Úřad pro vynálezy a objevy
113 46 PRAHA 1, Václavské nám. č. 19

1x Pičman – knihovna
1x Živeh – SSSR

INFORMACE NÁVRH PŘÍKAZ *)

pro ředitele odboru 32, Ing. Paulíka

Č. spisu PO 43-86	Stupeň utajení	Datum 17.9.91
Č. úkolu Termín splnění	Útvar odd. 225 Vypracoval Louda 0. kovdan. 450	
Věc předání popisů k diplomu č. 59	Vedoucí Ing. Hošková útvar	
Vnitřně projednáno s útvary Externě projednáno s kým		

*) Nehodící se škrtněte!

Ve smyslu usnesení porady vedení FÚV ze dne 22.8.1991 /viz bod 3.3.4 materiálu projednaného touto poradou/ v příloze předkládám ve dvou vyhotoveních xerokopii popisu objevu, na který byl dne 23.4.1991 udělen diplom č. 59.

Jedna z kopií je určena pro zařazení do sbírky popisů objevů k presenčnímu studiu /do doby vydání popisu tiskem/, druhá k předání St. patentovému úřadu SSSR.

Pro úplnost závěrem sděluji, že popis byl již předán odboru 210 k zajištění jeho vytištění.

ředitel odboru 220
Ing. Jiří Krčmář

23 září 1991 /2143/K.

St 02 - 9994 75

POPIS OBJEVU
K DIPLOMU ČÍS. 59

Přihlášeno: 01 08 86 /PO 43-86/

Právo přednosti od 16 08 72

Zveřejněno: Physica status solidi/a/, 12. 1972, 539

Uděleno:

Vydáno:

MDT

Autor objevu: LIBOVICKÝ STANISLAV RNDr. CSc., PRAHA

Název objevu: Prostorové otisky feromagnetických domén

Předmět objevu:

1. Jev spočívající v prostorovém otisknutí feromagnetick domén do rozpadové struktury slitin železa s křemíkem

2. Vlastnost oxidické vrstvy na povrchu vzorku s otisknu mi feromagnetickými doménami podle bodu 1, spočívajíc v odlišném stáčení roviny polarizace odraženého světl které dopadlo na místa otisků feromagnetických domén odlišným původním směrem magnetizace.

Předkládaný objev vznikl na styku dvou vědních oborů, magnetizmu a fyzikální metalurgie. Byl prvně popsán ve vědecké práci: S. Libovický, Spatial Replica of Ferromagnetic Domains in Iron-Silicon Alloys, phys. stat. sol. (a) 12, 1972, s. 539.

Před tím bylo známo, že tuhý roztok železa s křemíkem se při obsahu křemíku v jistých mezích a při jistých teplotách eutektoidně rozpadá. Oblast tohoto rozpadu ve stavovém diagramu určil H. Warlimont (Z. Metallk. 59, 1969, s. 595). V téže vědecké práci Warlimont publikoval zjištění, že během rozpadu se v matrici s mřížkou B_2 tvoří destičky fáze s mřížkou DO_3. Podle Warlimontova zjištění dochází k tvorbě těchto destiček ve vzorcích o takových obsazích křemíku a při takových teplotách, že ve stavovém diagramu parametry těchto vzorků leží v oblasti pod čarou, jež má přibližně tvar paraboly a jejíž vrchol leží v místě odpovídajícím 13 at.% křemíku a teplotě 700°C. Podle teorie P. Schwellingera, H. J. Leamyho a H. Warlimonta (Acta Metall. 19, 1971, s. 421) mohou být vznikající destičky fáze DO_3 kolmé na směry tří kubických os typu $<100>$.

Předmětem prvního bodu definice objevu je stanovení, že tvorba destiček fáze s mřížkou DO_3 může být ovlivněna magnetizací existující v daném místě při jejich tvorbě, a to tak, že je zčásti nebo úplně potlačena tvorba těch destiček, které jsou kolmé na směr magnetizace. Bylo stanoveno, že k tomuto jevu dochází tehdy, když je slitina ve feromagnetickém stavu. Podmínkou potlačení tvorby destiček při rozpadu původně homogenní slitiny je žíhání vzorků při teplotě, která je nižší než Curieova teplota odpovídající slitiny. Protože k rozpadu slitiny je třeba difuse, nesmí teplota žíhání být příliš nízká, aby k rozpadu a k tvorbě destiček došlo v reálném čase.

