

PRÍSPEVOK K ŠTÚDIU MAGNETICKEJ DOMÉNOVEJ ŠTRUKTÚRY Fe—Si MONOKRYŠTÁLOV RÖNTGENOVÝMI TOPOGRAFICKÝMI METÓDAMI

TICHOMÍR ŠMIDT*, Košice

Článok sa zaoberá podmienkami a vhodnosťou použitia rtg topografických metód na zviditeľňovanie magnetickej doménovej štruktúry Fe—Si monokryštálov. Na základe získaných výsledkov sa v článku poukazuje aj na možnosť experimentálneho štúdia interakcie medzi doménovými stenami z rôznych reflexných rovin na rtg topografických snímkach navzájom sa prekrývajúcimi, ďalej na možnosti štúdia interakcie medzi hranicami domén a inými poruchami mriežky, napríklad dislokáciami.

I. ÚVOD

Rtg topografické metódy ako metódy rtg difrakčnej mikroskopie používané na skúmanie porúch v kryštalických mriežkach sa dajú výhodne použiť na sledovanie dislokácií [1—8] a vo feromagnetikách aj na zviditeľňovanie magnetickej doménovej štruktúry [9—13].

Cieľom tohto článku je experimentálne študovať magneticnú doménovú štruktúru monokryštalických Fe—Si vzoriek rtg topografickými metódami Berg-Barrettovou na odraz a na prechod a Langovou transmisnou metódou. Na základe získaných experimentálnych výsledkov poukázať na možnosť štúdia interakcií medzi doménovými stenami a dislokáciami. O tejto problematike je doteraz málo informácií a len v poslednom čase sa jej začína venovať väčšia pozornosť.

Predpokladom pre vznik tzv. priameho obrazu a dobrého kontrastu doménových stien, dislokácií a iných porúch mriežky na rtg topografických snímkach je, aby sa splnila podmienka $\mu D \approx 1$, kde μ je lineárny absorpčný koeficient pre rtg lúče a D hrúbka vzorky. Priamy obraz sa tvorí na mieste porúch mriežky, kde je kryštal porušený v takom rozsahu, že difraktované lúče stráta koherenciu s lúčami difraktovanými na neporušenej okolitej mriežke. Porušená oblasť difraktuje potom nezávisle od okolitej neporušenej mriežky a na topo-

grafickej snímke sa prejaví zvýšením scérennia, čiže tmavým kontrastom [10]. Polcarová a Kaezér v práci [10] uvádzajú, že kontrast na doménových stenách vzniká jedine rozdielom deformácií na protihľahých stranách stien, vyvolaných magnetostrikciou. Dôsledkom malej hodnoty konštanty magnetostríckie (u Fe 2×10^{-5} [10]) je, že rozdiel v medzistatových vzdialenostiach a v orientácii rovin je v susedných doménach veľmi malý. Rozdiel v Braggových uhloch je rádovo niekoľko oblúkových sekúnd, čo je omnoho menej, ako je divergencia primárneho zväzku rtg lúčov pri topografických metódach (> 2'). Braggova podmienka platí tak zároveň pre dve susedné domény, ktoré sa na rtg topografických snímkach zmenou kontrastu na doménových stenách môžu zviditeľniť.

Tmavý a svetlý kontrast pozorovaný na topografických snímkach ukazuje, že popri priamom obraze sa na miestach, kde je mriežka menej porušená, vytvára zároveň aj dynamický obraz.

Tvorenie dynamického obrazu nie je doteraz dostatočne objasnené. Vznikom dynamického obrazu sa v poslednom čase zaoberal L. Gerward v práci [17]. Kontrast je komplementárny na stereografických snímkach z rovin (hkl) a ($\bar{h}\bar{k}\bar{l}$), ako sa to v práci [10] skutočne potvrdilo.

Ak $\mu D \approx 4$, je už zreteľný efekt anomálnej priepustnosti rtg lúčov využívaný pri Bormannovej rtg topografickej metóde, použitej Roesslerom a i. [11, 12]. Prejavuje sa inverzným kontrastom, čo znamená, že na topografickej snímke sa poruchy v mriežke zobrazia ako svetlé čiary na tmavom podklade.

