

Тверской государственный университет

На правах рукописи

ГРЕЧИШКИН Ростислав Михайлович

**ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА ФЕРРОМАГНИТНЫХ СПЛАВОВ
ГЕЙСЛЕРА И РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИХ
СОЕДИНЕНИЙ В ОБЛАСТИ МАГНИТНЫХ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ**

01.04.11 – Физика магнитных явлений

Диссертация
на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук

Научные консультанты:
доктор физ.-мат. наук,
профессор Малышкина О.В.
доктор физ.-мат. наук,
профессор Шавров В.Г.

Тверь 2016

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	5
Глава 1. ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА, МАГНИТНЫЙ ГИСТЕРЕЗИС И ФАЗОВЫЕ ПЕРЕХОДЫ В ВЫСОКОАНИЗОТРОПНЫХ МАГНЕТИКАХ (обзор литературы).....	12
1.1. Мартенситные превращения, структура и магнитные свойства ферромагнетиков с памятью формы	12
1.1.1. Мартенситные превращения и эффект памяти формы.....	12
1.1.2. Термоупругие и нетермоупругие мартенситные превращения	15
1.1.3. Эффект памяти формы	18
1.1.4. Кристаллическая структура Сплавов Гейслера	21
1.1.5. Магнитные свойства	25
1.1.6. Магнитодеформация при мартенситном переходе	40
1.2. Доменная структура при ориентационных переходах	47
Глава 2. МЕТОДОЛОГИЯ МАГНИТООПТИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ	52
2.1 Магнитные измерения	52
2.1.1. Холловский магнитометр.....	52
2.1.2. Генератор импульсного магнитного поля.....	54
2.1.3. Магнитооптический гистериограф	54
2.1.4. Терромагнитный анализ	56
2.1.5. Оценка текстуры и осей легкого намагничивания.	65
2.2. Цифровая обработка изображений доменной структуры.	68
2.2.1. Анализ магнитооптической схемы	68
2.2.2. Магнитооптический контраст	74
2.2.3. Цифровая регистрация и дифференциальный алгоритм поляризационно-оптических изображений.....	76
2.2.4. Влияние двулучепреломления.....	83
2.2.5. Наблюдение доменной структуры при повышенных температурах	85
2.3. Визуализация распределений магнитного поля с помощью магнитооптических индикаторных плёнок.....	87

2.3.1. Магнитные свойства эпитаксиальных плёнок ферритов-гранатов	88
2.3.2. Кривые намагничивания феррит-гранатовых эпитаксиальных монокристаллических плёнок.....	93
2.3.2.1. Одноосные плёнки	94
2.3.2.2. Кривые намагничивания квазизотропных ("планарных") плёнок	96
2.3.2.3. Сравнительный анализ одноосных и планарных МОИП...	99
2.3.2.4. Собственная доменная структура планарных плёнок	103
2.3.2.5. Магнитооптические индикаторные плёнки из соединений редкоземельных элементов с металлами группы железа	105
Глава 3. ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ $DyCo_{5,2}$, $TbCo_{5,1}$ И Sm_2Fe_{17} С ПЛОСКОСТНОЙ МАГНИТНОЙ АНИЗОТРОПИЕЙ.....	108
3.1. Характеристика исследуемых образцов	108
3.2. Влияние спиновой переориентации на доменную структуру	109
3.3. Эффект одноосной наведенной магнитокристаллической анизотропии	118
3.4. Спиновая переориентация лёгкая плоскость – лёгкая ось в интерметаллическом соединении Sm_2Fe_{17}	124
Глава 4. МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА И СТРУКТУРА МОНО-, ПОЛИ- И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ ГЕЙСЛЕРА	135
4.1 Методика получения образцов	135
4.1.1. Поликристаллические слитки сплавов Гейслера	135
4.1.2. Монокристаллы сплавов Гейслера.....	136
4.1.3. Быстроакалённые ленты	138
4.2. Терромагнитный анализ	138
4.3. Тепловой эффект Баркгаузена	147
4.4. Мартенситная структура и рельеф поверхности	149
4.5. Наблюдение локальных деформаций	154
4.6. Абсорбция и десорбция жидкости при прямом и обратном мартенситном превращениях.....	156
4.7. Поляризационно-оптические наблюдения.....	161
4.8. Мартенситная доменная структура моно- и поликристаллов.....	164
4.9. Магнитная доменная структура моно- и поликристаллов	168

4.10. Быстроакалённые ленты и тонкие плёнки.....	171
4.11. Модель взаимосвязанной мартенситной и магнитной доменной структуре	176
Глава 5. ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ.....	179
5.1. Термоуправляемые постоянные магниты на основе квазибинарных сплавов $GdCo_{5-x}Cu_x$	179
5.1.1. Магнитные свойства	179
5.1.2. Датчик температуры на основе Gd-Co-Cu	184
5.2. Материалы со спиновой переориентацией	185
5.3. Стробоскопический метод неразрушающего контроля	190
5.4. Магнитооптическая дефектоскопия	196
5.5. Магнитооптический контроль миниатюрных постоянных магнитов....	197
Заключение и выводы.....	207
Публикации по теме диссертации.....	210
Список литературы	217

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы. Возможность обратимого управления свойствами некоторых веществ с помощью температурных воздействий, механического напряжения, электрического и магнитного полей позволяет выделить их в отдельный класс функциональных ферроидных материалов. Особый интерес с точки зрения возможностей практического применения представляют собой ферромагнетики, обнаруживающие эффекты памяти формы и сверхупругости (сверхпластичности) и допускающие управление этими эффектами с помощью магнитного поля [Васильев2003]. Уникальное сочетание целого ряда физических свойств подобных материалов позволяет получать принципиально новые материалы перспективные для использования в различных областях современной науки и техники [Buchelnikov2011; McCord2015; Kustov2015; Urs2016]. Указанные особенности магнитных ферроидных материалов повлекли за собой бурный поток публикаций по исследованию базового соединения – ферромагнитных сплавов Гейслера вида Ni_2MnGa и многочисленных вариантов композиций на его основе.

Несмотря на то, что магнитные ферроиды активно исследуются в течение последних 10–20 лет, существует ряд проблем, не нашедших удовлетворительного понимания и адекватного модельного описания. Это не позволило до настоящего времени реализовать в сколько-нибудь широком масштабе их промышленное производство.

Поиск путей совершенствования магнитных функциональных материалов с технически востребованными сочетаниями физических свойств связан с необходимостью глубокого понимания природы их фундаментальных констант и выявления взаимосвязи параметров микроструктуры со свойствами реальных материалов.

Изучение процессов формирования микро- и макроскопических свойств ферроидных материалов связано со значительными сложностями. Это в первую очередь обусловлено тем, что в магнитных ферроиках в качестве

взаимодействующих факторов выступают скоррелированные ансамбли структурных и ферромагнитных доменов. В экспериментальном плане это вынуждает вести поиск альтернативных прямых и косвенных достаточно простых в реализации экспериментальных методов исследования как структурных, так и магнитных процессов фазовых превращений их взаимного влияния и взаимодействия с дефектами кристаллической решетки. Однако, до последнего времени методы исследования доменной структуры находили лишь ограниченное применение в исследовательской практики. Это связано с тем, что, несмотря на сравнительно высокое развитие известных методик наблюдения доменной структуры, единого универсального метода не существует и для достижения поставленных целей необходимо сочетание разных методик и их адаптации и развитие применительно к практическим задачам.

Таким образом, создание нового комплементарного методологического подхода к исследованию магнитных и мартенситных доменных структур и микрораспределений полей рассеяния, является актуальным направлением как в научном, так и в практическом плане.

Целью исследований являлась разработка и практическая реализация новой комплементарной методологии определения и анализа механизмов эволюции мартенситной и магнитной доменной структуры при температурных воздействиях.

Для достижения этой цели были поставлены следующие основные задачи:

- разработать новый методологический подход для исследования микрораспределений магнитных полей рассеяния;
- получение уточненных экспериментальных данных о магнитной и мартенситной доменной структуре;
- развитие представлений о процессах взаимодействия скоррелированных между собой ансамблей структурных и мартенситных доменов;

- исследование существующих мартенситных и магнитных фазовых переходов в ферромагнитных сплавах Гейслера;
- изучение особенностей магнитной доменной структуры редкоземельных соединениях с переходными металлами;
- проведение анализа процессов перестройки доменной структуры в области точки компенсации двухподрешеточных ферримагнитных интерметаллидов.

Научная новизна результатов, составляющих содержание диссертации, заключается в следующем:

Создание и развитие новых подходов к реализации комплементарных методик по выявлению и исследованию магнитной и мартенситной доменной структуры, а также анализу магнитных свойств ферромагнитных сплавов Гейслера и редкоземельных интерметаллических соединений.

Для интерметаллических соединений с анизотропией «лёгкая плоскость» $DyCo_{5.2}$, $TbCo_{5.1}$ и Sm_2Fe_{17} получены новые экспериментальные данные о механизмах спин-ориентационного фазового перехода. Показано, что для соединений $DyCo_{5.2}$ и $TbCo_{5.1}$ данный переход является обратимым, тогда как азотирование в процессе нагрева соединений Sm_2Fe_{17} приводит к необратимости спин-ориентационного фазового перехода. Выявлены качественные особенности и проведен количественный анализ внутренних локальных микрораспределений магнитного поля доменной структуры данных соединений.

Впервые проведено комплексное исследование взаимосвязи магнитной и мартенситной структур образцов ферромагнитных сплавов Гейслера, на основании проведенных исследований:

- показано существование в области фазового перехода взаимодействий между мартенситными двойниками и магнитными доменами;
- выявлены условия взаимодействия границ мартенситных доменов с дефектами кристаллической структуры;

– проведен анализ и выявлены причины взаимосвязи мартенситных и магнитных доменов, заключающиеся в различии их внутренней структуры и существовании кооперированной модулированной сверхструктур.

Теоретическая и практическая значимость.

Показана возможность визуализации магнитных полей с использованием магнитооптических индикаторных пленок, позволяющая проводить как качественные, так и количественные оценки параметров полей рассеяния доменной структуры.

Предложена концепция термоуправляемых постоянных магнитов на основе двухподрешеточных ферромагнитных соединений. На основе данных соединений продемонстрирована возможность создания нового типа датчиков температуры.

Разработаны новые алгоритмы регистрации и обработки (сегментации) изображений доменной структуры магнетиков в поляризованном свете с помощью магнитооптических эффектов Керра и Фарадея, дающие широкие возможности для изучения и диагностики функциональных материалов и структур, включая устройства для магнитных микроэлектромеханических систем (МЭМС).

Осуществлена разработка и апробация термомагнитного способа формирования периодических микрораспределений магнитных полей в тонкопленочных постоянных магнитах с характерными размерами порядка 10 – 100 мкм.

Методология и методы исследования

В работе была развита методология комплементарного применения различных методов анализа микрораспределения магнитных полей и средств наблюдения доменной структуры, включающая оптическую просвечивающую и отражательную светлопольную, тёмнопольную и дифференциальную

поляризационную микроскопию; термомагнитный анализ, магнитометрию; цифровую регистрацию и обработку изображений.

Научные положения и результаты, выносимые на защиту:

1. Методология комплементарного подхода к наблюдению и исследованию микрораспределения магнитного поля открывает новые широкие возможности изучения магнитной и мартенситной доменной структуры и магнитных свойств функциональных материалов.
2. Магнитооптические индикаторные твердотельные пленки обеспечивают проведение качественного и количественного анализа микрораспределения магнитного поля.
3. В редкоземельных одноосных интерметаллических соединениях $DyCo_{5,2}$ и $TbCo_{5,1}$ со спонтанными спин-переориентационными переходами спонтанный переход из одноосной в угловую фазу происходит по схеме: лёгкая плоскость – угловая фаза – лёгкая ось.
4. Изменения мартенситной и магнитной доменных структур ферромагнитных сплавов Гейслера в области структурных и магнитных фазовых переходов осуществляются под влиянием дефектов кристаллической решётки и описываются идеализированной трёхмерной моделью кооперированной мартенситной и модулированной магнитной доменной сверхструктуры.
5. Редкоземельные соединения с температурно-зависимыми свойствами позволяют управлять как абсолютными значениями, так и направлениями магнитного потока в магнитных устройствах, для сенсорной техники и микро- и наноэлектромеханических систем.

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на: 6th European Magnetic Materials and Applications Conference EMMA'95, Austria, Wien, 1995; First International Workshop Simulation of Magnetization Processes, Wien, Austria, 1995; Magneto Optical Recording International Symposium MORIS'96; XIV Intern. Workshop on

Rare-Earth Magnets and Their Applic., Sao Paolo, Brazil, 1996; XII Международная конференция по постоянным магнитам, Сузdalь, 1997; XVI Международная школа-семинар "Новые магнитные материалы микроэлектроники", Москва, 1998; 7th European Magnetic Materials and Applications Conference «EMMA'98», Spain, Zaragoza, 1998; 5th International Symposium on Ferroic Domains and Mesoscopic Structures «ISDF-5», Pennsylvania, 1998; XVIII Международная школа-семинар "Новые магнитные материалы микроэлектроники", Москва, 2002; Международная конференция «Магниты и магнитные материалы» «MagMM 2006». Россия, Сузdalь, 2006; Intern. Conf. on Magnetism, Italy, Roma, 2003; Intern. Conf. "Functional Materials" "ICFM – 2003", Crimea, Partenit, 2003; 7th Intern. Workshop on New Approaches to High-Tech: NDT and Computer Simulations in Science and Engineering «NDTCS-2003», St.Petersburg, 2003; 5-th European magnetic sensors and actuators conference EMSA-2004. Cardiff University, UK, 2004; 18-th Workshop on high performance magnets and their applications. France, 2004; 3-й Московский Международный симпозиум по магнетизму «МИСМ-2005», Москва, 2005; Workshop on Magnetic Shape Memory Materials «MSMA-2005», Ascona, Switzerland; Международная конференция "Магниты и магнитные материалы", Сузdalь, 2006; NATO ASI School "Magnetic Nanostructures for Microelectromechanical Systems and Spintronic Applications", Catona, Calabria, Italy, 2006; XI International Workshop "Nondestructive Testing and Computer Simulations in Science and Engineering", Bayreuth, Germany, 2007; XIX Международная конференция "Материалы с особыми физическими свойствами и магнитные системы", Сузdalь, 2007; XVIII Всероссийская конференция по физике сегнетоэлектриков «ВКС- 18», С.-Петербург, 2008; Совместный Международный Симпозиум по магнетизму "JEMS-2008", Дублин, Ирландия, 2008; International Co-nference «Functional Materials and Nanotechnologies». Riga, Latvia, (2011, 2012, 2014) Tartu. Estonia (2013); IEEE International Magnetics Conference. Dresden. Germany. 2014.

Под руководством автора защищено 8 кандидатских диссертаций (Афанасьева Л.Е., Шипов А.В., Сошин С.С., Ильяшенко С.Е., Корпусов О.М., Залётов А.Б., Чигиринский С.А., Иванова А.И.).

Достоверность результатов диссертации обеспечивается проверкой теоретических положений экспериментальными исследованиями, корректной постановкой исследовательских задач, применением современных методов исследования и обработки экспериментальных результатов, апробацией на международных и всероссийских конференциях, публикациями основных результатов работы в рецензируемых центральных изданиях, использованием результатов работы на практике.

Публикации. Основное содержание диссертации отражено в 50 работах, опубликованных в российских и зарубежных изданиях, рекомендованных ВАК, и 6 патентах.

Личный вклад автора. Все изложенные в диссертации результаты получены автором лично, либо совместно с аспирантами при его определяющем участии в постановке задач, построении теоретических моделей, разработке методик измерений и проведении экспериментов.

Работа по теме диссертации проводилась в соответствии с тематическими планами НИР, в рамках ведомственной исследовательской программы «Развитие научного потенциала высшей школы» (РНП 2.1.1.3674, 2006-2008 гг.); Стратегической программы развития Тверского государственного университета «Университет – региону» (2011–2015 гг.); проекта РФФИ №14-07-00888а; проектной части государственного задания Министерства образования и науки РФ №11.1937-2014/К.

Структура и объем диссертационной работы. Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения и списка литературы, содержащего 169 наименования. Диссертация изложена на 234 страницах машинописного текста и содержит 139 рисунков.

Глава 1. ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА ФЕРРОМАГНИТНЫХ СПЛАВОВ ГЕЙСЛЕРА И РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ОБЛАСТИ МАГНИТНЫХ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ

1.1. Мартенситные превращения, структура и магнитные свойства ферроикнов Гейслера

1.1.1. Мартенситные превращения и эффект памяти формы

Мартенситные превращения в металлических сплавах привлекли в последние десятилетия большое внимание исследователей в связи с открывшимися перспективами их использования во многих областях науки и техники. Эти перспективы основаны на характерном свойстве сплавов – обратимо пластически деформироваться и восстанавливать исходную (до деформации) форму (эффект памяти формы). Исследование ферромагнитных сплавов Гейслера и родственных соединений проводится во многих исследовательских лабораториях и группах, как за рубежом [Hubert1998; Freeman2001; Kuch2006; O'Handley2000; Kustov2015; Murray2000; Lai2010; Neudert2012; Von Hofe2013; Lage2014; Acet2011; Urs2016; McCord2015], так и в РФ, в том числе МГУ им. Ломоносова М.В. [Ivanova1998; Nikitin2010; Skokov2011; Novikov2012; Granovskii2007; Gan'shina2006, 2009; Krutyanskiy2013], Челябинский государственный университет [Buchelnikov2011, 2009; Cherechukin2004; Sokolovskiy2012; Entel2006; Buchel'nikov2006], ТвГУ [Пастушенков2007, 2015; Pastushenkov2006, 2010; Ivanova1998; Skokov2011; Zhdanova2011], ИРЭ РАН [Aliev2010; Khovailo2004, 2008; Borisenko2006; Kamantsev2014], ИФМ РАН [Pushin2005] и др. Приведенный перечень является далеко не полным и охватывает лишь малую часть работ по рассматриваемой тематике.

С физической точки зрения интерес к сплавам с памятью формы обусловлен двумя обстоятельствами. Во-первых, с ними связан необычный, дополнительный к дислокационному, механизм пластической деформации. Во-вторых, мартенситные структурные превращения являются ещё одним

видом фазовых превращений в твёрдых телах. Поэтому представляет интерес выяснение вопроса, в какой мере мартенситно-сдвиговые структурные превращения подчиняются общей термодинамической теории фазовых переходов.

В течение длительного времени мартенситные превращения изучались металловедами в основном с кристаллографической и кристаллогеометрической точек зрения. В результате были определены кристаллические структуры мартенситных кристаллов, образующихся в аустенитной матрице для основных типов сплавов с памятью формы (CuAlNi , CuZnAl , AuCd , NiTi , NiTiCu и др.). Итоги этих исследований подведены во многих обзорах (Малыгин 2001; Курдюмов 1980; Ройтбурд 1974; Ооцука 1990; Кондратьев 1977; Пушин 1998; Лихачёв 1997; Васильев 2003; Buchelnikov 2011; Urs2015;).

Следуя работе (Малыгин 2001), под мартенситом в дальнейшем мы будем понимать любую возникающую в результате структурного перехода низкотемпературную фазу, а под аустенитом – исходную высокотемпературную фазу с более симметричной решёткой. В большинстве случаев высокотемпературная фаза представляет собой вариант ОЦК решётки, а низкотемпературная – орторомбической (9R, 18R, 2H). Это соглашение может быть дополнено данным в (Ооцука 1990) определением:

«мартенситное превращение – это превращение решетки посредством деформации сдвига на основе кооперативного движения атомов. При образовании линзообразных или пластинчатых областей в исходной фазе атомы движутся не по отдельности, а как единый комплекс, в результате чего происходит перестройка решетки исходной фазы в решетку мартенсита. При подобном кооперативном движении сохраняется однозначное соответствие между узлами решетки исходной фазы и решеткой мартенсита. Если исходная фаза имеет упорядоченную решетку, то и в мартенситной фазе вследствие соответствия решеток также образуется упорядоченная решетка».

Из приведенного выше определения для мартенситного превращения характерны следующие особенности:

1. Мартенситная фаза является однородным твердым раствором замещения или внедрения.
2. Превращение является бездиффузионным. Концентрация растворенных атомов, находящихся в твердом растворе в мартенситной фазе такая же, как и в исходной фазе, диффузии атомов на большие расстояния не происходят.
3. Превращения характеризуется деформацией формы (или поверхностным рельефом) постоянной величины.
4. Кристаллы мартенсита имеют определенную плоскость габитуса (поверхность раздела между исходной и мартенситной фазами, т.е. плоскость сдвига при превращении).
5. Между решетками исходной и мартенситной фаз существуют определенные ориентационные соотношения.
6. В решетке мартенситной фазы всегда существуют дефекты.

В особую группу сплавов вошли обнаруженные в конце 20 века ферромагнетики, обладающие памятью формы и сверхупругостью (сверхпластичностью) и допускающие управление этими эффектами с помощью магнитного поля (O'Handley 1999; Webster 1984; Kokorin 1989; Kokorin 1992; Chernenko 1993; Martynov 1994). Специфика взаимодействия здесь заключается в том, что взаимодействующими сторонами выступают большие, скоррелированные между собой ансамбли структурных и ферромагнитных доменов. В этом плане магнитоупругое взаимодействие в ферромагнетиках с памятью формы, приводящее к гигантским магнитодеформациям, существенно отличается от магнитострикций.