Velikost vytvořených destiček fáze DO_3 a vzdálenost sousedních destiček jsou závislé na obsahu křemíku ve slitině vzorku a na teplotě a době žíhání vzorku. Na obr. 1 jsou snímky povrchu vzorku slitiny o složení Fe-13,7 at.% Si, pořízené optickým mikroskopem. Vzorek byl homogenizován žíháním při teplotě 1000°C ve vyčerpané a zatavené ampuli z křemenného skla po dobu 2 hodin. Pak byla ampule se vzorkem ochlazena na teplotu 680°C a žíhána při této teplotě 17 hodin. Po žíhání byla ampule se vzorkem na vzduchu ochlazena na pokojovou teplotu. Pak byl povrch vzorku broušen pomocí metalografických papírů, chemicky vyleštěn a anodicky leptán v 50 % vodném roztoku CrO_3 při napětí 1,5 V po dobu 30 minut. Teplota 680°C je vyšší než je příslušná Curieova teplota a proto jsou na vzorku vidět naleptané destičky všech tří možných systémů, kolmé na směry typu $<100>$. Destičky dvou systémů jsou kolmé k povrchu a jsou tedy vidět v řezu, destičky třetího systému jsou přibližně rovnoběžné s povrchem vzorku a jsou patrny jako světlejší místa. (*Poznámka:* Křivé tmavé čáry na obr. 1 jsou naleptané průsečíky antifázových hranic typu B_2 s povrchem a s předmětem tohoto objevu nesouvisejí. Objev možnosti zviditelňovat antifázové domény leptáním byl publikován ve vědecké práci: S. Libovický, Antiphase Domain Boundaries, phys. stat. sol. 20, 1967, s. K85.)

Na obr. 2 jsou snímky povrchu vzorku zpracovaného obdobně jako vzorek na obr. 1, opět pořízené optickým mikroskopem. V tomto případě se ale jedná o vzorek slitiny o složení Fe-11,7 at.% Si, žíhaný při 630°C. Vzniklé destičky jsou řidší než destičky na obr. 1. Teplota vzorku při žíhání byla pod Curieovou teplotou a proto na obr. 2a jsou vidět destičky pouze dvou systémů, jedny rovnoběžné s povrchem, druhé kolmé. Na obr. 2b je snímek místa blízkého místu na obr. 2a, ale destičky rovnoběžné s povrchem se nepozorují. Zato jsou vidět dva systémy destiček kolmých k povrchu vzorku. Řezy destičkami jednoho systému jsou svislé, druhého vodorovné. Na obr. 3 je snímek pořízený transmisním elektronovým mikroskopem v tmavém poli. Jedná se o snímek tenké fólie pořízené ze vzorku slitiny o složení Fe-12,5 at.% Si, žíhaného 70 hodin při teplotě 580°C. V místech, která se na snímku zdají být rozmazána, jsou destičky rovnoběžné s fólií. Svislé a vodorovné čáry jsou průsečíky destiček kolmých k fólii s jejím povrchem. Vodorovných čar je méně, tvorba destiček odpovídajícího systému byla v tomto místě vzorku částečně potlačena.

První bod definice objevu dále stanoví, že při žíhání se mohou do rozpadové struktury, popsané v předchozích odstavcích, prostorově otisknout feromagnetické domény, které byly přítomny ve vzorku v průběhu rozpadu tuhého roztoku. Přehlednou monografií o feromagnetických doménách je například kniha: D. J. Craik a R. S. Tebble, Ferromagnetism and Ferromagnetic Domains, North-Holland Publ. Co., Amsterdam 1965.

Jak je známo, v těch slitinách železa s křemíkem, které mají mřížku kubickou prostorově středěnou, jsou směry snadné magnetizace rovnoběžné s kubickými osami typu $<100>$. To znamená, že směr magnetizace v jednotlivých feromagnetických doménách může být rovnoběžným s jedním z těchto směrů. Za vhodných podmínek žíhání může proto při rozpadu tuhého roztoku být v každé jednotlivé doméně potlačena tvorba destiček jednoho ze tří možných systémů. Takto se do rozpadové struktury prostorově otiskne feromagnetická doménová struktura a zůstane v ní otištěna i po ochlazení vzorku na pokojovou teplotu. Studiem rozpadové struktury je pak možno úplně určit tvar původních feromagnetických domén a také původní směr magnetizace v jednotlivých doménách v době žíhání vzorku.

