

# $\text{Sm}_2\text{Fe}_{14.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Ga}_2\text{C}_x$ 快淬带的 磁力显微镜研究\*

孙志刚 张绍英 张宏伟 韩宝善 沈保根

(中国科学院物理研究所与凝聚态物理中心磁学国家重点实验室, 北京 100080)

(1999 年 6 月 10 日收到)

用磁力显微镜研究了  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{14.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Ga}_2\text{C}_x$  快淬带退火后的微结构与磁畴结构. 从实验所得的形貌图和磁力图发现晶粒尺寸在 25—55 nm 之间, 磁畴尺寸为 200—400 nm, 磁畴尺寸远大于晶粒尺寸. 磁畴跨越许多晶粒, 即出现交换作用畴结构. 对磁力图的强度谱密度、最大相位移和粗糙度的分析表明, 这些量与材料的内禀磁性(如  $H_A$ )有一定的关联.

PACC: 6116C; 7560C; 7550B

## 1 引 言

自从永磁材料  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ ,  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{C}_x$  被发现以来<sup>[1,2]</sup>, 在一段时间内国际上曾掀起了研究稀土永磁氮化物和碳化物的高潮. 然而, 这些氮化物和碳化物的高温不稳定性限制了其广泛的应用. 实验研究发现, 用少量的 Ga, Al, Si 等替代  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$  中部分的 Fe 可以合成高温稳定的高碳 2:17 型碳化物<sup>[3]</sup>. 我们知道, 磁性材料的磁性能不仅对其显微组织敏感, 对磁畴结构也十分敏感. 对于快淬稀土-铁金属间化合物材料, 微结构和相应的畴结构对其磁性能有相当大的影响. 研究磁畴结构不仅有助于了解材料本身的磁化和反磁化机理, 了解矫顽力机制, 而且对改进工艺进而改善磁性能也都是非常有益的. 本文用磁力显微镜(magnetic force microscopy, 简称 MFM)研究了  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{14.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Ga}_2\text{C}_x$  的微结构和磁畴结构, 并对其与磁性能的关系进行了讨论.

## 2 实验方法

磁力显微镜具有高的横向分辨率, 而且不需要特殊的样品制备, 能在大气、常温下测量, 并适用于所有的磁性材料, 已成为研究磁性材料表面磁结构新的有力工具<sup>[4]</sup>. MFM 采用两次扫描, 第一次是轻叩模式, 测表面形貌; 第二次采用抬举模式, 测磁力梯度. 这样可同时测得样品表面同一区域的形貌图和磁力图. 本实验运用的 MFM 为 NanoScope III a-

\*国家自然科学基金(批准号: 59831010; 59771024 和 59525101)和国家重点基础研究发展规划(批准号: G1998061300)资助的课题.

DM3000, 所用的磁探针是以 Si 作骨架, 外镀 Co-Cr 磁性薄膜而制成的, 并加场使之垂直向上磁化. 抬举高度一般在 20—200 nm 之间可调. 磁探针的共振频率  $f = 77$  kHz. 形貌图和磁力图的分辨率分别可达约 5 nm 和 50 nm. 在频率模式中, 探针在样品上方扫描时, 受到表面磁结构的作用力, 其共振频率  $f$  及相位  $\phi$  会发生偏移, 磁力(梯度)图中显示的正是  $\Delta f$  或  $\Delta\phi$ . 我们实验中测得的是固定频率下的相移  $\Delta\phi = F'_z Q/k$ , 其中  $Q$  为探针的品质因数,  $k$  为探针悬臂的弹性系数,  $F'_z$  是探针受到的磁力梯度的  $z$  分量. 对于垂直向上磁化的磁探针, 磁力图中的黑区表明探针与样品之间是吸引作用, 而白区则表明互相排斥. 在一个简化的模型中<sup>[5]</sup>, 即如果体内产生的杂散场与表面磁荷产生的杂散场相比可忽略不计, 则

$$F'_z = \int_{\text{sample}} \sigma_{\text{sample}} \frac{\partial^2 \Phi_{\text{tip}}}{\partial z^2} dS,$$

