

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ имени

М.В.ЛОМОНОСОВА»

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

КАФЕДРА ОБЩЕЙ ФИЗИКИ

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

**«ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ СТРУКТУРЫ
МАГНИТНОГО ПОЛЯ ПОСТОЯННЫХ МАГНИТОВ»**

Выполнил студент
405 группы
Гинзбург Борис Александрович

подпись студента

Научный руководитель
д.ф.-м.н. проф. Поляков П.А.

подпись научного руководителя

Допущена к защите

Зав. кафедрой д.ф.-м.н. проф. Салецкий А.М.

подпись зав. кафедрой

Москва

2017

ВВЕДЕНИЕ.....	3
1. МАГНИТНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ	9
2. ОБРАЗЕЦ И ОБОРУДОВАНИЕ.....	13
2.1 ИССЛЕДУЕМЫЙ ОБРАЗЕЦ	13
2.2 УСТАНОВКА И МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЙ	13
3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ДАННЫЕ И ОБСУЖДЕНИЕ	16
3.1 МАГНИТНАЯ СТРУКТУРА.	16
3.2 ТОПОЛОГИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА.....	21
3.3 СТЕПЕНЬ НЕОДНОРОДНОСТИ	22
4. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ.....	25
ВЫВОДЫ.....	30
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	30
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	32

ВВЕДЕНИЕ

Открытые в 1982 году [1] спеченные постоянные магниты сплава NdFeB находят широкое применение в современной технике: в малогабаритных электродвигателях и генераторах, магнитных муфтах, манипуляторах, магнитных подвесках, источниках ондуляторного излучения и во многих других устройствах. Детальное знание и полное понимание магнитной микроструктуры материалов очень важно для развития высокопроизводительных постоянных магнитов и, в частности, достижения высокой коэрцитивности [2].

Создание сверхсильных постоянных магнитов – одна из важных задач в области магнетизма. Сверхсильные постоянные магниты приводят к более эффективным и компактным двигателям. Более легкие двигатели экономят ископаемое топливо при автоматической и воздушной транспортировке, поскольку двигатели повсеместны в этих системах. Кроме того, вскоре электродвигатели для гибридных автомобильных транспортных средств могут занять огромную долю на рынке [3].

Главным приоритетом для разработчиков материалов постоянных магнитов, является достижение высокой коэрцитивности и остаточной намагниченности. В Nd-Fe-B материалах, микроструктурные аспекты, такие как размер и морфология зерна имеют сильное влияние на коэрцитивность и остаточную намагниченность. Причем размер зерна магнитных материалов изменяется обратно пропорционально с коэрцитивностью [4].

Спеченный магнит Nd-Fe-B в основном состоит из трех фаз. Основной фазой спеченного магнита Nd-Fe-B является $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}_1$. Другими двумя фазами являются $\text{Nd}_{1+c}\text{Fe}_4\text{B}_4$ и фаза “Nd-rich”(обогащённая неодимом). Увеличение объемного соотношения основной фазы является одним из важных факторов для улучшения остаточной намагниченности. Соотношение

объема основной фазы также уменьшается за счет включения примесей, таких как кислород, азот и углерод, которые поступают при процессах изготовления магнитов [5].

Цель настоящей работы является изучение магнитной микроструктуры магнитов Nd₂Fe₁₄B методом магнитно-силовой микроскопии (МСМ). МСМ позволяет наблюдать магнитные доменные структуры композитных магнитов с высоким пространственным разрешением и высокой поверхностной чувствительностью [6-8].

Технологии изготовления магнитов NdFeB за последнее десятилетие значительно продвинулись и позволяют создавать магниты с уникальными параметрами коэрцитивной силой и эффективным полем анизотропии, существенно превосходящим размагничивающее поле магнитов макроскопических объемов. Это позволяет конструировать магнитные системы с заданным распределением намагниченности, например, многополюсные магниты для генераторов и электродвигателей или сферический неоднородный магнит способный создавать в сферическом зазоре в 1,5 мм магнитное постоянное поле с рекордной индукцией 5 Тл [9].

В рамках данной технологии удается сконструировать практически идеальные прямоугольные магниты с однородной намагниченностью. Такой магнит был изготовлен и любезно предоставлен нам для научных исследований фирмой "Валтар". Магнит прямоугольной формы, имеющий размеры 28x32x12 мм, намагничен однородно вдоль наименьшего ребра. С помощью датчиков Холла было проведено измерение индукции магнитного поля в окружающем пространстве и установлено, что в пределах ошибок измерения магнитное поле соответствует полю однородно намагниченного прямоугольника при значении намагниченности $4\pi M = 13,1 \pm 0,1 \text{ кЭ}$ [10]. Пространственное разрешение датчиков Холла составляло величину порядка

1,5 мм. На таком масштабе не было обнаружено какой-либо неоднородности в распределении намагниченности по поверхности образца. Заметим, что если распределение намагниченности было бы идеально однородным и в микроскопическом масштабе, то вблизи ребер и углов величина индукции магнитного поля принимала бы очень большое значение, формально математически стремилась бы к бесконечности [11]. Поэтому максимальное значение индукции на поверхности магнита будет ограничиваться возникновением магнитной неоднородности [12], которая может иметь разную природу. Так, если эффективное поле анизотропии будет меньше или порядка поля намагниченности, то у поверхности магнита возникают разветвляющиеся магнитные домены [13]. При очень большом эффективном поле анизотропии или коэрцитивной силе по сравнению с величиной $4\pi M$, магнитная неоднородность будет порядка структуры распределения магнитных зерен в материале магнитного вещества.

В данной работе изучаются характерные масштабы магнитной неоднородности на поверхности прямоугольного постоянного массивного магнита и исследуются особенности этих микроскопических магнитных неоднородностей на различных участках поверхности магнита методом магнитно-силовой микроскопии.

Такие исследования относительно легко реализовать для тонких магнитных пленок, когда пондеромоторные силы, действующие на кантилевер относительно невелики. Например, в работе [14], еще в 2004 г. для тонкой пленки NdFeB было показано, что внутри зерен наблюдается полосовая доменная структура (рис. 1)

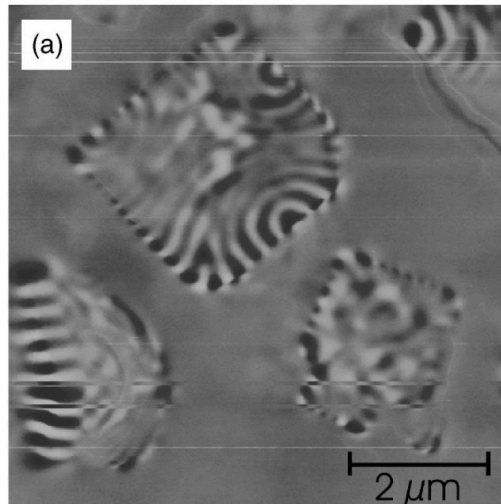


Рисунок 1 - Детализированная доменная структура зерна NdFeB.

В другой работе 2016 г. [15], посвященной магнитно-силовым снимкам твердых пленок NdFeB представлено изображение (рис. 2) уже существенно отличающееся от снимка на рис. 1.

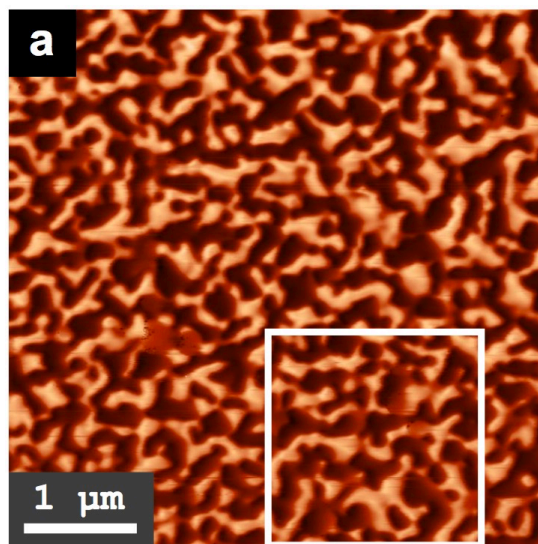


Рисунок 2 - MFM изображение пленки NdFeB.

В случае объемных магнитов, снимков с хорошим разрешением немного, так как технология измерения является довольно сложной. Привожу пример снимка из статьи, опубликованной в середине 2016 года[2].

Снимок изображенный на рис. 3 получен для магнита с очень схожими характеристиками с исследуемым образцом в данной работе. Этот снимок

сделан на плоскости перпендикулярной оси намагниченности.