Возможность обратимого управления формой и размерами некоторых веществ с помощью механического напряжения, электрического или магнитного полей позволяет выделить их в отдельный класс функциональных материалов. К ним принадлежат магнитострикционные материалы,

пьезоэлектрические материалы и вещества с памятью формы. Иерархия достижимых обратимых деформаций кристаллов за счет магнитострикции (MS), пьезоэффекта (PE) и памяти формы (SM) такова:

$$\frac{\Delta L_{MS}}{L} \sim 10^{-3}, \quad \frac{\Delta L_{PE}}{L} \sim 10^{-2}, \quad \frac{\Delta L_{SM}}{L} \sim 10^{-1}.$$

Каждый из указанных способов влияния на геометрические размеры тела имеет свои преимущества и недостатки и свои области практического использования. Магнитострикторы применяются как излучатели и приемники звука, стабилизаторы частоты и линии задержки в радиотехнических и акустических устройствах, а также как микроактюаторы (позиционирующие устройства) и магнитомеханические реле. Вещества с памятью формы применяются для изготовления термочувствительных силовых элементов, разъемных и неразъемных соединений, не требующих пайки и сварки, а также в качестве различного рода фиксаторов в медицине. К преимуществам магнитострикционных материалов относится малое время отклика, а к достоинствам веществ с памятью формы — большая величина обратимых деформаций.

Исследования ферромагнетиков с памятью формы направлены на получение таких материалов, где быстрый отклик сочетался бы с большими обратимыми деформациями. Высшие достижения в этой области связаны с ферромагнитным сплавом Гейслера Ni_2MnGa . Этот уникальный сплав, а, точнее, целое семейство сплавов $\text{Ni}_{2+x+y}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}_{1-y}$ позволил добиться управляемого магнитным полем изменения линейных размеров кристаллов до 6%, что отвечает теоретическому пределу деформации для мартенситного превращения в этом материале.

1.1.2. Термоупругие и нетермоупругие мартенситные превращения

Мартенситные превращения — это структурные фазовые переходы бездиффузионного кооперативного типа. Такие превращения характеризуются согласованными смещениями соседних атомов на расстояния, меньше межатомных, строгой кристаллографической связью

между решетками исходной и конечной фаз, изменением формы превращенной области.

Впервые мартенситные превращения были обнаружены в сплавах на основе железа (сталих). Затем было выяснено, что превращения, аналогичные мартенситному превращению в стальах, наблюдаются в твердых телах разнообразной природы (металлах, диэлектриках, полупроводниках, органических соединениях) и являются одним из основных видов фазовых превращений в твердом состоянии. Наиболее общей чертой мартенситных превращений является то, что они происходят в твердой среде при низких температурах, когда диффузионные процессы заморожены. Проявления мартенситных превращений чрезвычайно многообразны. Они могут протекать атермически со скоростью звука, или быть термически активируемыми и развиваться с измеримой скоростью, быть обратимыми или необратимыми, приводить к возникновению морфологически разных структур, зависящих от кристаллогеометрии и свойств исходной и конечной фаз, а также от развития релаксационных процессов. Среди превращений, носящих название мартенситных, есть превращения "почти второго рода" и ярко выраженные превращения первого рода, сопровождающиеся большими тепловыми и объемными эффектами и значительным гистерезисом между прямым и обратным превращениями.

Появление кристалла новой фазы внутри исходной матрицы приводит к возникновению упругой и поверхностной энергий. Если различие кристаллических решеток фаз невелико и приспособление (аккомодация) кристаллов новой фазы и матрицы не сопровождается необратимой пластической деформацией, то превращение может иметь полностью обратимый характер. Гистерезис между прямым и обратным превращениями в этом случае невелик, и при обратном превращении полностью восстанавливается структура исходной фазы. Такому обратимому характеру превращения, помимо малого различия решеток исходной и конечной фаз, способствует низкий модуль упругости и высокий предел упругости фаз, что

обеспечивает упругую аккомодацию собственной деформации превращения. Мартенситные превращения такого типа называются термоупругими. Обратимый характер превращения является необходимым условием для появления обратимых эффектов при внешнем нагружении: сверхупругости, резиноподобного поведения, эффекта памяти формы.

Если различие кристаллических решеток фаз велико и не может быть аккомодировано упругим образом, превращение сопровождается пластической деформацией и возникновением структурных дефектов, препятствующих легкому движению межфазных границ. Обратное превращение в этом случае происходит не столько путем постепенного уменьшения размеров кристаллов мартенсита и их исчезновения, сколько путем зарождения и роста кристаллов аустенита внутри мартенситной матрицы. Этот процесс сопровождается увеличением числа ориентировок высокотемпературной фазы в отличие от восстановления исходной ориентировки при термоупругом превращении. Мартенситные превращения такого типа называются нетермоупругими.

Поскольку мартенситные превращения являются фазовыми переходами первого рода, их принято характеризовать температурами начала и конца превращения. Превращение из аустенита в мартенсит (прямое превращение) характеризуется температурой M_s появления зародышей мартенситной фазы в аустенитной матрице и температурой M_f завершения формирования мартенсита. При обратном превращении эти температуры обозначаются как A_s и A_f . Резкой границы между термоупругими и нетермоупругими превращениями нет: в той или иной мере все мартенситные превращения являются обратимыми, и вопрос скорее заключается в величине гистерезиса между прямым и обратным превращением. В ряде случаев (сплавы Cu-Sn, Fe-Pt, Fe-Co-Ni-Ti) путем термической обработки можно менять величину гистерезиса и таким образом изменять тип мартенситного превращения.

Аномалии механических свойств присущи всем низкотемпературным структурным фазовым превращениям, независимо от природы вещества,

магнитных и электрических свойств фаз. Специфические же эффекты, связанные с воздействием электрического или магнитного поля, появляются лишь тогда, когда одна из фаз обладает сегнетоэлектрическими или ферромагнитными свойствами, соответственно.

Если в силу кристаллогеометрии мартенситное превращение является превращением "почти второго рода" и параметром порядка служит собственная деформация при превращении ϵ , то сопряженная с этой деформацией упругая константа в точке начала превращения обращается в нуль или становится малой. Примером могут служить низкотемпературные структурные переходы в сверхпроводниках Nb_3Sn и V_3Si [Васильев 2003]. В других веществах, в которых кристаллогеометрия превращения такова, что в принципе они могли бы быть переходами второго рода, но происходят как превращения первого рода (превращения в сплавах In-Tl, Au-Cd, Mn-Cu, при приближении к точке начала превращения константы упругости уменьшаются, но остаются конечными. Наконец, если превращение является ярко выраженным переходом первого рода, как это наблюдается, например, в Li, Na, и Cs или при переходе гранецентрированной высокотемпературной фазы в низкотемпературную объемно-центрированную фазу в сплавах железа, то упругие константы не имеют аномалий при приближении к мартенситной точке.

1.1.3. Эффект памяти формы

В большинстве сплавов с термоупругим мартенситным превращением приложение нагрузки в мартенситной фазе приводит к возникновению остаточной деформации. Эта деформация осуществляется за счет перестройки мартенситной структуры (путем двойникования, роста благоприятно ориентированных относительно внешней нагрузки кристаллов мартенсита за счет других, менее благоприятно ориентированных кристаллов и пр.). С повышением температуры исходная ориентация и структура высокотемпературной фазы, а тем самым и исходная форма образца,

восстанавливаются при обратном превращении. Эффект восстановления формы деформированного образца в результате обратного мартенситного превращения при нагреве называется эффектом памяти формы.

Восстановление формы при обратном превращении наблюдается как при термоупругих, так и при нетермоупругих мартенситных превращениях. Сплавы с термоупругим превращением отличаются тем, что в них степень восстановления формы очень велика и приближается к 100%. Все факторы, благоприятствующие термоупругому характеру мартенситного превращения, благоприятствуют и максимальному проявлению эффекта памяти формы.

Так как образование зародышей низкотемпературной фазы при мартенситном превращении происходит гетерогенно, о чем свидетельствует микроструктурная обратимость превращения, создание наиболее благоприятных мест зарождения мартенсита может определить всю последовательность возникновения кристаллов мартенсита и, соответственно, суммарное изменение формы образца при превращении. Создание и закрепление центров гетерогенного зарождения позволяет управлять ходом мартенситного превращения при циклическом изменении температуры. В результате превращение происходит по одним и тем же путям как при охлаждении, так и при нагреве, и возникает двусторонняя (обратимая) память формы. Получить обратимый эффект памяти формы можно несколькими путями: деформацией, выходящей за пределы обратимой деформации, в аустенитном или мартенситном состоянии; многократным повторением циклов "охлаждение—деформация—нагрев", приводящих к эффекту памяти формы; многократным повторением циклов нагружения при температуре выше температуры конца обратного превращения A_f , приводящих к сверхупругости (псевдоупругости); повторением циклов "нагружение выше A_f – охлаждение под нагрузкой до температуры конца мартенситного превращения M_f – снятие нагрузки – нагрев выше A_f "; термической обработкой под нагрузкой. После любой из этих обработок возникает спонтанная деформация при охлаждении, причем величина этой деформации меньше, чем при обычном эффекте памяти.

Кроме того, усилия, возникающие при прямом превращении, значительно меньше тех, которые характерны для обратного превращения. Обратимость исчезает при малой нагрузке, хотя без нагрузки она воспроизводится сотни раз. Легкое исчезновение эффекта памяти при прямом превращении под нагрузкой объясняется тем, что для прямого превращения имеется выбор из нескольких кристаллографических вариантов, и выбирается тот вариант, который приводит к уменьшению внешних напряжений. В связи с этим в силу данных кристаллографических причин практически невозможно увеличить усилие, возникающее при прямом превращении.

Все перечисленные выше эффекты, реализующиеся в координатах нагрузка-температура, подробно исследованы в различных классах материалов. Присутствие магнитной подсистемы в веществах, испытывающих такие превращения, обогащает картину и позволяет рассматривать происходящие в них явления в координатах нагрузка – магнитное поле – температура. Влияние магнитного поля не сводится лишь к модификации перечисленных эффектов, а открывает новые возможности для управления формой и размерами ферромагнетиков с памятью формы [O'Handley 1999; Webster 1984; Кокорин 1989; Kokorin 1992; Chernenko 1993; Martynov 1994; Chernenko Amengual 1995; Chernenko Cesari 1995; Martynov 1995]. Магнитным полем можно смещать температуры структурных фазовых переходов и влиять на топологию мартенситной фазы. Параметры магнитной подсистемы ферромагнетика играют при этом решающую роль. Разница в намагниченности аустенита и мартенсита определяет величину смещения температуры фазового перехода в магнитном поле. Константы магнитоупругой связи и магнитокристаллической анизотропии определяют возможность перестройки мартенситных вариантов магнитным полем.

В координатах магнитное поле – температура принципиально возможна реализация тех же явлений, которые наблюдаются в немагнитных материалах в координатах нагрузка – температура. Под действием магнитного поля деформации, выходящие за пределы магнитострикционных, наблюдались в

некоторых сплавах Гейслера и в ряде других интерметаллических соединений. Наибольшее внимание в настоящее время привлекает сплав Гейслера Ni_2MnGa , мартенситное превращение в котором происходит в ферромагнитном состоянии [Кокорин 1989; Bozhko 1998; Wirth 1997; Vasil'ev 1999; Matsumoto M 1999; Khovailo 2001; Cherechukin 2001; Ullakko 1966; Chernenko 2000; Hosoda 2000; Tickle 1999; Martynov 1995; Cesari 1997; Pons 2000; Albertini 2001; Enkovaara 2002].

1.1.4. Кристаллическая структура сплавов Гейслера

Сплавами Гейслера называют тройные интерметаллические соединения с общей формулой X_2YZ . Принадлежащий к этому семейству сплав Ni_2MnGa при комнатной температуре имеет структуру $L2_1$, которую, как показано на рисунке 1.1, можно представить в виде ОЦК решетки, в которой атомы Ni занимают позиции в центре куба, а атомы Mn и Ga, чередуясь, занимают угловые позиции [O'Handley 1999].

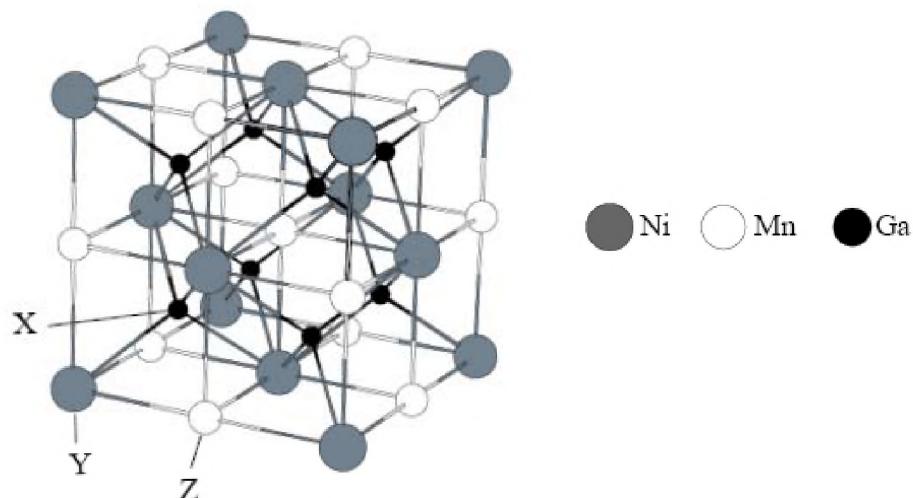


Рисунок 1.1 – Кубическая структура $L2_1$. Расположение атомов соответствует стехиометрическому составу.

Формирование такой структуры из расплава (температура плавления $Ni_2MnGa \sim 1380$ К) возможно либо из полностью разупорядоченной фазы A2

(A2 → L2]), либо через промежуточную частично упорядоченную фазу B2' (A2 → B2' → L2]), в которой атомы Ni уже образуют каркас решетки, а атомы Mn и Ga еще занимают произвольные позиции. В Ni₂MnGa, однако, реализуется другая ситуация. Из расплава это соединение сразу же переходит в частично упорядоченную фазу B2' и с понижением температуры испытывает фазовый переход 2-го рода типа беспорядок-порядок. Температура перехода B2' – L₂₁ в Ni₂MnGa составляет примерно 1070 К. В кубической L₂₁-фазе Ni₂MnGa остается до $T_m \sim 200$ К, когда сплав испытывает фазовый переход 1-го рода в мартенситную тетрагональную фазу с $c/a < 1$. Постоянная кубической решетки при комнатной температуре, $a = 5,825$ Å, и объем элементарной ячейки $V_{\text{cub}} \sim 198$ Å³ (число формульных единиц на элементарную ячейку $Z = 4$). При низких температурах параметры тетрагональной решетки $a = b = 5,920$ Å, $c = 5,566$ Å, $c/a = 0,94$, и объем элементарной ячейки равен 195 Å³.

Последовательность фазовых переходов в системе Ni₂MnGa этим не исчерпывается, поскольку в указанных сплавах наблюдаются также предмартенситный переход и межмартенситные превращения.

Практически все параметры сплава Ni₂MnGa оказались очень чувствительны к химическому составу. Состав образца существенно сказывается на температурах фазовых превращений и на формировании сверхструктур в аустенитном и мартенситном состояниях. Во многих оригинальных публикациях точный состав исследованных образцов не указан или предполагается стехиометрическим. Это привело к тому, что, например, известные из литературы значения температур мартенситного превращения лежат в интервале от менее 4,2 К до 626 К [Васильев2003]. С учётом этого для характеристики образцов важна информация не только о номинальном составе, но и о температурах исследованных фазовых переходов. Несоответствие этих параметров друг другу может означать, в частности, несоответствие химического состава исследованных образцов соотношению компонентов в шихте.

Практически во всех рентгенографических и нейтронографических исследованиях Ni₂MnGa наряду с основными рефлексами низкотемпературной мартенситной фазы наблюдались дополнительные сверхструктурные рефлексы. Так, еще в первых нейтронографических исследованиях образца стехиометрического состава [Васильев2003] было выявлено наличие дополнительных рефлексов тетрагональной фазы и сделано предположение, что эта фаза является модулированной, по-видимому, вдоль направления [100]. Последующие исследования кристаллической структуры низкотемпературной фазы в нестехиометрических соединениях выявили сложную картину формирования различных мартенситных фаз и наличие межмартенситных фазовых переходов в системе [Martynov1992; Vasil'ev1993; Chernenko Amengual 1995; Martynov 1995; Cesari1997; Fritsch1996; Wedel 1999]. На раннем этапе сверхструктурные мотивы описывались как статические волны смещений (модуляции) [Wedel 1999], хотя в последнее время развивается альтернативный подход, где сверхструктурные рефлексы мартенсита трактуются как длиннопериодические перетасовки плотноупакованных плоскостей типа {110} [Wedel 1999; Matsumoto1999]. Сравнительный анализ этих двух подходов для описания кристаллических структур мартенсита в Ni–Mn–Ga дан в [Pons2000], где показано, что они зачастую приводят к совпадающим результатам.

К настоящему времени установлено наличие немодулированной мартенситной фазы и мартенсита с пятислойной и семислойной модуляцией вдоль кристаллографического направления [110]. Сообщалось также о наблюдении более длиннопериодных модуляций и о межмартенситных превращениях в системе Ni_{2+x+y}Mn_{1-x}Ga_{1-y}, индуцированных температурой или одноосной деформацией.

Пятислойная модуляция низкотемпературной тетрагональной фазы наблюдалась методом дифракции электронов и рентгеновских лучей на монокристаллах Ni_{51,5}Mn_{23,6}Ga_{24,9} ($M_s = 293$ K), Ni_{49,2}Mn_{26,6}Ga_{24,2} ($M_s \sim 180$ K),

$\text{Ni}_{52,6}\text{Mn}_{23,5}\text{Ga}_{23,9}$ ($M_s = 283\text{K}$), $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{23}\text{Ga}_{25}$ ($M_s = 227\text{ K}$) [Martynov 1995] и $\text{Ni}_{48,5}\text{Mn}_{30,3}\text{Ga}_{21,2}$ ($M_s = 307\text{ K}$) [Васильев2003]. При формировании сверхструктур в мартенситной фазе этих сплавов Гейслера на рентгенограммах, кроме основных дифракционных отражений, наблюдаются дополнительные отражения. Модуляция происходит таким образом, что каждая пятая плоскость (110) не испытывает смещений, тогда как остальные четыре сдвинуты из регулярных положений объемноцентрированной тетрагональной решетки в направлении $[1\bar{1}0]$.

Семислойная модуляция мартенситной фазы наблюдалась в монокристаллах $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{25}\text{Ga}_{23}$ ($M_s = 333\text{ K}$) [Martynov 1995] и $\text{Ni}_{48,8}\text{Mn}_{29,7}\text{Ga}_{21,5}$ ($M_s = 337\text{ K}$) [Васильев2003]. Результаты рентгеновских исследований $\text{Ni}_{48,8}\text{Mn}_{29,7}\text{Ga}_{21,5}$ показали, что, как и в случае пятислойного мартенсита, наряду с основными рефлексами, дополнительные дифракционные рефлексы лежат вдоль направления $[110]$. Кристаллическая структура семислойного мартенсита в $\text{Ni}_{48,8}\text{Mn}_{29,7}\text{Ga}_{21,5}$ оказалась ромбической с параметрами решетки $a = 6,19\text{ \AA}$, $b = 5,80\text{ \AA}$ и $c = 5,53$ [Васильев2003]. В отличие от этого, кристаллическая структура семислойного мартенсита в $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{25}\text{Ga}_{23}$ была интерпретирована как моноклинная с параметрами решетки $a = 6,14\text{ \AA}$, $b = 5,78\text{ \AA}$, $c = 5,51\text{ \AA}$ и $\gamma = 90,5^\circ$ [Martynov 1995].

Немодулированный мартенсит наблюдался в монокристаллических образцах и тонких пленках сплавов состава $\text{Ni}_{53,1}\text{Mn}_{26,6}\text{Ga}_{20,3}$ ($M_s = 380\text{ K}$) [Shanina2001, Sullivan2004] и $\text{Ni}_{48,5}\text{Mn}_{30,3}\text{Ga}_{21,2}$ ($M_s = 307\text{ K}$) [Heczko2002]. Кристаллическая структура немодулированной мартенситной фазы оказалась тетрагональной, но отношение $c/a \sim 1,18$ для нее существенно больше, чем для тетрагональных мартенситных фаз, рассмотренных выше.

Из экспериментальных данных по наблюдению модуляций кристаллической решетки в мартенситной фазе видно, что тип мартенсита (период модуляции) зависит от состава исследованных сплавов. Их классификацию [Pons2000] удобно проводить по температуре мартенситного перехода M_s . Пятислойный мартенсит имеет кристаллическую решетку

тетрагональной симметрии и формируется при охлаждении в сплавах, имеющих температуру мартенситного перехода $M_s < 270$ К. Семислойный мартенсит формируется в сплавах с более высокой температурой M_s и имеет кристаллическую структуру, отличающуюся от тетрагональной.

