

Наблюдение доменных границ в монокристаллическом  $\text{TbNi}_2\text{B}_2\text{C}$ Л. Я. Винников<sup>1)</sup>, Д. Андерегг<sup>2)</sup>+, С. Л. Будько<sup>2)</sup>+, П. С. Кэнфилд<sup>2)</sup>+, В. Г. Коган<sup>2)</sup>+

Институт физики твердого тела РАН, 142432 Черногловка, Московская обл., Россия

+Ames Laboratory DOE and Department of Physics, Iowa State University  
Ames, Iowa 50011, USA

Поступила в редакцию 26 марта 2003

Методом декорирования мельчайшими ( $\approx 10$  нм) магнитными частичками исследована доменная структура в  $\text{TbNi}_2\text{B}_2\text{C}$  ниже температуры 13 К. Обнаружены доменные двойниковые границы в плоскостях типа  $\{110\}$ , обусловленные магнитоупругими напряжениями.

PACS: 75.50.Ee, 75.60.Ch

Синтезированное менее 10 лет назад семейство борокарбидов  $\text{RNi}_2\text{B}_2\text{C}$ , где R – редкоземельный ион, привлекло внимание благодаря уникальной возможности иметь различные сочетания электрических и магнитных свойств, меняя редкоземельные ионы [1]. Особый интерес представляет конкуренция магнитного упорядочения и сверхпроводящего состояния при низких температурах. По мере усиления “магнитности” редкоземельного иона (роста фактора Де-Жена [1]) в ряду для R = Lu, Tm, Er, Ho, Dy, Tb, Gd температура сверхпроводящего перехода ( $T_C$ ) падает от 16 К для  $\text{LuNi}_2\text{B}_2\text{C}$  до 0 К для  $\text{TbNi}_2\text{B}_2\text{C}$  и  $\text{GdNi}_2\text{B}_2\text{C}$ , в то время как температура антиферромагнитного перехода ( $T_N$  – температура Нееля) растет от 0 К для  $\text{LuNi}_2\text{B}_2\text{C}$  до 15 К для  $\text{TbNi}_2\text{B}_2\text{C}$  и до 20 К для  $\text{GdNi}_2\text{B}_2\text{C}$  [1]. Кроме того, в  $\text{TbNi}_2\text{B}_2\text{C}$  обнаружена анизотропия намагниченности в базисной плоскости (перпендикулярной оси  $c$ -[001]), а при температурах ниже 8 К в этом соединении предполагается существование слабого ферромагнетизма [2]. Наблюдались особенности магнитных свойств в сверхпроводящем состоянии, обусловленные антиферромагнитными переходами при  $T_N = 6$  и 5 К для  $\text{ErNi}_2\text{B}_2\text{C}$  и  $\text{HoNi}_2\text{B}_2\text{C}$  [3, 4], соответственно. Недавно методом декорирования обнаружены вихревые структуры в  $\text{ErNi}_2\text{B}_2\text{C}$ , которые интерпретируются как результат пиннинга вихрей вдоль границ антиферромагнитных доменов (110) или  $(1\bar{1}0)$  на плоскости наблюдения (001) [5]. В настоящей работе предпринята попытка наблюдать доменную структуру в нормальном (несверхпроводящем) состоянии в  $\text{TbNi}_2\text{B}_2\text{C}$  методом декорирования мельчайшими магнитными частичками [6].

Ранее техника декорирования успешно применялась для визуализации вихревой структуры в традиционных и высокотемпературных сверхпроводниках [6]. Ее сущность заключается в сегрегации магнитных частиц на поверхности сверхпроводника или магнетика в областях проникновения неоднородного магнитного потока. Последующая визуализация распределения магнитных частиц дает информацию о вихревой или доменной структуре. Высокое разрешение метода (лучше, чем 100 нм [7]) обеспечивается малым размером ( $\approx 10$  нм) частиц магнитного порошка, приготавливаемого непосредственно в низкотемпературном эксперименте при испарении магнитного материала, в нашем случае железа, в атмосфере буферного газа – гелия при низком давлении  $\approx 10^{-2}$  Торр.