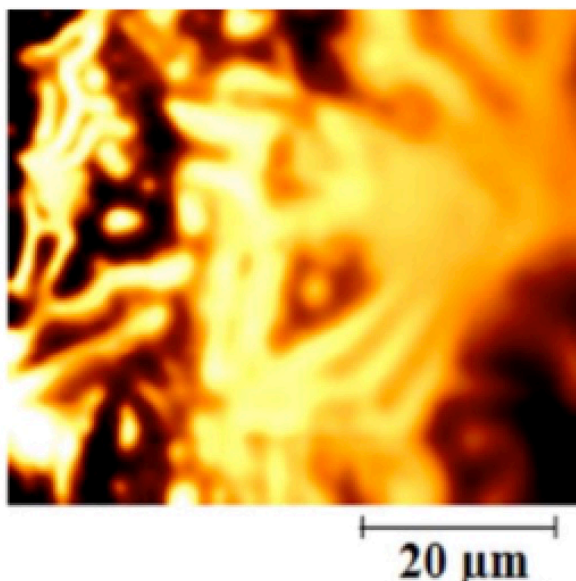


Рисунок 3 – Фазовый снимок магнитной картины, из работы [2].

На рис. 4 изображен тот же снимок, только в 3D виде. Авторы работы [2] обращают внимание на магнитные шипы (spikes), направленные как вверх, так и вниз. Было заявлено, что, если это действительно домены такой формы, то они уменьшают энергию доменной стенки [16, 17, 18].

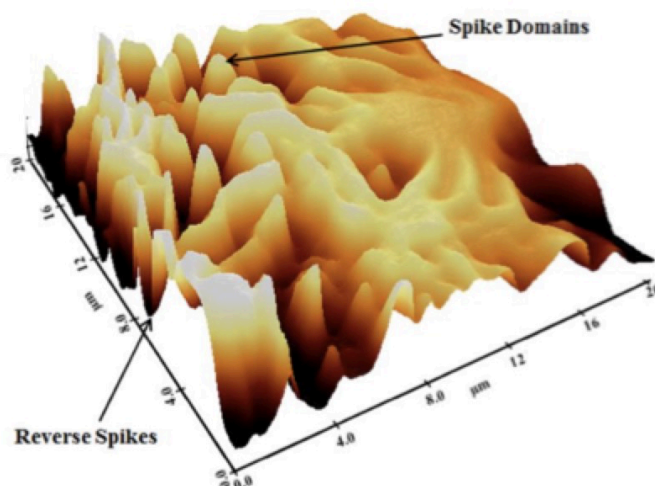


Рисунок 4 – 3D вид фазового снимка магнитной картины рисунка 3.

На рис. 5 показано изображение фазовой картины для плоскости параллельной оси намагниченности.

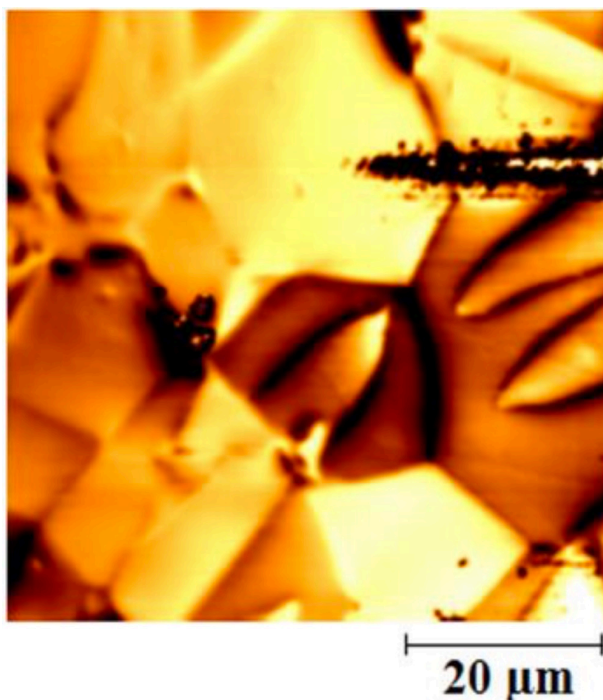


Рисунок 5 – Фазовый снимок магнитной картины на боковой поверхности.

В работе [19] утверждается, что Магнитная структура состоит из нерегулярных областей размером в несколько сотен нанометров, которые отображаются как темные и яркие области на изображениях МСМ. Однако размеры доменов значительно больше, чем размер зерна образца. Предыдущие исследования показали, что каждое зерно имеет многодоменную структуру [21, 22, 20].

Следует отметить, что в общем случае области взаимодействия могут быть обусловлены и обменными и магнитостатическими взаимодействиями между зернами [23, 24].

1. МАГНИТНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

Основным методом исследования, используемым в настоящей работе, является метод АСМ. В основе работы атомно-силового микроскопа лежит непосредственное взаимодействие зондового датчика, или кантилевера, с поверхностью образца. Кантилевер представляет собой балку, на одном конце которой находится игла с радиусом закругления острия 30-40 нм. При сканировании поверхности образца сила взаимодействия «острие зонда–поверхность» изменяется, что приводит к смещению острия и, как следствие, к изменению изгиба балки, которое детектируется оптической системой регистрации положения кантилевера. Пропорционально изменению изгиба кантилевера меняется фототок в фотоприемнике оптической системы регистрации, что приводит к соответствующему изменению положения пьезосканера. Пьезосканер отодвигает или придвигает острие зонда к образцу так, чтобы сила взаимодействия острие зонда–поверхность поддерживалась на заданном уровне, и таким образом „отслеживает“ рельеф поверхности. Сила взаимодействия зонда АСМ с поверхностью имеет электромагнитную природу, в основе которой лежит межмолекулярное взаимодействие (силы Ван-дер-Ваальса), описываемое потенциалом Леннарда–Джонса (рис. 6).



Рисунок 6 - Потенциал Леннарда–Джонса.

Помимо сил Ван-дер-Ваальса между зондом и поверхностью образцов могут действовать дальнедействующие электрические и магнитные силы. В процессе таких исследований поверхность не модифицируется. Не требуется также и специальной подготовки образцов перед исследованием. При сканировании поверхности в полуконтактном режиме регистрируются изменения характеристик колеблющегося зонда. Метод АСМ позволяет получать изображение поверхности с очень высокой точностью. Его разрешающая способность может достигать 0.1–1 нм по горизонтали и 0.01 нм по вертикали [25, 6-8]

Для исследования магнитных полей на поверхности образца применялся метод магнитно-силовой микроскопии (МСМ). В данной работе использовалась колебательная (резонансная) методика МСМ как более чувствительная.

Магнитно-силовой микроскоп представляет собой атомно-силовой микроскоп, у которого зонд (рис. 7) покрыт слоем ферромагнитного материала с удельной намагниченностью $\vec{M}(\vec{r})$

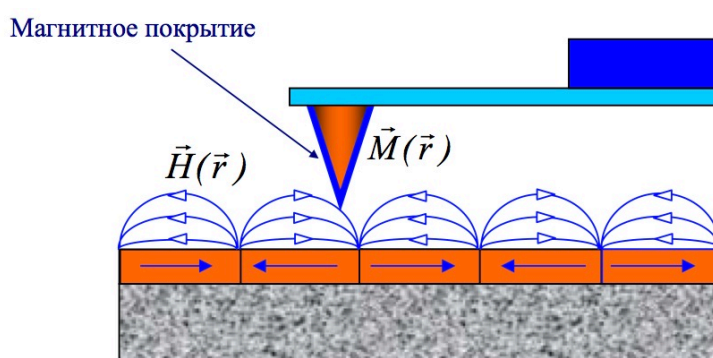


Рисунок 7 - Зонд магнитно-силовой микроскопа в магнитном поле образца.

В качестве простейшей модели рассмотрим МСМ зонд в виде одиночного магнитного диполя, характеризующегося магнитным моментом \vec{m} .

В поле \vec{H} на магнитный диполь действует сила

$$\vec{f} = \vec{\nabla}(\vec{m}\vec{H}). \quad (1)$$

Магнитный момент зонда МСМ представим как суперпозицию диполей вида

$$\vec{M}(\vec{r})dV, \quad (2)$$

где \vec{M} - удельная намагниченность покрытия, dV – элементарный объем.

Сила взаимодействия зонда с полем образца равна:

$$\vec{F} = -grad(W_{\text{маг}}) = \int_{V_p} \vec{\nabla}(\vec{M}\vec{H})dV'. \quad (3)$$

(Интегрирование производится по магнитному слою образца).