1.1.5. Магнитные свойства

Из расчетов зонной структуры сплавов Гейслера $X_2\text{MnZ}$ следует [Васильев2003], что 3d-состояния Mn со спином вверх почти полностью заполнены и что 3d-волновые функции Mn перекрываются с 3d-волновыми функциями атомов X . Расчеты показали, что 3d-состояния Mn со спином вниз почти не заполнены. Магнитный момент в сплаве Гейслера Ni_2MnGa локализован в основном на атомах марганца, $\mu_{\text{Mn}} \approx 4,17\mu_B$, а магнитный момент на атомах никеля $\mu_{\text{Ni}} \leq 0,3\mu_B$.

Температурные зависимости намагниченности Ni_2MnGa измеренные в полях от 1 до 16 кЭ [O'Handley 1999], представлены на рисунке 1.2. Видно, что этот сплав переходит в ферромагнитное состояние при температуре Кюри $T_c = 376$ К. В области мартенситного превращения при $T_m = 202$ К в слабых полях наблюдается резкое уменьшение намагниченности, соответствующее возрастанию магнитокристаллической анизотропии, а из измерений в сильных полях видно, что намагниченность насыщения в мартенситной фазе несколько превышает намагниченность насыщения в аустенитной фазе.

Систематическое исследование влияния отклонения от стехиометрии на магнитные свойства $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ проведено в [Bozhko1998; Vasil'ev1999; Wang2001]. Замена части атомов Mn на атомы Ni сопровождается уменьшением намагниченности, ростом T_m и уменьшением T_c . Уменьшение намагниченности и температуры Кюри можно объяснить уменьшением числа атомов-носителей магнитного момента, тогда как рост температуры мартенситного превращения обусловлен, по-видимому, увеличением числа электронов проводимости. Атомы Ni имеют на d-оболочке на три электрона больше, чем атомы Mn. Замещение атомов Mn атомами Ni приводит к

увеличению объема поверхности Ферми и тем самым к повышению температуры, при которой происходит структурный фазовый переход. Замещение даже небольшого количества ($\sim 10\%$) атомов Mn атомами V приводит к исчезновению мартенситного превращения [Endo 1992].

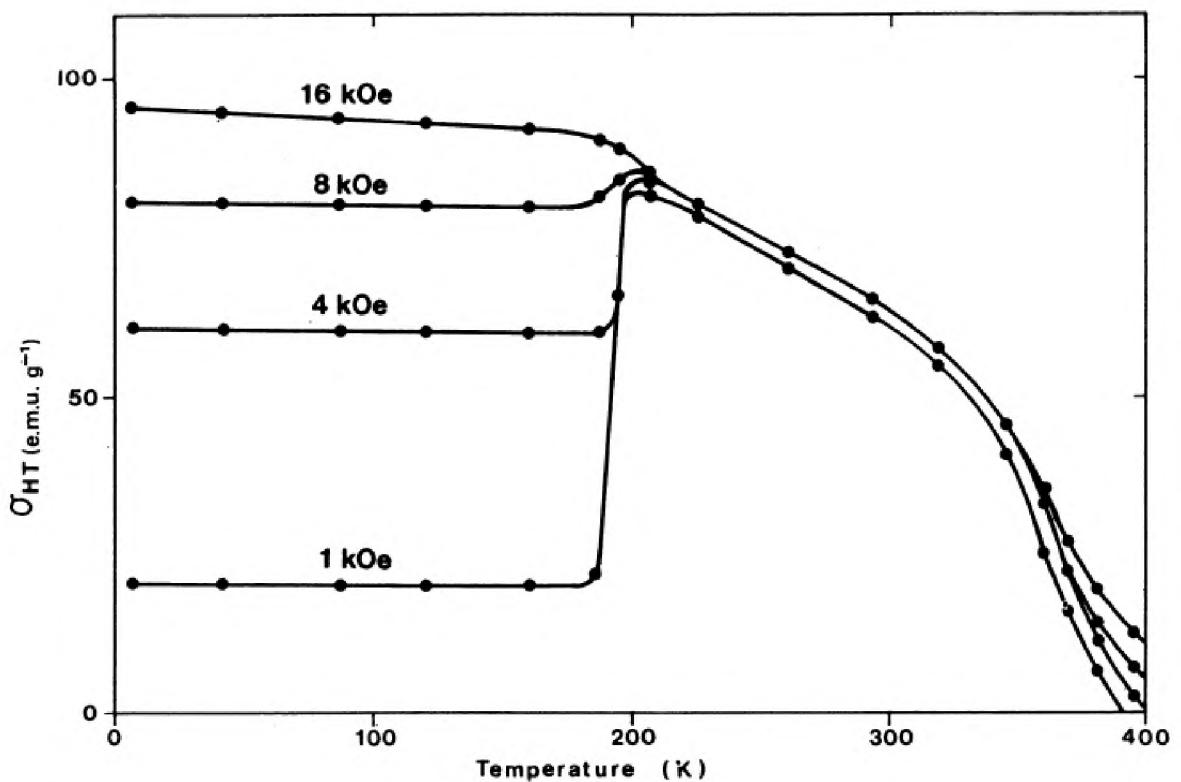


Рисунок 1.2 – Температурная зависимость удельной намагниченности Ni_2MnGa σ в полях 1, 4, 8 и 16 кЭ [14].

Наряду с аномалиями, вызванными мартенситным переходом, наблюдались также особенности на температурных и полевых зависимостях магнитных свойств сплавов Ni_2MnGa , вызванные межмартенситными и предмартенситными переходами. Наиболее ярко аномалии, соответствующие межмартенситным переходам, проявляются на температурных зависимостях низкополевой магнитной восприимчивости [Vasil'ev 1993; Sozinov 2002], что свидетельствует о том, что магнитная анизотропия изменяется при переходе одной мартенситной фазы в другую. Так, в работе последовательность межмартенситных переходов наблюдалась при отогреве предварительно сжатого вдоль кристаллографического направления [110] и разгруженного

при температуре жидкого азота монокристалла $\text{Ni}_{52,6}\text{Mn}_{23,5}\text{Ga}_{23,9}$. Как видно из рисунка 1.3, наряду с аномалиями низкополевой магнитной восприимчивости % при температуре Кюри $T_c = 370$ К и температуре мартенситного перехода $T_m = 290$ К, две дополнительные аномалии наблюдаются при температурах 190 и 230 К. Эти аномалии были интерпретированы как следствие межмартенситных переходов из немодулированной мартенситной фазы в семислойный мартенсит при $T = 190$ К и затем из семислойного в пятислойный мартенсит при $T = 230$ К. Измерения намагниченности в поле 15 кЭ, проведенные на монокристаллическом образце такого же состава при тех же условиях опыта (сжатие и разгрузка образца при $T = 77$ К) [Kokorin1995], показали, что мартенситные фазы имеют разную намагниченность. Поскольку изменение намагниченности было обнаружено только для одного межмартенситного перехода, авторами было высказано предположение, что намагниченности двух других мартенситных фаз имеют близкие значения.

На температурных зависимостях низкополевой магнитной восприимчивости и намагниченности Ni_2MnGa также видны особенности в области предмартенситного фазового перехода [Васильев2003]. Поскольку формирование предмартенситной фазы сопровождается появлением статической волны смещений, можно предположить, что магнитная анизотропия в предмартенситной фазе больше, чем в кубической, что сопровождается уменьшением намагниченности при T_p , как показано на рисунке 1.3. На вставке показана зависимость $M(T)$ в широком температурном интервале.

Перестройка мартенситных доменов с невыгодно ориентированным по отношению к внешнему магнитному полю вектором намагниченности может приводить к аномалиям на полевых зависимостях намагниченности. На рисунке 1.4 показаны полевые зависимости намагниченности монокристаллического образца $\text{Ni}_{48}\text{Mn}_{31}\text{Ga}_{21}$ с температурами ферромагнитного и мартенситного переходов $T_c = 371$ К и $M_s = 300$ К [Heczko2000].

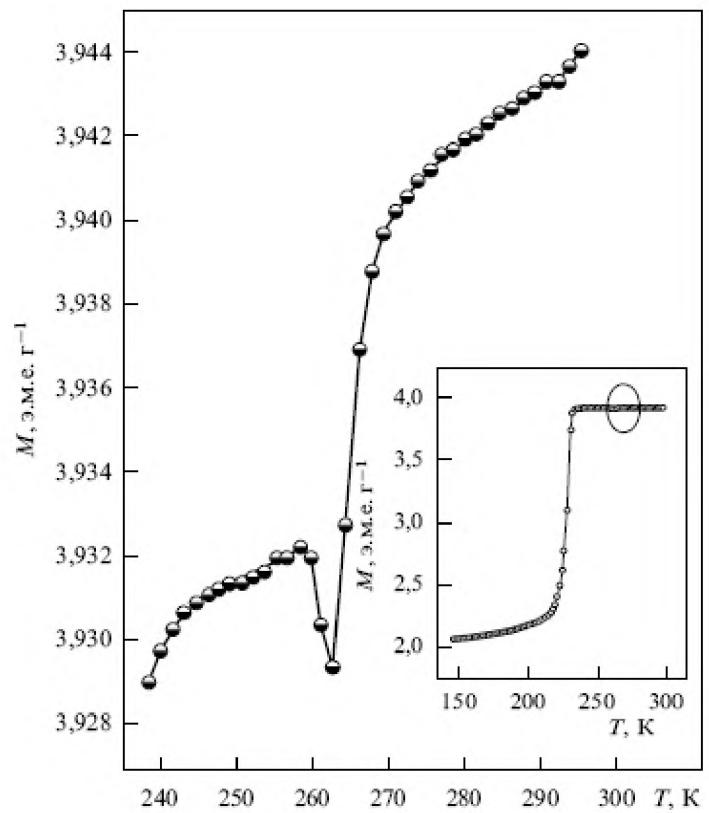


Рисунок 1.3 – Температурная зависимость намагниченности M поликристалла $\text{Ni}_{2.02}\text{Mn}_{0.98}\text{Ga}$ в поле $H = 100$ Э в окрестности предмартенситного перехода.

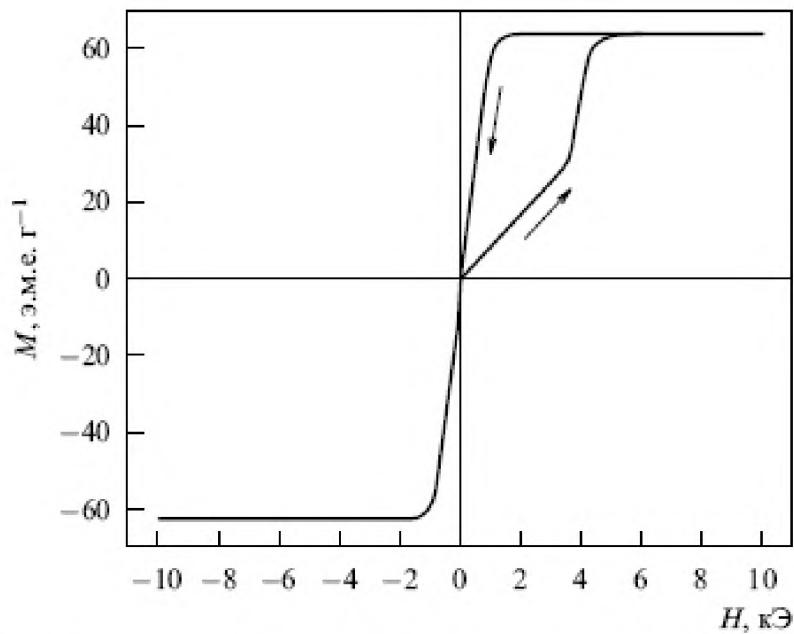


Рисунок 1.4 – Полевые зависимости намагниченности мартенситной фазы монокристалла $\text{Ni}_{48}\text{Mn}_{31}\text{Ga}_{21}$ при $T = 290$ К [Heczko2000].

Аномальное поведение кривых намагничивания объясняется тем, что при некотором критическом значении поля происходит перераспределение мартенситных доменов еще до того, как вектор намагниченности полностью поворачивается до направления магнитного поля.

Перераспределение мартенситных доменов происходит таким образом, что ось c , которая является осью легкого намагничивания тетрагональной мартенситной фазы, ориентируется вдоль направления внешнего магнитного поля.

Хотя в основном сплавы $\text{Ni}_{2+x+y}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}_{1-y}$ обладают магнитными свойствами, типичными для ферромагнетиков, некоторые сплавы этой системы демонстрируют необычные магнитные характеристики, такие как, например, гистерезис ферромагнитного перехода и "метамагнитные" аномалии в сплавах с совпадающими температурами структурного и магнитного фазовых переходов [Васильев2003]. Такая ситуация может быть достигнута при замещении либо части атомов марганца на атомы никеля, либо части атомов галлия на атомы никеля. В первом случае магнитоструктурный переход реализуется в сплавах $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ ($x = 0,18 - 0,20$), во втором случае он реализуется в сплаве $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{25}\text{Ga}_{22}$. Гистерезис ферромагнитного перехода и метамагнитное поведение намагниченности в области связанного магнитоструктурного перехода свидетельствует о том, что магнитный переход в $\text{Ni}_{2,18}\text{Mn}_{0,82}\text{Ga}$ и $\text{Ni}_{2,19}\text{Mn}_{0,81}\text{Ga}$ имеет характеристики фазового перехода первого рода. Это является следствием того, что указанные сплавы претерпевают переход первого рода из тетрагональной ферромагнитной в кубическую парамагнитную фазу.

Результаты измерений намагниченности монокристаллического образца $\text{Ni}_{51,3}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24,7}$ показали, что легкая ось в кубической фазе ориентирована вдоль кристаллографической оси [100] и что константа магнитокристаллической анизотропии K_1 в этой фазе сравнительно невелика. С переходом в мартенситную фазу магнитокристаллическая анизотропия существенно изменяется. На полевых зависимостях

намагниченности $\text{Ni}_{51,3}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24,7}$ в мартенситной фазе можно выделить интервалы, в которых происходит смещение доменных границ и вращение векторов намагниченности в доменах.

Перераспределение вариантов мартенсита, индуцируемое магнитным полем, накладывается на собственно магнитные процессы. Для исключения этого фактора в измерениях магнитокристаллической анизотропии в работе [Tickle1999] использовалась следующая оригинальная процедура.

Для измерений была приготовлена тонкая монокристаллическая пластина $5,2 \times 5 \times 0,64$ мм, грани которой совпадали с кристаллографическими плоскостями типа {100}. Стратегия эксперимента заключалась в сжатии образца до моновариантного состояния с помощью пружинного минипресса (рисунок 1.5) [Tickle1999].

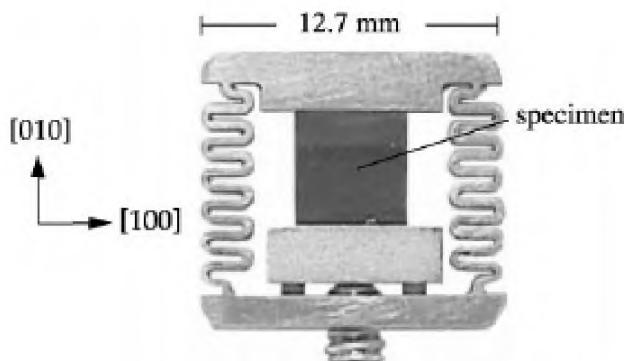


Рисунок 1.5 – Устройство миниатюрного пресса для приведения образца в моновариантное состояние при измерении магнитной анизотропии [Tickle1999].

На рисунке 1.6 представлены кривые намагничивания вдоль основных кристаллографических направлений дисковидного монокристалла $\text{Ni}_{51,3}\text{Mn}_{24,0}\text{Ga}_{24,7}$ в аустенитном состоянии при температуре -9°C . Анализ этих кривых показал, что лёгкие направления совпадают с кристаллографическими осями $<100>$. Абсолютные значения константы анизотропии K_1 невелики и примерно на порядок величины меньше, чем у железа и никеля.

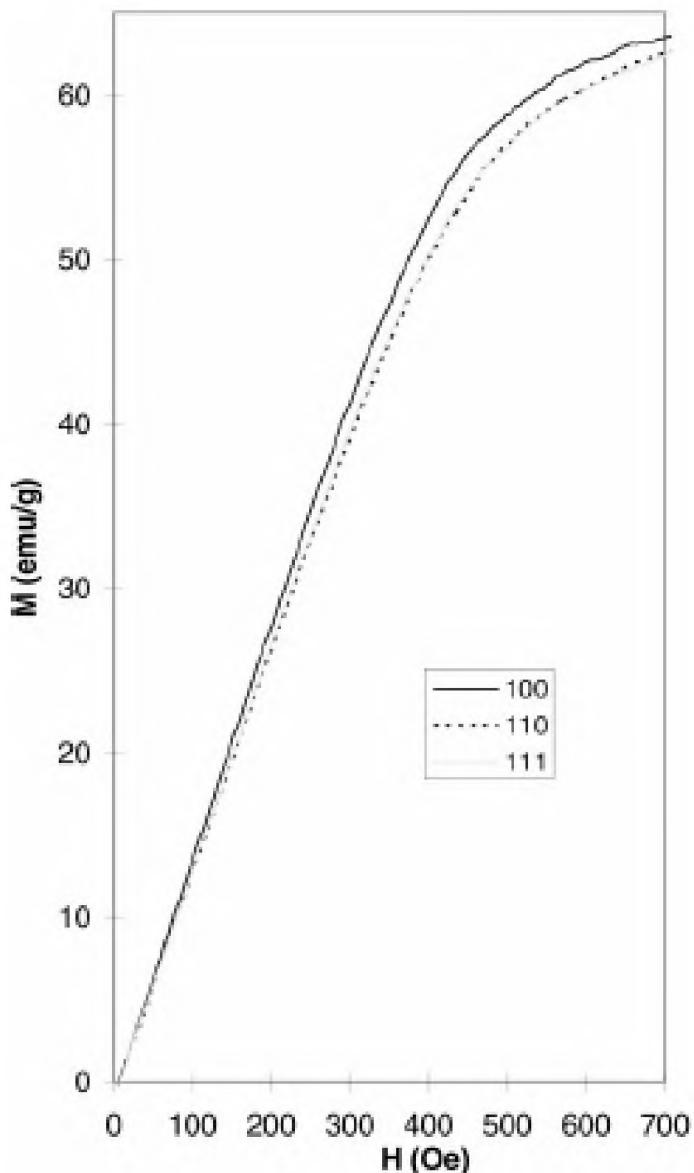


Рисунок 1.6 – Кривые намагничивания вдоль основных кристаллографических направлений дисковидного монокристалла $\text{Ni}_{51.3}\text{Mn}_{24.0}\text{Ga}_{24.7}$ в аустенитном состоянии при температуре -9°C [Tickle1999].

Измерения зависимости $M(H)$ для мартенситного состояния проводились в магнитном поле, параллельном или перпендикулярном направлению сжатия. Образец вначале охлаждался ниже температуры мартенситного превращения в магнитном поле 6 кЭ, направленном вдоль оси сжатия, таким образом, чтобы и магнитное поле, и приложенное напряжение способствовали формированию одного варианта мартенсита.

Размер образца в направлении сжатия подбирался таким, чтобы в мартенситной фазе образец оказался квадратным. В этом случае факторы размагничивания для двух ориентаций магнитного поля оказывались одинаковыми, и константа одноосной анизотропии K_u могла быть рассчитана из площади между кривыми. Полевые зависимости намагченности моновариантного мартенсита, представленные на рисунке 1.7, показывают, что ось c является осью легкого намагничивания и кривые демонстрируют одноосную анизотропию.

Результаты измерений под нагрузкой 1,9 МПа использовались для расчета площадей между осью M и кривыми намагничивания вдоль легкой и трудной осей. Рассчитанная таким образом константа одноосной магнитокристаллической анизотропии в мартенситной фазе ($K_u = 2,45 \times 10^6$ эрг см⁻³ при $T = 256$ К) оказалась на два порядка больше константы K_1 в аустенитной фазе.

Исследование магнитокристаллической анизотропии на монодоменизированных монокристаллах $\text{Ni}_{2+x+y}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}_{1-y}$ разных составов показало, что значения K_u при комнатной температуре находятся в интервале от $1,7 \times 10^6$ эрг см⁻³ в $\text{Ni}_{48}\text{Mn}_{31}\text{Ga}_{21}$ [Heczko2000] до $2,48 \times 10^6$ эрг см⁻³ в $\text{Ni}_{49,7}\text{Mn}_{28,7}\text{Ga}_{21,6}$ [Shanina2001].

Температурные зависимости константы одноосной магнитокристаллической анизотропии мартенсита были измерены на поликристалле Ni_2MnGa [Albertini2001] и на монокристалле $\text{Ni}_{48,8}\text{Mn}_{28,6}\text{Ga}_{22,6}$ [Heczko2002]. Для поликристаллического образца было найдено, что $K_u = 2,5 \times 10^6$ эрг см⁻³ при $T = 220$ К. При понижении температуры значение K_u линейно растет и при $T = 77$ К достигает $3,8 \times 10^6$ эрг см⁻³. Повышение K_u при понижении температуры наблюдалось также и на монодоменизированном монокристаллическом образце $\text{Ni}_{48,8}\text{Mn}_{28,6}\text{Ga}_{22,6}$. При $T = 283$ К константа магнитокристаллической анизотропии $K_u = 2 \times 10^6$ эрг см⁻³, а при $T = 130$ К ее значение оказалось равным $2,65 \times 10^6$ эрг см⁻³. Теоретический анализ магнитокристаллической анизотропии [Enkovaara2002]

показал, что магнитная анизотропия изменяет знак при $c/a = 1$, что соответствует изменению легкой оси намагничивания с [100] при $c/a < 1$ на [110] при $c/a > 1$.

