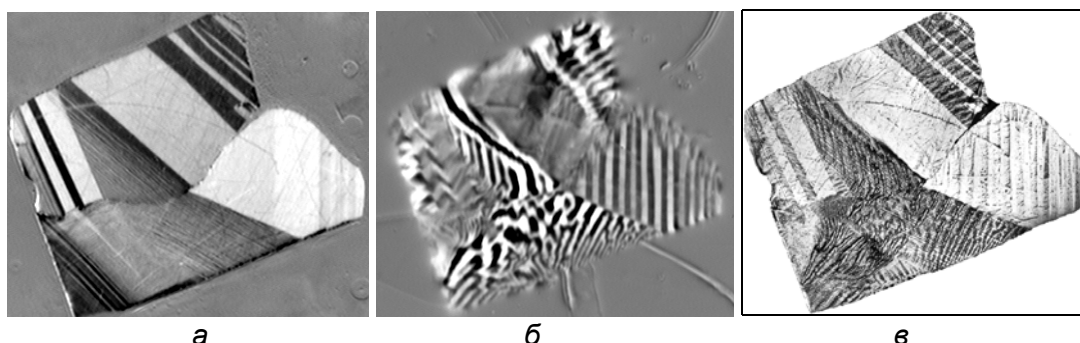


Рис. 4. Поверхность нетравлёного механически полированного шлифа поликристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$ при наблюдении в поляризованном свете (а), с помощью планарной феррит-гранатовой индикаторной плёнки с зеркальным подслоем на расстоянии 15 мкм от поверхности образца (б) и методом порошковых осадков (в)

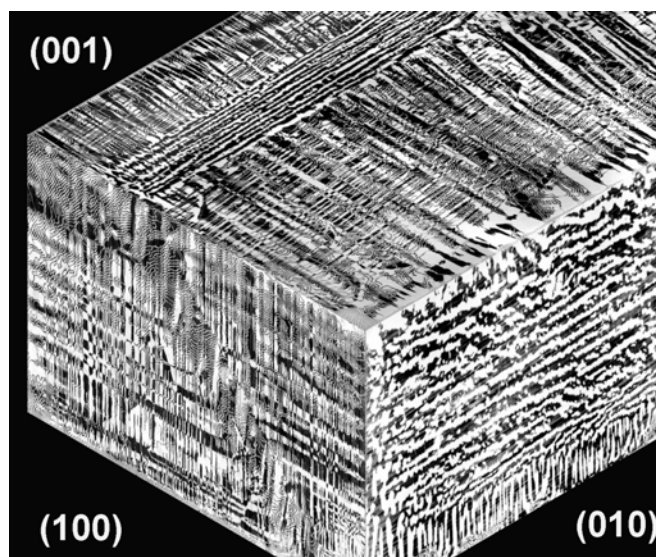


Рис. 5. Магнитная доменная структура передней части ориентированного монокристалла $\text{Ni}_{49}\text{Mn}_{29.7}\text{Ga}_{21.3}$, имеющего форму прямоугольного параллелепипеда с размерами $2 \times 4 \times 8$ мм и ограниченного плоскостями типа $\{100\}$

Влияние температуры на ДС. На рис. 6 представлены фрагменты видеофильма, иллюстрирующие изменения доменной структуры микромонокристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$ при его охлаждении из аустенитной фазы. В исходном аустенитном состоянии доменная структура не отображается, т.к. слабо анизотропная высокотемпературная фаза имеет кубическую структуру, что благоприятствует замыканию потока внутри образца. Далее по мере перехода с понижением температуры в мартенситное состояние происходит перемещение фазовой границы мартенсит-аустенит и в тех частях образца, где превращение произошло, появляется отображение доменной структуры мартенсита. Благодаря тому, что мартенсит имеет высокую одноосную магнитную анизотропию, пересечение 180-градусных магнитных доменов с поверхностью кристалла обуславливает появление полей рассеяния, нормальная компонента которых отображается индикаторной плёнкой. После завершения мартенситного перехода одноосная доменная структура распространяется на весь объём кристалла (см. последний кадр рис. 6).