Соответственно Z-компонента силы:

$$F_z = -\frac{\partial W_{\text{маг}}}{\partial z} = \int_{V_p} \left(M_x \frac{\partial H_x}{\partial z} + M_y \frac{\partial H_y}{\partial z} + M_z \frac{\partial H_z}{\partial z} \right) dV'. \quad (4)$$

Наличие градиента силы приводит к изменению резонансной частоты, а следовательно, к сдвигу АЧХ и ФЧХ системы зонд-образец. Данные изменения резонансных свойств системы используются для получения информации о неоднородном распределении намагниченности на поверхности образца. В случае магнитного взаимодействия зонда с поверхностью сдвиг резонансной частоты колеблющегося кантилевера будет определяться производной по координате z от величины F_z

В покомпонентном виде:

$$F'_z = \frac{\partial F_z}{\partial z} = \int_{V_p} \left(M_x \frac{\partial^2 H_x}{\partial z^2} + M_y \frac{\partial^2 H_y}{\partial z^2} + M_z \frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2} \right) dV'. \quad (5)$$

Для получения МСМ изображения возбуждаются колебания кантилевера на частоте ω вблизи резонанса. Зонд движется над образцом по соответствующей рельефу траектории так, что расстояние между ним и

поверхностью постоянно по величине $z_0 = \text{const}$ (в нашем случае 100 ангстрем), определяемой оператором. МСМ изображение формируется посредством регистрации изменений амплитуды или фазы кантилевера.

Изменения амплитуды и сдвиг фазы колебаний, связанные с вариациями градиента силы, будут равны

$$\Delta A = A(F'_z) - A(F'_{z0}) = A'_{F'_z}(F'_z)|_{F'_{z0}} \Delta F'_z, \quad (6)$$

$$\Delta \varphi = \varphi(F'_z) - \varphi(F'_{z0}) = \varphi'_{F'_z}(F'_z)|_{F'_{z0}} \Delta F'_z. \quad (7)$$

Коэффициент перед $\Delta F'_z$ определяет чувствительность метода измерения. Для фазовых измерений максимум чувствительности достигается, когда частота возбуждения кантилевера совпадает с резонансной частотой системы зонд-образец:

$$w_F = w_0 \sqrt{1 - \frac{F'_{z0}}{k}}, \quad (8)$$

[26, с. 91]

при этом

$$\varphi_{F'_z}(w_F, F'_{z0}) = \frac{Q}{k} \quad (9)$$

[26, с. 91]

Перемещая зонд над магнитной структурой на некоторой высоте и рассчитывая в каждой точке сдвиг фазы $\Delta \varphi = \frac{Q F'_z}{k}$, можно смоделировать МСМ изображение [26].

2. ОБРАЗЕЦ И ОБОРУДОВАНИЕ

2.1 Исследуемый образец

Исследуемый образец – редкоземельный магнит состава $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}_1$ российского производства, изготовленный по технологии спекания, с фосфатным покрытием. Образец имеет размеры 12x28x32 мм (основание 28x34 мм) с осью намагниченности, перпендикулярной основанию (рис. 8).

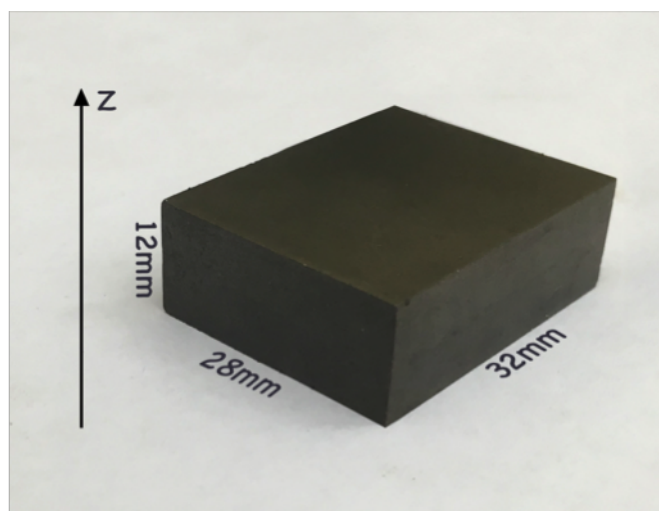


Рисунок 8 - Образец.

Магниты NdFeB имеют низкую коррозионную стойкость, поэтому их всегда покрывают антикоррозийным составом. Перед сканированием образца, нужная сторона была отполирована для исследования. Качественная полировка, во-первых, снимает антикоррозийный слой, во вторых, делает магнит гладким в масштабе микрометров, что, в свою очередь, позволяет улучшить качество получаемых МСМ-снимков.

2.2 Установка и метод исследований

На рис. 9 приведено схематическое изображение установки для исследования распределения магнитных сил по поверхности образца.

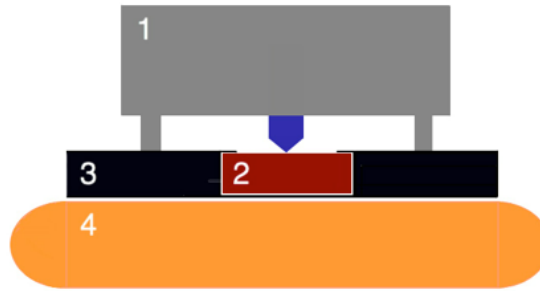


Рисунок 9 – Схема установки.

1. Измерительная головка атомно-силового микроскопа.
2. Образец.
3. Устройство крепления образца.
4. Виброизолирующее кольцо.

Постоянный магнит исследовался методом атомно-силовой микроскопии на приборе Scannig probe microscope Smena-A (платформа Solver) производства компании НТ-МДТ, город Зеленоград (Подробное описание устройства и работы прибора содержится в [27]). Исследование проводилось методом МСМ в полуконтактной моде с помощью магнитного кантилевера MFM 01c $F=72\text{kHz}$. Сканировались участки поверхности образца преимущественно размерами 20×20 мкм для получения МСМ-снимков в различных местах поверхности образца, начиная от центра образца и до края в одну и другую стороны. Для исследования топологической структуры образца в наномасштабе сканирование производилось на идеально гладких участках свежего скола образца размерами 5×5 мкм и $2,5\times 2,5$ мкм. Обработка изображений производилась в программном обеспечении Nova с помощью интерфейса программного модуля Image Analysis, либо с помощью программы математического моделирования Matlab.

Измерительная головка атомно-силового микроскопа содержит в своей конструкции магнитные материалы, вследствие чего притягивается к измеряемому сильному магниту, используемому в эксперименте. Для проведения опытов образец был закреплен при помощи алюминиевого и картонного немагнитного крепежа.

Атомно-силовой микроскоп очень чувствителен к малейшим механическим и акустическим колебаниям. Для устранения помех от механических колебаний платформа с измерительной головкой АСМ и образцом была установлена на виброизолирующее кольцо.

3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ДАННЫЕ И ОБСУЖДЕНИЕ

3.1 Магнитная структура.

Для начала рассмотрим снимки сделанные на грани перпендикулярной оси Z. На рисунках 10а-10д приведены полученные МСМ-изображения поверхности магнита.