Исследовалась исходная ростовая поверхность (001) монокристалла  $\text{TbNi}_2\text{B}_2\text{C}$  с размерами  $\approx 3 \times 5$  мм<sup>2</sup> и толщиной  $\approx 0.5$  мм. Кристаллы выращивались из расплава  $\text{Ni}_2\text{B}$ , как описано в [8]. Эксперименты проводились в режиме замороженного потока в магнитном поле ( $\approx 20$  или  $\approx 200$  Э параллельном оси  $c$ -[001]). Температура образца контролировалась термометром сопротивления, расположенным на массивном медном основании рядом с держателем образца. Образец охлаждался в магнитном поле до температуры 4.2 К, которая возрастала в процессе декорирования до 7–8 К. Образцы могли быть подогреты до температуры 15–20 К нагревателем, используемым при декорировании магнитными частицами путем подачи на вольфрамовый испаритель малой мощности, недостаточной для испарения Fe. Для контроля процесса декорирования в качестве “свидетеля” использовались монокристаллы  $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$ , расположенные непосредственно рядом с исследуемым монокристаллом  $\text{TbNi}_2\text{B}_2\text{C}$ . Образцы

<sup>1)</sup>e-mail: vinnik@issp.ac.ru<sup>2)</sup>J. Anderegg, S. L. Bud'ko, P. C. Canfield, V. G. Kogan

после декорирования исследовались в сканирующем электронном микроскопе.

На рис.1а показана типичная картина магнитной структуры на поверхности (001), выявляемая декорированием. Светлые полосы шириной около 1 мк в направлении  $\langle 110 \rangle$  с периодичностью несколько микрон без видимых искажений пересекают ступеньку на поверхности монокристалла  $TbNi_2B_2C$ . То, что контраст на рис.1а образуется малыми магнитными частицами (светлые точки), ясно видно на рис.1б при большем увеличении. Кроме того, такие картины никогда не наблюдались на исходных (до декорирования) образцах. Светлые полосы на большей части поверхности кристалла (001) наблюдались по обоим направлениям  $\langle 110 \rangle$ , однако на малом участке образца наблюдались более сложные структуры (рис.1с), где наряду с основной системой полос по  $\langle 110 \rangle$  видна более тонкая структура в направлениях, близких к  $\langle 100 \rangle$ . Указанные структуры наблюдались при температурах ниже 13 К. На рис.2а видно, что при температуре образца  $TbNi_2B_2C$  13 К контраст, создаваемый магнитными частичками, практически исчезает (частички распределены однородно), в то время как на расположенном по соседству “контрольном” монокристалле  $YNi_2B_2C$  с  $T_C = 15$  К отчетливо видна вихревая структура. Этот результат показывает, что отсутствие контраста на рис.2а не связано с неблагоприятными условиями эксперимента, и можно утверждать, что наблюдаемые на рис.1, 2а картины отражают структуру магнитного потока в  $TbNi_2B_2C$ .

Поскольку температурный интервал, в котором обнаружены макроскопические особенности магнитной структуры, совпадает с областью существования антиферромагнитного состояния для  $TbNi_2B_2C$  [1], естественно связать наблюдаемые картины с проявлением доменной структуры. Однако необходимо понять, откуда на границах антиферромагнитных доменов возникает нормальная компонента градиента магнитного потока, необходимая для возможности их визуализации методикой декорирования, а также понять причину появления самих доменов. Такой причиной могут служить магнитоупругие (магнитоэлектрические) напряжения, возникающие ниже точки  $T_N$  и переводящие исходную тетрагональную структуру в орторомбическую в  $TbNi_2B_2C$  [10]. Согласно [10], степень орторомбичности растет с понижением температуры и достигает  $a/b - 1 = 0.55\%$  при температуре 8.6 К. Таким образом, можно предположить, что в монокристалле  $TbNi_2B_2C$  при  $T < T_N$  образуется двойниковая структура аналогично тому, как это наблюдается в  $YBCO$  [9]. Согласно [12], на-

