

# Исследование ветвящихся доменных структур в эпитаксиальных пленках железо-иттриевого граната методом торцевой магнитно-силовой микроскопии

Ф. В. Лисовский<sup>1)</sup>, Е. Г. Мансветова, М. П. Темиряева, А. Г. Темиряев

Фрязинский филиал Института радиотехники и электроники им. Котельникова РАН, 141190 Фрязино, Россия

Поступила в редакцию 14 сентября 2012 г.

После переработки 9 октября 2012 г.

Методом сканирующей магнитно-силовой микроскопии изучено распределение вектора намагниченности на свободной поверхности и на торце (сколе) толстых эпитаксиальных пленок железо-иттриевого граната (ЖИГ). На границе раздела пленки со свободным пространством обнаружено объемное фракталоподобное ветвление доменной структуры с измельчением образующихся несвязных отростков полосовых (лабиринтных) доменов. На границе раздела пленки с подложкой наблюдались треугольные замыкающие домены. Получено прямое экспериментальное доказательство существования статических горизонтальных блоховских линий в границах полосовых доменов.

Приповерхностное ветвление доменных структур (ДС) в промежуточном состоянии поляризуемых (магнитных или сегнетоэлектрических) и сверхпроводящих сред было обнаружено методом порошковых фигур (методом магнитной суспензии) Эльмором [1] при изучении формы замыкающих доменов у межзеренных границ и поверхностей двойникования в поликристаллических крупнозернистых образцах ферромагнитного кобальта. Затем это явление наблюдалось в сверхпроводниках [2, 3] и сегнетоэлектриках [4].

Теоретическое обоснование возможности возникновения ветвящихся ДС в промежуточном состоянии сверхпроводников было дано Ландау [5]. Обобщение теории на случай ферромагнетиков выполнено Лифшицем [6, 7], а на случай сегнетоэлектриков – Марченко [8]. Наибольшее число теоретических и экспериментальных работ по данной тематике посвящено ферро- и ферримагнетикам (одноосным и, в меньшей степени, кубическим). Имеются соответствующие многочисленные публикации, тематические сборники работ, обзоры и монографии (см., например, [9–14] и библиографию там). Отметим, что в последнее время проявляется интерес и к сегнетоэлектрикам с ветвящейся ДС [15, 16], которые считаются перспективными рабочими средами для оперативных запоминающих устройств с бестоковым управлением.

Классическими объектами для исследования ветвления ДС являлись толстые ( $L > L_{cr}$ , где  $L_{cr}$  – критическое значение толщины) пластины одноосных магнетиков с осью легкого намагничивания (ОЛН) вдоль

нормали к развитой поверхности. Для визуализации доменов обычно применялись метод порошковых фигур либо поляризационная микроскопия в режиме на просвет либо на отражение с использованием эффектов Фарадея и Керра. При этом в большинстве экспериментов (за исключением отдельных случаев, когда объектами исследования являлись массивные монокристаллы в форме прямоугольных параллелепипедов, допускающих применение метода порошковых фигур на торцевых гранях) наблюдалась лишь картина расположения доменных границ (ДГ) на развитых поверхностях пластин. Затем на основании анализа полученной информации делались определенные предположения о характере ветвления доменов в толще образцов, т.е. в поперечных сечениях, проходящих через ОЛН [9–11, 14, 17–22]. Для эпитаксиальных пленок эксперименты по изучению распределения вектора намагниченности на торцах вообще не проводились.

Анализ результатов выполненных к настоящему времени экспериментов показывает, что ветвление ДС у поверхностей магнетика происходит путем образования фракталоподобных “крон” и “корней” у полосовых (лабиринтных) доменов и (или) путем многократно повторяющегося (по типу русской матрешки) прорастания от поверхности внутрь существующих доменов конусообразных или клиновидных областей обратной намагниченности (см., например, [14]).

В данной работе приводятся результаты прямого экспериментального изучения с помощью магнитно-силовой микроскопии (МСМ) распределения вектора намагниченности на свободной поверхности и на

<sup>1)</sup> e-mail: lisf@df.ru

торце (сколе) толстых ( $L > L_{cr}$ ) магнитных пленок железо-иттриевого граната (ЖИГ,  $Y_3Fe_5O_{12}$ ), выращенных методом жидкофазной эпитаксии на подложках из немагнитного гадолиний-галлиевого граната ( $Gd_3Ga_5O_{12}$ ). При этом использовался неизотермический режим синтеза, приводящий к существованию заметной неоднородности магнитных свойств пленок по толщине. Выбор подобных пленок обусловлен тем, что неоднородность параметров способствует зарождению приповерхностных доменов [13, 23], что снижает значение критической толщины. (В однородных пленках ЖИГ значение критической толщины при изотермическом эпитаксиальном выращивании не достигается.) Выполненное ранее сканирование свободной поверхности таких пленок методами МСМ (см. [24]) выявило наличие конфигурации ДГ, типичной для ветвления. Однако прямых доказательств этого получено не было.