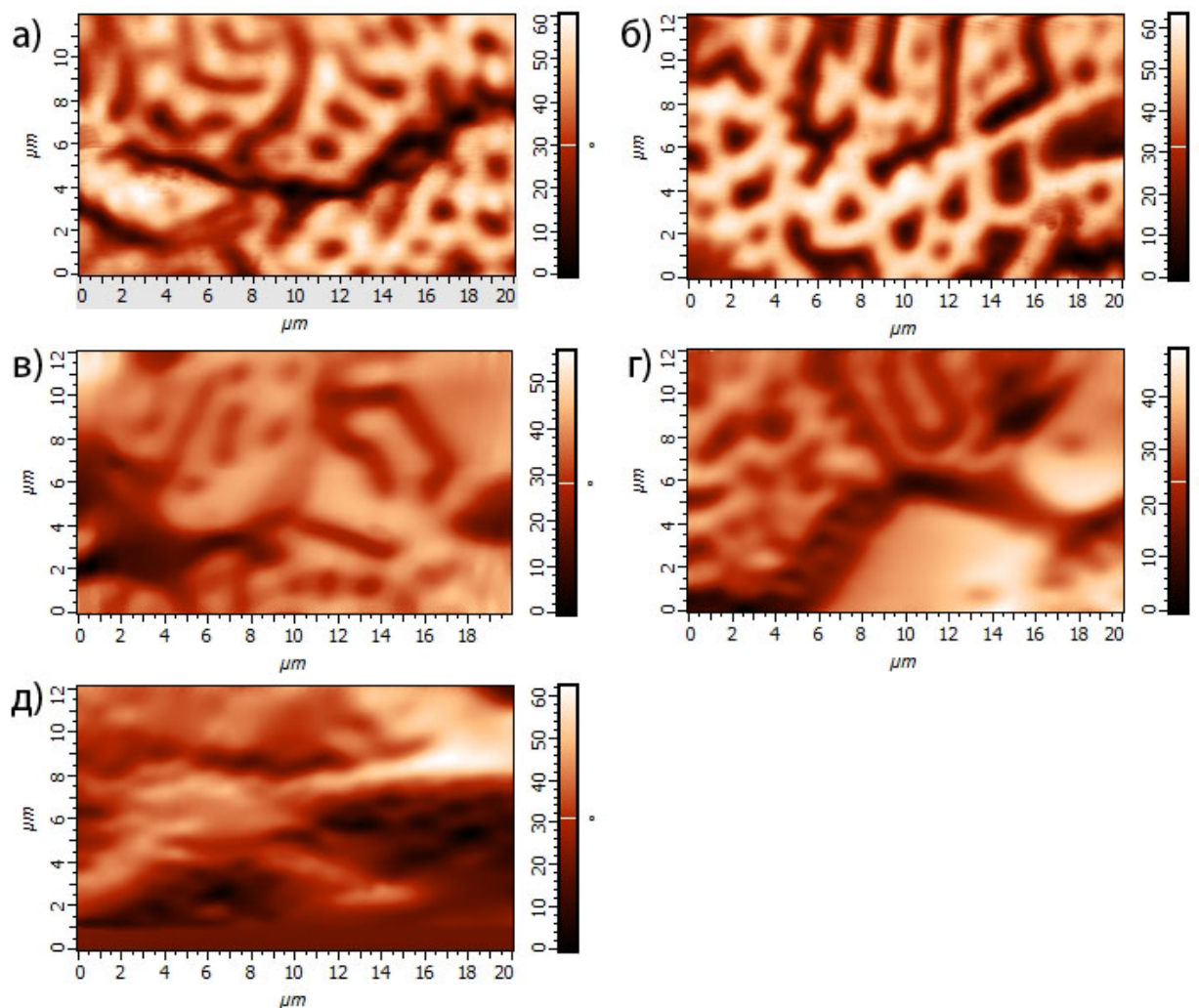


Рисунок 10 – Фазовые снимки магнитной картины исследуемого образца.

Эти снимки показывают фазовое распределение градиента магнитной силы по поверхности образца, которое можно интерпретировать как доменную структуру (далее такие картины будем называть «картина градиента сил магнитного взаимодействия» или «картина гсмвз»). Физический

смысл фазы – первая производная от перпендикулярной составляющей силы, действующей на кантилевер, либо вторая производная от индукции магнитного поля у поверхности магнита. Чтобы убедиться, что наконечник не перемагничивается случайным образом, одна и та же область образца сканируется с разной высотой сканирования, в разном масштабе и направлении движения зонда [28].

Фазовая картина в центре образца приведена на рисунке 10а. На МСМ-снимке наблюдаются ярко выраженные неоднородности продольного и эллиптического вида. Наблюдается лабиринтная структура распределения доменов. Их ширина в среднем составляет 2-3 мкм. Фазовая картина на расстоянии 5 мм от ребра приведена на рис. 10б, по своей структуре данная фазовая картина не отличается от картины в центре образца. Фазовые картины на расстоянии 100, 40 и 15 мкм от края образца приведены на рис. 10в, 10г и 10д соответственно. Т.к. снимок 10д получен на самом краю образца, то внизу мы можем наблюдать «отрыв» зонда от поверхности образца и прекращение сканирования. Структура картины на краю образца отличается от картины в центре. Структура выглядит более однородной, вероятно это связано с ухудшением разрешения микроскопа, так как поле магнита вблизи ребер сильно возрастает, что негативно отражается на качестве изображения. Становятся хуже различимы слабые неоднородности на фоне сильного поля. Тем не менее, размер структуры остается порядка 2,5 мкм.

На рис. 11 показан снимок рельефа, и соответствующий ему снимок магнитной структуры. На фазовом снимке можно наблюдать новую магнитную структуру, которая состоит из характерной структуры для аналогичных образцов [2,15,19], но имеются области с полосовой доменной структурой. Полосовая структура характерна для плёнок. Так как данный

магнит создаёт очень сильное поле от 0.5 до 1.5 Тл, подобных доменов просто не должно быть. Но мы их наблюдаем.

В нижнем правом углу фазового снимка можно наблюдать большую область с полосовой доменной структурой. Судя по топологическому снимку, этому месту соответствует некоторое возвышение (более светлое пятно). Можно предположить, что это пятно есть расплющенное зерно. Тогда получается, что это зерно является некоторой плёнкой на поверхности массивного магнита. И для тонкой плёнки как раз наблюдается характерная полосовая доменная структура.

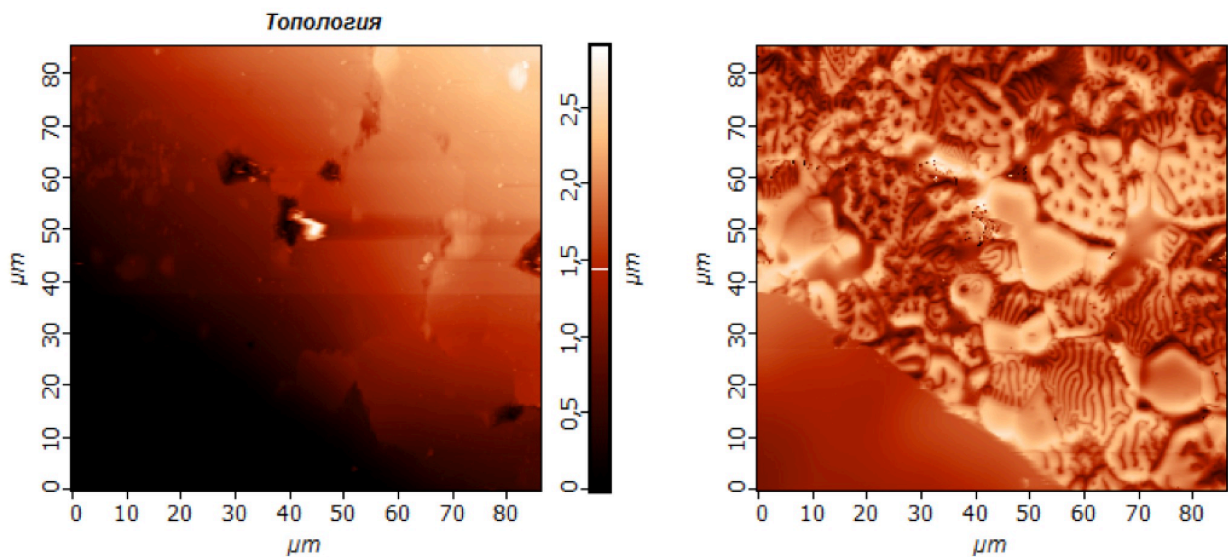


Рисунок 11 – Топологический и соответствующий гсмвз.

Было проведено исследование и на грани параллельной к оси намагничивания Z . Изучение доменной структуры на этой поверхности может обеспечить прямую информацию о магнитном выравнивании каждого отдельного зерна вдоль оси Z [29].

На рисунках 12-13, 14-15 и 16-17 приведены снимки рельефов и соответствующих фазовых картин. Представлены снимки в масштабе 90x90,

50x50 и 20x20 мкм соответственно. Аналогично рис. 3 из работы [2] на фазовых снимках 13, 15 и 17 наблюдаются многоугольные зерна. Линейный размер различимых на снимках зерен изменяется от 3 до 15 мкм. Необходимо понимать, что на боковой поверхности (параллельной оси Z) поле гораздо слабее чем на лицевой, поэтому, если анизотропия намагничивания зерен действительно высока, то кантилевер может просто не разрешить границу перехода между соседними магнитными зернами. А именно: если предполагать что магнитное вещество намагничено параллельно граням то мелкие зерна не могут быть разрешены так как магнитное поле (диполей в цепочке) будет очень слабым (например, поле около плоскости состоящей из одинаково-направленных диполей – равно нулю, если плоскость бесконечная). Но вблизи границы магнитных зерен если имеется граница между зернами – возникает градиент магнитного поля и поэтому такую границу силовой микроскоп может разрешить, что мы и наблюдаем.

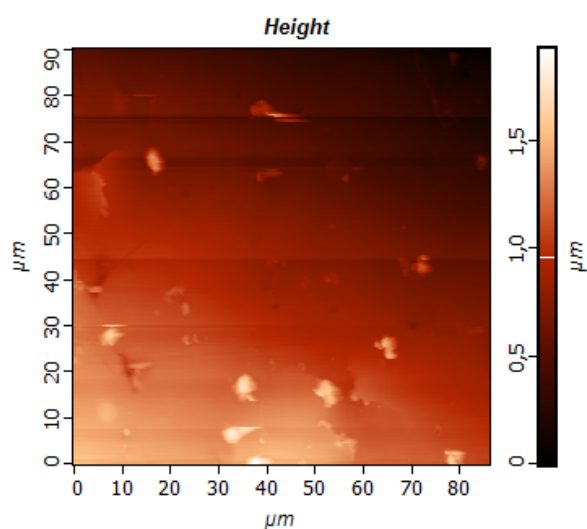


Рисунок 12 –Рельеф.