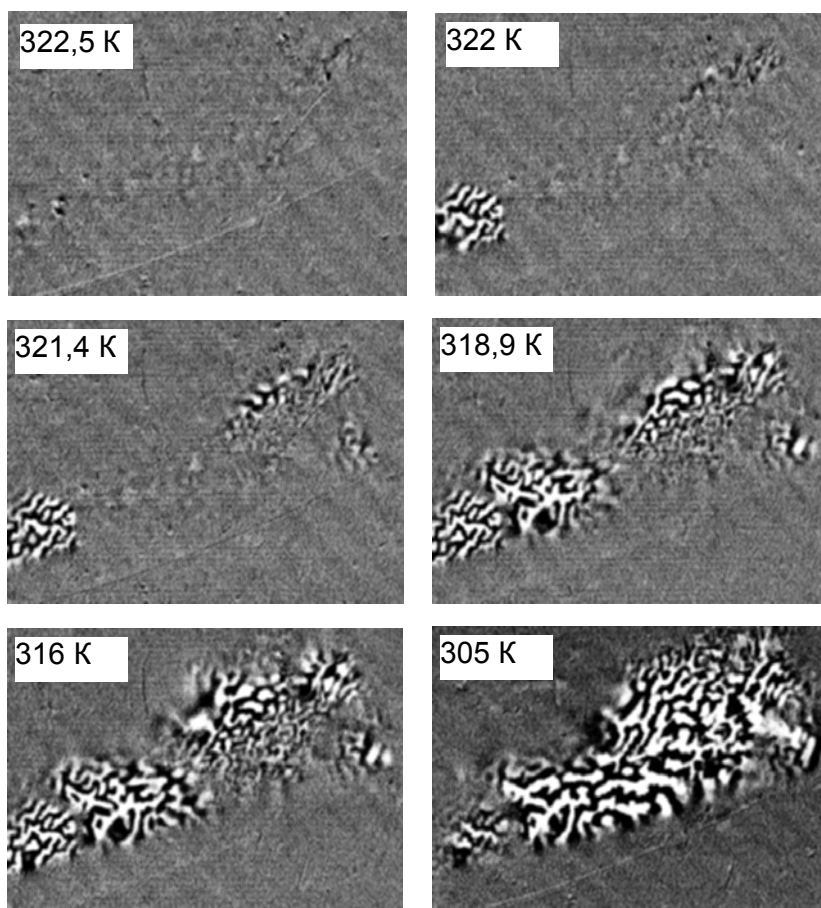


Рис. 6. Фрагменты видеофильма, иллюстрирующие изменение доменной структуры $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$, выявленной феррит-гранатовой плёнкой в процессе фазового перехода аустенит-мартенсит

Необходимо подчеркнуть, что такой тип перехода качественно отличается от других известных спин-переориентационных переходов типа порядок-порядок [7] главным образом тем, что в ходе мартенситного превращения от кубической к тетрагональной структуре промежуточные магнитные доменные структуры не наблюдаются и переход происходит за счёт перемещения фазовой границы аустенит-мартенсит.

Связь между мартенситной и магнитной ДС. При использовании плёнок без зеркального подслоя возможно одновременное наблюдение как мартенситной, так и магнитной структуры (рис. 7).

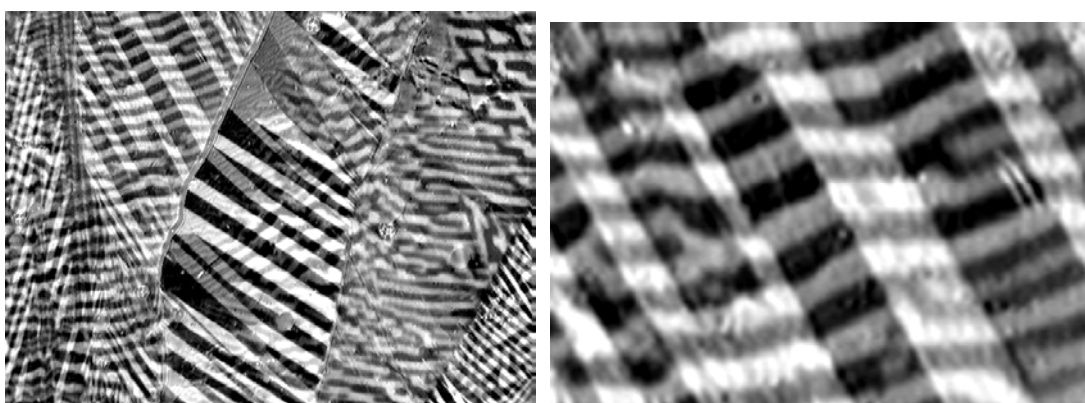


Рис. 7. Одновременное наблюдение мартенситной и магнитной доменной структуры. Правый кадр – увеличенный фрагмент левого изображения

На рис. 8 представлена схема мартенситной и магнитной доменной структуры изученных материалов, составленная на основе полученных экспериментальных данных. Главной особенностью является взаимосвязанный характер мартенситных и магнитных доменов. 180-градусные магнитные домены непрерывны в пределах кристаллитов, при этом они пересекают плоские параллельные между собой границы мартенситных доменов. Намагниченность магнитных доменов модулирована мартенситными доменами, т.к. c -оси последних, являющиеся направлениями лёгкого намагничивания, находятся под углами 90° друг по отношению к другу. В результате границы между мартенситными доменами также выполняют роль 90-градусных магнитных доменных стенок без свободных зарядов ($\text{div } \mathbf{M} = 0$) [3; 8].