Эксперименты проводились без подмагничивания с использованием атомно-силового микроскопа Smart-SPM производства фирмы Аист-НТ. Сигналом, регистрируемым при записи МСМ-изображения, служил сдвиг резонансной частоты зонда консольного типа (кантилевера), обусловленный полями рассеяния ДС. Оперативное поддержание резонансных условий обеспечивалось встроенной системой фазовой автоподстройки частоты.

Резонансный метод получения МСМ-изображений базируется на том, что коэффициент собственной жесткости  $c_0$  упругой колебательной системы (консоли) изменяется за счет взаимодействия магнитного зонда с полями рассеяния, создаваемыми ДС, и становится равным

$$c = c_0 - \partial F_z / \partial z.$$

Здесь  $z$  – координата, отсчитываемая от сканируемой поверхности, а  $F_z$  –  $z$ -компонента силы взаимодействия (обычно являющаяся доминирующей), равная [25]

$$F_z = \int_V \left( M_x \frac{\partial H_x}{\partial z} + M_y \frac{\partial H_y}{\partial z} + M_z \frac{\partial H_z}{\partial z} \right) dV',$$

где  $M_i$  – компоненты намагниченности в зонде,  $H_i$  – компоненты магнитного поля рассеяния ДС, интегрирование производится по магнитному слою зонда  $V$ . Точный количественный расчет силы взаимодействия  $F_z$ , зависящей от геометрии зонда и типа магнитного покрытия, является довольно сложной задачей даже для статического режима сканирования.

Вместе с тем для визуализации распределения намагниченности в ДС достаточно принять во внимание тот факт, что притяжение ( $\partial F_z / \partial z > 0$ ) делает

упругую систему более податливой, а отталкивание ( $\partial F_z / \partial z < 0$ ) – более жесткой. В соответствии с этим и частота колебаний консоли становится зависимой от  $\partial F_z / \partial z$ :

$$\omega = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{1}{c_0} \frac{\partial F_z}{\partial z}} \approx -\frac{1}{2c_0} \frac{\partial F_z}{\partial z},$$

где  $\omega_0$  – собственная резонансная частота упругой системы.

Следует отметить, что ДС исследуемых пленок ферритов-гранатов чрезвычайно чувствительна даже к слабым магнитным полям. Она может претерпевать значительные изменения под действием поля зонда. Это приводит к искажениям МСМ-изображения. При обычно используемом двухпроходном сканировании сначала производится перемещение зонда вблизи поверхности для регистрации профиля последней. Затем выполняется второй проход с повторением профиля, но уже на некотором удалении от поверхности. Поскольку на первом проходе зонд движется вблизи поверхности, может произойти перестройка ДС. Чтобы избежать этого, мы проводили сканирование в однопроходном режиме с учетом рельефа поверхности, предварительно определенного по результатам квазистатических измерений в нескольких реперных точках. В результате при записи магнитного изображения зонд повторял сконструированный рельеф, но уже на некотором фиксированном расстоянии  $h$  от поверхности. При выборе значения  $h$  необходим компромисс: избыточное удаление зонда от поверхности с целью ослабления влияния его магнитного поля на ДС приводит к уменьшению чувствительности и снижению пространственного разрешения.

Изображения ДС одной из исследованных пленок толщиной 20.7 мкм с ориентацией (100), полученные методами МСМ и просвечивающей оптической поляризационной микроскопии, представлены на рис. 1а и б соответственно. Они относятся к разным участкам пленки. Однако это не имеет особого значения, так как основные параметры ДС в исследуемых пленках практически не зависели от выбора области наблюдения. Данная пленка обладала одноосной анизотропией. Это обеспечивало необходимый для наблюдений методом поляризационной микроскопии фарадеевский контраст.