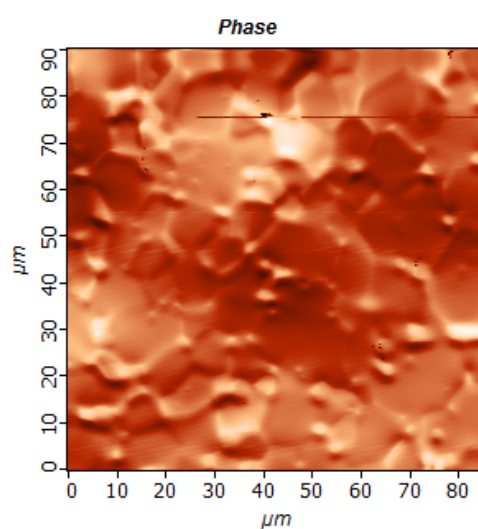


Рисунок 13- Картина гмвз.

Fang и др. уже сообщали о подобных пластинчатых доменах и зернах, наблюдаемых с использованием MFM в направлении, параллельном оси намагничивания [30].

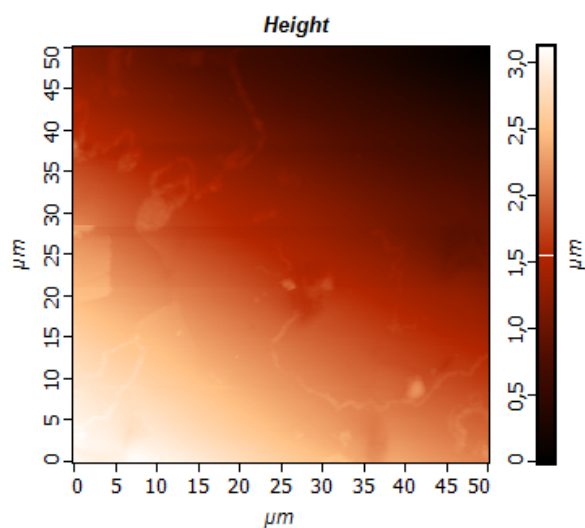


Рисунок 14 –Рельеф.

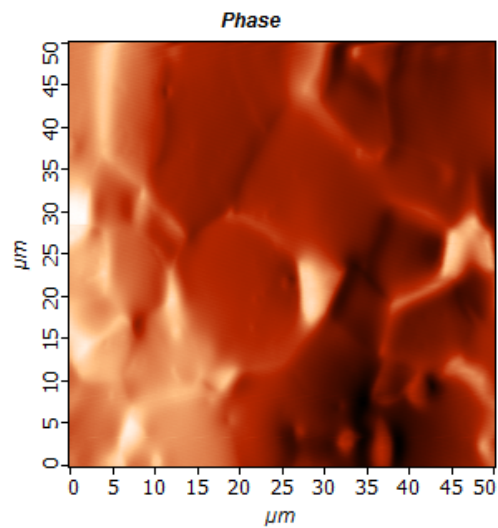


Рисунок. 15- Картина гмвз.

Грань, параллельная оси намагничивания была просканирована как у самого края (~100 мкм до ребра) так и в центре (~6мм до ребра): принципиальных различий в картинах не выявлено.

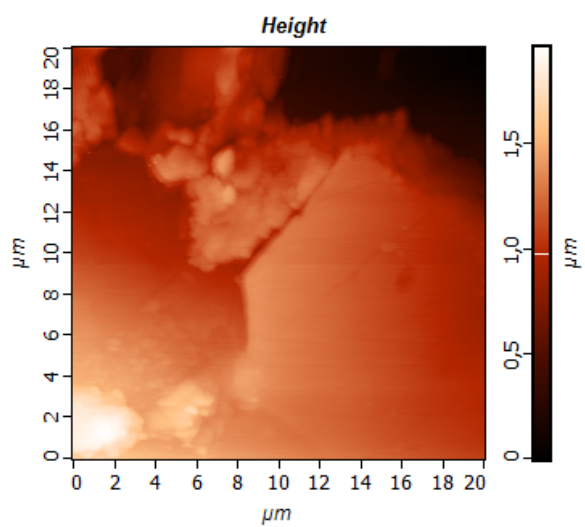


Рисунок 16 –Рельеф.

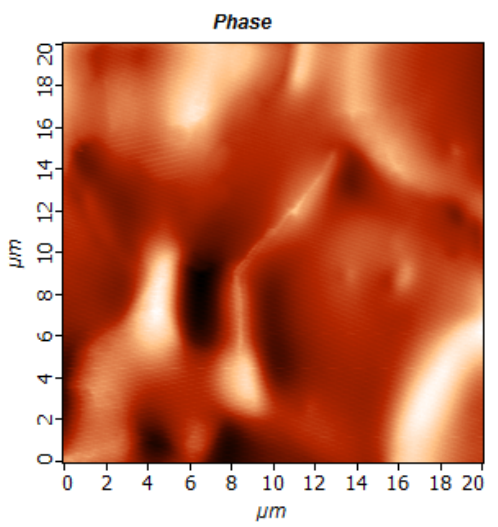


Рисунок. 17- Картина гмвз.

На снимке на рис. 16 нижней правой области разрешено большое многоугольное зерно с четкими границами, которое, при этом, еще и видно на снимке рельефа. Выше этого большого зерна можно наблюдать мелкие зерна (~1-2 мкм).

Вероятно, и большое зерно состоит из подобных мелких [14], которые при «упаковке» образуют правильные (в сечении) многоугольные формы.

3.2 Топологическая структура

Любой скол имеет участок с естественной идеально гладкой поверхностью. На данном образце было произведено исследование структуры на сколе. На рисунках 18-20 изображена топология поверхности скола. Одновременно наблюдаются два различных типа структуры, первая - в верхней левой области рисунка, и вторая - нижней правой.

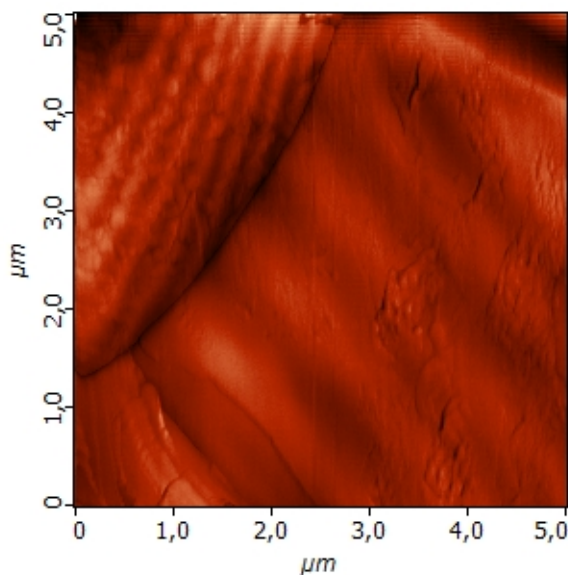


Рисунок 18 – Снимок структуры.

Первая структура (рис. 19) скола магнита Nd-Fe-B представляет собой периодическую последовательность вытянутых переплетённых нитей с характерным периодом $\sim 100-200$ нм. Вторая структура (рис. 20) из наслоённых лепестков причудливой формы практически не имеет периодичности в масштабе $2,5 \times 2,5$ мкм.

Наличие структуры №1 предполагает наличие зерен размером не более 0.5 мкм в диаметре.

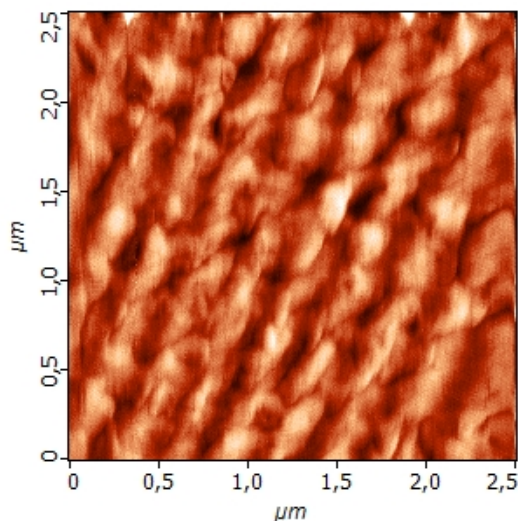


Рисунок 19 – Структура №1.

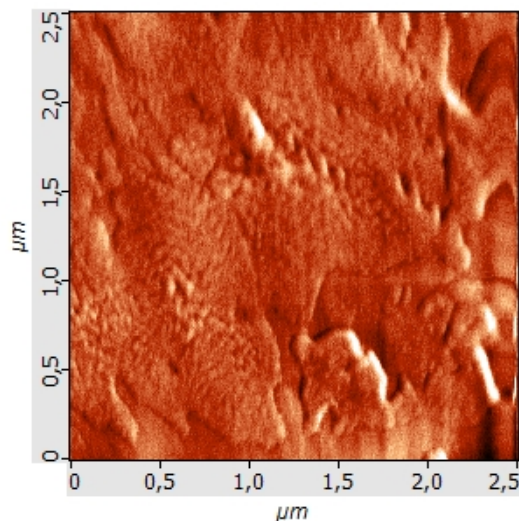


Рисунок 20 – Структура №2.