Oblasti s rozlišnou rozpadovou strukturou, odpovídající jednoznačně původním feromagnetickým doménám, je možno zviditelnit různými metodami.

Při výše popsaném anodickém leptání vzorku s otisknutými doménami se různě hrubě naleptají oblasti odpovídající rozlišným původním feromagnetickým doménám. To je vidět na obr. 4, kde je optický snímek povrchu vzorku o složení Fe-12,8 at.% Si, jenž byl žíhán 70 hodin při teplotě 560°C. Po žíhání byl povrch vzorku chemicky vyleštěn a elektrolyticky naleptán. Na většině snímku jsou oblasti, odpovídající doménám, ve kterých byl směr magnetizace kolmý k povrchu vzorku. Nepravidelně ohraničené a tmavší oblasti na snímku odpovídají doménám, ve kterých byl směr magnetizace v době žíhání

rovnoběžný s povrchem vzorku (na snímku přibližně svislý). Poměrně tenké čáry na tomto snímku jsou naleptané průsečíky tak zvaných stoosmdesátistupňových doménových stěn s povrchem vzorku.

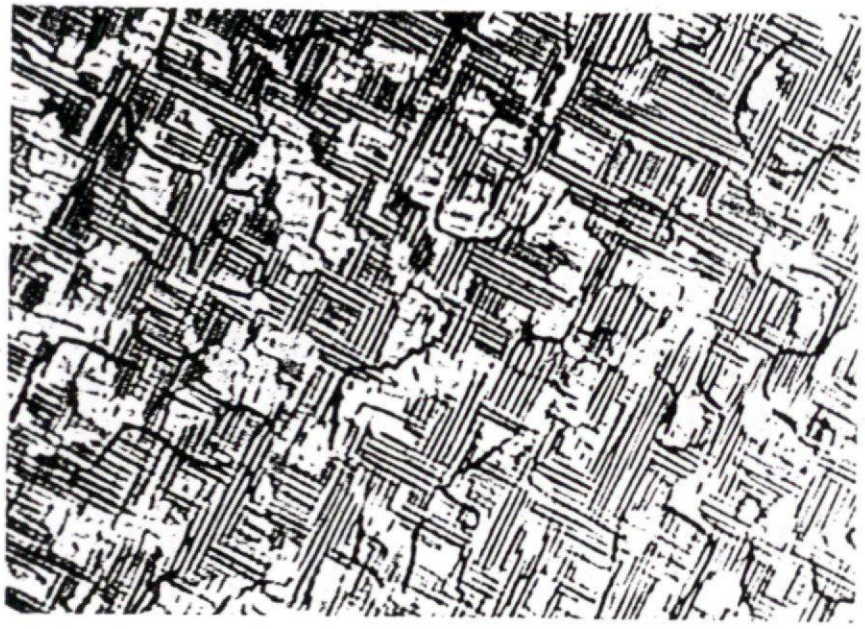
Bylo zjištěno, že nejlépe se morfologie doménové struktury studuje ve vzorcích, ve kterých se vytvořily destičky rozpadové struktury o velikosti přibližně takové, jakou mají na obr. 3.

V bodu 2 definice objevu je stanovena vlastnost oxidické vrstvy, vytvořené na povrchu vzorku, ve kterém se prostorově otiskly feromagnetické domény. Tato vlastnost umožňuje dobré pozorování feromagnetické doménové struktury.

