

УДК 537.611.3

## МАГНИТНАЯ ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА МИКРОПРОВОДОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА ПОСЛЕ УДАЛЕНИЯ СТЕКЛЯННОЙ ОБОЛОЧКИ ПУТЕМ СКАЛЫВАНИЯ И ХИМИЧЕСКОГО ТРАВЛЕНИЯ

© 2024 г. О. И. Аксенов<sup>a,\*</sup>, А. А. Фукс<sup>a,b</sup>, А. С. Аронин<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна РАН, Черноголовка, Россия

<sup>b</sup>НИУ “Высшая школа экономики”, Москва, Россия

\*e-mail: oleg\_aksenov@inbox.ru

Поступила в редакцию 23. 04. 2023 г.

После доработки 14.06.2023 г.

Принята к публикации 14.06.2023 г.

Методом магнитно-силовой микроскопии исследована магнитная доменная структура поверхности микропроводов состава  $\text{Fe}_{73,9}\text{B}_{13,2}\text{Si}_{10,9}\text{C}_2$ . Установлено, что удаление стекла с помощью скалывания приводит к искажению исходной магнитной структуры. Химическое травление стеклянной оболочки позволяет наблюдать магнитную доменную структуру, обусловленную напряжениями, возникшими вследствие изготовления микропровода. В отсутствие приложенного магнитного поля наблюдается магнитная структура поверхностного слоя, состоящая из доменных прослоек, наклоненных к оси микропровода на  $45^\circ$  или  $135^\circ$ . Данная структура имеет форму, близкую к зигзагообразной. Толщина доменных прослоек непостоянна и варьируется от 3 до 5 мкм. Обнаружено, что приложение постоянного магнитного поля вдоль оси микропровода вызывает образование кольцеобразных доменных прослоек различной толщины (от 1 до 5 мкм) с различной ориентацией магнитного момента относительно поверхности микропровода. В поле напряженностью 60 Э, приложенном вдоль оси микропровода, доменная магнитная структура представляет собой только кольцеобразные слои доменов. Инвертирование поля приводит к практически полной инверсии наблюдаемой доменной структуры. Полное снятие магнитного поля приводит к формированию новой доменной структуры поверхностного слоя. Такая структура близка по форме и положению доменов к исходной, но не повторяет ее.

**Ключевые слова:** микропровод, доменная структура, магнитно-силовая микроскопия, поверхностный слой, магнитное поле, стеклянная оболочка, травление, скалывание, перемагничивание, эволюция доменной структуры.

**DOI:** 10.31857/S1028096024010025, **EDN:** DQYRHF

### ВВЕДЕНИЕ

Управление магнитными свойствами аморфных ферромагнитных сплавов является перспективной задачей, позволяющей создавать новые типы магнитных материалов для современных датчиков. Известно, что напряженное состояние аморфных микропроводов, полученных методом Улитовского–Тейлора, является неоднородным по сечению и компонентам тензора напряжения. Центральная часть микропровода находится в растянутом состоянии, а величина напряжений по всем компонентам тензора деформации составляет сотни МПа. В то же время поверхностная часть микропровода оказывается

в поле действия сжимающих напряжений вплоть до нескольких ГПа по касательной и осевой компонентам [1]. Такие напряжения в совокупности с цилиндрической геометрией микропровода приводят к формированию композиционной магнитной доменной структуры. В случае проводов с положительной магнитострикцией данная структура состоит из доменов центрального слоя с ориентацией магнитного момента вдоль оси микропровода и доменов поверхностного слоя с радиальной ориентацией магнитных моментов. Принятый в литературе вид такой структуры представлен на рис. 1.

Как видно из рис. 1, поверхностная доменная структура состоит из кольцевых доменных слоев

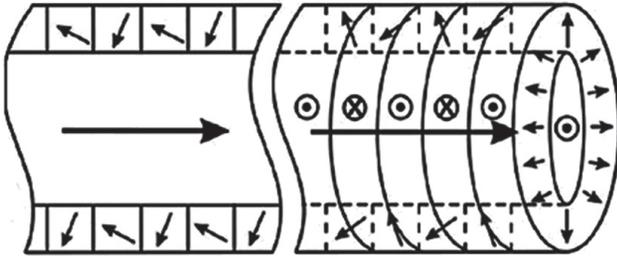


Рис. 1. Модель магнитной доменной структуры микропровода с положительной магнитострикцией. Короткими стрелками показаны магнитные моменты.