Roessler vo svojej práci [12] poukázal na fakt, že vzhľad doménovej štruktúry sa mení, ak sa použijú rôzne reflexie. Na snímkach získaných metódou anomálnej priepustnosti ukazuje, že hranice domén môžu meniť smer a vytvárať aj 90° uhly. Obrázok 5 ukazuje podobnú snímku získanú Langovou transmisnou rtg topografickou metódou. Ďalej tvrdí, že cik-cak čiary, na ktoré sa rozpadajú niektoré hranice domén, môžu vzniknúť aj bez pôsobenia vnútorných pnutí, hoci niektorí autori [4] uvádzajú, že cik-cak hranice domén sú dôsledkom lokálnych pnutí. Roessler svoje tvrdenie zdôvodňuje tým, že vplyv lokálnych pnutí by sa mal prejavovať zmenou anomálnej priepustnosti rtg lúčov, čo vak pri tejto metóde pozoroval.

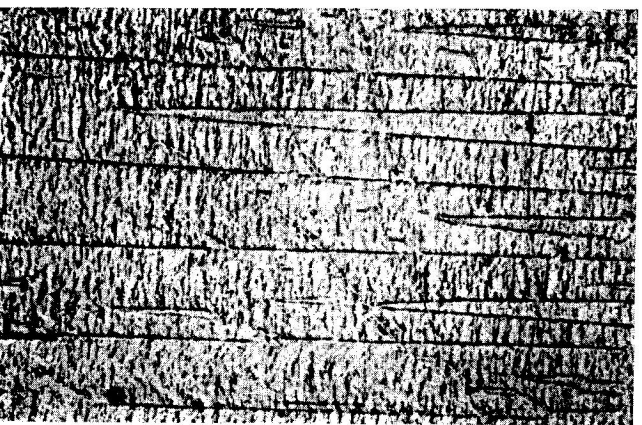
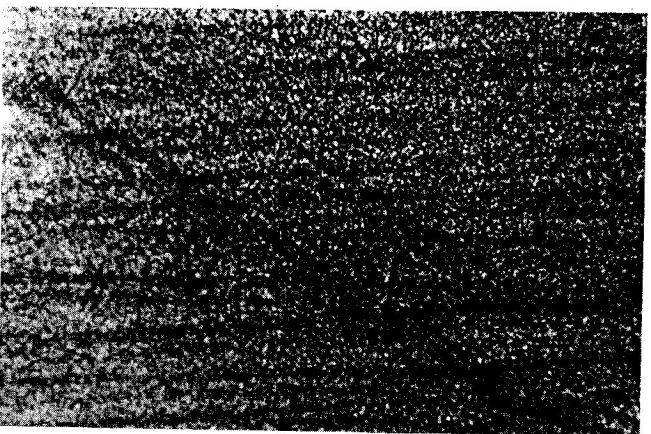
II. EXPERIMENTÁLNE VÝSLEDKY A ICH DISKUSIA

Berg-Barrettovou rtg topografickou metódou na odraz i na prechod a Langovou transmisnou metódou sme skúmali monokryštalické vzorky zo zliatiny Fe—3 % Si, ktoré sme pripravili takto: elektroiskrovou metódou sme z monokryštálu odrezali kruhové dosičky hrúbky niekoľko stotín o priemeru 1 cm

* Katedra fyziky Elektrotechnickej fakulty VŠT, KOŠICE, Komenského park 2.

s povrchovými rovinami (100) a (110). Mechanicky a chemicky sme ich pripravili na žiňanie v suchej vodíkovej atmosfére pri teplote 1000 °C po dobu asi 6 hodín. Po vyzíňaní sme vzorky elektrolyticky leštili do konečnej hrúbky (~ 100 µm). Na použitých vzorkách sme merali aj hustotu dislokácií. Jej hodnota bola rádu 10⁵ cm⁻². Šírka mozaikových blokov pri týchto vzorkách bola asi 1 mm. Takéto vzorky sa ukázali vhodné pre zviditeľňovanie magnetickej doménovej štruktúry. Pre rtg topografické sledovanie doménovej štruktúry sme použili MoK α a AgK α rtg žiarenie.

Rtg topografické snímky získané Berg-Barretovou metódou ukázali podobné tvary doménovej štruktúry, aké sa dajú získať klasickou Bitterovou práškovou technikou, ako to vidieť na obr. 1a, b.



Obr. 1a. Snímka získaná Berg-Barretovou metódou na odraz zo vzorky s povrchovou rovinou (110), 80 ×.

Obr. 1b. Práškovou metódou získaná snímka doménovej štruktúry z tej istej roviny povrchu vzorky, 80 ×.