其中  $\sigma_{\text{sample}} = \mathbf{J}_{\text{sample}} \cdot \mathbf{n}$  是样品表面的磁荷密度,  $\mathbf{J}_{\text{sample}}$  是样品的磁极化强度;  $\Phi_{\text{tip}}$  是磁针产生的磁标量势. 如果  $\frac{\partial^2 \Phi_{\text{tip}}}{\partial z^2}$  是空间的局域函数(通常情况下作这种近似是合理的), 那么磁力图给出的相移将反映样品表面的磁荷密度  $\sigma_{\text{sample}}$ , 即  $\Delta\Phi = a \cdot \sigma_{\text{sample}}(x, y)$ ,  $a$  是与磁针有关的常数, 对于同一磁针而言,  $a$  相同.

实验所用样品的成分、工艺条件和相结构见表 1. 快淬带宽约为 2—3 mm、厚约为 30  $\mu\text{m}$ . 永磁性能的研究见文献[6]. 用于磁力显微镜实验研究的快淬带事先没有进行任何表面处理, 实验是在样品的自由面上进行的, 抬举高度为 30 nm. 为证明实验的可重复性和可靠性, 在实验前后, 我们都对标准磁性样品 V-tape(录像带)的同一位置进行了扫描, 所得的磁力图基本不变, 表明 Co-Cr 磁针在整个实验中磁性状态不变.

表 1 样品的成分、工艺条件和相结构

	成 分	工 艺 条 件	相 结 构
样品 A	$\text{Sm}_2\text{Fe}_{14.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Ga}_2\text{C}_{1.5}$	25 m/s 快淬带	非晶
样品 B	$\text{Sm}_2\text{Fe}_{14.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Ga}_2$	25 m/s 快淬带, 在 1047 K 退火 30 min	$\text{Th}_2\text{Zr}_{17}$
样品 C	$\text{Sm}_2\text{Fe}_{14.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Ga}_2\text{C}_{1.5}$	25 m/s 快淬带, 在 1047 K 退火 30 min	$\text{Th}_2\text{Zr}_{17}$

### 3 结果及讨论

图 1 给出了三个样品扫描范围为 5  $\mu\text{m}$  的形貌图和相应的磁力图. 从图 1 可看出, 样品 A 看不到明显的晶粒, 表明以 25 m/s 速度快淬的  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{14.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Ga}_2\text{C}_{1.5}$  材料为非晶, 这和 X 射线衍射谱的结果一致<sup>[6]</sup>. 样品 B 和样品 C 的微结构可由接触式原子力显微镜得到(见图 2), 扫描范围为 1  $\mu\text{m}$ . 样品 B 和样品 C 的晶粒尺寸分别为 45—55 和 25—35 nm, 与从 X 射线衍射谱用 Sherr 公式拟合出的晶粒大小一致. 这远小于  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{14.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Ga}_2\text{C}$  单轴晶体单畴的临界尺寸  $D_c$ ,  $D_c = 9\gamma_{180}/\mu_0 M_s^2$ ,  $\gamma_{180} = 4(AK_1)^{1/2}$ ,  $D_c \approx 350$  nm, 其中  $A$  是交换作用能,  $A = 1.05 \times 10^{-11}$  J/m,  $K_1$  是磁晶各向异性能,  $K_1 = 4.3 \times 10^6$  J/m<sup>3</sup>. 即可认为每个晶粒都是单畴的<sup>[6]</sup>.

从图 1 中的磁力图可看出磁畴远大于晶粒尺寸. 样品 B 和样品 C 的磁畴尺寸分别为

200—350 nm 和 200—400 nm. 磁畴跨越许多晶粒(分别约为 40 和 100), 表明出现了交换作用畴结构, 即在同一畴内晶粒的磁化强度方向大体一致, 这是由于晶间交换作用引起的. 图 3 是图 1 中三个磁力图的二维各向同性强度谱密度(power spectral density, 简称 PSD).