с преимущественной ориентацией магнитных моментов в радиальном направлении для минимизации величины магнитных полей рассеяния вблизи поверхности микропровода. Магнитные моменты в кольцевых слоях доменов наклонены от нормального к поверхности провода положения, что было ранее показано в работе [2].

Такая магнитная структура обуславливает эволюцию магнитных и высокочастотных свойств микропроводов. Магнитная структура центральной части микропровода обеспечивает бистабильное перемагничивание в слабых полях напряженностью менее 1 Э. В то же время конфигурация поверхностного доменного слоя может влиять на эффект гигантского магнитного импеданса микропроводов в силу протекания высокочастотного тока в поверхностном слое. Влияние поверхностного доменного слоя также заметно при пропускании импульсов частотой в несколько ГГц через микропровод и регистрации сигнала магнитного поля в катушке, намотанной на микропровод – так называемый эффект гигагерцового вращения спинов [3]. На базе этих и других эффектов активно проектируют датчики магнитного поля и деформации лабораторного, промышленного и медицинского назначения [4–16]. Таким образом, исследование магнитной доменной структуры микропроводов является перспективной задачей, определяющей возможности управления магнитными свойствами таких объектов.

Ранее магнитную доменную структуру микропроводов уже исследовали магнитооптическими методами [2, 17–20]. Существующие данные свидетельствуют в пользу модели, представленной на рис. 1. Однако разрешающая способность примененных ранее методов не превышает 1 мкм и зачастую позволяет регистрировать нормальные или касательные компоненты магнитных моментов лишь в отдельных экспериментах. Это, в свою очередь, может приводить к непол-

ноте наблюдаемой картины и, как следствие, неверной трактовке полученных результатов. Настоящая работа посвящена исследованию поверхностной доменной структуры микропроводов с положительной магнитострикцией (исходной и во внешнем постоянном магнитном поле, приложенном вдоль оси микропровода) методом магнитно-силовой зондовой микроскопии (МСМ).

## МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Аморфные микропровода состава  $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$  были получены методом Улитовского–Тейлора. Диаметр металлической части микропровода составлял 18 мкм, толщина стеклянной оболочки – 3 мкм. Исходные образцы были произведены с использованием компонентов высокой чистоты (99.9 %). Удаление стеклянной оболочки осуществляли двумя способами: путем скалывания стекла лезвием скальпеля; травлением стеклянной оболочки в водном растворе фтороводородной кислоты. Эти подходы ранее применяли для снятия стеклянной оболочки с исследуемого микропровода, однако не проводили сравнения магнитной доменной структуры поверхностного слоя после удаления оболочки обоими способами. Удаление стеклянной оболочки в настоящей работе было необходимо, поскольку МСМ не позволяет регистрировать градиент полей рассеяния от магнитного образца через слой толщиной в несколько мкм.

Состояние поверхности микропроводов оценивали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) с помощью растрового электронного микроскопа Zeiss Supra 50VP.

Исследование магнитной доменной структуры проводили с помощью исследовательского комплекса ИНТЕГРА. Измерения фазового контраста (магнитно-силовые изображения) выполняли с помощью магнитных кантилеверов с магнитным покрытием CoCr (параметры балки кантилевера: длина 225 мкм, ширина 7.5 мкм, толщина 3 мкм, резонансная частота 70 кГц). Все измерения проведены в полуконтактном режиме по двухпроходной методике. Расстояние зонда до образца не превышало 200 нм для исключения влияния полей рассеяния магнитного кантилевера на магнитную доменную структуру микропровода. Сканирование осуществляли вдоль длины микропровода по различным траекториям и на различной высоте подвода зонда для проверки воспроизводимости результатов.

Поиск областей образца без стеклянной оболочки проводили с использованием оптического микроскопа, встроенного в комплекс ИНТЕГРА.