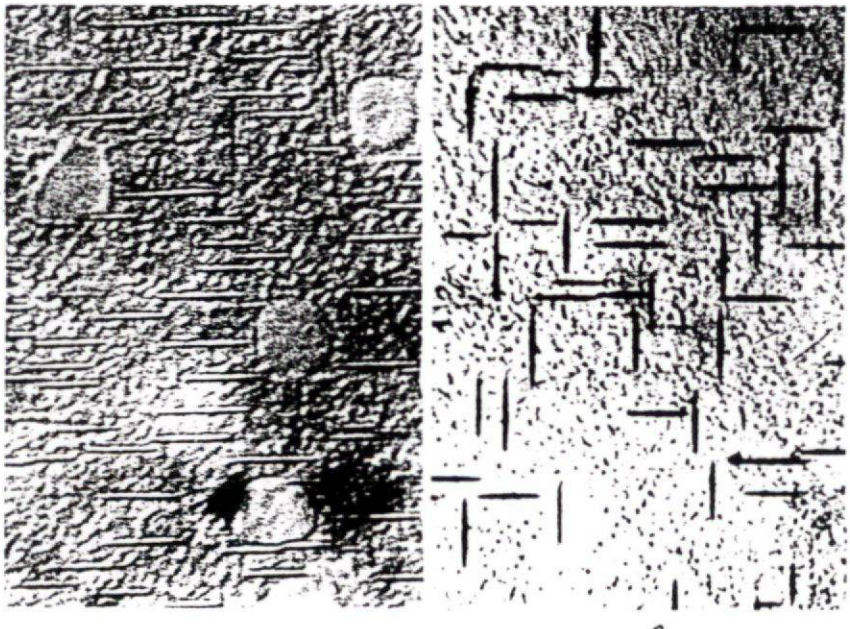
Bylo stanoveno, že oxidická vrstva vznikající při výše popsaném anodickém leptání povrchu vzorku stáčí různým způsobem odražené polarizované světlo, které dopadlo na vzorek v místech otisků feromagnetických domén s různým původním směrem magnetizace. Na obr. 5 jsou snímky, pořízené optickým mikroskopem z jednoho téhož místa vzorku slitiny o složení Fe-12,5 at.% Si, žíhaného 70 hodin při teplotě 580°C. Při pozorování a snímkování bylo použito monochromatického světla. Na obr. 5a je snímek pořízený v nepolarizovaném světle - je to obdoba snímku na obr. 4. Při pořizování snímku 5b dopadalo na vzorek polarizované světlo tak, že rovina polarizace svírala s krystalografickým směrem [100] úhel 45°, a při tom polarizátor a analyzátor byly zkříženy. Při natáčení polarizátoru na jednu nebo druhou stranu se měnil kontrast jednotlivých oblastí, odpovídajících příslušným doménám. To je patrno na obrázcích 5c a 5d, na kterých jsou snímky povrchu vzorku po natočení polarizátoru o úhly +3° a -3°.

Feromagnetická doménová struktura přítomná v nějakém vzorku se z důvodu snížení energie samovolně změní při jakékoli změně tvaru vzorku, i když vorek jinak nebyl ovlivněn. Není tedy možno žádným způsobem zjistit vnitřní feromagnetickou doménovou strukturu metodami založenými na pozorování povrchu, neboť pro použití takové metody by vždy bylo třeba změnit tvar vzorku jeho rozříznutím nebo odbroušením. Doménovou strukturu uvnitř vzorků neprůhledných pro viditelné světlo bylo zatím možno pozorovat pouze metodami založenými na prozařování, například elektrony, neutrony či rentgenovými paprsky. Metody prozařovací rentgenové topografie jsou omezeny na vzorky o tloušťce maximálně asi 100 μm, metody transmisní elektronové mikroskopie na tloušťky asi 1 μm. Při neutronové difrakci lze použít ke studiu vzorky tlustší, ale rozlišení je velice špatné. Objev prostorových otisků feromagnetických domén umožnil vypracovat metodu zcela odlišnou od předchozích metod, která umožňuje rekonstrukci a studium vnitřní feromagnetické doménové struktury ve vzorcích libovolně velkých. Tak bylo možno vůbec prvně spatřit, jak vypadá feromagnetická doménová struktura uvnitř kovového vzorku. Na obr. 6 je snímek většího okolí místa ukázaného na obr. 5. Tento snímek jednak potvrdil teoretické předpoklady o doménové struktuře publikované například F. Vicenou (Czech. J. Phys. B5, 1955, s. 492), jednak ukázal dříve neznámé a nepředpokládané jevy, jako je například vybočování a rozšiřování stoosmdesátistupňových stěn.