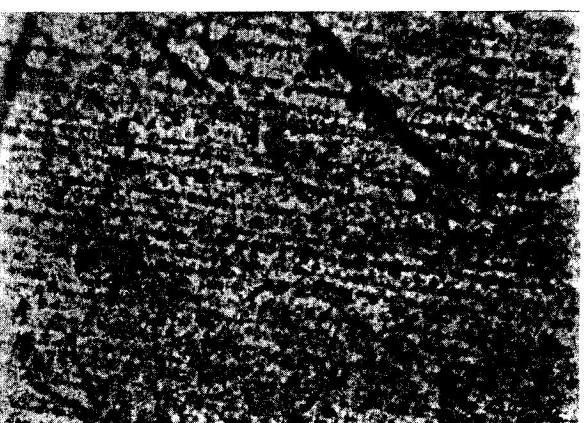
Na obr. 2 je snímka získaná Berg-Barretovou metódou na prechod.

Langovou transmisnou rtg topografickou metódou sme získali snímky z rovin (110), (010), (101) z prierezu vzorky s povrchovou rovinou (001); vidieť ich na obr. 3, 5, 6.

Okrem hranie domén sú na snímkach zviditeľnené aj hranice mozaikových blokov, dislokácie a nemagnetické inklúzie.

Na obrázkoch 1a, 3, 4, 5, 6 možno pozorovať sústavy navzájom sa prekrývajúcich rôzne orientovaných čiar.

Obr. 2. Snímka získaná Berg-Barretovou metódou na prechod zo vzorky s povrchovou rovinou (110), 200 ×.



Teraz nás bližšie zaujíma, o aký druh čiar ide. Na základe doterajších skúseností sa dá predpokladať, že by to mohli byť rôzne orientované hranice domén, prípadne dislokačné čiary prebiehajúce cez hranice domén, alebo to môžu byť prekrývajúce sa rôzne orientované dislokačné čiary. Použitie vonkajšieho magnetického poľa bolo kritériom pre identifikáciu doménovej štruktúry. Na základe doterajších poznatkov možno aj z rozdielného kontrastu čiar na snímkach, z tvaru a charakteru čiar usudzovať na doménové steny, dislokácie, hranice mozaikových blokov, príp. na iné poruchy. Ak má na rtg topografických snímkach kontrast rôzne orientovaných prekrývajúcich sa čiar skoro rovnakú intenzitu, možno v tomto prípade usudzovať, že prekrývajúce sa čiary sú hranice domén.

Pri metóde na odraz prenikajú rtg lúče čiastočne (až 10 µm) do hĺbky povrchu vzorky, takže preniknú cez vrstvy vzorky s rôznym usporiadaním domén patriacim rôznym rovinám. Potom sa na topografickej snímke môžu objaviť dva druhy čiar, ktoré sa prekrývajúce doménových stien z rôznych hĺbok vzorky.

Uvedený predpoklad potvrdzujú aj výsledky Traubleho a Seegera v práci [14].

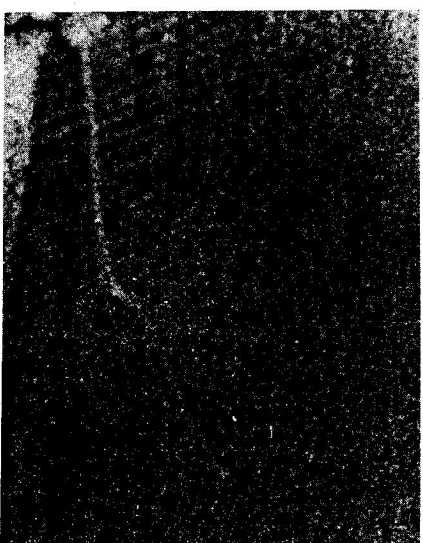


Obr. 3a. Langovon rťg topografickou metódou získaná snímka z roviny (110) v reze vzorky, celkový pohľad, 25 X.



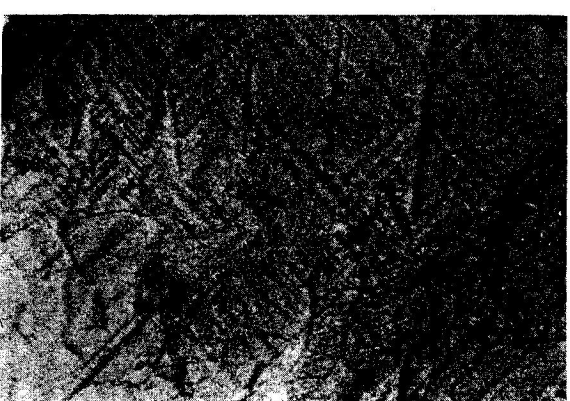
Obr. 3b. Zväčšený detail z tej istej snímky, 100 X.