3.3 Степень неоднородности

Для того чтобы определить, на каком масштабе картину можно считать однородной – данные фазовой картины были выведены в виде двумерного массива данных. Далее эти данные обрабатывались в программе matlab. Была смоделирована работа датчика амплитуды фазы,двигающегося над образцом. На рис. 21 - представлена схема обработки массива.

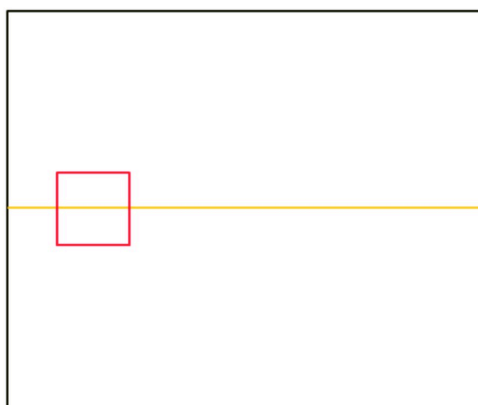


Рисунок 21 - Схема модели.

Пусть черный квадрат отображает исследуемую область 20 x 20 микрон или массив 256 x 256. В каждой точке внутри черного квадрата есть значение амплитуды фазы. Желтая полоса – это исследуемое направление. Красный квадрат – это модель датчика, исследующего амплитуду фазы. Был выбран следующий принцип работы датчика: датчик считывает все данные “под собой” и производит усреднение. На рис. 22-25 графически представлены результаты работы четырех моделей датчиков.

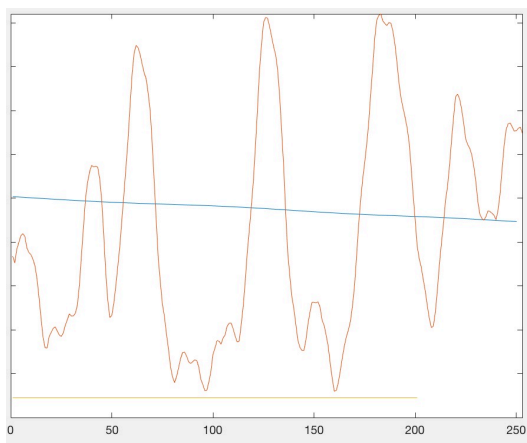


Рисунок 22 - Результаты датчика 200x200 ед.

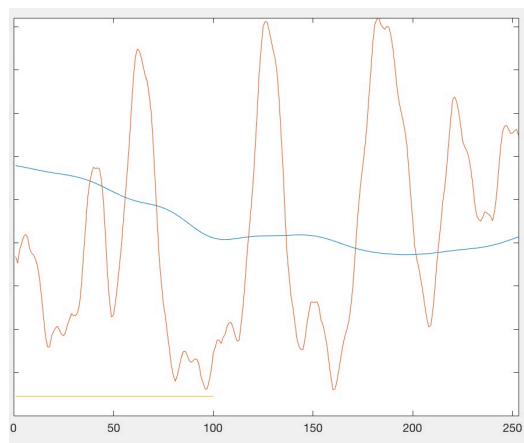


Рисунок 23 - Результаты датчика 100x100 ед.

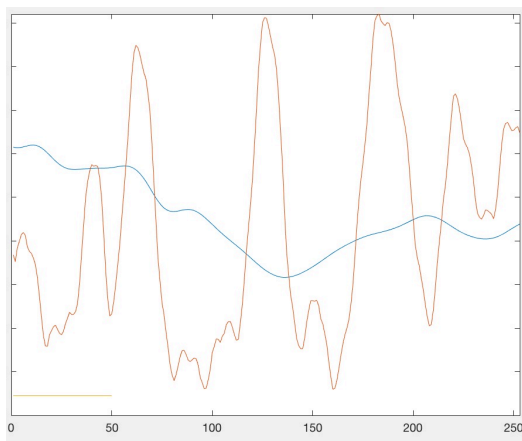


Рисунок 24 - Результаты датчика 50x50 ед.

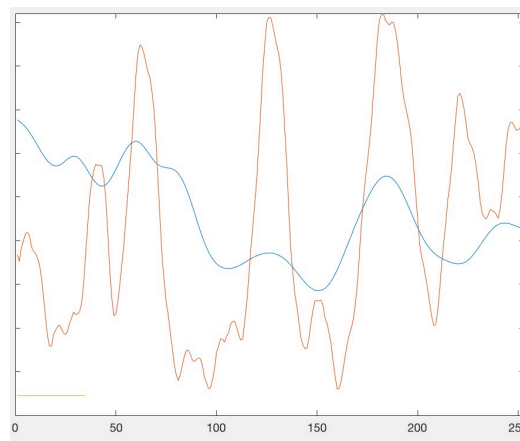


Рисунок 25 - Результаты датчика 35x35 ед.

Размеры датчиков – 200, 100, 50 и 35 единиц массива соответственно. Желтый график отражает реальную амплитуду фазы, синий – амплитуду,

которую измеряет датчик. Горизонтальная полоса в нижнем левом углу – размер датчика. 256 единиц по оси X соответствуют 20 микрометрам.

На основании полученных результатов можно считать, что область размером 10x10 микрон (что чуть больше чем 100x100 единиц массива) однородно намагничена. Зерна примерно таких же размеров наблюдаются на гранях параллельных оси намагничивания.

4. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ

Зная технологию изготовления магнита, его доменную и топологическую структуру было решено построить теоретическую модель. Пусть магнит состоит из одинаковых шарообразных зерен. Каждое зерно является магнитным диполем и все диполи ориентированы в одну сторону, для достижения максимальной намагниченности. Было решено взять радиус r зерна равным 1 мкм, а упорядочить зерна в виде объемно-центрированной решетки (рис 26). Период решетки a взят таким, чтобы зерна касались друг друга.

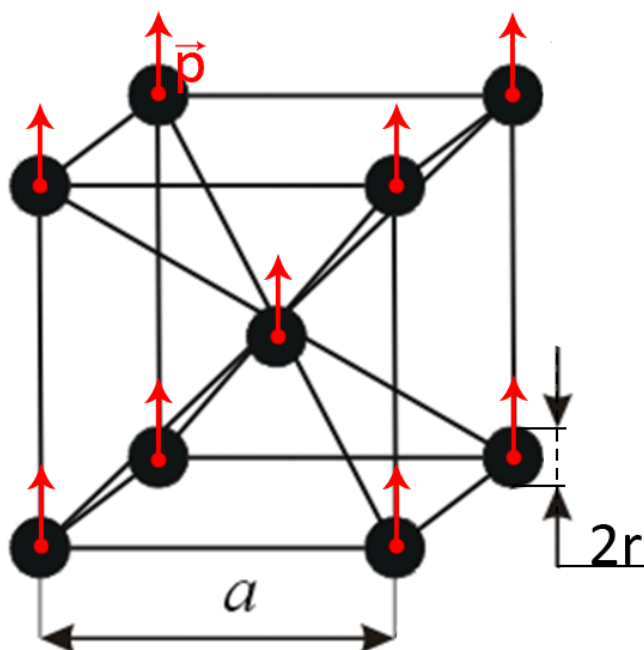


Рисунок 26 - Модель кристалла.

Магнитный момент каждого зерна взят таким чтобы намагниченность всего кристалла-магнита равнялась намагниченности такого же по размеру и объему однородного магнита.

$$a = r * \frac{4}{\sqrt{3}} = 2,3 \text{ мкм}, P = \frac{MV}{N},$$

где N-количество шаров в кристалле, $4\pi M=1,31$ кЭ [10].

Из них составлен кубический магнит-кристалл (рис. 27). Длина стороны куба равна девяти периодам решетки, то есть магнит состоит из $10 \times 10 \times 10$ слоев зерен в каждом направлении.

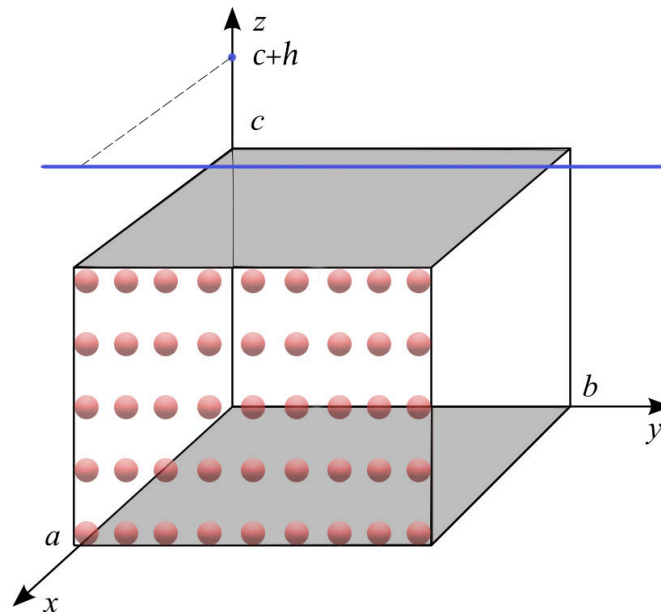


Рисунок 27 - Модель магнита.