LÍBOVICKÝ

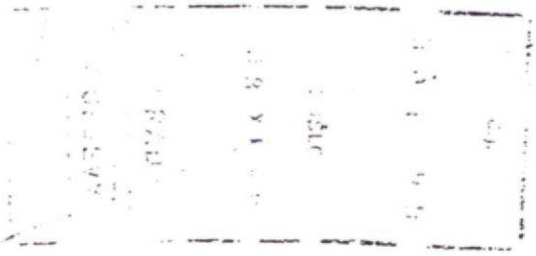


Obr. 1.

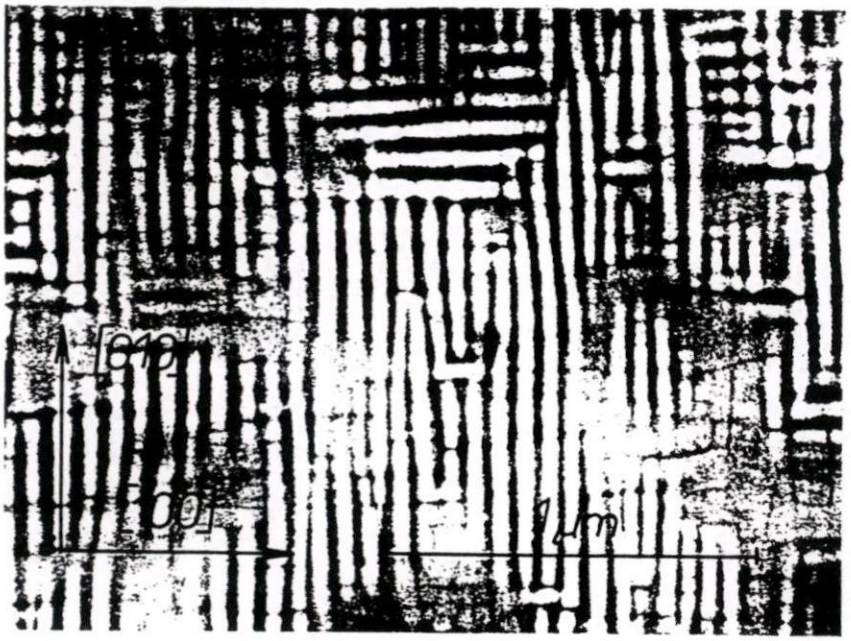


a. b.

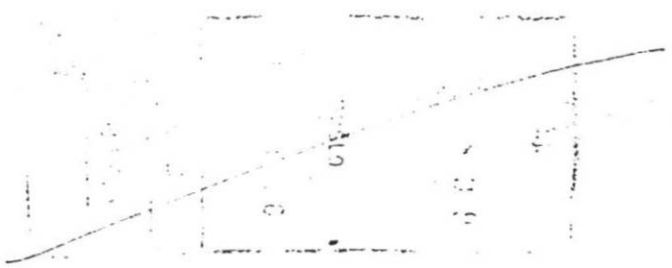
Obr. 2.