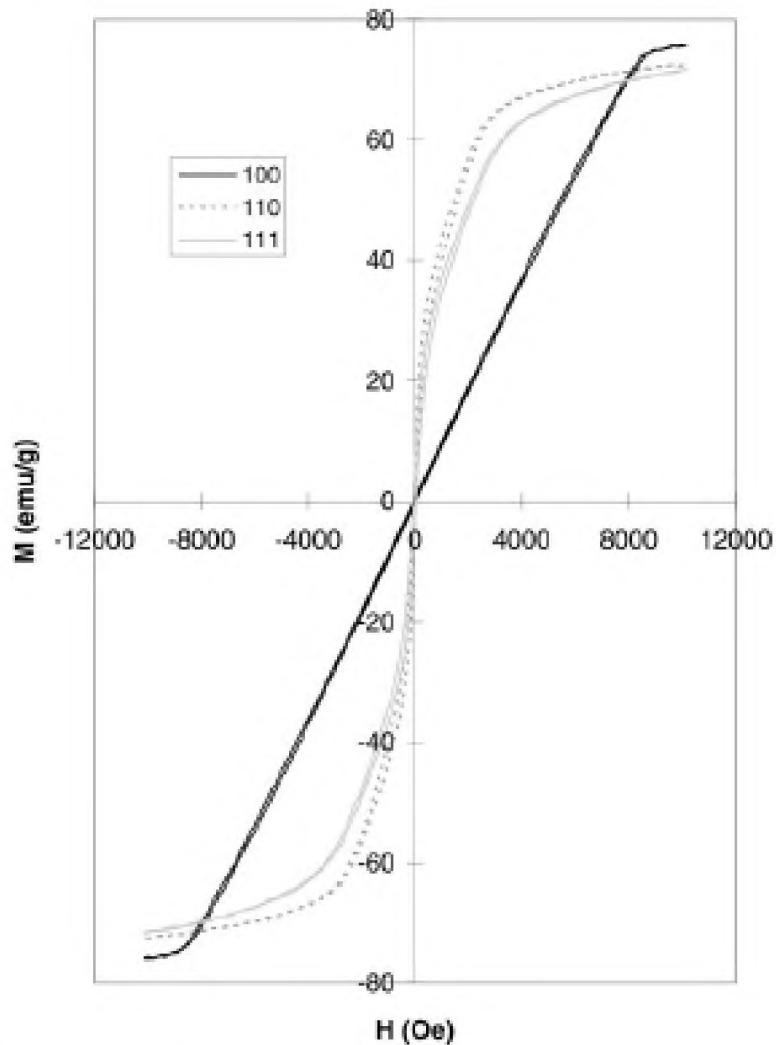


Рисунок 1.7 – Кривые намагничивания монокристалла $\text{Ni}_{51.3}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24.7}$ для моновариантного мартенситного состояния [Tickle1999].

Как и остальные физические параметры, магнитокристаллическая анизотропия сплавов $\text{Ni}_{2+x+y}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}_{1-y}$, меняется при изменении химического состава этих соединений. На данный момент, однако, недостаток экспериментальных данных не позволяет конкретизировать эту зависимость.

На рисунке 1.8 по данным работы [Chopra2000] приведены картины порошковых осадков на поверхности монокристалла $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ при двух разных значениях внешнего магнитного поля. Наблюдения проводились с

помощью интерференционного оптического микроскопа, обеспечивающего высокую чувствительность к малым изменениям рельефа поверхности. По мнению авторов [Chopra2000], представленные изображения служат доказательством того, что магнитное поле изменяет ширину мартенситных вариантов. С этим выводом трудно согласиться, т.к. разрешение представленных снимков весьма невелико, а интерференционный контраст чрезмерно усиливает маскирующее влияние артефактов (неровностей поверхности и царапин) (см. также более поздние снимки (рисунок 1.9) этих же авторов, опубликованные в [Sullivan2004]). Не исключено, что видимые на рисунке 1.8 изменения ширины мартенситного варианта обусловлены тривиальным эффектом перераспределения частиц магнитной суспензии под влиянием внешнего поля.

В работах [Pan2000, Pan2002] изучалась магнитная доменная структура массивных и тонкоплёночных (толщиной 90 нм) образцов Ni-Mn-Ga методом магнитной силовой микроскопии (рисунок 1.10). Делается вывод о том, что доменная структура аустенитной фазы формируется в основном 180-градусными доменами с векторами намагниченности $\mathbf{M} \parallel [100]$. Магнитная доменная структура качественно изменяется при мартенситном превращении, когда происходит формирование мартенситных вариантов. В низкотемпературной фазе несколько магнитных доменов располагаются в пределах одного мартенситного варианта. Поскольку соседние мартенситные варианты разделены двойниковой границей, это приводит к появлению рельефа на поверхности образца, и векторы намагниченности в соседних мартенситных вариантах оказываются направленными под некоторым углом по отношению друг к другу. Доменная структура в пределах одного мартенситного варианта состоит, как и в аустенитной фазе, из 180-градусных доменов. Ширина магнитных доменов варьируется и находится в пределах 5-40 мкм [Pan2000]. В слабом поле меняется топология ферромагнитных доменов, которые приобретают вид "елочек" с общей доменной стенкой, совпадающей с двойниковой границей (рисунок 1.10).

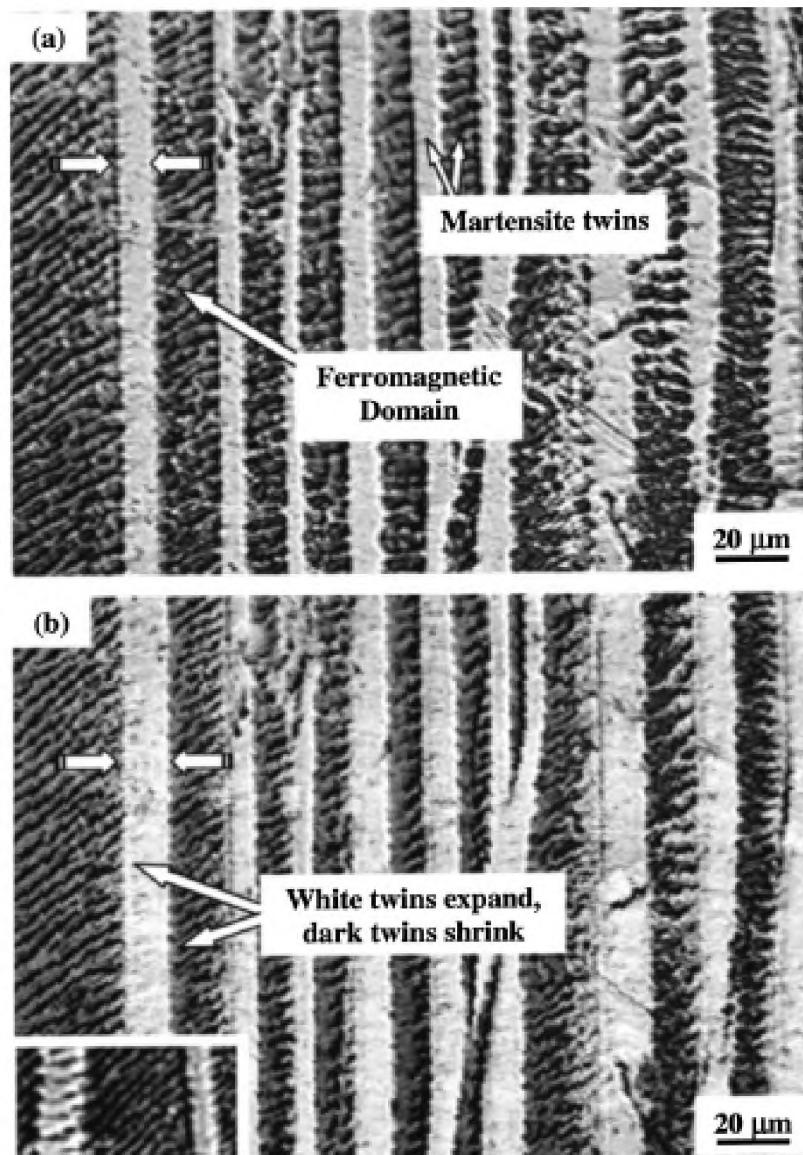


Рисунок 1.8 – Магнитная доменная структура мартенситных двойников на монокристалле $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ по данным работы [Chopra2000]. (а) – поле $H \approx 400$ Э приложено в горизонтальном направлении, (б) – поле $H \approx 1800$ Э. Наблюдения проведены методом порошковых осадков с помощью интерференционного оптического микроскопа.

Серия работ Мураками (Murakami) с сотрудниками посвящена исследованию доменной структуры ферромагнитных сплавов с памятью формы в просвечивающем электронном микроскопе методом электронной голографии [Murakami 2002, 2003, 2006]. Этот метод применим к образцам в виде тонких плёнок, прозрачных для электронов. Пример получаемых

структур и их обработки показан на рисунке 1.11. Метод электронной голографии позволяет получать высокое разрешение, однако весьма сложен и трудоёмок как в отношении подготовки образцов для исследований и получении изображений, так и расшифровки полученных результатов.

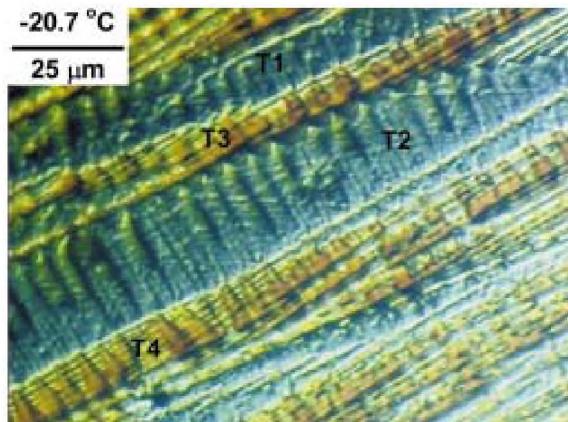


Рисунок 1.9 – Микрофотография магнитной доменной структуры мартенситных вариантов образца Ni-Mn-Ga, выявленной методом оптической интерферометрии порошковых осадков по данным [Sullivan2004].

Сравнительно более простым и более универсальным является метод получения магнитного контраста в растровом электронном микроскопе, позволяющий исследовать массивные образцы. В этом методе используется два режима получения информации о магнитном состоянии образца: контраст 1-го рода, при котором изображение, формируемое вторичными электронами, отражает распределение полей рассеяния над поверхностью образца, которые пропорциональны нормальной компоненте намагниченности, и магнитный контраст 2-го рода, определяемый поглощением электронов и их отклонением при нормальном падении электронного пучка, при котором выявляется плоскостная компонента намагниченности [Ge2005, 2004]. Пример изображений, получаемых для указанных двух видов магнитного контраста, приведён по данным работы [Ge2005] на рисунке 1.12.

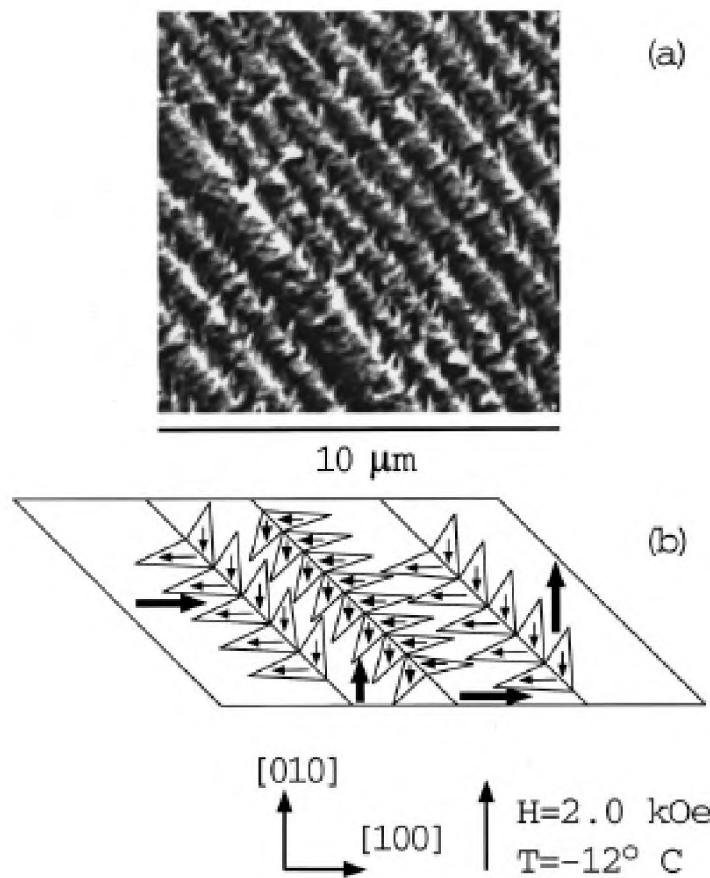


Рисунок 1.10 – Мартенситные двойники (110) (а) и магнитные домены типа "ёлочки" (б) на двойниковых границах сплава $\text{Ni}_{51.3}\text{Mn}_{24.0}\text{Ga}_{24.7}$, выявленные с помощью магнитного силового микроскопа [Pan2000].

Следует отметить, что получение изображений типа представленных на рисунке 1.12, является трудоёмким и требует специальной тщательной настройки микроскопа, производимой высококвалифицированными операторами. Проведение исследований в условиях воздействия на образец внешними магнитными полями затруднено из-за влияния этих полей на электронный пучок.

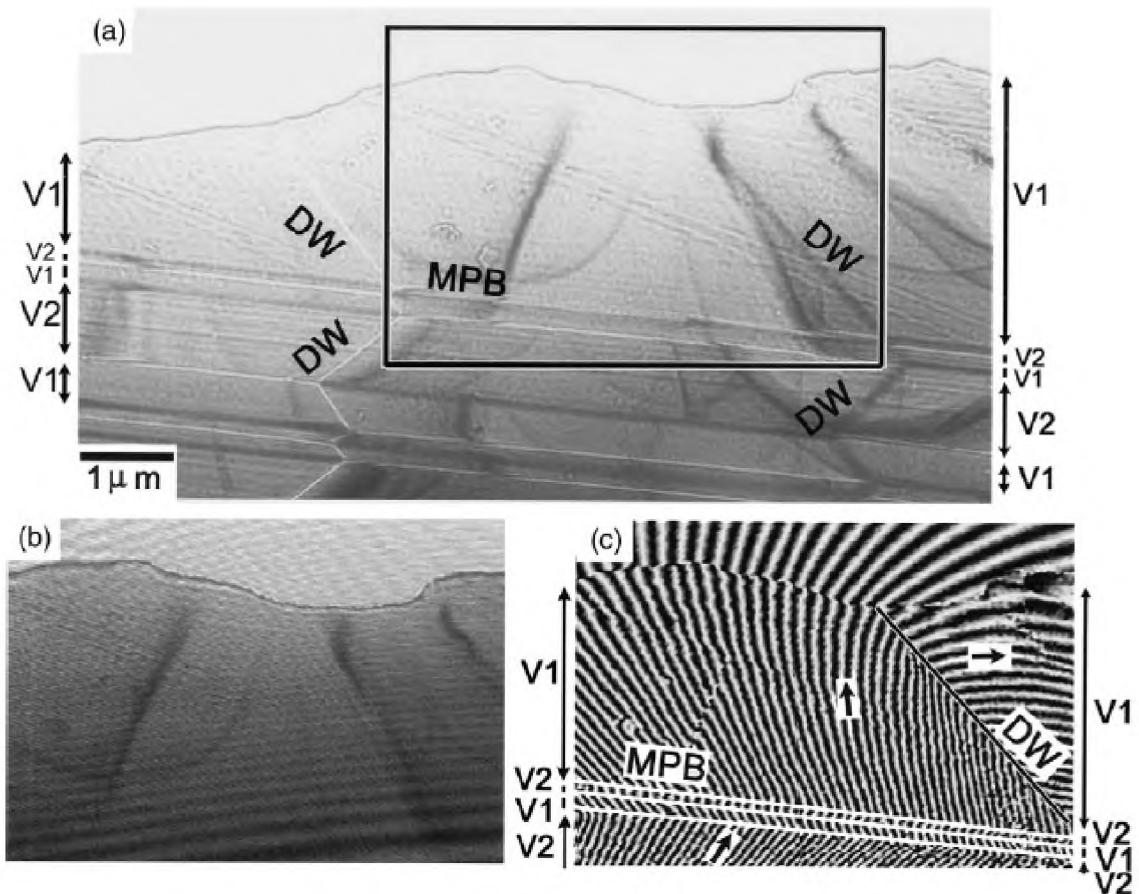


Рисунок 1.11 – (а) изображение тонкой фольги $\text{Co}_{38.5}\text{Ni}_{23.5}\text{Al}_{28.0}$ в просвечивающем электронном микроскопе в режиме магнитного контраста (микроскопия Лоренца); (б) электронная голограмма отмеченного участка; (с) фазовое изображение, восстановленное методом преобразования Фурье (по данным работы [Murakami 2002]).

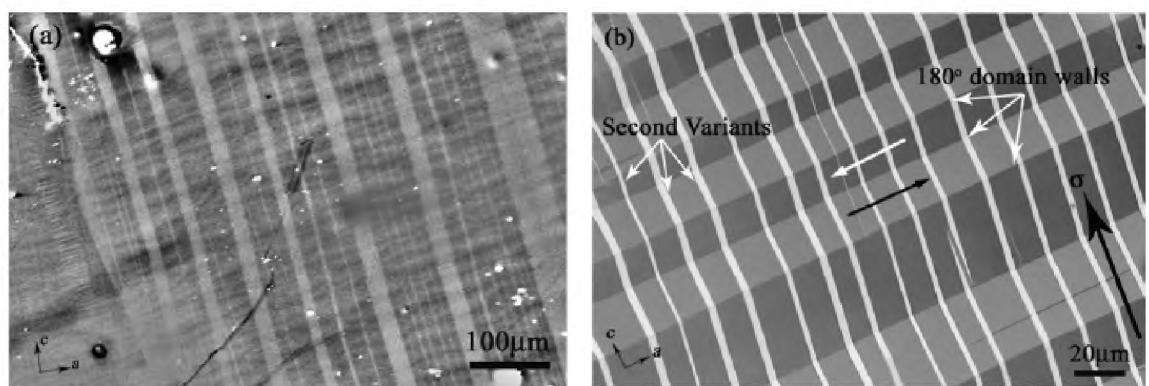


Рисунок 1.12 – Магнитные домены, ориентированные вдоль a -оси массивного монокристалла Ni-Mn-Ga, выявленные с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме контраста 1-го рода (а) и полосовые домены, выявленные в режиме контраста 2-го рода (б) [Ge 2005].

Необычный способ выявления магнитной доменной структуры в сплавах Ni-Mn-Ga был недавно предложен сотрудниками хельсинкской лаборатории материаловедения [Ge2006]. Ими был замечен рельеф поверхности, возникающий на магнитных доменах при мартенситном превращении. Этот рельеф может быть выявлен при помощи оптического микроскопа без использования поляризованного света в стандартном режиме темнопольного освещения (рисунок 1.13).

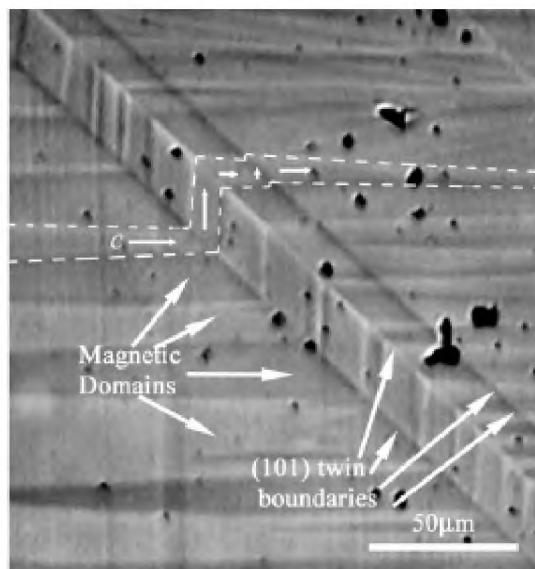


Рисунок 1.13 – Оптическое изображение магнитных доменов, пересекающих мартенситный двойник (101), ориентированный по диагонали снимка. Контуры одного из магнитных доменов показаны белой пунктирной линией. Стрелки показывают положение *c*-оси в мартенситных вариантах (по данным работы [Ge2006]).

Подводя итоги обзора статей, связанных с исследованием магнитной доменной структуры ферромагнитных сплавов Гейслера, следует отметить, что опубликованные по данному направлению работы немногочисленны и носят фрагментарный характер. Несмотря на привлечение разных методик, включая сложные и трудоёмкие исследовательские технологии магнитной силовой микроскопии, электронной голографии, растровой электронной микроскопии, экспериментальные данные о магнитной доменной структуре и

её взаимодействии с мартенситной структурой весьма разрознены, что затрудняет построение соответствующих физических моделей и теорий.