Na obr. 5 získanom Langovou transmisnou topografickou metódou sa dajú sledovať obidva javy, vzájomne sa prekrývajúce hranice domén (na obr. vľavo), aj prekrytie hraníc domén dislokačnými čiarami (na obr. vpravo hore), kde bola zviditeľnená oblasť vzorky s elastickými pnutiami. Na tejto snímke možno zistiť aj oblasť (napravo dolu) a na zväčšenom detaile na obr. 8), kde sa



Obr. 4. Snímka získaná Berg-Barrettovou metódou na odraz zo vzorky s rovinou povrchu (100) ukazujúca sústavu prekrývajúcich sa čiar, 100 X.

Obr. 5. Langovou transmisnou metódou získaná snímka z roviny (010) ukazujúca prekrývajúce sa hranice domén (na ľavej časti obrazu), prekrývanie sa hraníc domén a dislokačných čiar (v hornej pravej časti) a sústavu prekrývajúcich sa dislokačných čiar (vpravo dolu), 100 X.



navzájom prekrývajú dislokačné čiary, čo dokazuje, že ide o oblasť vzorky s lokálnymi pnutiami.

Rtg topografické metódy umožňujú experimentálne sledovanie interakcie dislokačných čiar a hranie domén, avšak, ako to uvádzajú Träuble a Seeger v práci [14], takéto pozorovania v kontrolovaných podmienkach ešte neboli urobené. Z prác [9] a [10] vyplýva, že interakciu medzi vektormi magnetizácie udávajúcejmi smer magnetizácie v magnetických doménach a dislokáciami, charakterizovanými Burgersovým vektorom, určuje magnetostriekcia. Veľkosť interakcie medzi dislokáciami a doménovými stenami závisí potom od uhla medzi nimi a od ich vzájomnej vzdialenosti. Veľmi blízko ležiaca dislokačná čiara zapríčini skrivenie alebo posunutie doménovej steny [15]. Na obr. 6 a na



Obr. 6. Snímka získaná z roviny (101) Langovou transmisnou metódou ukazujúca domény prebiehajúce cez hranice mozaikových blokov, 50 X.

zväčšenom detaile na obr. 7 vidieť, že hranice medzi mozaikovými blokmi nemajú podstatný vplyv na doménovú štruktúru, lebo domény prebiehajú neporušené aj cez tieto hranice.

Dostatočne veľká plastická deformácia spôsobuje zmenu tvaru doménovej štruktúry, ba v dôsledku veľkej hustoty dislokácií môže znemožniť aj jej pozorovanie. Pozorovania ukazujú, že dislokácie vo veľmi deformovaných kryštáloch sú rozložené s určitou pravidelnosťou a ich nahusťovanie vytvára skupiny rovnakých dislokačných čiar. Ak vzorka obsahuje viac takýchto skupín dislokačných čiar, dajú sa na rtg topografických snímkach pozorovať sústavy rôzne orientovaných dislokačných čiar, vytvárajúcich podobné cik-cak čiary, ako sú cik-cak hranice domén. Takéto pozorovania uviedli H. Träuble a A. Seeger vo svojej práci [14] a J. Richter v práci [16].



Obr. 7. Zväčšená časť z obr. 6, 200 X.



Obr. 8. Zväčšená časť z obr. 5, 200 X.

Ide tu potom o tri druhy prekrývajúcich sa sústav čiar:

1. cez seba sa prekládajúce hranice domén,
2. hranice domén prebiehajúce cez dislokačné čiary,
3. sústava rôzne orientovaných navzájom sa prekrývajúcich dislokačných čiar.

O ktorý druh prekrývajúcich sa sústav ide, možno usudzovať zo sledovania a porovnania ich kontrastu, pri hraniciach domén najmä sledovaním vplyvu

aplikovaného vonkajšieho magnetického pola na vzhľad doménovej štruktúry. Pôsobenie vonkajšieho magnetického pola umožňuje rozhodnúť, v ktorom prípade prekrývajúce sa systémy čiar sú hranice domén, hranice domén prebiehajúce cez dislokačné čiary, alebo sústava nazvájom sa prekrývajúcich dislokačných čiar rôznej orientácie podľa toho, či aplikované magnetické pole vyvolá zmenu v sústave prekrývajúcich sa čiar, alebo nie. Ak vonkajšie magnetické pole vyvolá zmenu v obidvoch prekrývajúcich sa sústavách čiar a spôsobí ich preskupenie, alebo inú zmenu, je nesporné, že prekrývajúce sa sústavy čiar sú hranice domén zviditeľnené z rôznych rovin vzorky.

III. ZÁVER

Zo získaných experimentálnych výsledkov vyplýva:

1. Rtg topografické metódy dobre vyhovujú na zviditeľňovanie doménovej štruktúry z povrchu i z vnútra vyžlhaných monokryštalických feromagnetických materiálov. Vzhľad doménovej štruktúry získaný týmito metódami sa v podstate nelíši od tvarov domén, získaných z tých istých rovin napríklad klasickou Bitterovou práškovou technikou alebo inými metódami.