~~LIBOVICKÝ~~



Obr. 3



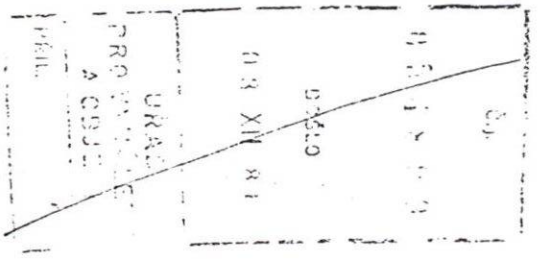
PG 43 - PC

LIBOVICKÝ



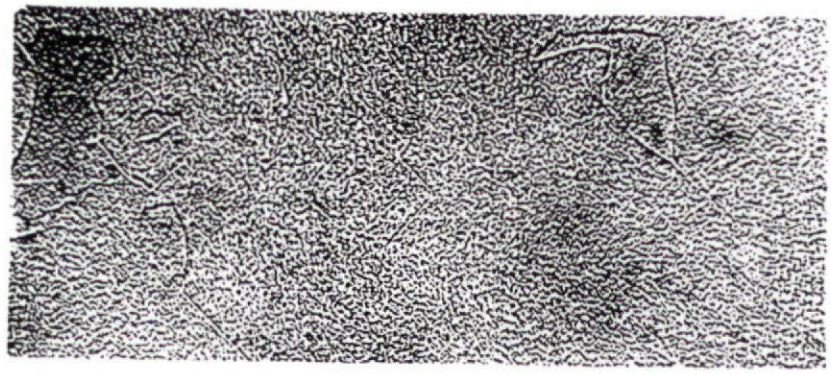
100 µm

Obr. 4

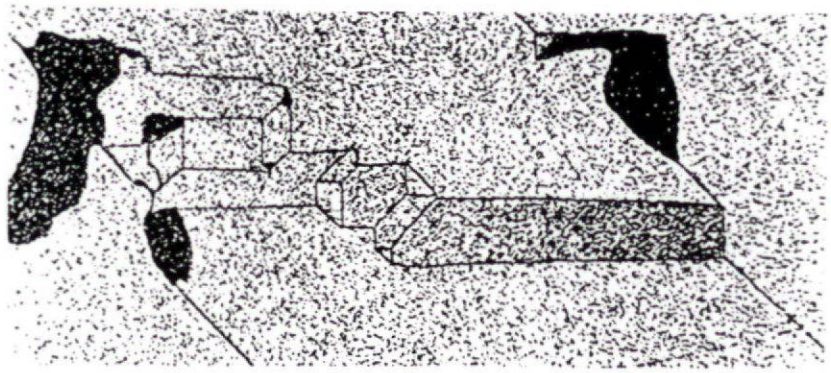


Pc 43—86

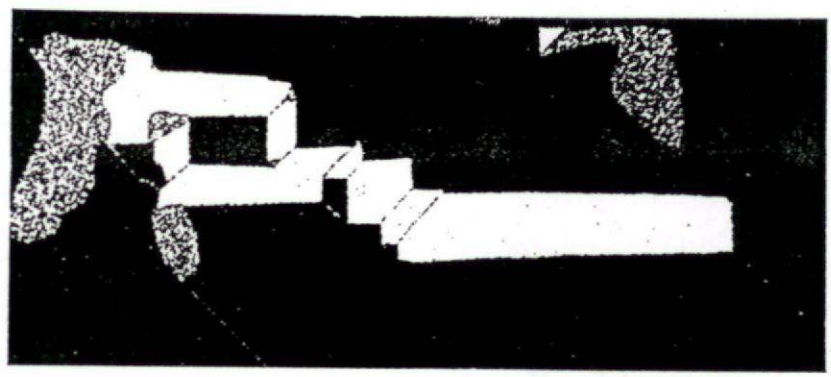
LIBO. VICKÝ



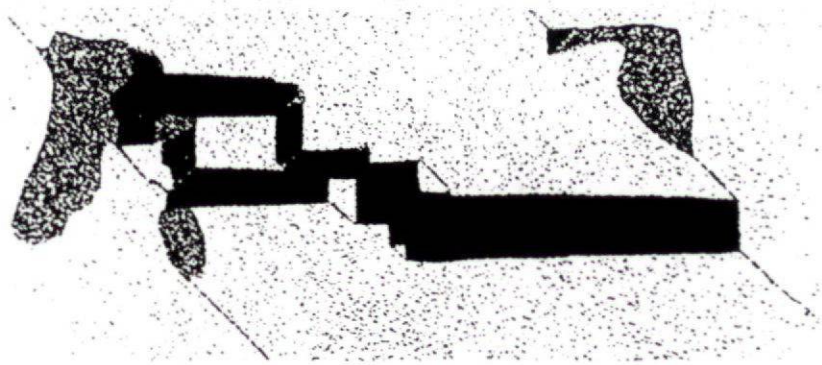
a.



b.



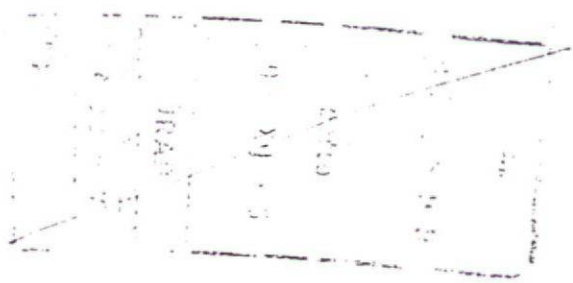
c.



d.