Это положение в значительной степени обусловлено трудностями проведения экспериментов со сплавами с памятью формы. Одна из трудностей состоит в том, что керровские константы рассматриваемых материалов невелики, что ограничивает возможности использования мощных и информативных методов прямых магнитооптических наблюдений доменной структуры. Кроме того, в мартенситном состоянии сплавы Гейслера обладают значительной оптической анизотропией. Анизотропия оптического отражения маскирует поляризационный контраст за счёт эффектов Керра, что затрудняет их применение. Ещё одна трудность обусловлена самой природой материалов – структурными фазовыми переходами в магнитоупорядоченном состоянии, вследствие чего на поверхности образцов возникает мартенситный рельеф, причём этот рельеф постоянно изменяется при изменении температуры и при механических воздействиях. Наличие рельефа затрудняет применение как магнитооптических методик, для которых нужна плоская полированная поверхность, свободная от напряжений, так и магнитной силовой микроскопии. Кроме того, поведение образцов материалов с памятью формы существенно зависит от способа их механического закрепления при испытаниях ("свободное" или "зажатое" состояние).

Для преодоления этих трудностей необходима выработка особых условий проведения экспериментов и комбинация разных взаимно дополняющих друг друга методов выявления и исследования мартенситной и магнитной доменной структуры.

1.1.6. Магнитодеформация при мартенситном переходе

Существование в сплавах Гейслера структурного фазового перехода в магнитоупорядоченном состоянии открывает возможность влиять на температуру этого перехода внешним магнитным полем [Васильев2003]. Степень этого влияния определяется разницей намагниченностей

высокотемпературной и низкотемпературной фаз. Максимальное изменение линейных размеров образца, достижимое за счет смещения температуры структурного перехода, равно $\Delta V/3$, где ΔV — изменение объема при структурном переходе. Это выполняется и для структурного перехода мартенситного типа, если распределение мартенситных вариантов, формирующихся при индуцированном магнитным полем превращении из аустенита в мартенсит, изотропно. Однако даже в поликристаллических образцах ферромагнетиков с памятью формы наличие текстуры может приводить к существенным дилатометрическим эффектам при мартенситном переходе, достигающим 0,2% [Vasil'ev2000]. В случае монокристаллических или сильно текстурированных поликристаллических образцов дилатометрические эффекты могут достигать гораздо больших значений. Экспериментальные результаты [Ullakko1966; Chu2000; Wang2000], указывают на то, что при термоциклировании через температуру мартенситного перехода в магнитном поле формирование мартенситных вариантов с выгодной по отношению к приложенному магнитному полю ориентацией является доминирующим. Следовательно, изменение линейных размеров, вызванное смещением температуры мартенситного перехода в таких материалах, может значительно превосходить стрикцию перехода.

Если намагниченность мартенситной фазы отличается от намагниченности аустенитной фазы, то приложение магнитного поля приводит к смещению температуры структурного превращения, т.е. к стабилизации фазы с большей намагниченностью. Этот эффект можно использовать для получения гигантских магнитодеформаций в температурном интервале мартенситного превращения. Исследования, направленные на развитие функциональных материалов на основе сплавов $Ni_{2+x+y}Mn_{1-x}Ga_{1-y}$, в которых гигантская магнитодеформация достигается за счет смещения температуры мартенситного перехода, проводились в [Ройтбурд1974; Dikstein1999; Takagi2001]. Эффект памяти формы, индуцируемый магнитным полем, и связанные с ним гигантские магнитодеформации исследованы на

поликристаллических образцах $\text{Ni}_{2+x-y}\text{Mn}_{1-x}\text{Fe}_y\text{Ga}$ [Ройтбурд1974]. Оказалось, что добавки железа улучшают механические свойства сплавов $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$. Образцы в виде пластинок тренировались на двусторонний эффект памяти формы с помощью термоциклирования под нагрузкой. Тренировка приводила к увеличению достижимой изгибной деформации от 2% в исходном состоянии до 4,5% после многократного термоциклирования.

Эффект памяти формы, вызванный смещением температуры мартенситного перехода магнитным полем, наблюдался на тренированной пластинке $\text{Ni}_{2,15}\text{Mn}_{0,81}\text{Fe}_{0,04}\text{Ga}$ $T_m \sim 313$ К. Эксперимент проводился следующим образом. К пластинке, которая в мартенситном состоянии имела изогнутую форму, при комнатной температуре прикладывалось магнитное поле $H = 100$ кЭ. Затем пластинка подогревалась в поле до $T = 315$ К. В этих условиях изгибная деформация составляла $\sim 3\%$. При выключении магнитного поля пластинка переходила в аустенитное состояние и полностью разгибалась.

Приведенные результаты показывают, что магнитодеформация, получаемая за счет смещения температуры мартенситного перехода магнитным полем, прямо зависит от дилатометрического эффекта превращения. Хотя получение больших магнитодеформаций этим способом требует применения достаточно сильных магнитных полей, этот метод имеет определенные перспективы, поскольку получаемые при этом магнитодеформации сопоставимы со стрикцией фазовых переходов, индуцируемых магнитным полем в интенсивно изучаемых сплавах $\text{Fe}-\text{Rh}$, $\text{Mn}-\text{As}$, $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})_{13}$, $\text{Gd}_5(\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x})_4$ и др. [Васильев2003]. Преимуществом сплавов Ni-Mn-Ga является возможность достижения гигантских магнитодеформаций при температурах, существенно выше комнатной, что важно в практическом отношении.

Ферромагнитные сплавы с памятью формы уникальны в том плане, что они допускают достижение гигантских магнитодеформации за счет переориентации мартенситных вариантов магнитным полем. Этот механизм был предложен в [Ullakko1996] и впервые реализован в [Ullakko1966], где

сообщалось о 0,2 %-ной деформации, индуцированной магнитным полем 8 кЭ в монокристалле Ni_2MnGa нестехиометрического состава с температурой мартенситного перехода $T_m \approx 276$ К. В работе [Tickle1999] с помощью этого механизма были достигнуты необратимая (1,3%) и обратимая циклическая (0,5%) деформации, индуцируемые магнитным полем $H < 10$ кЭ в монокристалле $\text{Ni}_{51,3}\text{Mn}_{24,0}\text{Ga}_{24,7}$, а в 2000 г. появились сообщения о достижении 6%-ной деформации в мартенситной фазе монокристаллических образцов $\text{Ni}_{2+x+y}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}_{1-y}$ нестехиометрических составов [Heczko2000, Murray2000].

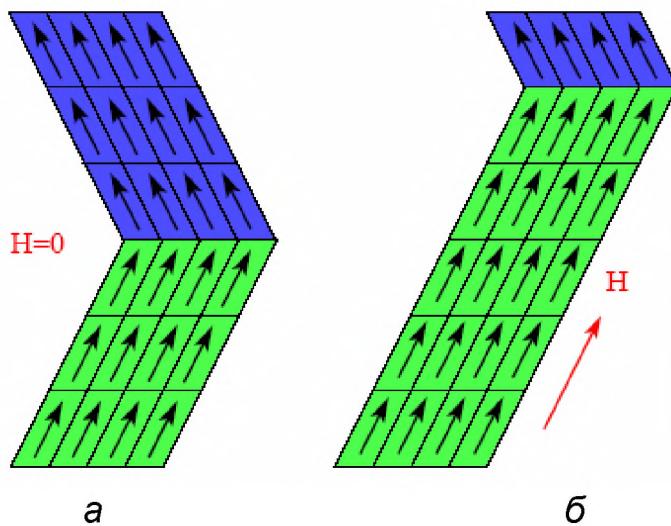


Рисунок 1.14 – Перераспределение мартенситных вариантов в магнитном поле. Варианты, выгодно расположенные по отношению к приложенному магнитному полю, растут за счет невыгодно ориентированных вариантов [Ullakko1997].

Механизм перестройки мартенситных доменов магнитным полем схематически показан на рисунке 1.14 [Ullakko1997]. Известно, что охлаждение сплавов с памятью формы ниже температуры M_f приводит к образованию самоаккомодированных мартенситных вариантов (рисунок 1.14а). В этом представлении границы ферромагнитных доменов совпадают с границами мартенситных вариантов. Магнитное поле \mathbf{H} может при некоторых условиях приводить к росту мартенситных вариантов,

магнитный момент которых выгодно ориентирован по отношению к магнитному полю (рисунок 1.14б). Этот процесс приводит к изменению формы образца. В идеальном случае при некотором критическом значении магнитного поля H_c все мартенситные варианты выстраиваются вдоль направления магнитного поля. Такая картина подтверждается прямыми оптическими наблюдениями на монокристалле $\text{Ni}_{53,8}\text{Mn}_{23,7}\text{Ga}_{22,5}$ показывающими, что при приложении магнитного поля объемная доля выгодно расположенных мартенситных вариантов возрастила за счет уменьшения доли невыгодно расположенных мартенситных вариантов [Chopra2000].

Максимальное значение магнитодеформации, вызванной перераспределением мартенситных вариантов, определяется собственной деформацией исходной кубической решетки при мартенситном переходе, $1 - c/a$. Так, для системы сплавов $\text{Ni}_{2+x+y}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}_{1-y}$, типичное значение $c/a \approx 0,94$ позволяет получать магнитодеформации порядка 6%. Магнитные поля, необходимые для этого, составляют ~ 10 кЭ. Гигантские значения магнитодеформации, наблюдаемые в этих сплавах, обусловлены не только большими искажениями исходной фазы при мартенситном переходе, но и благоприятным соотношением между эффективным упругим модулем, препятствующим движению границ мартенситных доменов, и константой одноосной магнитокристаллической анизотропии K_u .

Для наблюдения гигантских деформаций, индуцированных магнитным полем в сплавах $\text{Ni}_{2+x+y}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}_{1-y}$, исследуемые образцы обычно подмагничивают внешним магнитным полем или подвергают предварительной одноосной деформации. Достичь этого эффекта можно также изменения ориентацию магнитного поля. Кроме того, сообщалось о наблюдении циклических воспроизводимых магнитодеформации на свободных образцах.

При работе со свободными образцами типичные значения магнитодеформации составляют 0,2 - 2% [Васильев2003]. Наибольшие магнитодеформации наблюдаются в температурных интервалах $M_s - M_f$ или A_s

— A_f . За пределами этих интервалов магнитодеформации пренебрежимо малы [Wang2000]. Этот факт указывает, что в данном случае подвижность границ мартенситных вариантов играет решающую роль в получении магнитодеформации. Кроме наблюдения магнитодеформации в температурном интервале мартенситного перехода, сообщалось о больших ($\sim 5\%$) обратимых изменениях линейных размеров образцов при термоциклировании через температуры мартенситного [Wang2000] или межмартенситного переходов в присутствии магнитного поля. Такой двусторонний эффект памяти формы, наблюдаемый в присутствии магнитного поля, объясняется доминирующим ростом выгодно расположенных по отношению к магнитному полю мартенситных вариантов.

При работе с предварительно нагруженными или подмагниченными образцами, а также при изменении ориентации магнитного поля магнитодеформации достигают 6% при $T < M_f$ [Васильев2003]. Достижение столь больших значений магнитодеформации обусловлено тем, что одноосное сжатие [Murray2000] или подмагничивание внешним полем, направленным перпендикулярно рабочему магнитному полю [Tickle1999], способствует формированию моновариантного мартенситного состояния. Подготовленный таким способом образец состоит практически из одного (или нескольких эквивалентных) мартенситных вариантов с легкой осью намагничивания, направленной вдоль вектора подмагничивающего поля. Приложение достаточно сильного магнитного поля в перпендикулярном направлении приводит к росту мартенситных вариантов, легкая ось в которых ориентирована вдоль поля. Это происходит, если плотность энергии магнитокристаллической анизотропии превосходит эффективный упругий модуль смещения мартенситных доменных границ. Такой процесс приводит к магнитодеформациям порядка $1 - c/a$. При выключении магнитного поля в отсутствие внешней нагрузки или подмагничивания приобретенная магнитодеформация сохраняется. Обратимая магнитодеформация достигается в присутствии внешней нагрузки [Murray2000] или при подмагничивании

[Tickle1999]. Поскольку магнитодеформация, получаемая за счет перестройки мартенситных вариантов, наблюдается в слабых магнитных полях, она легко подавляется внешними нагрузками, как это видно из хода кривых относительного удлинения, представленных на рисунке 1.15.

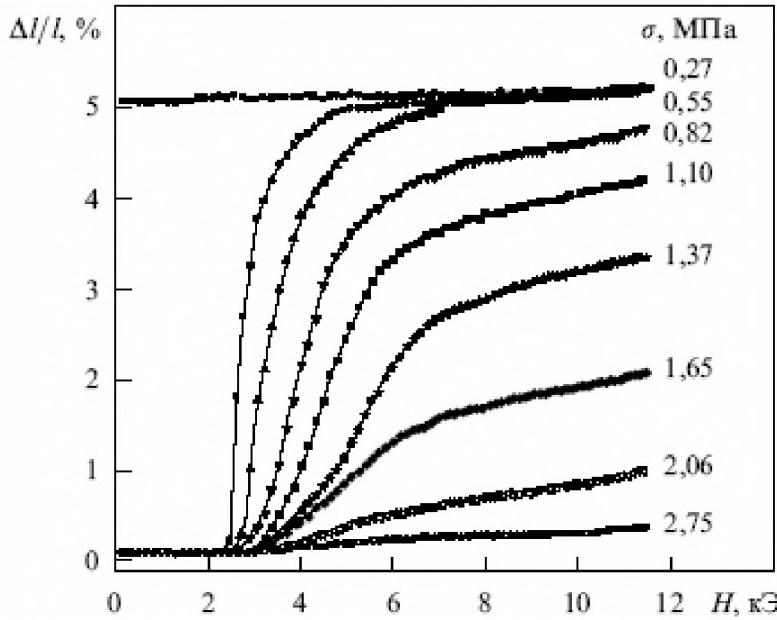


Рисунок 1.15 – Магнитодеформации в монокристалле $\text{Ni}_{49,8}\text{Mn}_{28,5}\text{Ga}_{21,7}$ при различных значениях внешней одноосной нагрузки [Murray2000].

Сравнение экспериментальных результатов, полученных на различных монокристаллах, указывает, что эффект перераспределения мартенситных вариантов зависит от многих факторов. Подвижность мартенситных доменных границ зависит от способа приготовления образца и его термообработки. Так, в работе [Tickle1999] сообщалось об обратимой магнитодеформации 0,5 % в монокристалле $\text{Ni}_{51,3}\text{Mn}_{24,0}\text{Ga}_{24,7}$ ($M_s = 263$ К), а в [Murray2000] наблюдалась обратимая магнитодеформация 6% в монокристалле $\text{Ni}_{49,8}\text{Mn}_{28,5}\text{Ga}_{21,7}$ ($M_s = 318$ К), хотя предварительная тренировка образцов для получения моновариантного состояния была почти одинаковой (внешняя нагрузка ~ 1 МПа). Интересно также отметить, что состав монокристалла, использованного в работе [Murray2000], изменялся вдоль направления роста и 6%-ная магнитодеформация наблюдалась на образце, вырезанном из начала кристалла; на образцах, взятых из середины монокристалла, магнитодеформация не наблюдалась.

По данным обзорной работы [Васильев2003] магнитодеформация монокристаллов $Ni_{2+x+y}Mn_{1-x}Ga_{1-y}$, обусловленная перераспределением мартенситных вариантов, наблюдается как в сплавах с небольшими отклонениями от стехиометрии, так и в сплавах со значительным избытком Mn. Наибольшие значения магнитодеформации достигаются в образцах с содержанием Mn более 28 и менее 31 ат. %.

1.2. Доменная структура при ориентационных переходах

В магнитоупорядоченных кристаллах особенно велика роль доменной структуры. Наиболее полно поведение доменной структуры при ориентационных фазовых переходах и ее влияние на характер перехода проанализированы в работе [Белов1979]. Рассмотрим сначала перестройку доменных границ при переходе. Удобно исследовать этот вопрос на примере ромбического магнетика. Здесь нужно рассмотреть два случая: $K_2 > 0$ и $K_2 < 0$.

Если $K_2 < 0$, то в однодоменном образце происходит фазовый переход 1-го рода. При наличии доменной структуры доменные стенки могут служить зародышами новой фазы [Белов1979; Мицек1969]. При наличии таких зародышей переход 1-го рода может стать непрерывным. Действительно, пусть в фазе A имеется доменная граница, в которой есть области с таким же направлением спинов, что и в фазе B . Тогда при прохождении точки фазового перехода $A \rightarrow B$ эти области непрерывно расширяются и занимают весь объем образца.

Рассмотрим этот вопрос подробнее. Рассмотрим изменение доменной границы при переходе. Термодинамический потенциал с учетом энергии магнитных неоднородностей имеет вид

$$\Phi = \int \left\{ A \left[\left(\frac{d\theta}{dy} \right)^2 + \sin^2 \theta \left(\frac{d\theta}{dy} \right)^2 \right] + K_1 \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta \right\} dV, \quad (1.1)$$

где A - обменная константа. Мы рассматриваем простейшую модель плоской блоховской доменной границы в неограниченном кристалле. Такая доменная граница не создает полей размагничивания, поэтому магнитостатическая энергия в (1.14) опущена.

Уравнения Эйлера вариационной задачи для этого функционала

$$A \frac{d^2\theta}{dy^2} = K_1 \sin \theta \cos \theta + 2K_2 \sin^3 \theta \cos \theta, \varphi = \text{const} \quad (1.2)$$

имеют первый интеграл

$$A \left(\frac{d\theta}{dy} \right)^2 K_1(T) \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta + E, \quad (1.3)$$

где E - неопределенная константа, определяемая граничными условиями. Для выяснения основных физических закономерностей явления можно исследовать уравнение (1.2) известным методом качественной теории дифференциальных уравнений - методом фазового портрета (см., например, [29]). Применение этого метода для изучения доменной структуры предложено в работе Широбокова [Широбоков 1945]. Используя такой подход, можно легко проанализировать характер перестройки доменных границ в различных сложных случаях, не интегрируя точно соответствующие дифференциальные уравнения.

Рассмотрим фазовый портрет уравнения (1.2), т. е. плоскость (θ', θ) , на которой каждому решению соответствует некоторая траектория, определяемая уравнением (1.3). Константа E для изолированной доменной стенки определяется следующими граничными условиями:

$$K_1(T) + K_2 > 0 \text{ или } T > T_{II}: \quad \left(\frac{d\theta}{dy} \right)_{y \rightarrow \pm\infty} = \left(\frac{d\theta}{dy} \right)_{\theta \rightarrow 0, \pi} = 0,$$

$$K_1(T) + K_2 < 0 \text{ или } T < T_{II}: \quad \left(\frac{d\theta}{dy} \right)_{y \rightarrow \pm\infty} = \left(\frac{d\theta}{dy} \right)_{\theta \rightarrow \pi/2, 3\pi/2} = 0.$$

Константа $E = 0$ при $T > T_{\Pi}$ и $E = -K_1(T) - K_2$ при $T < T_{\Pi}$. Напомним, что температура фазового перехода T_{Π} определяется уравнением $K_1(T_{\Pi}) + K_2 = 0$.

На рисунке 1.16, а изображены интегральные кривые, соответствующие приведенным значениям константы E . Эти кривые являются сепаратрисами семейства интегральных траекторий уравнения (1.2).

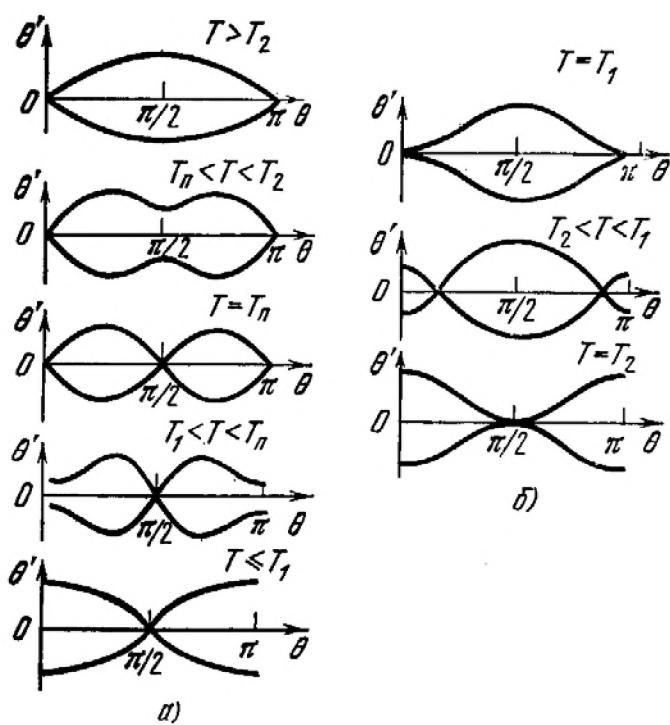


Рисунок 1.16 – Фазовые портреты уравнения (1.15), иллюстрирующие характер деформации доменной структуры при спин-переориентационных фазовых переходах; а) фазовый переход 1-го рода, б) непрерывная переориентация.