Для проведения измерений микропровода крепили на алюминиевый держатель высотой 1 см, который, в свою очередь, фиксировали на подложке из пермаллоя для исключения влияния магнитного поля магнитного держателя образца комплекса ИНТЕГРА на доменную структуру микропровода. Крепление микропроводов на алюминиевом держателе осуществляли с помощью цапонлака. Магнитное поле прикладывали с помощью системы магнитопроводов, подведенных к образцу. Магнитное поле создавали на расстоянии 30 см от исследуемого образца соленоидом, внутри которого помещали цилиндрический магнитопровод. К магнитопроводу катушки крепили несколько магнитопроводов, в совокупности формирующих С-образную форму. Расстояние между магнитопроводами, подведенными непосредственно к образцу, составляло 2 см. Измерение напряженности поля, приложенного к микропроводу, осуществляли с помощью датчика Холла.



Рис. 2. РЭМ-изображение микропровода состава  $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$ .

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 2 представлено РЭМ-изображение исследованного микропровода состава  $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$ .

Стеклянная оболочка была удалена с поверхности образца путем скалывания с помощью скальпеля. Как видно из рис. 2, поверхность выглядит гладкой и не содержит видимых царапин и повреждений. После скалывания стеклянной оболочки образец был закреплен на алюминиевом держателе с дальнейшим проведением МСМ-измерений. На рис. 3 представлены МСМ-изображения магнитной доменной структуры микропровода после скалывания стекла.