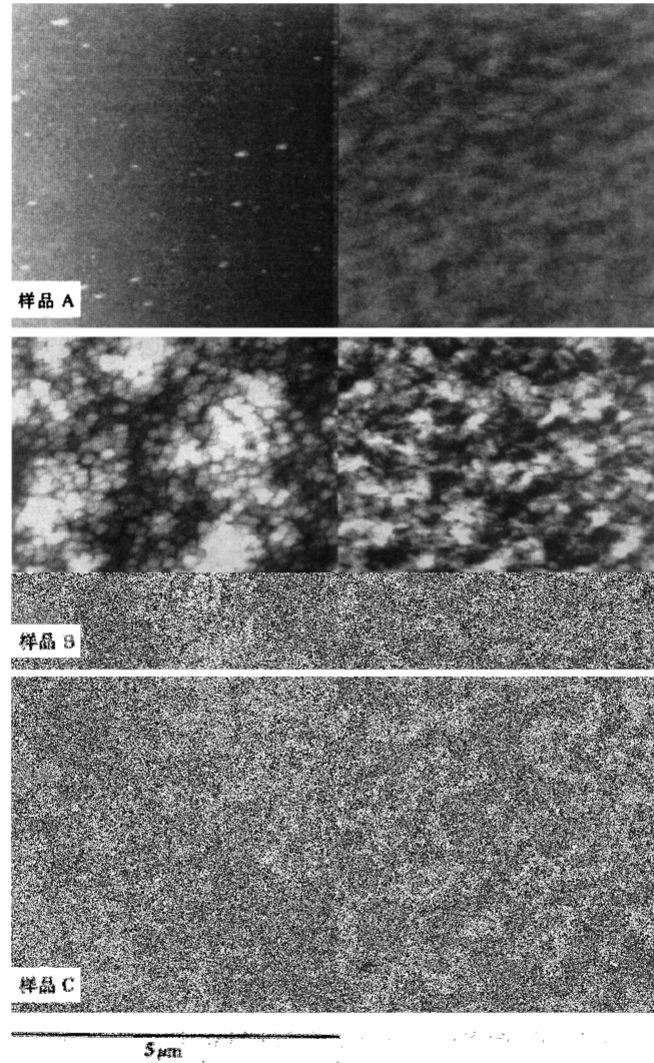


图 1 样品 A、样品 B、样品 C 扫描范围为  $5 \mu\text{m}$  的形貌图和相应的磁力图 左为形貌图, 右为磁力图

二维各向同性  $\text{PSD}(f) = \frac{P(f)}{2\pi f(\Delta f)}$ , 对于由  $N$  点组成、间距为  $d_0$ 、长度为  $L$  的线段  $P(f)$  定义为