Заметим, что изображение на рис. 1а, на котором отчетливо проявляется выход “крон” полосовых доменов на свободную поверхность образца, является типичным для толстых ( $L > L_{cr}$ ) пленок любой структуры и любого состава с ветвящимися фракталоподобными ДС (см., например, [26]). В пермалло-

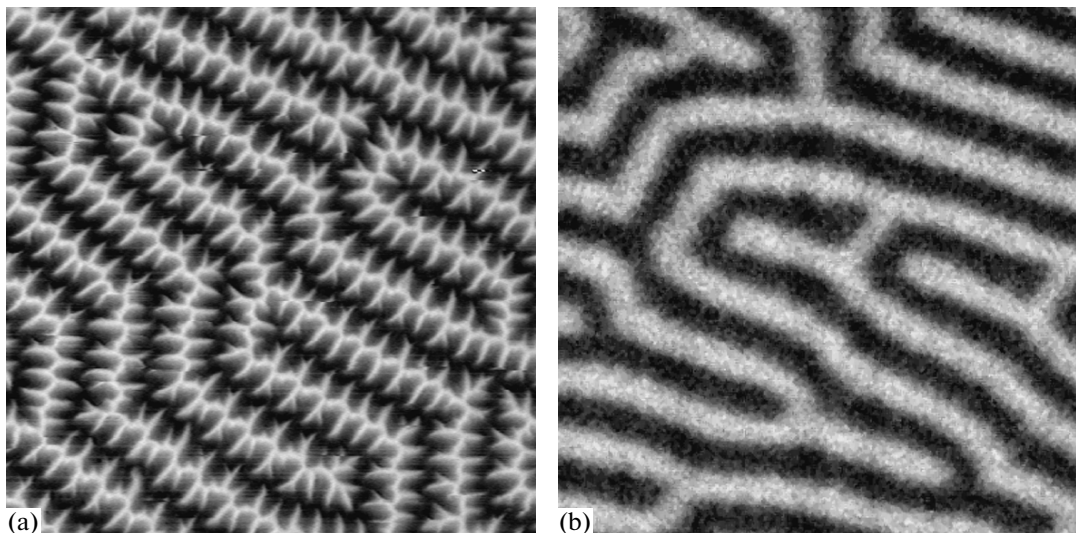


Рис. 1. Изображения ДС на свободной поверхности исследуемой пленки, полученные методами МСМ (а) и просвечивающей оптической поляризационной микроскопии (б)

вых пленках толщиной 170 мкм хаусдорфова размерность соответствующих таким структурам порошковых фигур доходила до значения 1.35 [27].

Поляризационно-оптическая микроскопия данной пленки обеспечивала получение изображения ДС с очень низким контрастом. Для повышения контраста приходилось использовать накопление большого числа кадров (до нескольких сотен). Однако даже после такой обработки все детали картины, приведенной на рис. 1б, имеют размытые очертания из-за наложения изображений от приповерхностных и внутренних областей магнетика. Впервые подобное размытие изображений было обнаружено при исследовании ДС бариевых ферритов с помощью просвечивающего поляризационного микроскопа с инфракрасным осветителем [28].

Результаты исследования распределения намагниченности на торце (сколе) пленки методом МСМ представлены на рис. 2. Кристаллографическая ориентация торца пленки не определялась, поскольку гранаты вообще не обладают спайностью, т.е. любые ориентации торца эквивалентны [29]. Топографическое изображение поверхности торца показано на рис. 2а. Справа на рисунке приведена градационная шкала высот. Граница пленка–свободное пространство находится между темной областью в левом верхнем углу и более светлой областью, отображающей рельеф скола. Видно, что поверхность скола системы пленка–подложка является относительно гладкой: отклонения от плоскостности составляют около 100 нм. Граница пленка–подложка на топографическом изображении не видна, но хорошо проявляется на

МСМ-изображениях ДС на торце пленки (см. рис. 2б и с), полученных двумя разными методами. Справа на этих рисунках приведена градационная шкала резонансных частот, используемая для визуализации наблюдаемых структур. Различные уровни серого отображают разные значения частот, соответствующие распределению магнитных полей рассеяния, создаваемых пленкой, что и обеспечивает визуализацию.

В первом методе (рис. 2б) использовалось поточечное сканирование с одновременной регистрацией профиля поверхности и магнитного отклика. В каждой точке зонд приводился в контакт с поверхностью (путем перемещения по нормали к торцу). Соответствующее значение высоты запоминалось. Затем зонд отдалялся (по нормали) от поверхности на заданное фиксированное расстояние  $h$ . В этом положении регистрировалось изменение резонансной частоты, обусловленное полями рассеяния ДС. Потом зонд в удаленном от поверхности положении перемещался параллельно исследуемой поверхности на определенное расстояние (шаг сканирования). Снова выполнялись обе описанные выше операции и т.д. Выбор такого режима позволял избежать сложностей, возникающих при непрерывном сканировании поверхности, имеющей вертикальные стенки с большим перепадом высоты.