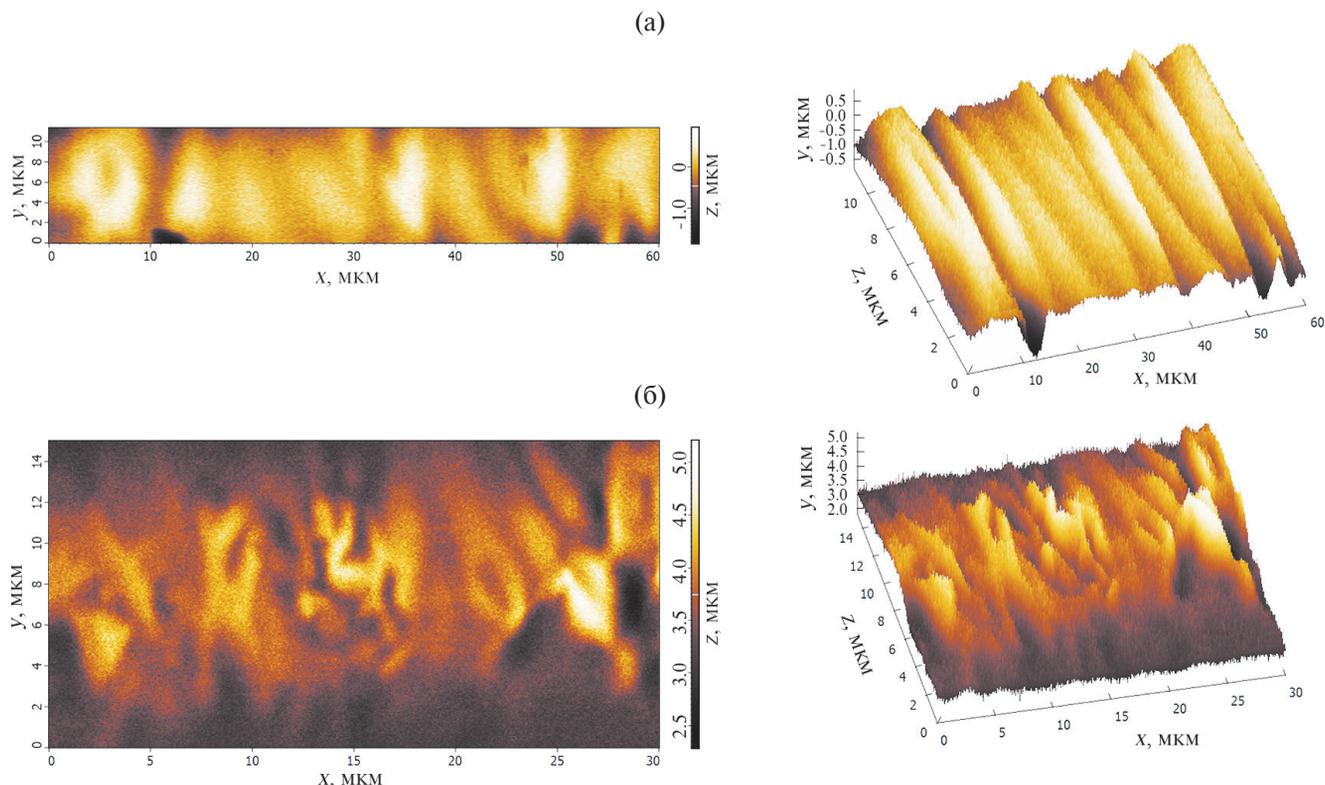
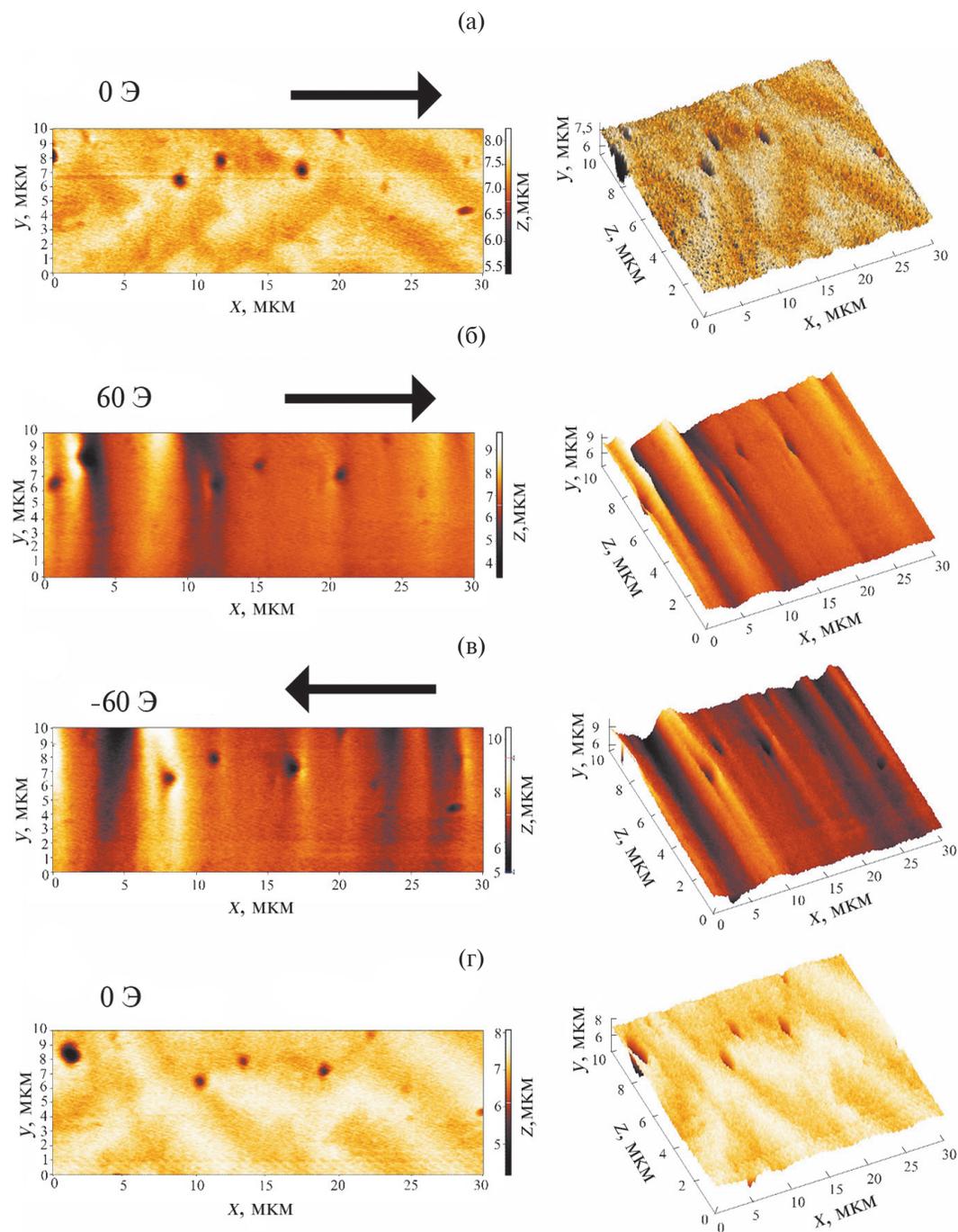