Седловые точки сепаратрисы (в данном случае это точки пересечения сепаратрисы и оси $\theta' = 0$) соответствуют доменам. Преобразование сепаратрисы при изменении T описывает соответствующую перестройку доменной границы. Из рисунка 1.16, а видно, что в фазе A при $T > T_2$ сепаратриса описывает обычную 180° -ную доменную границу. Здесь изображены два типа сепаратрис с $\theta' > 0$ и $\theta' < 0$, соответствующих двум типам вращения спинов в блоховской границе.

При переходе в область $T_{\Pi} < T < T_2$ на сепаратрисах появляются экстремумы – физически это означает, что в центре 180° -ной стенки появляются перегибы, и, следовательно, расширяется область, занимаемая спинами, направление которых близко к тому, которое должно быть в фазе $B(\theta = \pi/2, 3\pi/2)$. Этот перегиб можно рассматривать как зародыш фазы B . При $T \rightarrow T_{\Pi}$ зародыш растет, и при $T = T_{\Pi}$ он превращается в новый домен. Сепаратриса при $T = T_{\Pi}$ имеет четыре общие точки с линией $\theta' = 0$: $\theta = 0$, $\theta = \pi/2$, $\theta = \pi$, $\theta = 3\pi/2$, т.е. в системе имеются четыре типа доменов, разделенных 90° -ными стенками. При дальнейшем уменьшении температуры сепаратрисы «отцепляются» от оси $\theta' = 0$ в точках $\theta = 0$ и $\theta = \pi$; это означает, что домены фазы A исчезают и превращаются в перегибы на 180° -ных доменных границах, разделяющих домены $\theta = \pi/2$ и $\theta = 3\pi/2$ фазы B . При $T < T_1$ исчезают и эти перегибы. С математической точки зрения температура фазового перехода $T = T_{\Pi}$ является точкой бифуркации нелинейного дифференциального уравнения (1.2).

Эта модель показывает, что ориентационный переход 1-го рода может быть безгистерезисным за счет непрерывной перестройки доменных стенок, играющих роль зародышей новой фазы. Такой механизм зародышеобразования весьма своеобразен, так как зародыши начинают расти еще «в недрах старой фазы», т.е. до того, как система достигла температуры фазового перехода. Этот факт и является причиной безгистерезисности; подобный переход исследовался экспериментально и теоретически в $DyFeO_3$ и в кубических ферримагнетиках [Белов 1979].

Если $K_2 > 0$, то спиновая переориентация является непрерывной. Некоторые особенности поведения доменной структуры при непрерывном переходе следуют уже из соображений симметрии. В фазе A имеются два энергетически эквивалентных решения $m_x = 0$, $m_z = \pm 1$ (или $\theta = 0, \pi$). Это означает, что может существовать «обычная» доменная структура с 180° -ными доменными границами. В фазе C число решений удваивается. $\theta = 0$

превращается в два решения $\theta_{1,2} = \pm\theta_0 = \arcsin(\sqrt{-K_1/2K_2})$ а $\theta = \pi$ в $\theta_{3,4} = \theta \pm \theta_0$. Это приводит к тому, что домен фазы A с $\theta = 0$ делится на два домена с $\theta_1 = \theta_0$ и $\theta_2 = -\theta_0$, аналогично домен с $\theta = \pi$ превращается в домены $\theta_3 = \pi - \theta_0$ и $\theta_4 = \pi + \theta_0$, т. е. число доменов в фазе C по сравнению с фазой A удваивается. Новые домены в фазе C разделены двумя видами границ (не 180° -ного типа). При переходе из фазы C в B происходит объединение решений, а следовательно, и доменов θ_1 и θ_3 в домен фазы B ($\theta = \pi/2$), а доменов θ_3 , θ_4 в домен $\theta = 3\pi/2$, т. е. восстанавливается «обычная», но повернутая на $\pi/2$ доменная структура. На рисунке 1.16 изображены фазовые портреты уравнения (1.2) при $K_2 > 0$. Здесь также температуры фазовых переходов являются точками бифуркации уравнения, определяющего доменную структуру. В угловой фазе C доменная структура сохраняется и в магнитном поле, достаточно сильном для того, чтобы подавить ее в фазах A и B . Это также является проявлением «вырождения», присущего угловой фазе. Хотя приведенные здесь основные выводы относительно перестройки доменной структуры сделаны на основе анализа спин-переориентационных переходов частного вида, они сохраняются и в более общих случаях процессов непрерывного роста новой фазы из доменной границы при фазовых переходах 1-го рода, индуцированных внешним полем в ферромагнетиках [Белов 1979].

При анализе магнитных фазовых переходов важно различать внутреннее магнитное поле \mathbf{H}^B и внешнее поле \mathbf{H} . В магнитно-однородных образцах они отличаются на величину поля размагничивания $\mathbf{H}^B = \mathbf{H} - \mathcal{N}\mathbf{M}$, где \mathcal{N} - тензор коэффициентов размагничивания. \mathbf{H}^B - это поле, реально действующее на магнитные моменты кристалла. Поэтому критические поля, при которых происходит перестройка магнитной структуры, естественно выражаются в терминах внутреннего поля \mathbf{H}^B .

Глава 2. МЕТОДОЛОГИЯ МАГНИТООПТИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ

2.1. Магнитные измерения

2.1.1. Холловский магнитометр

Для измерений кривых намагничивания и петель гистерезиса монокристаллов интерметаллидов нами был создан магнитометр, основанный на определении поля рассеяния образца с помощью расположенных определённым образом преобразователей Холла. Идея подобного принципа измерений была заимствована из работы [Craik1968], но отличается от неё числом преобразователей Холла (четыре вместо одного), что позволило поднять чувствительность и повысить точность.

Образец располагается между полюсами электромагнита (рисунок 2.1 (а)). Вокруг него на некотором расстоянии находятся четыре преобразователя Холла, которые ориентированы так, чтобы вектор поля, создаваемого электромагнитом, лежал в плоскости преобразователей. При такой ориентации преобразователи не чувствительны к внешнему полю (электромагнита), но регистрируют перпендикулярную компоненту поля рассеяния образца, которое прямо пропорционально его магнитному моменту.

Так как образец имеет достаточно малые размеры, его можно представить в виде точечного магнитного диполя. Для точечного диполя, расположенного в начале координат с ориентацией магнитного момента P_m параллельно оси y компоненты поля в любой точке плоскости xy ($z = 0$, $\sin \varphi = x/r$, $\cos \varphi = y/r$) равны

$$\begin{aligned} B_x &= \mu_0 \frac{3p_m \sin \varphi \cos \varphi}{r^3} = \mu_0 3p_m \frac{xy}{(x^2 + y^2)^{2,5}}, \\ B_y &= \mu_0 \frac{p_m (3 \cos^2 \varphi - 1)}{r^3} = \mu_0 p_m \frac{2y^2 - x^2}{(x^2 + y^2)^{2,5}}, \\ B_z &= 0, \end{aligned} \quad (2.1)$$

где μ_0 - магнитная постоянная. Поле вне однородно намагниченного шара равно полю диполя с равным магнитным моментом, при его расположении в центре шара.

На рисунке 2.1 (б) представлено расчётное распределение у-компоненты поля образца диаметром 2 мм с объемной намагниченностью $\mu_0 M = 0,8$ Тл. Видно, что для достижения максимальной чувствительности преобразователи Холла должны быть смешены относительно оси симметрии образца и их следует включать противопоследовательно друг по отношению к другу, что дает для двух преобразователей удвоение полезного сигнала или (для четырех преобразователей) - учетверение сигнала. Условием максимума сигнала является условие $\operatorname{tg}\theta = 1/2$.

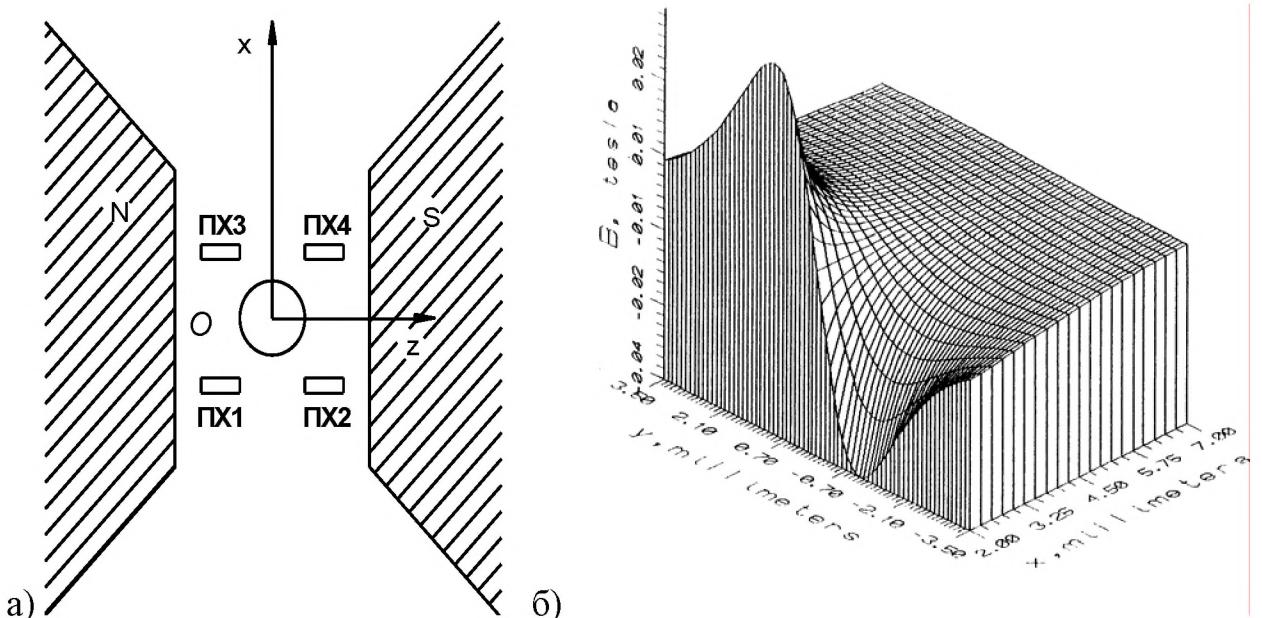


Рисунок 2.1 – Схема расположения образца и преобразователей Холла в магнитометре (а). ПХ1, ПХ2, ПХ3, ПХ4 – преобразователи Холла, О – образец, N, S - полюсные наконечники электромагнита. Расчетное распределение поперечной компоненты поля рассеяния образца сферической формы (б). Диаметр сферы 2 мм, намагниченность $\mu_0 M = 0.8$ Тл.

Калибровку магнитометра удобнее всего производить по эталонному образцу с известной намагниченностью насыщения (никель). Погрешность измерений с помощью холловского магнитометра близка к погрешности вибрационных магнитометров и равна 1-5%. Так же, как и вибрационный

магнитометр, холловский магнитометр позволяет проводить угловые измерения кривых намагничивания и петель гистерезиса. В техническом отношении он проще вибрационного магнитометра, т.к. отсутствует вибратор.

2.1.2. Генератор импульсного магнитного поля

Для проведения исследований анизотропии применялись импульсные магнитные поля, создаваемые с помощью разработанного на кафедре оригинального тиристорного импульсного генератора с питанием от сети переменного тока частотой 50 Гц [Разорёнов1976]. Указанный генератор при очень малых габаритах (масса прибора не более 4 кг) способен создавать в нагрузке токи величиной до 8 кА при напряжении до 380 В при длительности одиночного импульса около 10 мс. В данной работе были проведены расчёты параметров соленоидов, включавшие в себя оптимизацию форм-фактора и анализ переходного процесса в специфических условиях питания соленоида от импульсного тиристорного источника [Зевске1989]. Достоверность расчётов была подтверждена при практическом изготовлении соленоидов, при этом достигнутая точность определения постоянной соленоидов составила около 5%.

2.1.3. Магнитооптический гистериограф

Известные методы измерений магнитных характеристик материала с помощью магнитооптических эффектов основаны на использовании того обстоятельства, что их величина пропорциональна намагниченности магнетика, что дает возможность измерений намагниченности как функции внешнего поля. Чувствительность магнитооптических методов может быть чрезвычайно высокой (как показано Г.С. Кринчиком, возможно получение информации о магнитных свойствах микроучастков объёмом порядка 10-13 см³) [Кринчик1985]. Магнитооптическая магнитометрия открывает широкие перспективы исследований магнетиков, к числу которых относится измерение локальных характеристик гетерогенных магнетиков, определение толщины

доменных границ, исследование процессов перемагничивания микронных магнитных элементов (пленок) в дискретных магнитных запоминающих устройствах, полей рассеяния тонкопленочных головок для цифровой магнитной записи и многое другое.

При разработке подобной системы в данной работе нами были поставлены следующие задачи: выбрать тип оптической схемы и системы фотоэлектрической регистрации магнитооптического сигнала; выполнить электронную часть установки; изготовить намагничающие устройства, совместить в одной установке возможность работы как в отраженном (эффекты Керра), так и в проходящем свете (эффект Фарадея).

При разработке гистериографа за основу была взята двухлучевая схема Савацкого и Хорна [Sawatsky 1972] (см. также описания двухлучевых магнитополяриметров в [Червинский 1990]), но с применением более совершенной электроники. Функциональная схема гистериографа приведена на рисунке 2.2. Гистериограф собран на базе горизонтального металлографического микроскопа МИМ-8. Для осуществления наиболее перспективной двухлучевой системы регистрации магнитооптического сигнала использовалась двухлучевая поляризационная призма Волластона. В качестве приемников излучения были использованы кремниевые фотодиоды типа ФД-24К, имеющие наилучшие параметры для данного типа приемников.

Выбор кремниевых фотодиодов был обусловлен рядом их преимуществ по сравнению с фотоэлектронными умножителями. К их числу относятся: более высокая квантовая эффективность (до 75%), более широкий диапазон спектральной чувствительности, небольшие габариты и вес как самих диодов, так и источников питания, больший динамический диапазон (до 10^6 по сравнению с 10^3 для ФЭУ), в котором сохраняется линейная связь фототок - мощность регистрируемого излучения. Фотодиоды меньше подвержены эффекту старения, нечувствительны к световым перегрузкам, имеют повышенную надежность, хорошо сопрягаются с современными схемами дифференциальных операционных усилителей в интегральном исполнении.

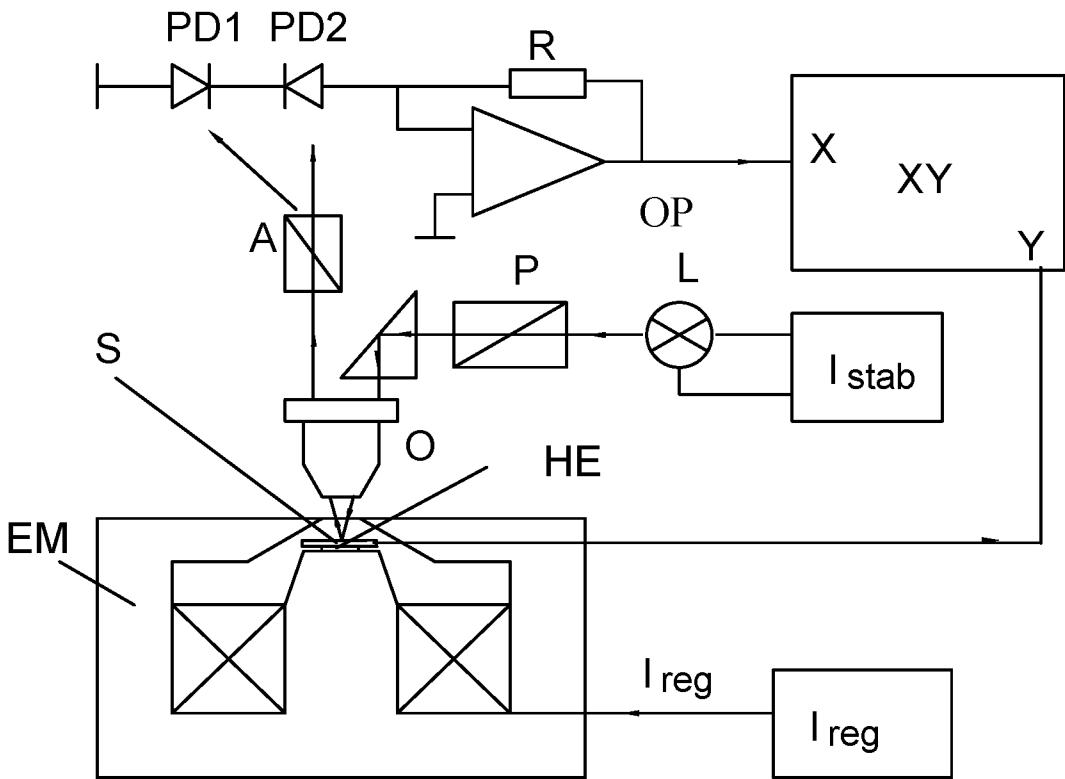


Рисунок 2.2 – Функциональная схема магнитооптического гистериографа.

PD1, PD2 - фотоприемники, OP - операционный усилитель, XY - двухкоординатный самописец, A, P - анализатор и поляризатор, L - источник излучения, S - образец, О - объектив, НЕ - элемент Холла, ЕМ - электромагнит, I_{stab} - источник стабилизированного тока, I_{reg} - двухполярный источник регулируемого тока.

2.1.4. Термомагнитный анализ

Термомагнитный анализ (ТМА) является важным экспериментальным методом, дающим богатую информацию о фазовом составе материалов и параметрах структурных и магнитных переходов [Апаев1973; Strnat1976; Baltes1986; Schonhuber1989]. В настоящей работе была создана установка для термомагнитного анализа по температурной зависимости начальной магнитной восприимчивости. В основе установки лежит принцип дифференциальных измерений с двумя измерительными катушками, одна из которых находится вблизи исследуемого образца, а вторая на удалении от него. Применялись как цилиндрические обмотки, расположенные

концентрически в трубчатом нагревателе, так и плоские катушки, позволявшие проводить измерения при одновременном наблюдении одной из сторон образца с помощью микроскопа. Число витков измерительных катушек составляло от 20 до 100 в зависимости от варианта измерений.

Функциональная схема установки представлена на рисунке 2.3. Рабочая частота генератора выбиралась в диапазоне 400-2000 Гц. Амплитуда поля возбуждения не превышала нескольких сотых долей миллитесла. Для усиления измерительного сигнала использовался чувствительный селективный нано-микровольтметр с предварительным усилителем и синхронным детектором Unipan-232B, вход опорного (синхронизирующего) сигнала которого соединялся с выходом генератора намагничивающего тока. Выходной аналоговый сигнал микровольтметра подавался на 24-битовый аналого-цифровой преобразователь Е-24, соединённый с ПЭВМ. Программа обработки включала в себя цифровой фильтр низких частот с частотой среза 10 Гц, обеспечивающий глубокое подавление сигналов помехи на частоте 50 Гц (до -120 дБ) и возможность автоматической записи и хранения результатов. В результате была достигнута высокая чувствительность, надёжность и простота установки, позволяющей проводить измерения на микрообразцах массой до 1 мг.

При термомагнитном анализе проводится измерение температурной зависимости начальной магнитной восприимчивости $\chi = M/H$. В переменном магнитном поле в общем случае из-за разности фаз между изменением намагченности и поля восприимчивость представляют комплексной величиной $\chi = \chi' + i\chi''$. В большинстве практических случаев достаточным является ограничение действительной частью χ .

Ниже температуры Кюри T_c температурный ход восприимчивости можно описывать соотношением [Paranjape 1991]

$$\chi(T) \propto M_s(T) / K(T),$$

где M_s – спонтанная намагченность, а K – константа анизотропии.

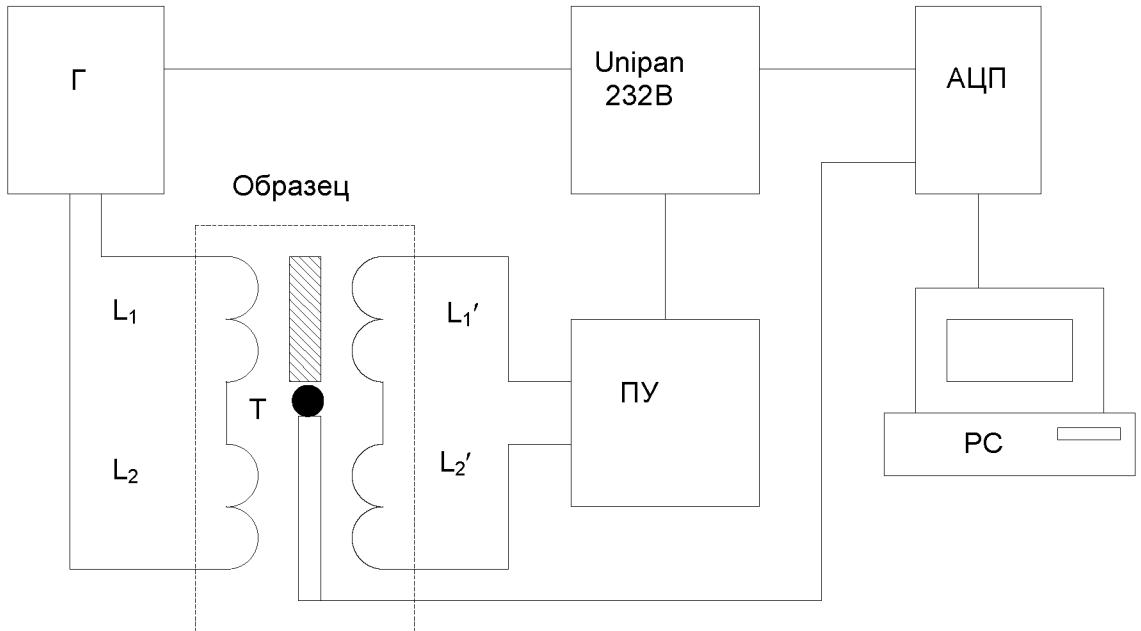


Рисунок 2.3 – Схема установки для регистрации температурной зависимости начальной магнитной восприимчивости. Г – генератор звуковых частот; L_1 , L_2 – намагничивающие катушки; L_1' , L_2' - дифференциальные измерительные обмотки; Т – тонкоплёночный платиновый термометр сопротивления Honeywell HEL-775; Unipan 232В – селективный усилитель с синхронным детектором; АЦП – 24-битовый аналого-цифровой преобразователь Е24; РС – компьютер.