При использовании второго метода (рис. 2с) производилось непрерывное сканирование с учетом рельефа поверхности, предварительно определенного по результатам измерений в нескольких реперных точках, выбираемых на поверхности торца. Этот

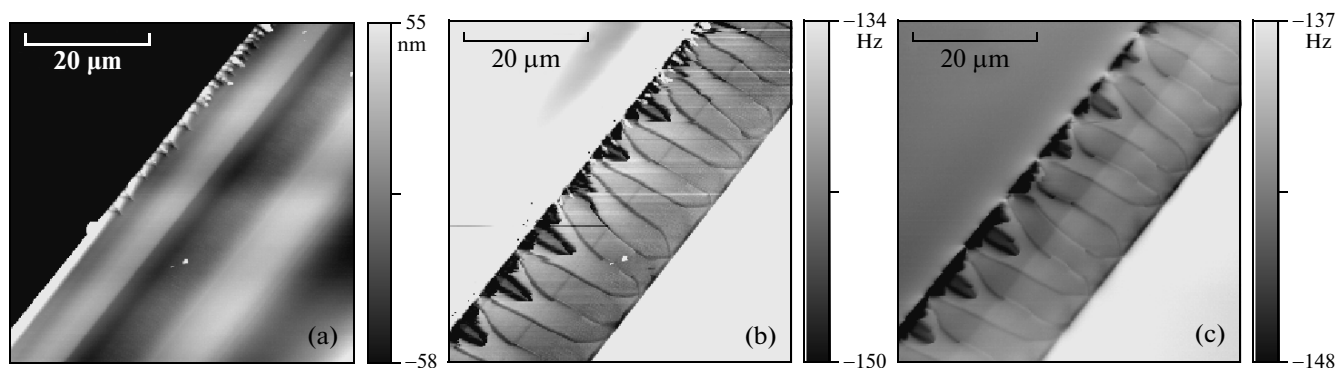


Рис. 2. Топографическое изображение поверхности торца исследуемой пленки (а) и МСМ-изображения ДС на этом торце (b, c)

режим аналогичен описанному ранее режиму, используемому для получения изображения ДС на свободной поверхности пленки (рис. 1а).

Первый метод позволяет точнее контролировать удаление зонда от поверхности и использовать меньшие значения  $h$ . Второй метод дает возможность уменьшить искажения распределения намагниченности, вызываемые магнитным полем зонда. При этом оба метода дают очень похожие МСМ-изображения ДС, что подтверждает надежность полученных данных.

На основе результатов, полученных методами оптической и МСМ-микроскопии, можно сделать следующий вывод. Наблюдаемое в исследуемых пленках распределение намагниченности соответствует так называемой страйп-структуре Кацера [30]. В этой структуре направление вектора намагниченности при переходе от домена к домену осциллирует относительно среднего положения, параллельного поверхности пленки, с угловой амплитудой, меньшей  $\pi/2$ . Этот вывод подтверждается результатами исследования ДС в пленках ЖИГ различной толщины методами лоренцевой микроскопии и электронной голографии [31].

На МСМ-изображениях (рис. 2b и c) внутренние части соседних доменов имеют практически одинаковый контраст, поскольку для них нормальные к поверхности торца компоненты вектора намагниченности  $\mathbf{M}$  совпадают. Несквозные приповерхностные домены ("кроны") и границы между внутренними полосовыми доменами имеют более сложное распределение  $\mathbf{M}$ , что и отражается на контрасте соответствующих им участков изображения. Контраст ДГ испытывает скачкообразное изменение по толщине пленки (особенно четко это проявляется на рис. 2c). Это свидетельствует о наличии статических горизонтальных блоховских линий. На границе пленка-

подложка видны треугольные замыкающие домены со слабоконтрастными ДГ. Такие замыкающие домены недавно были обнаружены в однородных субмикронных пленках ЖИГ методом лоренцевой микроскопии [31]. Причиной появления слабоконтрастной полосы в средней части торца, по-видимому, является наличие ступеньки на сколе.

Максимальная глубина проникновения несквозных доменов на границе раздела пленки со свободным пространством была равна 7.5 мкм. Эта величина примерно совпадает со средним периодом ДС на рис. 1, равным 6.75 мкм. Между тем средний период ДС на сколе (см. рис. 2b и c) отличался от указанного значения и составлял 9 мкм. Это, по-видимому, обусловлено тем, что плоскость скола не перпендикулярна направлению выстраивания полосовых доменов на исследуемом участке пленки.