Поле магнитного диполя \vec{p} в статике:

$$\vec{H}(\vec{r}) = \frac{1}{4\pi} \left(\frac{3(\vec{p}, \vec{r})}{r^5} - \frac{\vec{p}}{r^3} \right).$$

Тогда поле от кристалла из диполей:

$$\vec{H}(\vec{r}) = \frac{1}{4\pi} \sum_i \frac{3(\vec{p}, (\vec{r} - \vec{r}_i))}{(\vec{r} - \vec{r}_i)^5} - \frac{\vec{p}}{(\vec{r} - \vec{r}_i)^3},$$

где \vec{r}_i - радиус вектор из начала координат в центр зерна-диполя.

Тогда H_z от кристалла в нашем случае:

$$\begin{aligned}
H_z(\vec{r}) &= \\
&= \frac{1}{4\pi} \sum_{i=0}^9 \sum_{j=0}^9 \sum_{k=0}^9 \frac{3(p_x * (r_x - i * a) + p_y * (r_y - i * a) + p_z * (r_z - i * a))}{((r_x - i * a)^2 + (r_y - j * a)^2 + (r_z - k * a)^2)^{5/2}} \\
&\quad - \frac{p_z}{((r_x - i * a)^2 + (r_y - j * a)^2 + (r_z - k * a)^2)^{3/2}} \\
&+ \frac{1}{4\pi} \sum_{i=0}^8 \sum_{j=0}^8 \sum_{k=0}^8 \frac{3(p_x * (r_x - i * a - \frac{a}{2}) + p_y * (r_y - i * a - \frac{a}{2}) + p_z * (r_z - i * a - \frac{a}{2}))}{((r_x - i * a - \frac{a}{2})^2 + (r_y - j * a - \frac{a}{2})^2 + (r_z - k * a - \frac{a}{2})^2)^{5/2}} \\
&\quad - \frac{p_z}{((r_x - i * a - \frac{a}{2})^2 + (r_y - j * a - \frac{a}{2})^2 + (r_z - k * a - \frac{a}{2})^2)^{3/2}}
\end{aligned}$$

где a – параметр решетки. Первая сумма – подсчет поля, создаваемого зернами, расположенными в углах решетки объемноцентрированной решетки браве. Вторая сумма – подсчет поля от зерен, расположенных в центре решетки браве.

Поле однородной намагниченной модели точно описывает наш магнит с точки зрения датчика Холла [10,11,12]. Сравним H_z от нашей модели с H_z от однородно намагниченной модели [11,12]. Для этого были построены графики H_z вдоль прямой отмеченной синим цветом на рис. 25. Прямая проведена “над” магнитом на расстоянии h , параллельно оси y , через середину магнита по оси x . Графики построены для $h=20r$, $h=10r$ и $h=r$, и показаны на рис. 28, 29 и 30 соответственно. Зеленым цветом показан график для однородно намагниченной модели. Красным цветом построен график для кристалла.

При большом $h = 20$ мкм, графики совпадают (рис. 26).

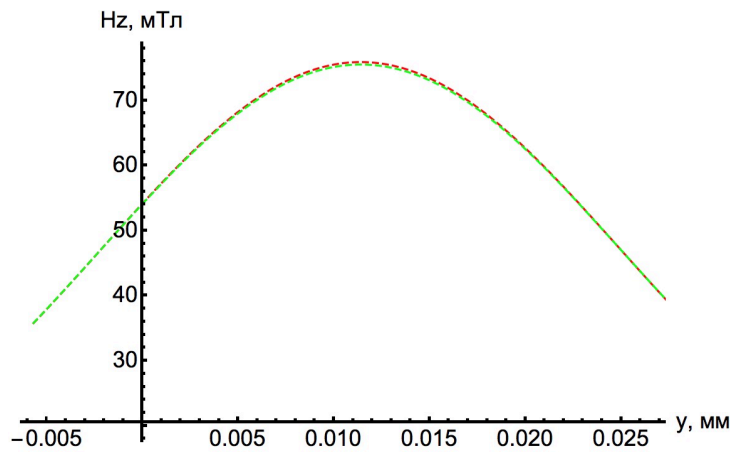


Рисунок 28 - Сравнение моделей при $h=20$ мкм.

При уменьшении h появляются небольшие осцилляции поля от кристалла вдоль оси y . Рис. 27 - $h = 10$ мкм.

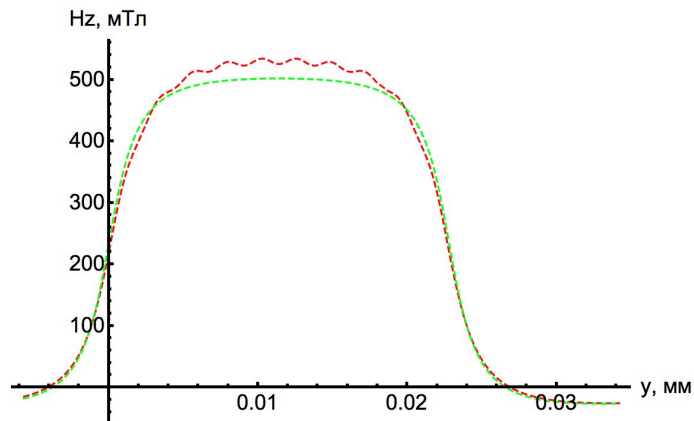


Рисунок 29 - Сравнение моделей при $h=10$ мкм.

При $h = 1$ мкм, поле от кристалла осциллирует (рис. 30). Но среднее поле кристалла совпадает с полем однородной модели.

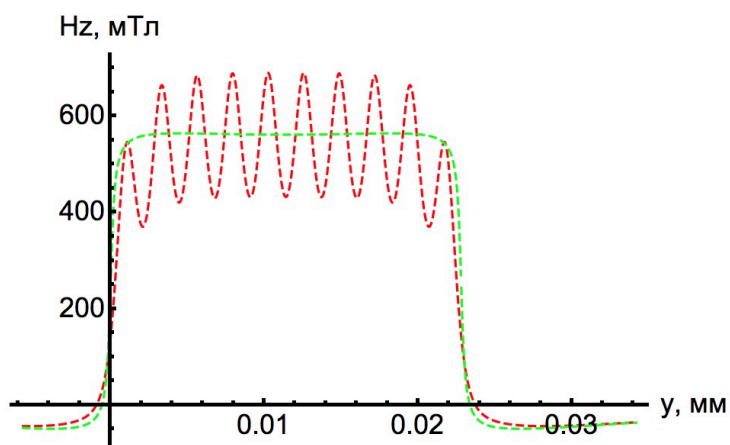


Рисунок 30 - Сравнение моделей при $h=1$ мкм.

На рис. 31 изображен срез данных реального фазового снимка. Наша модель показывает похожую структуру. Более того, модель показывает поле, похожее на доменные шипы на которые обратили внимание авторы работы [2].

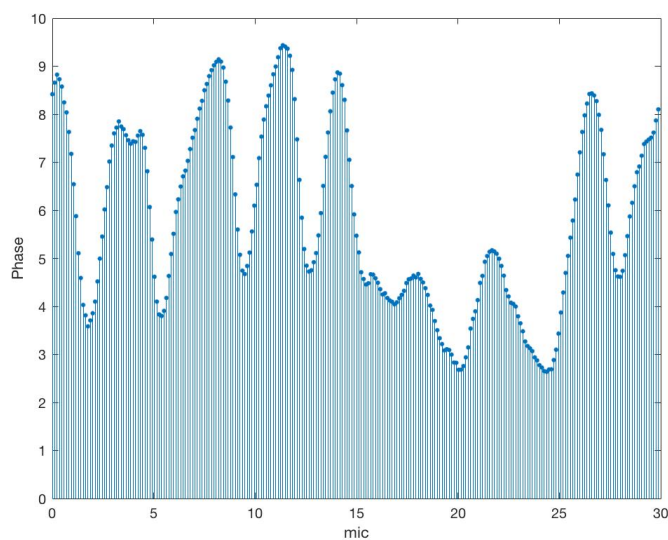


Рисунок 31 - Срез фазового снимка

ВЫВОДЫ

Ожидаемых разветвляющихся доменов [13] в районе ребер не наблюдается, более того картина гмвз на грани перпендикулярной оси намагниченности у ребра не отличается от картины в центре грани.