Значения M_s и K ферромагнетиков уменьшаются при повышении температуры. При низких температурах эти изменения примерно пропорциональны друг другу и восприимчивость χ изменяется незначительно. При $T \rightarrow T_c$ M_s и $K \rightarrow 0$. Вблизи T_c значения K уменьшаются с температурой быстрее, чем M_s , что обычно (но не всегда) приводит к появлению максимума (пика Гопкинсона) на кривой $\chi(T)$. Выше температуры T_c M_s обращается в нуль, при этом материал характеризуется парамагнитной восприимчивостью $\chi(T) \propto 1/(T - T_c)$. Температура Кюри находится с помощью двух линейных регрессий, одна из которых определяется для спадающей части кривой $\chi(T)$

вблизи T_c , вторая экстраполирует парамагнитную часть $\chi(T)$. T_c определяется как точка пересечения этих двух прямых.

При отработке методики исследований с помощью ТМА изучалось влияние амплитуды переменного возбуждающего поля, скорости изменения температуры и ориентации образцов по отношению к измерительным катушкам на ход кривых ТМА.

Кривые ТМА для ряда значений амплитуды поля возбуждения представлены на рисунке 2.4. Видно, что абсолютные значения выходного сигнала прямо пропорциональны амплитуде поля возбуждения, причём форма кривых ТМА не претерпевает заметных изменений. Это указывает на то, что применявшиеся поля не выводили материал из линейной области начальной магнитной восприимчивости и эффекты магнитного гистерезиса не оказывают заметного влияния на результаты измерений.

При высоких (>10 К/мин) скоростях нагрева и охлаждения в ходе кривых ТМА может наблюдаться "аппаратный" гистерезис, не связанный с гистерезисом магнитного поведения материала. Удобным практическим критерием выбора оптимальных скоростей нагрева и охлаждения является исчезновение аппаратного гистерезиса в области температур вблизи T_c . При этом условии в области мартенситного перехода гистерезис приобретает стабильный характер, не изменяющийся при дальнейшем уменьшении скорости изменения температуры.

Измерения кривых $\chi(T)$ под разными углами между выбранным направлением и вектором внешнего поля позволяют также получить информацию об анизотропии исследуемых образцов. В общем случае значения восприимчивости при прочих равных условиях зависят от коэффициентов формы (коэффициентов размагничивания образца). Для сферических образцов (и для тонких дисков, если измерения проводятся в плоскости образца) вклад анизотропии формы отсутствует и эффект магнитной анизотропии выявляется в чистом виде.

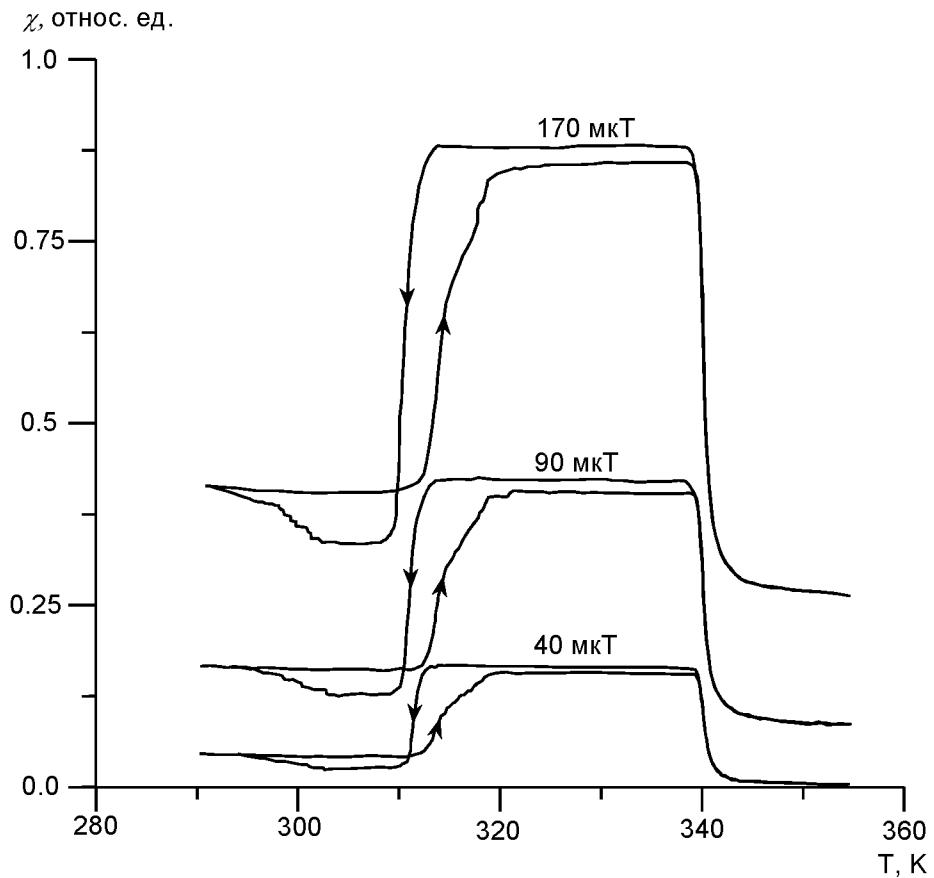


Рисунок 2.4 – Температурные зависимости начальной магнитной восприимчивости χ для поликристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$, измеренные при разных значениях амплитуды внешнего поля.

Сопоставление кривых ТМА для двух взаимно перпендикулярных направлений вдоль и попрёк длинной оси иглообразного микромонокристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$ показало, что формы кривых $\chi(T)$ имеют некоторые отличия (рисунок 2.5). Значения температур переходов практически одинаковые. Различия в форме кривых можно объяснить изменениями вкладов обратимого смещения доменных границ и вращения векторов намагниченности в результате изменения намагниченности в области слабых полей.

Абсолютные значения магнитной восприимчивости низкотемпературной (мартенситной) и высокотемпературной (аустенитной) фазы исследуемых сплавов Гейслера сплавов $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ отличаются друг от

друга в 5...10 раз. Это отличие, связано, по-видимому, с тем, что у этих фаз существенно (на 2 порядка) различаются значения констант магнитной кристаллографической анизотропии ($K_1 \sim 3 \cdot 10^6$ эрг/см³ у мартенсита и $\sim 5 \cdot 10^4$ эрг/см³ у аустенита для сплавов Ni-Mn-Ga и Co-Ni-Ga). Увеличение константы анизотропии должно приводить к уменьшению той части магнитной восприимчивости, которая обусловлена процессами вращения намагниченности, что и наблюдается в эксперименте.

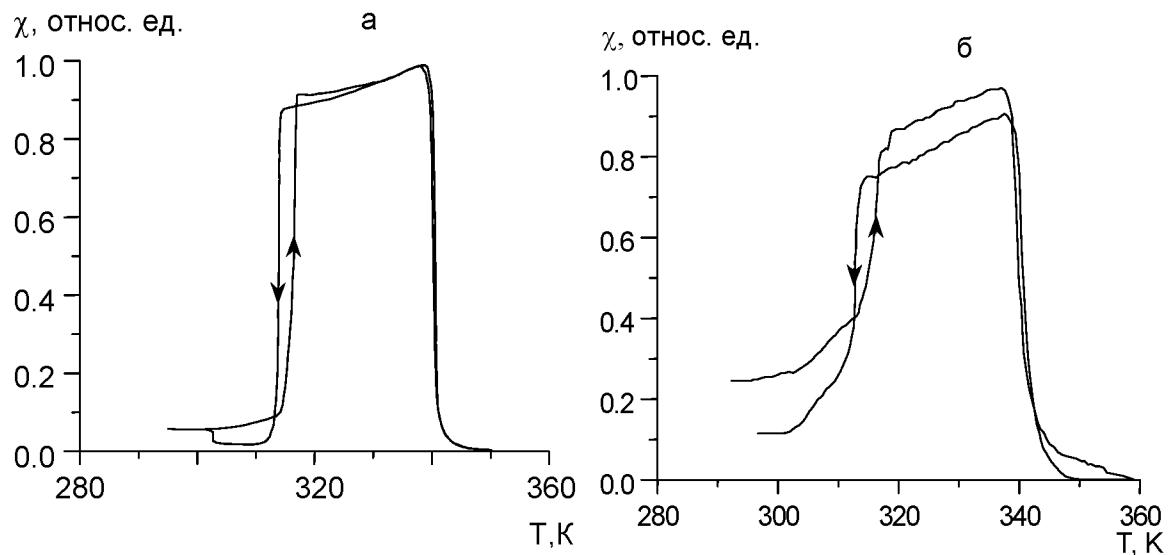


Рисунок 2.5 – Зависимости начальной магнитной восприимчивости от температуры для иглообразного микрокристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$. *а* – измерения вдоль длинной оси иглы, *б* – перпендикулярно длинной оси.

Различия в значениях магнитной восприимчивости двух фаз полезны для количественной оценки их относительных объемов. На рисунке 2.6 представлены кривые $\chi(T)$ для поликристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$, измеренные при циклических прямых и обратных мартенситных превращениях. В процессе этих измерений после завершения каждого цикла нагрев–охлаждение проводилось постепенное уменьшение нижнего предела температуры. В результате такой процедуры вырисовывались некие частные циклы зависимостей $\chi(T)$, внешне подобные частным циклам магнитного гистерезиса

$M(H)$. По этим кривым можно быстро и сравнительно точно оценить относительный объём V_{mart} мартенситной (или аустенитной V_{aust}) фазы, используя соотношение $V_{\text{mart}}/V = (\chi_{\text{aust}} - \chi_T)/(\chi_{\text{aust}} - \chi_{\text{mart}})$, где χ_{aust} и χ_{mart} – восприимчивости аустенитной и мартенситной фазы, а χ_T – восприимчивость при выбранной температуре. Подобный дополнительный контроль полезен при проведении механических испытаний и наблюдений микроструктуры. Схема микроструктурных наблюдений с одновременным ТМА представлена на рисунке 2.7.

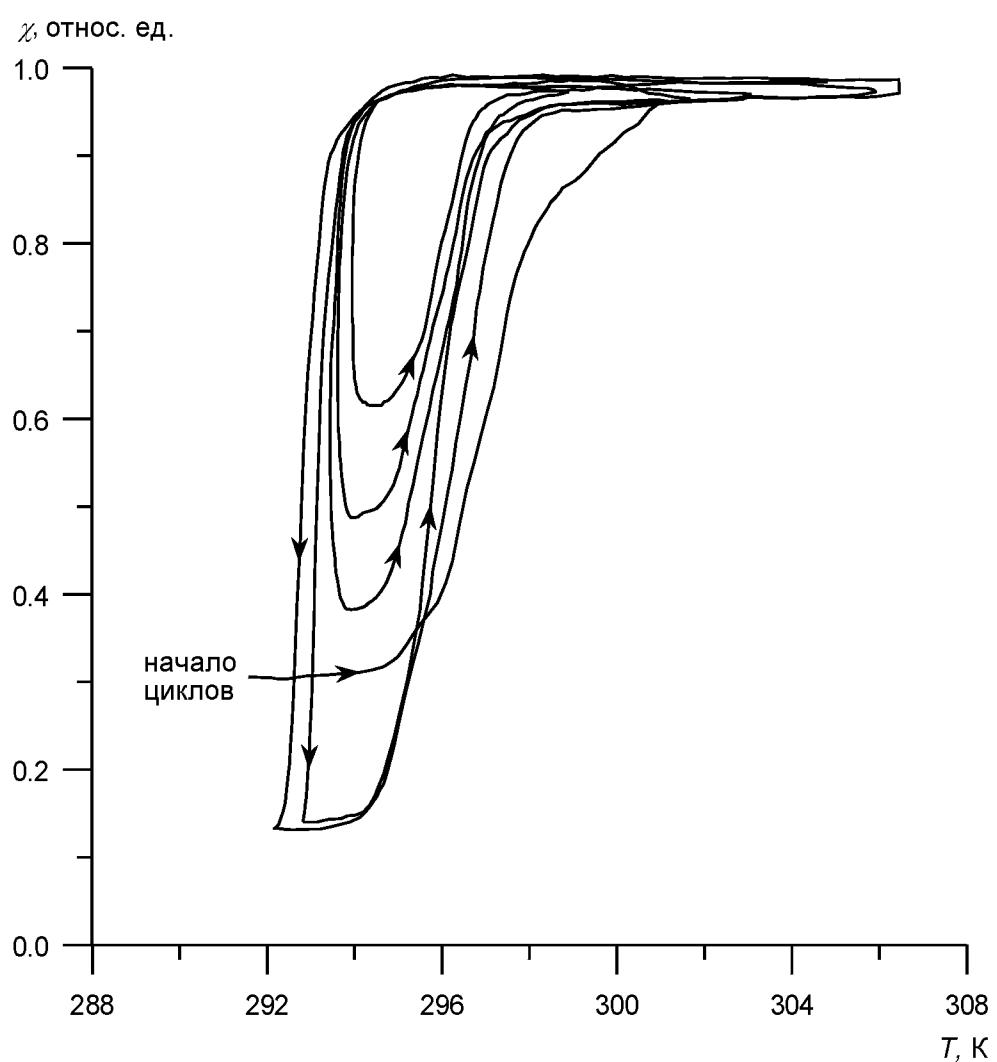


Рисунок 2.6 – Семейство частных петель гистерезиса начальной магнитной восприимчивости $\chi(T)$ при циклических прямых и обратных мартенситных превращениях.

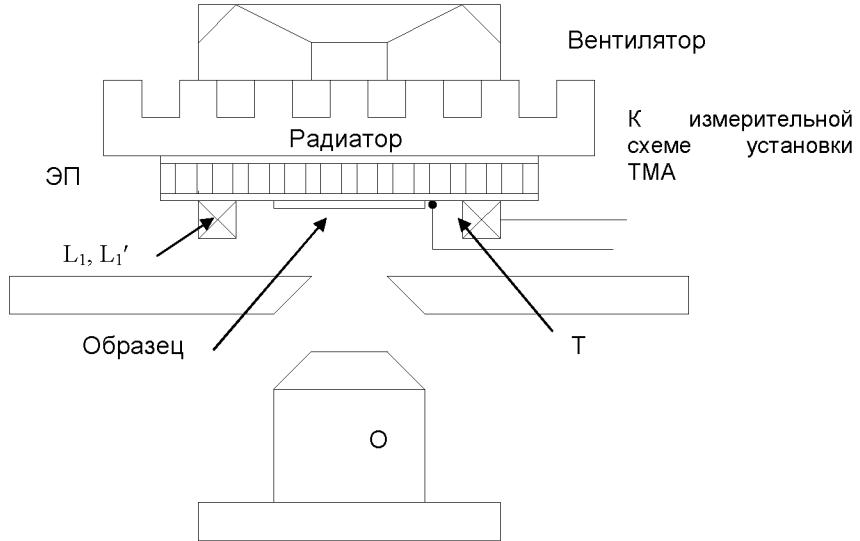


Рисунок 2.7 – Схема наблюдения мартенситной и магнитной доменных структур с одновременным ТМА. ЭП – элемент Пельтье; L_1, L_1' - намагничивающая и измерительная катушки (первая измерительная пара); Т – терморезистор, О – длиннофокусный объектив микроскопа. Вторая (компенсирующая) пара катушек L_2, L_2' отдалена от образца (на рисунке не показана).

Задачи температурных исследований структурных и магнитных фазовых переходов выбранных материалов требовали использования малогабаритных малоинерционных устройств с возможностью регулирования скорости изменения температуры, как по величине, так и по знаку. В данной работе для этих целей были использованы модули Пельтье.

Модуль Пельтье представляет собой термоэлектрический холодильник, состоящий из последовательно соединенных полупроводников *p*- и *n*-типа, образующих *p-n*- и *n-p*-переходы. Современные однокаскадные модули Пельтье, в частности, модули фирмы ElectroSolutions (США) обеспечивают в режиме охлаждения максимальный перепад температур до 100 К по отношению к температуре радиатора (рисунок 2.8).

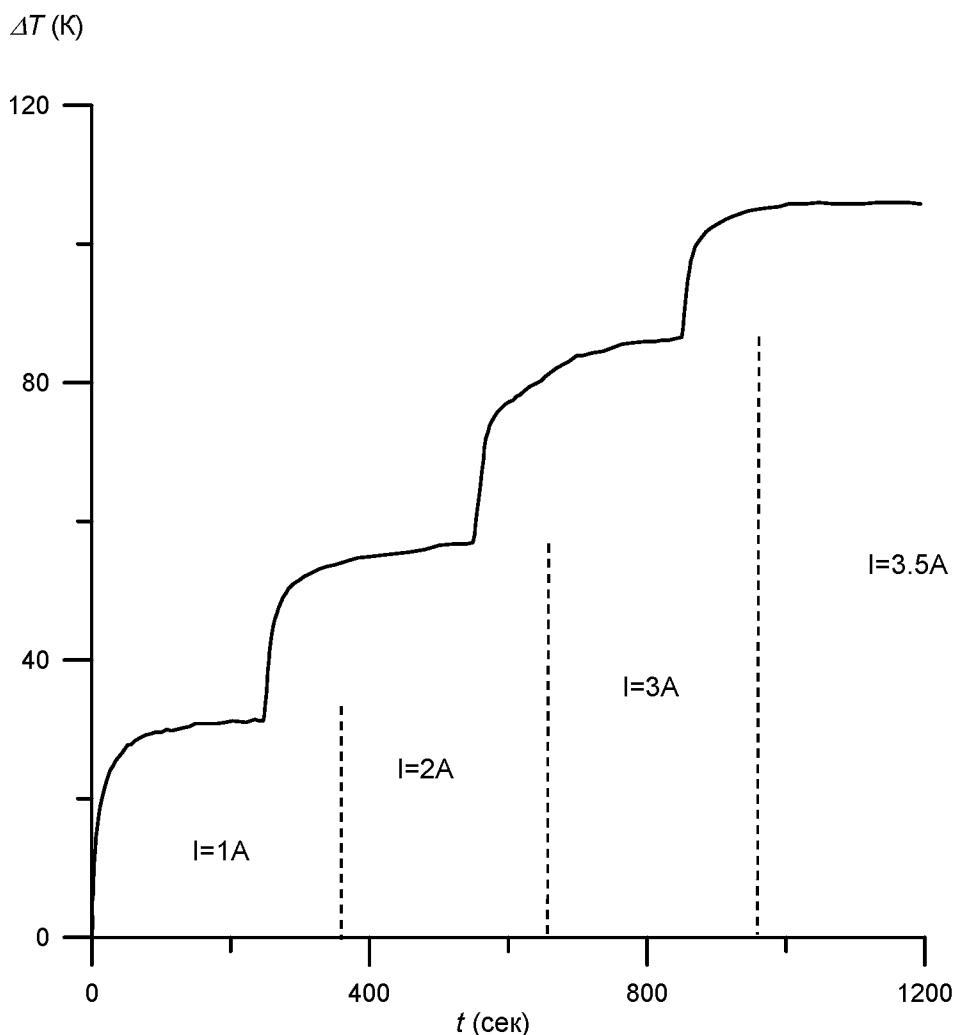


Рисунок 2.8 – Изменение во времени перепада температур ΔT , вырабатываемого модулем Пельтье СР 1.4-127-10L при различных рабочих токах.

Термостабильные модификации модулей Пельтье допускают нагрев до $+220^{\circ}\text{C}$. Таким образом, при комбинации прямого и обратного включения подобные модули обеспечивают в одном устройстве создание и регулировку температур в диапазоне от $+200$ до -80°C . Нижний предел может быть расширен при использовании многокаскадных схем, собранных из двух и более модулей. Для предотвращения образования инея на поверхности образца последний вместе с объективом микроскопа помещался в эластичную герметичную камеру с осушителем, позволяющую осуществлять фокусировку изображения без нарушения герметичности.

2.1.5. Оценка текстуры и положений осей лёгкого намагничивания

Микроструктурные исследования включали в себя стандартный металлографический анализ (определение формы и размеров кристаллитов, выделений второй фазы), изучение рельефа поверхности, анализ мартенситной и магнитной доменной структур. Использовались стандартные светлопольные, темнопольные и поляризационные режимы наблюдений, предусмотренные конструкцией металлографического микроскопа МИМ-8. Для расширения функциональных возможностей этот микроскоп был модифицирован для проведения интерференционных и дифференциальных поляризационно-оптических наблюдений. Микроскоп был оснащён современными галогеновыми, ксеноновыми и светодиодными источниками освещения.