Различие характеристик приповерхностных доменов на двух границах пленки может быть связано с неоднородностью магнитных свойств исследуемой пленки по толщине, приводящей, в частности, к различию значений выражения  $4\pi M - H_u^{(eff)}$  (где  $H_u^{(eff)}$  – эффективное поле одноосной анизотропии) на границах раздела пленки со свободным пространством и с подложкой на 450 Э [32, 33].

Результаты проведенных экспериментов показывают, что магнитно-силовая микроскопия позволяет достаточно уверенно визуализировать распределение намагниченности по толщине на торцах магнитных пленок. Наблюдаемые картины ветвления близки к предсказываемым теорией Лифшица [6, 7]. Поэтому можно заключить, что модификация ДС за счет наличия дополнительной границы (торца пленки) не слишком существенна.

Авторы выражают благодарность А.В. Маряхину за предоставление пленок железо-иттриевого граната.

1. W. C. Elmore, Phys. Rev. **53**, 757 (1938).
2. A. I. Shalnikov, J. Phys. USSR **9**, 202 (1945).
3. А. И. Шальников, А. Г. Мешковский, ЖЭТФ **17**, 851 (1947).
4. T. Mitsui and J. Furuchi, Phys. Rev. **90**, 193 (1953).
5. Л. Д. Ландау, ЖЭТФ **13**, 377 (1943).
6. E. M. Lifshits, J. Phys. USSR **8**, 337 (1944).
7. Е. М. Лифшиц, ЖЭТФ **15**, 97 (1945).
8. В. И. Марченко, ЖЭТФ **77**, 2419 (1979).
9. С. В. Вонсовский, Я. С. Шур, *Ферромагнетизм*, М.-Л.: ОГИЗ, ГИТТЛ, 1948.
10. *Магнитная структура ферромагнетиков*, сб. статей, пер. с англ. (под ред. С. В. Вонсовского), М.: ИЛ (1959).
11. *Магнитные свойства металлов и сплавов*, сб. статей, пер. с англ. (под ред. С. В. Вонсовского), М.: ИЛ, 1961.
12. И. А. Привороцкий, УФН **108**, 43 (1972).
13. Б. Н. Филиппов, А. П. Танкеев, *Динамические эффекты в ферромагнетиках с доменной структурой*, М.: Наука, 1987.
14. A. Hubert and R. Schafer, *Magnetic Domains. The Analysis of Magnetic Microstructures*, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-N.Y., 1998.
15. N. Garsia, A. P. Levanyuk, J. Massanell et al., *Ferroelectrics* **184**, 1 (1996).
16. T. Ozaki, N. Myoshi, and S. Aoyagi, *Ferroelectrics* **269**, 183 (2002).
17. J. Kaczer and R. Gemperle, Phys. Stat. Sol. B **11**, 157 (1961).
18. Г. С. Кандаурова, Я. С. Шур, ФММ **15**, 839 (1963).
19. B. Wyslocki, Phys. Stat. Sol. **3**, 1333 (1963).
20. R. Gemperle, Phys. Stat. Sol. **6**, 89 (1964).
21. Я. С. Шур, Ю. Н. Драгошанский, ФММ **22**, 702 (1966).
22. Г. С. Кандаурова, Изв. УрГУ **5**, 31 (1997).
23. Б. Н. Филиппов, Г. А. Шматов, ФММ **61**, 1094 (1986).
24. A. G. Temiryazev, M. P. Tikhomirova, and I. Fedorov, J. Magn. Magn. Mat. **258–259**, 580 (2003).
25. U. Hartmann, Annu. Rev. Mater. Sci. **29**, 53 (1999).
26. Л. С. Палатник, Л. И. Лукашенко, Ю. В. Золотницкий и др., ЖЭТФ **58**, 1177 (1970).
27. Ф. В. Лисовский, Л. И. Лукашенко, Е. Г. Мансветова, Письма в ЖЭТФ **79**, 432 (2004).
28. R. Szymczak, Acta Phys. Polon. **43**, 571 (1973).
29. И. Костов, *Минералогия*, М.: Мир, 1971, 584 с [I. Kostov, *Mineralogy*, Edinburg&London. Oliver&Boyd, 1968, 587 p.].
30. J. Kaczer, M. Zeleny, and P. Suda, Czech. J. Phys. **13**, 579 (1963).
31. W. X. Xia, Y. S. Chun, S. Aizawa et al., J. Appl. Phys. **108**, 123919 (2010).
32. A. G. Temiryazev, M. P. Tikhomirova, and P. E. Zilberman, J. Appl. Phys. **76**, 5586 (1994).
33. П. Е. Зильберман, А. Г. Темиряев, М. П. Тихомирова, ЖЭТФ **108**, 281 (1995).