$$P(f) = \frac{d_0}{N} \sum_{j=1}^N (\phi_j \exp(-i2\pi f(j-1)d_0/Nd_0))^2,$$

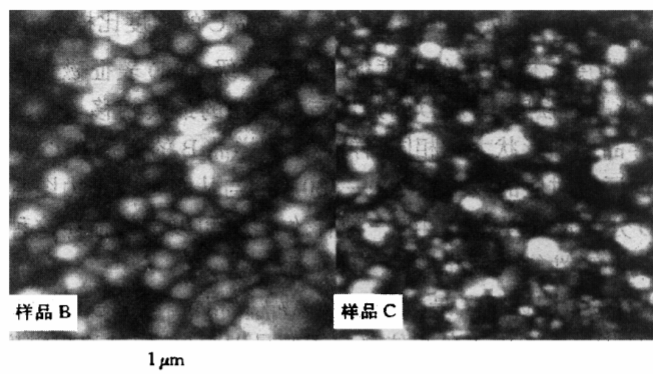
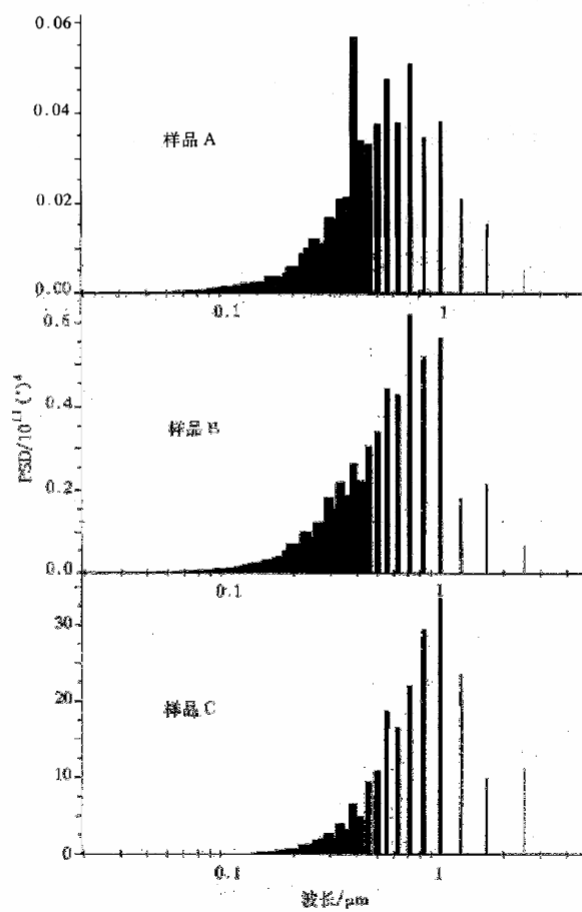
图2 样品 B 和样品 C 扫描范围为  $1\ \mu\text{m}$  的原子力显微镜图像

图3 图1中三个磁力图的二维各向同性 PSD

频率  $f$  的范围在  $\frac{1}{L}$  和  $\frac{N/2}{L}$  之间. 从图 3 中可看出样品 C 的强度比样品 B 的强度大 1—2 个数量级, 样品 B 的强度比样品 A 的强度大 1 个数量级. PSD 表征磁力图中不同波长的强度在整个频谱中所占的强度比. PSD 的强度与磁力图的最大相移  $\Delta\phi_{\max}$  相关,  $\Delta\phi_{\max}$  大, 则 PSD 也大. 三个样品谱的形状大致相同, 样品 A 和样品 B 的谱形在小波长处比样品 C 更弥散些. 强度大的区域对应的波长在 200—400 nm, 与从图 1 中磁力图直接测量的畴宽一致. 因此, 用 PSD 分析是处理磁力图的一种有效方法, 可以定量描述这种快淬带的磁畴结构, 为将磁畴结构与磁性能联系起来提供可能性.

我们对图 1 的磁力图进行了最大相位移  $\Delta\phi_{\max}$ 、相位移粗糙度 RMS 的分析. 这里最大相位移  $\Delta\phi_{\max}$  是指磁力图中正负相位移之间的最大距离. 相位移粗糙度 RMS 定义为

$$\text{RMS} = \sqrt{\frac{\sum_i (\phi_i - \phi_{\text{ave}})^2}{N}},$$

其中  $\phi_{\text{ave}}$  是磁力图中全部像素点的平均相位移,

$$\phi_{\text{ave}} = \frac{\sum_i \phi_i}{N},$$

$\phi_i$  是磁力图中第  $i$  个像素点的相位移,  $N$  是磁力图的总的像素点数. 本实验  $N = 256 \times 256$ .

表 2 给出了样品 A、样品 B、样品 C 的矫顽力  $H_c$ 、磁晶各向异性场  $H_A$ 、晶粒尺寸  $D_g$ 、磁畴尺寸  $D_d$ 、 $(D_d/D_g)^2$ 、磁力图的最大相移  $\Delta\phi_{\max}$ 、相位移粗糙度 RMS. 我们发现随着磁晶各向异性场  $H_A$  的增大, 磁力图的最大相移  $\Delta\phi_{\max}$ 、相位移粗糙度 RMS 都增大.