На грани параллельной оси намагниченности также не наблюдается изменение доменной структуры на краю.

Полосовая доменная структура, характерная для тонких магнитных пленок, может существовать в сильном поле на поверхности массивного магнита.

Теоретическая модель однородно намагниченного кристалла на грани перпендикулярной оси намагниченности показывает осцилляции поля. А значит и в случае реального образца, насколько бы он не был хорошо намагничен, будет существовать неоднородность поля с периодичностью порядка линейных размеров зерен. Такие неоднородности будут существовать только на расстояниях ~ 10 линейных размеров зерен до поверхности.

На расстояниях много больше линейных размеров зерен, поле кристалла (или реального образа с высокой анизотропией намагниченности) не отличается от поля математически однородно намагниченной модели.

Крупные магнитные зерна (~ 10 мкм) должны состоять из более мелких с размерами не более 1 мкм в диаметре. из областей характерной доменной структурой для доменно

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Получен снимок микроструктуры на поверхности магнита с разрешением соответствующим лучшим мировым результатам. Снимки получены как на стороне перпендикулярной оси намагниченности, так и на стороне параллельной оси намагниченности.

Экспериментально обнаружен новый тип смешанной магнитной структуры на поверхности массивного постоянного магнита NdFeB,

состоящей из характерной структуры для аналогичных образцов [2,15,19], и областей с полосовой доменной структурой (характерной для тонких пленок).

Разработана теоретическая модель микроструктурного упорядочивания исследуемого магнита NdFeB, качественно и количественно соответствующая полученным экспериментальным данным и теоретической модели.

В изучаемом образце экспериментально обнаружены «шиповидные домены», аналогичные тем, что были недавно опубликованы в работе [2].

Автор выражает благодарность Каминской Т.П. и Попову В.В. за помощь при проведении эксперимента.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- [1] M. Sagawa, S. Fujimura, N. Togawa, H. Yamamoto, Y. Matsuura, // J. Appl. Phys. 55 (1984) 2083 should be a 1982 document.
- [2] Muhsein Yazid, Dr. Glynn J. Atkinson, Sarah H. Olsen, MFM Study of a Sintered Nd-Fe-B Magnet: Analyzing Domain Structure and Measuring Defect Size in 3-D View // IEEE Transactions on Magnetics, June 2016.
- [3] Bader SD. Opportunities in Nanomagnetism // Rev Mod Phys 2006;78:1.
- [4] 17 - S. Bance, B. Seebacher, T. Schrefl, L. Exl, M. Winklhofer, G. Hrkač, et al., "Grain-size dependent demagnetizing factors in permanent magnets," // Journal of Applied Physics, vol. 116, p. 233903, 2014.
- [5] Yutaka Matsuura, Recent development of Nd-Fe-B sintered magnets and their applications // Journal of Magnetism and Magnetic Materials 303 (2006) 344–347
- [6] Grutter P, Mamin HJ, Rugar D. In: Wiesendanger R, Güntherodt H- J, editors. Scanning tunneling microscopy II. // Berlin: Springer Verlag; 1992. p. 151.
- [7] de Lozanne A. Microsc Res Tech 2006;69:550.
- [8] Szmaja W. In: Hawkes PW, editor. Advances in imaging and electron physics, vol. 141. Amsterdam: Elsevier; 2006. p. 175.
- [9] F. Bloch. Record-breaking magnet has five-tesla field. // Cern courier. Mar 22, 2002.
- [10] Кабанов О. А., Герасименко Т. Н., Поляков П. А. Магнитное поле

реального постоянного магнита в форме прямоугольного параллелепипеда // Сборник трудов 21-й международной конференции "Электромагнитное поле и материалы" (15-17 ноября 2013 г., Фирсановка, Московская обл.). — Изд-во МЭИ Москва, 2013. — С. 324–331.

[11] R. Engel-Herbert and T. Hesjedal. Calculation of the magnetic stray field of a uniaxial magnetic domain. *J. Appl Phys.* 97, 074504 (2005).

[12] D. V. Vagin, T. N. Gerasimenko, P. A. Polyakov. Exact analytical expression for magnetic field induction of rectangular shape sample// *Moscow University Physics Bulletin*. Volume 63, Issue 6, December 2008. Pages 422-424.

[13] Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Электродинамика сплошных сред. // М.: Физматлит, 2001

[14] Volker Neu,* Steffen Melcher, Ullrich Hannemann, Sebastian Fähler, and Ludwig Schultz, Growth, microstructure, and magnetic properties of highly textured and highly coercive Nd-Fe-B films //*PHYSICAL REVIEW B* 70, 144418 (2004)

[15] Georgeta Ciuta, Frédéric Dumas-Bouchiat, Nora M. Dempsey, and Olivier Fruchart, Some Aspects of Magnetic Force Microscopy of Hard Magnetic Films // *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, VOL. 52, NO. 9, SEPTEMBER 2016.

[16] L. Folks and R. C. Woodward, "The use of MFM for investigating domain structures in modern permanent magnet materials," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 190, pp. 28-41, // 1998.

[17] M. A. Al-Khafaji, W. M. Rainforth, M. R. J. Gibbs, J. E. L. Bishop, and H. A. Davies, "The effect of tip type and scan height on magnetic domain images obtained by MFM," *Magnetics, IEEE Transactions on*, vol. 32, pp. 4138-4140,

- [18] D. Płusa, J. J. Wysłocki, B. Wysłocki, and R. Pfranger, "Domain-wall energy in sintered Nd₁₅Fe₇₇B₈ permanent magnet," *Applied Physics A*, vol. 40, pp. 167-170, 1986/07/01 1986.
- [19] Witold Szmaja, Magnetic force microscopy investigation of the domain structure of nanocomposite Nd₂Fe₁₄B//*Acta Materialia* 59 (2011) 531–536
- [20] W. Szmaja, J. Grobelny, M. Cichomski, and K. Makita, "Application of MFM for studying Nd–Fe–B magnets," *Vacuum*, vol. 74, pp. 297-300, 5/24/ 2004.
- [21] K. Ono, T. Araki, M. Yano, N. Miyamoto, T. Shoji, A. Kato, et al., "Element-Specific Magnetic Domain Imaging of (Nd, Dy)-Fe-B Sintered Magnets Using Scanning Transmission X-Ray Microscopy," *Magnetics, IEEE Transactions on*, vol. 47, pp. 2672-2675, 2011.
- [22] J. D. Livingston, "Magnetic domains in sintered Fe–Nd–B magnets," *Journal of Applied Physics*, vol. 57, pp. 4137-4139, 1985.
- [23] Woodcock TG, Khlopkov K, Walther A, Dempsey NM, Givord D, Schultz L, et al. *Scripta Mater* 2009;60:826.
- [24] Hubert A, Schafer R. *Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures*. Berlin: Springer Verlag; 1998. p. 329, 409, 555.
- [25] Н.В. Андреева, А.В. Филимонов, А.И. Рудской, Г.С. Бурханов, И.С. Терёшина, Г.А. Политова, И.А. Пелевин, Исследование наноструктурированных магнитотвердых материалов системы Nd–Ho–Fe–Co–B методами атомно-силовой и магнитно-силовой микроскопии. // *Физика твердого тела*, 2016, том 58, вып. 9.
- [26] В.Л. Миронов "Основы сканирующей зондовой микроскопии". Учебное

пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений". 2004г.
114 с.

[27] Описание прибора СМЕНА, платформа СОЛБЕР [Электронный ресурс]//ИТ-МДТ URL: <http://www.ntmdt-si.ru/manuals/group/smena>. (Дата обращения: 29.09.2016).

[28] M. A. Al-Khafaji, W. M. Rainforth, M. R. J. Gibbs, H. A. Davies, and J. E. L. Bishop, "The effect of phase constitution on the magnetic structure of nanophase NdFeB alloys observed by magnetic force microscopy,"// Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 188, pp. 109-118, 1998.

[29] W. Szmaja, "Investigations of the domain structure of anisotropic sintered Nd-Fe-B-based permanent magnets," Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 301, pp. 546-561, 6// 2006.

[30] Y.-K. Fang, L. Yang, W. Li, L. Zhen, and B.-S. Han, "Magnetic microstructures of a high coercivity Nd-Fe-B sintered magnet in remanent and incomplete thermal demagnetization states," Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 322, pp. 3720-3723, 11// 2010.

[31] Гинзбург Б.А., Каминская Т.П., Поляков П.А., Попов В.В., Микроскопическая структура магнитного поля на поверхности постоянного магнита.//Материалы: Международная конференция «Электромагнитное поле и материалы (фундаментальные физические исследования)». – М.: ИНФРА-М, 2016. – С.265-275.