Obr. 5.

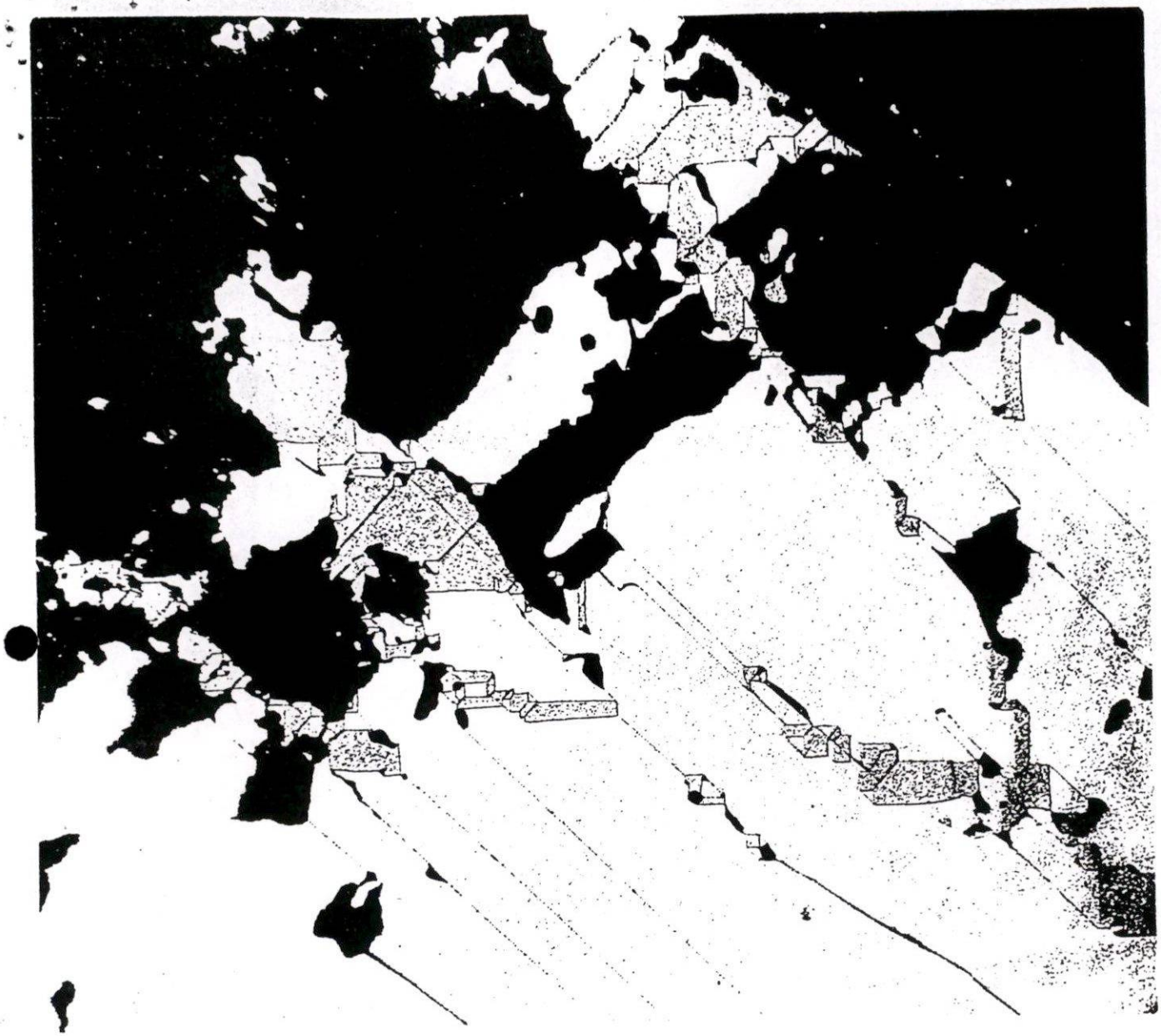
100 μm



Fuchs

PO 47 - 16

LIBOVICKÝ



100 µm

~~Obr. 4~~

Obr. 6.

-Po 47-56-