表 2 样品的晶粒尺寸  $D_g$ 、磁畴尺寸  $D_d$ 、 $(D_d/D_g)^2$ 、磁力图的最大相移  $\Delta\phi_{\max}$ 、相位移粗糙度 RMS

	$H_c/T$	$H_A/T$	$\sigma_s^*/\text{Au}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$	$D_g/\text{nm}$	$D_d/\text{nm}$	$(D_d/D_g)^2$	$\Delta\phi_{\max}/(^{\circ})$	RMS/ $(^{\circ})$
样品 A	0.03						2.73	0.263
样品 B	0.3	3	111.4	45—55	200—350	~40	6.04	0.781
样品 C	2.6	13	104.5	25—35	200—400	~100	22.5	4.05

\*  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{15}\text{Ga}_5\text{C}_x$  的数据.

按照文献[5]的 MFM 图像的磁荷理论解释,  $\Delta\Phi_{\max} = 2aJ_{\text{sample}} \sin\theta_{\max}$ , 其中  $\theta_{\max}$  是  $J_{\text{sample}}$  与表面的最大夹角, 系数 2 是考虑到  $\Delta\phi_{\max}$  为正、负磁荷的差别. 在三个样品的磁极化强度大小变化不大时, MFM 的磁信号大小反映了磁极化强度与表面夹角的大小. 这表明样品 A、样品 B 的磁极化强度的方向相对样品 C 都有指向面内的趋势.

$\theta_{\max}$  越大, 表面积累的磁荷就越多, 相应的退磁能也越大. 磁晶各向异性场  $H_A$  大的样品(如样品 C)能保持  $\theta$  不变, 因此在磁力图上显示出强的信号, 磁力图的最大相移  $\Delta\phi_{\max}$ 、平均粗糙度 RMS 都较大,  $H_A$  小的样品(如样品 A、样品 B)会减小  $\theta$ , 从而减小表面积累的磁荷, 相应的退磁能也减小, 因此在磁力图上显示出较弱的信号.

[1] J. M. D. Coey, H. Sun, *J. Magn. Magn. Mater.*, **87**(1990), L251.

[2] X. P. Zhong, R. J. Radwanski, F. R. de Boer et al., *J. Magn. Magn. Mater.*, **86**(1990), 333.

- [3] B. G. Shen, L. S. Kong, F. W. Wang, L. Cao, *Appl. Phys. Lett.*, **63**(1993), 2288.  
[4] P. Grütter, H. J. Mamin, D. Rugar, *Scanning Tunneling Microscopy II* (Springer-Verlag, Berlin, 1992), ch. 5.  
[5] A. Hubert, W. Rave, S. L. Tomlinson, *Phys. Stat. Sol. (b)*, **204**(1997), 817.  
[6] S. Y. Zhang, H. W. Zhang, B. G. Shen, T. S. Chin, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **31**(1998), 3337.

## MAGNETIC FORCE MICROSCOPE STUDY ON QUICK- QUENCHED RIBBON $\text{Sm}_2\text{Fe}_{14.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Ga}_2\text{C}_x$ \*

SUN ZHI-GANG ZHANG SHAO-YING ZHANG HONG-WEI HAN BAO-SHAN SHEN BAO-GEN

(State Key Laboratory of Magnetism, Institute of Physics and Center for Condensed Matter Physics,  
Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080)

(Received 10 June 1999)

### ABSTRACT

The microstructure and magnetic domain structures of the annealed quick-quenched ribbon  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{14.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Ga}_2\text{C}_x$  were studied by using magnetic force microscope. The results of the topography image and magnetic force image (MFI) show that the grain size is between 25—55 nm, whereas the domain size is between 200—400 nm. The magnetic domain length scale is much larger than the grain size. The domain comprises of a lot of grains, which were called interaction domain. The detail analysis such as power spectral density analysis, the maximum phase shift and roughness analyses on the MFI demonstrated that they are connected with the intrinsic magnetic properties such as  $H_A$  in some way.

PACC: 6116C; 7560C; 7550B

---

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 59831010, 59771024 and 59525101) and the State Key Program of Basic Research of China (Grant No. G1998061300).