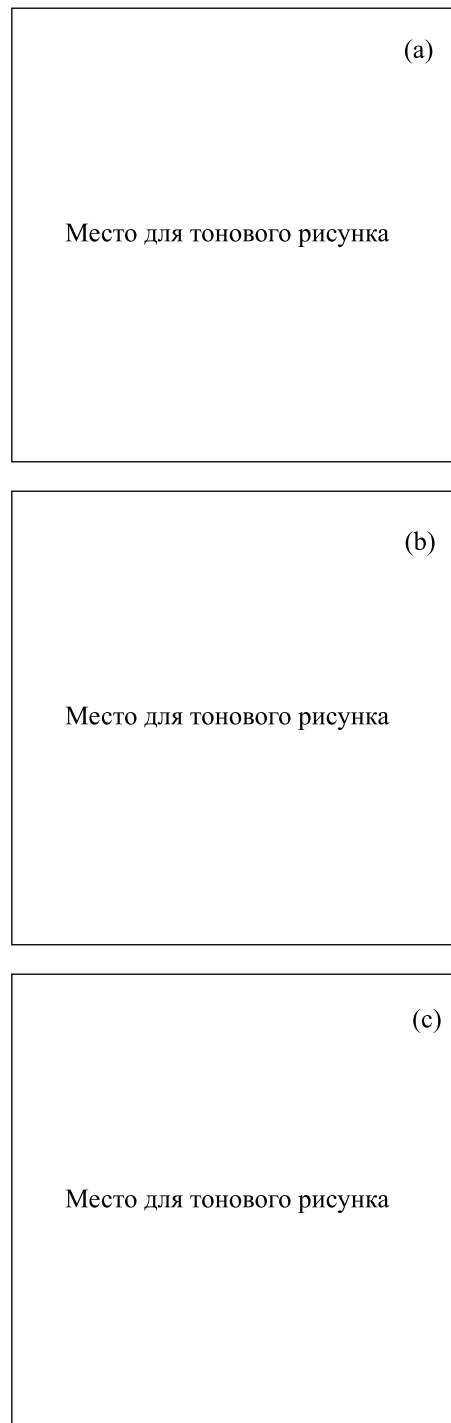


Рис.1. (а) – Типичная картина декорирования монокристалла  $TbNi_2B_2C$  на плоскости (001) в магнитном поле 190 Э при температуре 8.5 К; (б) – увеличенная центральная часть рисунка (а); (с) – участок образца с более сложной структурой

правление вектора кристаллографической дисторсии по  $[010]$  и вектора магнитного момента по  $[100]$  диктуют ориентацию двойниковых и доменных границ

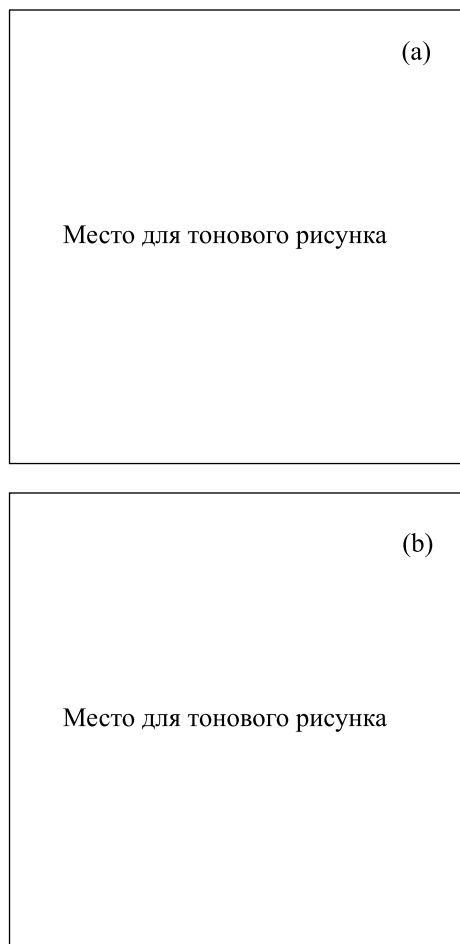


Рис. 2. Картина декорирования в одном и том же эксперименте для (а) –  $TbNi_2B_2C$  и (б) –  $YNi_2B_2C$  монокристаллов на плоскости (001) в магнитном поле  $18 \text{ Э}$  при температуре  $12.7 \text{ К}$