2. Prednosťou rtg topografických metód je, že okrem doménových stien sa na topografických snímkach zviditeľnia aj hranice mozaikových blokov, dislokácie i nemagnetické inklúzie.

3. Na niektorých snímkach sme pozorovali prekrývanie sa doménových stien z povrchových aj z vnútorných rovin skúmaných vzoriek. Pri metóde na odraz možno použiť ľubovoľne hrubú vzorku, pričom sa v dôsledku prenikania rtg lúčov do hĺbky až 10 μm povrchu vzorky podľa použitého žiarenia objavuje na snímkach aj štruktúra z rovin ležiacich tesne pod povrchom. Pri metóde na prechod treba použiť tenké vzorky, 100–250 μm . Aj na snímkach získaných z takýchto vzoriek sa dajú zistiť štruktúry z rovin ohraničujúcich vzorku, alebo z rezu vzorky bez jej mechanického porušenia.

4. Z niektorých miest vzoriek sme na rtg topografických snímkach pozorovali prekrývacie dislokačných čiar doménovými stenami. Sledovaním tohto javu dá sa experimentálne študovať interakcia medzi doménovými stenami a dislokačnými čiarami.

5. Rtg topografickými metódami možno zviditeľniť aj prekrývanie sa sústav rôzne orientovaných dislokačných čiar.

Naše experimentálne výsledky ukazujú, že rtg topografické metódy majú širokú škálu možností použitia v oblasti skúmania mikroštruktúry magnetických materiálov.

V závere vyslovujem poďakovanie pracovníkom Fyzikálneho ústavu ČSAV v Prahe Dr. M. Polcarovej, CSc., Ing. Kaděčkovej, CSc. a Ing. Brádlarovi za poskytnutie vzoriek a cenných rád.

LITERATÚRA

- [1] Lang A. R., Polcarová M., Proc. Roy. Soc. A 235 (1965), 297.
- [2] Yoshimatsu M., Scanning Type X-Ray Diffraction Micrography, Rigaku Denki Co. LTD, Tokyo 1965.
- [3] Lang A. R., J. Appl. Phys. 30 (1959), 1748.
- [4] Chikazumi S., Suzuki K., J. Phys. Soc. Japan 10 (1955), 523.
- [5] Polcarová M., Čs. čas. fys. 18 (1967), 17.
- [6] Барнар П., Кронмюллер Г., Пластичность деформации монокристаллов. Издательство Мир, Москва 1969.
- [7] Yoshimatsu M., Kohra K., J. Phys. Soc. Japan 15 (1960), 2367.
- [8] Lang A. R., J. Appl. Phys. 29 (1958), 597.
- [9] Polcarová M., Lang A. R., Appl. Phys. Letters 1 (1962), 13.
- [10] Polcarová M., Kaczér J., Phys. stat. sol. 21 (1967), 635.
- [11] Roessler B., Kramer J. J., Kurijima M., Phys. stat. sol. 11 (1965), 117.
- [12] Roessler B., Phys. stat. sol. 20 (1967), 713.
- [13] Merz K. M., J. Appl. Phys. 31 (1960), 147.
- [14] Tränkle H., Seeger A., Zs. angew. Phys. 21 (1966), 299.
- [15] Pfeiffer K. H., Phys. stat. sol. 20 (1967), 395; 21 (1967), 837.
- [16] Richter J., Phys. stat. sol. 35 (1969), K 119.
- [17] Gerward L., Phys. stat. sol. (a) 2 (1970), 143.

Došlo 31. 8. 1970

EIN BEITRAG ZUM STUDIUM DER MAGNETISCHEN DOMÄNENSTRUKTUR VON Fe-Si MONOKRYSTALLEN MIT HILFE VON RÖNTGEN-TOPOGRAPHISCHEN METHODEN

Tschomir Šmidt

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit befaßt sich mit den Bedingungen der Verwendbarkeit und Eignung von röntgen-topographischen Methoden zur Sichtbarmachung der magnetischen Domänenstruktur von Fe-Si Monokristallen. Auf Grund der gewonnenen Erfahrungen wird auch auf die Möglichkeit des experimentellen Studiums der Interaktion der sich auf den Aufnahmen überdeckenden Domänenwände von verschiedenen Reflexionsebenen, ferner auf die Möglichkeiten des Studiums der Interaktion zwischen den Domänen Grenzen und anderen Störungen des Gitters, z. B. Dislokationen, hingewiesen.