Рис. 3. Двумерное и трехмерное МСМ-изображения магнитной доменной структуры микропровода состава  $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$  после скалывания стекла в двух областях (на расстоянии 50 мкм друг от друга). Ось микропровода соответствует оси абсцисс на изображениях.



**Рис. 4.** Двумерное и трехмерное МСМ-изображения магнитной доменной структуры микропровода состава  $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$  после химического травления: а – в поле 0 (а), 60 (б) и  $-60$  Э (в), направленном вдоль оси образца; г – после снятия магнитного поля.

Изображения доменной структуры на рис. 3 получены в отсутствие внешнего магнитного поля. Как видно из рис. 3а, наблюдаемая доменная структура близка к модельной структуре, приведенной на рис. 1. Светлые и темные участки соответствуют кольцевым слоям доменов с различной ориентацией магнитного момента (в радиальном направлении). Однако в отличие

от модельной структуры слои доменов пересекаются, имеют неодинаковую ширину 1–5 мкм. Такие слои могут сливаться друг с другом. Кроме того, наблюдается наклон отдельных прослоек относительно оси микропровода. Из рис. 3б, где показан другой участок того же образца (на 50 мкм левее), видно, что картина может быть еще сложнее: доменная структура напоминает

лабиринтную. Размеры самых тонких элементов структуры составляют 0.5–1 мкм. Структура разупорядоченная и, вероятнее всего, обусловлена присутствием на поверхности микропровода дополнительных остаточных напряжений, возникших в результате удаления стекла скальпелем. Таким образом, удаление стекляной оболочки скальпелем не гарантирует сохранение исходной магнитной доменной структуры образца, что неизбежно скажется на его магнитных высокочастотных свойствах.

На рис. 4 представлены магнитно-силовые изображения микропровода после химического травления стекляной оболочки.

Как видно из рис. 4а, 4г, изображения в отсутствие магнитного поля характеризуются наклоном момента в темных и светлых доменных областях на угол  $45^\circ$  или  $135^\circ$  относительно оси провода. Форма наблюдаемой структуры близка к зигзагообразной, однако доменные области искажены и имеют непостоянную ширину 3–5 мкм. Как и в случае, показанном на рис. 3, темным и светлым областям соответствуют домены с противоположной ориентацией магнитного момента. Также важно заметить, что доменная структура, наблюдаемая на рис. 4а, 4г, не является идентичной. То есть перемагничивание образца не приводит к сохранению исходной доменной структуры после удаления магнитного поля.

Как видно из рис. 4б, 4в, приложение поля напряженностью 60 Э вдоль оси провода приводит к образованию поперечных полос доменов, соответствующих кольцевым слоям с противоположной ориентацией магнитного момента (рис. 1). Магнитный момент в таких доменах перпендикулярен оси микропровода и приложенному магнитному полю. Ширина прослоек варьируется от 1 до 5 мкм. Фазовый контраст индивидуальных прослоек отличается друг от друга. Это свидетельствует о различном наклоне магнитного момента в разных слоях. По трем точкам загрязнений на рис. 4б, 4в видно, что образец сдвинулся в процессе сканирования на 5 мкм левее после инверсии магнитного поля. Следует отметить, что инверсия магнитного поля привела к практически полной инверсии доменной структуры. Это согласуется с результатами, которые ранее были получены с помощью магнитооптических методов исследования [2, 20].