Конфигурации мартенситной и магнитной доменной структуры на различных поверхностях образцов зависят от их кристаллографической ориентации. Плоскость (001) свободна от зарядов, границы магнитных доменов ориентированы под углами 45° к мартенситным границам. В плоскостях типа (100) и (010) чередуются домены с намагниченностью, параллельной и нормальной к поверхности образца. Для произвольных ориентаций кристалла угловые соотношения между линиями выхода

мартенситных и магнитных доменных границ с поверхностью образца являются более сложными.

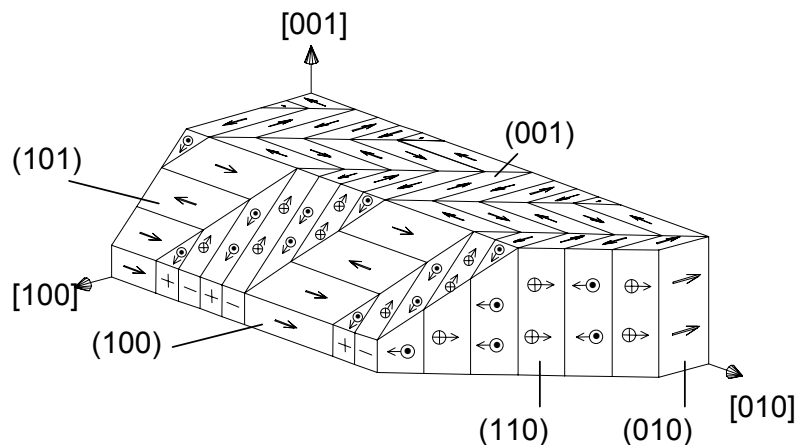


Рис. 8. Схема магнитной доменной субструктуры мартенситных доменов на разных кристаллографических плоскостях

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ № 03-02-17443а, РФФИ-ГФЕН № 03-02-39006-ГФЕН_а и гранта Е02-3.4-351 Минобразования РФ по фундаментальным исследованиям в области естественных и точных наук.

Литература

1. Васильев А.Н., Бучельников В.Д., Такаги Т., Ховайло В.В., Эстрин Э.И. Ферромагнетики с памятью формы // УФН. 2003. Т. 173. С. 577-606.
2. Li Y.X., Liu H.Y., Meng F.B., Yan L.Q., Liu G.D., Dai X.F., Zhang M., Liu Z.H., Chen J.L., Wu G.H. Magnetic field-controlled two-way shape memory in CoNiGa single crystals // Appl. Phys. Lett. 2004. V. 84. P. 3594-3596.
3. Vlasova N.I., Kandaurova G.S., Shchegoleva N.N. Effect of the polytwinned microstructure parameters on magnetic domain structure and hysteresis properties of the CoPt-type alloys // J. Magn. Magn. Mater. 2000. V. 222. P. 138-158.
4. Гусев М.Ю., Гречишкин Р.М., Козлов Ю.Ф., Неустроев Н.С. Магнитооптическая визуализация магнитного поля с помощью монокристаллических пленок ферритов-гранатов // Изв. ВУЗов. Материалы электронной техники. 2000. № 1. С. 27-37.
5. Власова Н.И., Щёголева Н.Н., Кандаурова Г.С. Особенности поляризационно-оптического наблюдения доменных структур в полидвойниковых кристаллах // Физ. мет. мет. 1992. №8. С. 110-120.
6. Grechishkin R.M., Goosev M.Yu., Plyashenko S.E., Neustroev N.S. High resolution sensitive magneto-optic ferrite-garnet films with planar anisotropy // J. Magn. Magn. Mater. 1996. V. 157/158. P. 305-306.
7. Корпусов О.М., Сошин С.С. Доменная структура интерметаллида $DuCo_{5,2}$ в области спиновой переориентации /В сб. Новые магнитные материалы микроэлектроники. М.: МГУ. 2004. С. 357-359.
8. Власова Н.И., Кандаурова Г.С., Оноприенко Л.Г., Щёголева Н.Н. Кооперативные доменные структуры в высокоанизотропных сплавах с двойниковой микроструктурой // УФН. 1992. Т. 162. С. 161-197.
9. Панченко Е.В. и др. Лаборатория металлографии. М.: Металлургия, 1965.