вдоль плоскостей (110) или  $(1\bar{1}0)$ . Экспериментальные данные в целом (рис.1а) соответствуют такой кристаллогеометрии, хотя и не объясняют некоторых особенностей доменной структуры (рис.1с). Появление кристаллографической двойниковой границы в плоскостях (110) или  $(1\bar{1}0)$  из-за разницы параметров решетки  $a$  и  $b$  само по себе не может приводить к появлению магнитного контраста. Последний возникает из-за существования градиента нормальной компоненты магнитной индукции у поверхности (001) образца, что и фиксирует метод декорирования. Можно предположить, что наблюдаемые границы представляют собой блоховскую доменную стенку, разделяющую антиферромагнитные домены с взаимно перпендикулярными направлениями продольно поляризованной волны спиновой плотности по  $\langle 100 \rangle$  в базисной плоскости (001) [11] для интервала температур  $8\text{--}15 \text{ К}$ . При температурах ниже  $8 \text{ К}$  такие стенки могут

служить границами доменов со слабым ферромагнетизмом. Магнитный контраст, который при этом возникает, по-видимому, обусловлен доменной границей с нескомпенсированным магнитным моментом вдоль оси  $c$ , хотя микроскопическая причина его появления пока не представляется вполне ясной.

Согласно нейтронографическим данным [11] магнитные структуры в  $TbNi_2B_2C$  и  $ErNi_2B_2C$  похожи, так как имеют одинаковое направление вектора волны спиновой плотности по направлению [100] и кристаллической дисторсии по [010] – направлению в базисной плоскости при магнитоупругом превращении тетрагональной структуры в орторомбическую [12]. Этим обстоятельством можно объяснить кристаллографическое подобие наблюдаемой в  $TbNi_2B_2C$  доменной структуры и структуры магнитного потока в  $ErNi_2B_2C$  [5], что свидетельствует в пользу предлагаемой интерпретации о природе возникновения доменных границ.

Авторы выражают благодарность Д. Финеморе и Д. Остенсону за помощь в работе, Л.Я.В благодарен В.И.Никитенко и В.А.Тулину за полезное обсуждение, В.В.Рязанову и Ф.Л.Баркову за замечания, сделанные при прочтении рукописи. Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант # 02-02-16760), Министерства Науки РФ (грант # 40.012.1.11.46), и гранта NATO (# PST.SLG.978513).

1. K.-H. Müller, G. Fuchs, S.-L. Drechsler, and V.N. Narozhnyi, *Magnetic and Superconducting Properties of Rare Earth Borocarbides of the Type  $RNi_2B_2C$* , vol. 14 of Handbook of Magnetic Materials, Elsevier Science, North-Holland, 2002, Ed. K. H. J. Buschow.
2. B.K. Cho, P.C. Canfield, and D.C. Johnston, *Phys. Rev.* **B53**, 8499 (1996).
3. C.D. Dewhurst, R.A. Doyle, E. Zeldov, and D. McK. Paul, *Phys. Rev. Lett.* **82**, 827 (1999).
4. C.D. Dewhurst, R.A. Doyle, Y. Paltiel et al., *Phys. Rev. Lett.* **63**, 060501 (2000).
5. N. Saha, R. Surdeanu, M. Marchevsky et al., *Phys. Rev.* **B63**, 502 (2000).
6. L. Ya. Vinnikov, I. V. Grigor'eva, and L. A. Gurevich, *The Real Structure of high-Tc Superconductors*, vol. 23 of Springer Series in Materials Science, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, Ed. V. Sh. Shekhtman, 1993, p. 89
7. L. Ya. Vinnikov, T. L. Barkov, P. C. Canfield et al., *Phys. Rev.* **B64** 220508(R).
8. M. Xu, P. Canfield, J. Ostenson et al., *Physica* **C227**, 321 (1994).

9. L. Ya. Vinnikov, L. A. Gurevich, G. A. Emelchenko, and Yu. A. Ossipyan, *Solid State Commun.* **67**, 421 (1988).
10. C. Song, Z. Islam, L. Lottermoser et al., *Phys. Rev.* **B60**, 6223 (1999).
11. J. W. Lynn, S. Skanthakumar, Q. Huang et al., *Phys. Rev.* **B55**, 6584 (1997).
12. A. Kreyssig, A. Schneiwind, M. Lowenhaupt et al., *Rare Earth Transition Metal Borocarbides (Nitrides): Superconducting, Magnetic and Normal State Properties*, vol. **14** of NATO Science (Kluwer Acad. Publ., Dordrecht, 2001, Eds. K.-H. Müller and V.N. Narozhnyi).