Таким образом, наблюдаемая магнитная доменная структура в микропроводах близка к модельной (рис. 1) в случае, когда к микропроводу приложено магнитное поле вдоль оси. Исходная доменная структура отличается от мо-

дельной. Однако при приложении постоянного магнитного поля вдоль оси магнитная структура эволюционирует к виду, близкому к модельной. Главные отличия наблюдаемой структуры состоят в различном наклоне магнитного момента в кольцевых слоях и различной толщине таких прослоек. Это может быть связано с постепенным образованием кольцевых доменных прослоек по мере эволюции доменной структуры от исходного состояния (рис. 4а) к состоянию в поле (рис. 4б). Таким образом, кольцевые домены, образующиеся раньше, имеют большую ширину, чем домены, образовавшиеся позже. Такое поведение также может быть обусловлено неоднородным распределением остаточных напряжений по длине микропровода или небольшими изменениями элементного состава (локальные изменения значения константы магнитострикции материала).

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методом магнитно-силовой микроскопии исследована магнитная доменная структура аморфного микропровода состава  $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$  после удаления стекляной оболочки путем скальвания и химического травления. Установлено следующее. Удаление стекляной оболочки путем скальвания стекла может приводить к локальному повреждению поверхности микропровода и последующему искажению исходной доменной структуры. Удаление стекляной оболочки путем химического травления позволяет сохранить исходное состояние поверхностной доменной структуры микропровода. Магнитная доменная структура микропровода в отсутствие магнитного поля отличается от модельной и состоит из доменных прослоек переменной толщины 3–5 мкм, наклоненных к оси микропровода на  $45^\circ$  или  $135^\circ$ . Такая структура имеет форму близкую к зигзагообразной. Перемагничивание микропровода приводит к изменению исходной магнитной доменной структуры. Приложение магнитного поля вдоль оси микропровода приводит к образованию кольцевых доменных прослоек различной толщины (1–5 мкм) и с различной ориентацией магнитного момента (наружу и внутрь микропровода). При этом угол наклона магнитного момента может различаться в доменных слоях, имеющих преимущественную ориентацию наружу или внутрь. Это может быть связано с разным временем зарождения таких прослоек при приложении внешнего магнитного поля. Инверсия магнитного поля вдоль оси микропровода приводит к практически полной инверсии магнитной доменной структуры.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chiriac H., Ovari T. A., Pop G. // *Phys. Rev. B* 1995. V. 52. P. 10104. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.52.10104>
2. Orlova N.N., Gornakov V.S., Aronin A.S. // *J. Appl. Phys.* 2017. V. 121. P. 205108. <http://dx.doi.org/10.1063/1.4984055>
3. Honkura Y., Honkura Sh. // *J. Magn. Magn. Mater.* 2020. V. 513. P. 167240. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.167240>
4. Chiriac H., Ovari T.A. // *Prog. Mater. Sci.* 1996. V. 40. P. 333. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(97\)00001-7](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(97)00001-7)
5. Talaat A., Zhukova V., Ipatov M., Blanco J.M., Gonzalez-Legarreta L., Hernando B., del Val J.J., González J., Zhukov A. // *J. Appl. Phys.* 2014. V. 115. P. 17A313. <https://doi.org/10.1063/1.4863484>
6. Corte-León P., Zhukova V., Ipatov M., Blanco J.M., Gonzalez J., Zhukov A. // *Intermetallics*. 2019. V. 105. P. 92. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2018.11.013>
7. Gonzalez A., Zhukova V., Corte-Leon P., Chizhik A., Ipatov M., Blanco J. M., Zhukov A. // *Sensors*. 2022. V. 22(3). P. 1053. <https://doi.org/10.3390/s22031053>
8. Churyukanova M., Kaloshkin S., Shuvaeva E., Mitra A., Panda A.K., Roy R.K., Murugaiyan P., Corte-Leon P., Zhukova V., Zhukov A. // *JMMM*. 2019. V. 492. P. 165598. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.165598>
9. Zhukov A., Ipatov M., Corte-León P., Gonzalez-Legarreta L., Churyukanova M., Blanco J. M., Gonzalez J., Taskaev S., Hernando B., Zhukova V. // *J. Alloys Compd.* 2020. V. 814. P. 152225. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152225>
10. Morón C., Cabrera C., Morón A., García, A., González M. // *Sensors*. 2015. V. 15. P. 28340. <http://doi.org/10.3390/s151128340>
11. Panina L.V., Mohri K. // *Appl. Phys. Lett.* 1994. V. 65. P. 1189. <http://doi.org/10.1063/1.112104>
12. Mohri K., Uchiyama T., Panina L.V., Yamamoto M., Bushida K. // *J. Sens.* 2015. V. 2015. P. 718069. <http://doi.org/10.1155/2015/718069>
13. Mohri K., Humphrey F.B., Panina L.V., Honkura Y., Yamasaki J., Uchiyama T., Hiram M. // *Phys. Status Solidi*. 2009. V. 206. P. 601. <https://doi.org/10.1002/pssa.200881252>
14. Vereshchagin M., Baraban I., Leble S., Rodionova V. // *JMMM*. 2020. V. 504. P. 166646. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.166646>
15. Chizhik A., Garcia C., Zhukov A., Gawronski P., Kulakowski K., Gonzalez J., Blanco J.M. // *JMMM*. 2007. V. 316. P. 332. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.03.007>
16. Rodionova V., Baraban I., Chichay K., Litvinova A., Perov N. // *JMMM*. 2017. V. 422. P. 216. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.08.082>
17. Aksenov O.I., Abrosimova G.E., Aronin A.S., Orlova N.N., Churyukanova M.N., Zhukova V.A., Zhukov A.P. // *J. Appl. Phys.* 2017. V. 122. P. 235103. <http://dx.doi.org/10.1063/1.5008957>
18. Chizhik A., Corte-Leon P., Zhukova V., Gonzalez J., Gawronski P., Blanco J.M., Zhukov A. // *Sensors*. 2023. V. 23. P. 3079. <https://doi.org/10.3390/s23063079>
19. Chizhik A., Gonzalez J. *Magnetic Microwires. A Magneto-Optical Study*. Singapore: Pan Stanford Publishing, 2014.
20. Kabanov Yu., Zhukov A., Zhukova V., Gonzalez J. // *Appl. Phys. Lett.* 2005. V. 87. P. 142507. <https://doi.org/10.1063/1.2077854>

## Magnetic Domain Structure of Iron-Based Microwires after Removal of the Glass Shell by Chipping and Chemical Etching

O. I. Aksenov<sup>1,\*</sup>, A. A. Fuks<sup>1,2</sup>, A. S. Aronin<sup>1</sup>

<sup>1</sup>ISSP RAS, Chernogolovka, Russia

<sup>2</sup>HSE University, Moscow, Russia

\*e-mail: oleg\_aksenov@inbox.ru

The magnetic domain structure of the surface of microwires with composition  $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{3.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$  was studied by magnetic force microscopy. It has been found that the removal of glass shell by chipping leads to distortion of the original magnetic domain structure. Chemical etching of the glass shell makes it possible to observe the magnetic domain structure due to the stresses that have arisen due to the microwire production. In the absence of an applied magnetic field, a magnetic domain structure of the surface layer is observed, consisting of domain layers inclined to the microwire axis by 45 or 135 degrees. This structure has a shape close to a zigzag. The thickness of the domain layers is not constant and varies from 3 to 5  $\mu\text{m}$ . It has been found that the application of a constant magnetic field along the microwire axis causes the formation of ring domain layers of various thicknesses (from 1 to 5  $\mu\text{m}$ ) with different orientations of the magnetic moment relative to the microwire surface. In a field of 60 oersteds along the axis of the microwire, the domain magnetic structure consists of only ring layers of domains. Magnetic field inversion leads to almost complete inversion of the observed domain structure. In this case, the complete removal of the magnetic field leads to the formation of a new domain structure of the surface layer. Such a structure is close in shape and position of the domains to the original one, but does not repeat it.

**Keywords:** microwire, domain structure, magnetic force microscopy, surface layer, zigzag structure, magnetic field, glass shell, etching, cleavage, magnetization reversal, domain structure evolution.