Для оценки текстуры и положений ОЛН было разработано устройство, описанное в работе [Корпусов2002]. Для отбора образцов для доменных наблюдений и их ориентировки использовалась методика К.П. Белова с соавторами [Белов 1975, 1979] определения положений осей легкого намагничивания и их температурной зависимости с помощью псевдосвободного подвеса образца в ориентирующем поле. Одной из основных задач при экспериментальной реализации подобной методики является обеспечение свободы вращения образца в заданной плоскости с минимально возможным противодействующим моментом сил трения и упругости подвеса. В работе [Antonini1982] эта задача решалась с помощью прецизионного рубинового подшипника. В работе [Sagawa1981] для этой же цели был сконструирован воздушный подшипник с использованием струи газа от компрессора. Оба этих способа сравнительно сложны в исполнении.

В настоящей работе предлагается другой, более простой вариант реализации методики псевдосвободного подвеса, при котором центровка образца осуществляется с помощью неоднородного магнитного поля. В качестве источника поля использовался постоянный магнит определённой формы и размеров. Схема устройства поясняется рисунком 2.9.

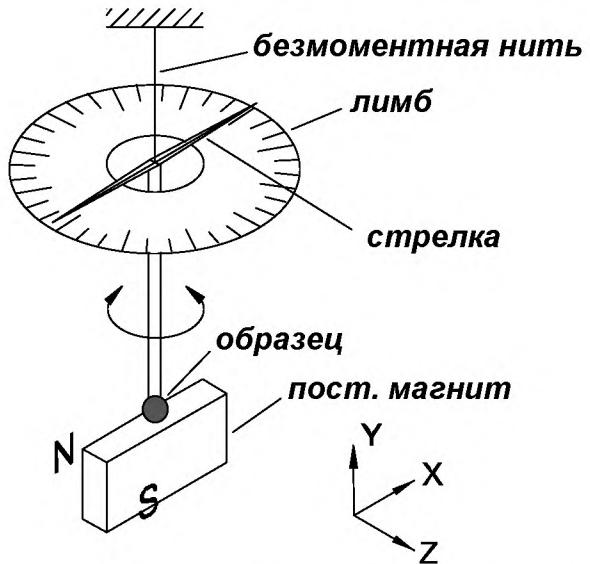


Рисунок 2.9 – Схема анизометра с самоцентровкой образца для измерений положений ОЛН и их температурной зависимости. Образец помещается в терmostат, не показанный на рисунке.

Постоянный магнит, намагниченный вдоль оси z , создает вблизи боковой поверхности XZ в области малого образца поле, направленное антипараллельно вектору магнитного момента магнита. В общем случае вблизи боковой поверхности зависимость $B_z(z)$ имеет седловидный характер с двумя максимумами вблизи краев магнита (рисунок 2.10(а)), что приводит к неустойчивому относительно центра грани XZ равновесию образца по оси z . Однако при определённой конфигурации и размерах постоянного магнита по отношению к образцу можно найти такое положение образца, при котором он устойчив относительно смещений вдоль осей x и z (колоколообразное распределение (рисунок 2.10(б)). Одновременная устойчивость вдоль оси y (свободный магнитный подвес) невозможна (теорема Ирншоу), однако в этом направлении образец удерживается от соприкосновения с магнитом нитью подвеса. Достаточно высокая термостабильность и небольшие размеры магнита позволяют размещать его вместе с образцом в температурной камере, что упрощает эксперимент. Самоцентровка образца позволяет применять длинные штоки и упрощает юстировку. Поле в области образца имеет, в

зависимости от материала и размера магнита, значения порядка 0,2 - 0,4 Т (2000 - 4000 Гц).

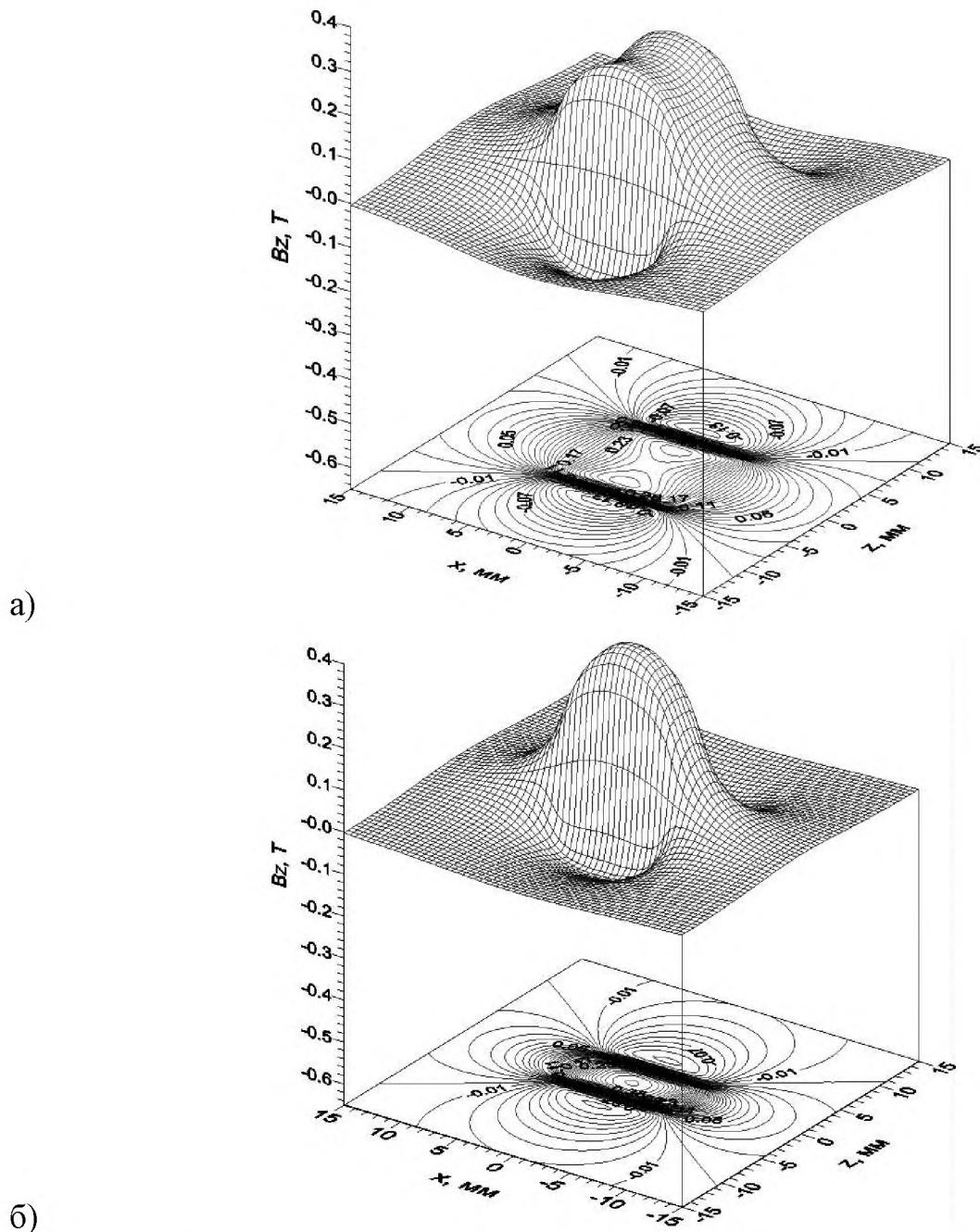


Рисунок 2.10 – Седловидное и колоколообразное распределение компоненты поля B_z на расстоянии 0,5 мм от боковой поверхности XZ призматических магнитов с размерами $2a \times 2b \times 2h = 10 \times 10 \times 10$ (а) и $10 \times 10 \times 5$ мм (б). Материал магнита – NdFeB (остаточная индукция $B_r = 1,2$ Тл), магнит намагнчен вдоль оси z .

Чувствительность устройства к изменениям направлений осей лёгкого намагничивания определяется упругим противодействующим моментом нити подвеса, который без труда может быть сделан достаточно малым (например, с помощью тонкой шелковой нити). Удобным оказался также вариант, при котором образец размещается на поплавке, плавающем в сосуде с жидкостью и постоянным магнитом, установленным под дном сосуда. Устройство было использовано для определения положений ОЛН монокристаллов $DyCo_{5.2}$ и $TbCo_{5.1}$ в области спин-переориентационного перехода и для определения наличия и направления оси текстуры в поликристаллических слитках и быстрозакалённых лентах сплавов Ni-Mn-Ga. Температурные измерения угловой зависимости направлений ОЛН дали результаты, совпадающие с известными литературными данными [Белов1979; Sagawa1981; Ohkoshi1977], полученными другими способами. С помощью этого устройства удалось надёжно обнаружить наличие анизотропии шестого порядка в базисной плоскости гексагонального соединения $TbCo_{5.1}$, данные о которой в литературе ранее не приводились.

2.2. Цифровая обработка изображений доменной структуры

Совместно с доцентом С.С. Сошиным было создано специальное программное обеспечение для цифровой регистрации и обработки изображений, включающее в себя накопление и усреднение измерительной информации, выравнивание фона, контрастирование и др.

2.2.1. Анализ магнитооптической схемы

Наиболее существенными магнитооптическими (МО) явлениями считаются магнитное круговое двупреломление и магнитный круговой дихроизм (эффект Фарадея), магнитное линейное двупреломление (эффект Коттона-Мутона) и магнитный линейный дихроизм, а также разновидности эффекта Керра [Кринчик1985; Гущин1998]. Для общего описания МО эффектов в средах со спонтанной намагниченностью исходят из уравнений

Максвелла и связи между напряжённостью и индукцией электрического и магнитного поля световой волны [Соколов1961]. Тензоры диэлектрической ϵ и магнитной μ проницаемости намагниченной среды могут быть записаны в виде

$$\epsilon = \begin{vmatrix} \epsilon & -i\epsilon Q & 0 \\ i\epsilon Q & \epsilon & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_0^* \end{vmatrix}, \quad \mu = \begin{vmatrix} \mu & -i\mu M & 0 \\ i\mu M & \mu & 0 \\ 0 & 0 & \mu_0^* \end{vmatrix}, \quad (2.2)$$

где Q и M – комплексные МО параметры, модули которых пропорциональны полю \mathbf{H} или намагниченности \mathbf{M} , а фаза меняется на π при изменении направления \mathbf{H} или \mathbf{M} на противоположное, ϵ_0^* и μ_0^* – диэлектрическая и магнитная комплексные проницаемости при отсутствии \mathbf{H} или \mathbf{M} , $\epsilon = \epsilon_0^*(1 + f_1 Q^2)$, $\mu = \mu_0^*(1 + f_2 Q^2)$ – диагональные компоненты тензоров диэлектрической и магнитной проницаемости при \mathbf{H} и \mathbf{M} , не равных нулю. При нулевой намагниченности недиагональные компоненты тензоров обращаются в нуль, и среда становится изотропной. Все магнитооптические эффекты (МОЭ) – изменение интенсивности, фазы и состояния поляризации света при его взаимодействии с намагниченным или магнитоупорядоченным веществом обусловлены возникновением кругового и линейного двупреломления и дихроизма в намагниченной среде [Гущин1998]. МОЭ зависят от параметров Q и M материала образца, оптических параметров (показателей поглощения и преломления) образца и прилегающих к нему сред, а также от угла падения на образец потока излучения и азимута его плоскости поляризации.

Расчёт поляризационных оптических систем удобно производить матричными методами Джонса и Мюллера [Шерклифф1965; Джеррард1978]. В обоих методах поляризованный свет представляют в виде вектора, а оптические элементы – в виде матриц. Определение параметров светового потока, прошедшего через оптическую систему, сводится к последовательному умножению вектора падающего света на матрицы

оптических элементов. В таблице 2.1 дано представление оптических элементов и исследуемых образцов четырёхэлементными матрицами Джонса.

Таблица 2.1

Наименование оптического элемента	Матрица Джонса
Поляризатор	$\begin{vmatrix} \dot{E}_x^t \\ \dot{E}_y^t \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} \cos^2 \alpha & \sin \alpha \cos \alpha \\ \sin \alpha \cos \alpha & \sin^2 \alpha \end{vmatrix} \cdot \begin{vmatrix} \dot{E}_x^i \\ \dot{E}_y^i \end{vmatrix}$
Фазовая пластина	$\begin{vmatrix} \dot{E}_x^t \\ \dot{E}_y^t \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} \cos^2 \rho + \exp(-j\delta) \sin^2 \rho \\ [1 - \exp(-j\delta)] \sin \rho \cos \rho \\ [1 - \exp(-j\delta)] \sin \rho \cos \rho \\ \sin^2 \rho + \exp(-j\delta) \cos^2 \rho \end{vmatrix} \cdot \begin{vmatrix} \dot{E}_x^i \\ \dot{E}_y^i \end{vmatrix}$
Оптически активный элемент	$\begin{vmatrix} \dot{E}_x^t \\ \dot{E}_y^t \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} \cos \varphi & \sin \varphi \\ -\sin \varphi & \cos \varphi \end{vmatrix} \cdot \begin{vmatrix} \dot{E}_x^i \\ \dot{E}_y^i \end{vmatrix}$
Отражающая поверхность (без учета МО эффектов)	$\begin{vmatrix} \dot{E}_s^r \\ \dot{E}_p^r \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} r_s \exp(j\delta_s) & 0 \\ 0 & r_p \exp(j\delta_p) \end{vmatrix} \cdot \begin{vmatrix} \dot{E}_s^i \\ \dot{E}_p^i \end{vmatrix}$

Примечание: i, t, r – индексы, обозначающие падающую, прошедшую и отраженную волны, соответственно; α – азимут оси пропускания поляризатора по отношению к выбранным осям x и y ; ρ – азимут оси наибольшей скорости ля фазовой пластиинки по отношению к выбранным осям; φ – угол поворота плоскости поляризации в оптически активном элементе.

Многообразие магнитооптических схем можно свести к четырём основным видам: с одним поляризатором, с одним анализатором, без поляризационных приборов и с двумя поляризационными приборами (рисунок 2.11). При расчётах предполагается, что осветитель является источником параллельного пучка монохроматического неполяризованного излучения.

Изменение отражённого потока излучения при перемагничивании образца в общем случае обусловлено всеми тремя составляющими вектора намагниченности M_x, M_y и M_z (рисунок 2.12). Основные способы выделения МО сигналов сведены в таблице 2.2.

Экваториальный эффект Керра, пропорциональный составляющей M_y/M_s , может быть выделен во всех оптических схемах (рис. 2.11), при условии точной установки имеющихся поляризационных приборов на пропускание p -составляющей потока, т.е. $\alpha = \theta = 0$. Меридиональный эффект Керра, пропорциональный M_x/M_s , можно выделить (рис. 2.11, ε) если $M_z = 0$, т.е. вектор \mathbf{M} не выходит из плоскости образца. При этом возможны два варианта исключения экваториального эффекта – если падающее излучение s -поляризовано, или азимут анализатора установлен на пропускание s -поляризованной составляющей.

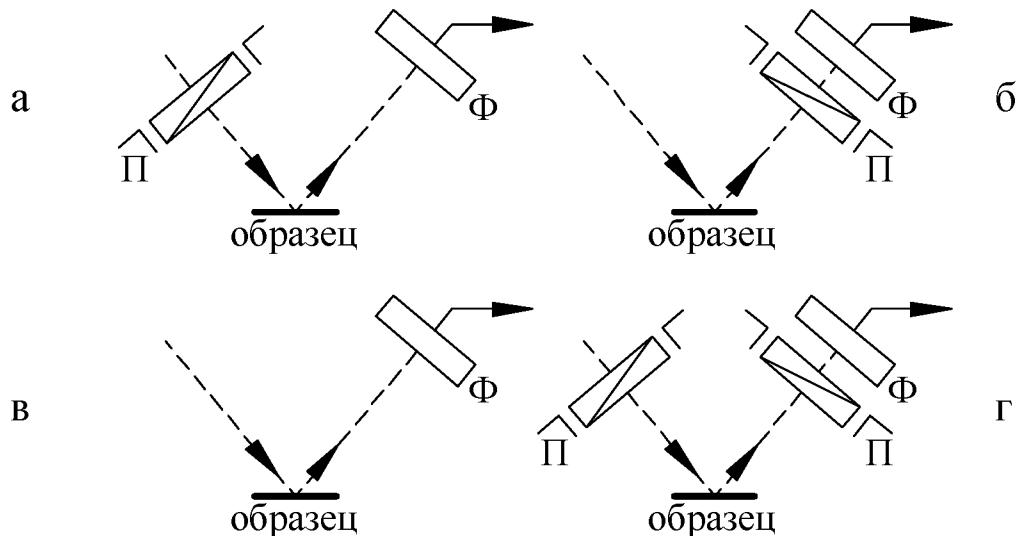


Рисунок 2.11 – Разновидности оптических схем для расчета МО-сигнала. Π – поляризатор; *образец* – образец; Φ – фотоприемник.

В схемах (рис. 2.11, a и \bar{b}) с одним поляризатором или с одним анализатором при $M_z = 0$ компоненты M_x/M_s и M_y/M_s могут быть разделены при двух ортогональных установках поляризационных приборов с последующим суммированием и вычитанием сигналов.

В связи с проблемой разделения различных эффектов отметим особый случай, связанный с так называемыми ориентационными МО эффектами (ОМЭ) [Гущин1998; Кринчик1971]. Сложность здесь состоит в том, что как квадратичный ОМЭ, так и линейный по намагниченности ЭЭК являются

интенсивностными эффектами. В работе [Быков200] для разделения этих эффектов предложена оригинальная методика измерений изменений интенсивности отражённого света δ_a и δ_b при изменении намагниченности по петле гистерезиса от M_r до M_s и от $-M_s$ до $-M_r$ соответственно. Полусумма $(\delta_a + \delta_b)/2$ есть ЭЭК, а полуразность $(\delta_a - \delta_b)/2$ представляет собой чётный ОМЭ.

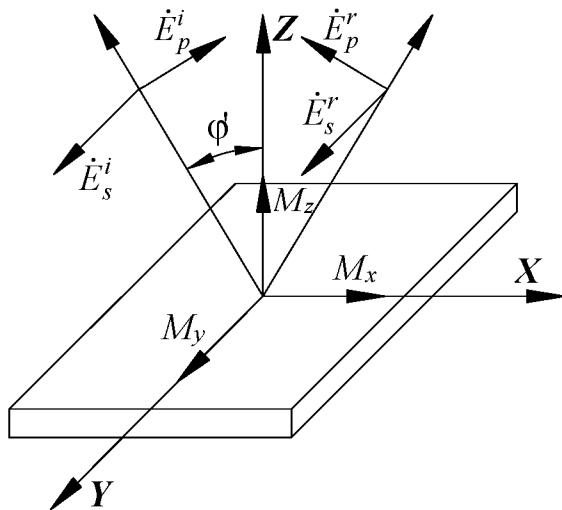


Рисунок 2.12 – Геометрия наблюдения эффекта Керра.
 i, r - индексы, обозначающие падающую и отраженную волны, соответственно; p и s - индексы, обозначающие проекции вектора \mathbf{E} на плоскость падения и на направление, перпендикулярное к плоскости падения.

Специфическая ситуация создаётся при спин-переориентационных переходах от состояния с анизотропией «лёгкая ось» через угловую фазу к анизотропии «лёгкая плоскость». В этом случае в угловой фазе вектор намагниченности выходит из плоскости образца и возникают затруднения в разделении вкладов от полярного и меридионального эффектов Керра. Для данного случая можно предложить следующий алгоритм.

На рисунке 2.13 представлена схема наблюдений полярного и меридионального эффекта Керра при наклонном падении света. В первом приближении эффект Керра является функцией направляющего косинуса угла между волновым вектором падающего света \mathbf{k} и намагниченностью \mathbf{M} , т.е. $\mathbf{k} \cdot \mathbf{M}$. Из рисунка 2.13 видно, что при изменении направления падения света, или, что то же самое, при повороте образца на 180° , для полярного эффекта (чётного по углу падения), в отличие от меридионального (нечётного по углу падения), угол между \mathbf{k} и \mathbf{M} не меняется. Это создаёт возможность разделения

этих двух эффектов путём проведения двух измерений (наблюдений) в прямой и инвертированной геометрии. Суммарный сигнал даёт удвоенный полярный эффект, а разностный – удвоенный меридиональный эффект.

Таблица 2.2

Условия выделения МО эффектов от одной составляющей намагниченности									
Регистрируемая составляющая	Азимуты поляризационных приборов для схем рис.2.3.					Дополнительные условия	Примечания		
	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>z</i>					
				вариант1	вариант2				
M_y	$\alpha = 0$	$\theta = 0$	Поляризационные приборы отсутствуют	$\alpha = \theta = 0$	–				
M_x	–	–	–	$\alpha = \pi/2$	$\theta = \pi/2$	$M_z = 0$			
M_z	–	–	–	$\alpha = \pi/2$	$\theta = \pi/2$	$\phi' = 0$	Регистрируется полярный эффект Керра		
Условия разделения МО эффектов от двух составляющих намагниченности									
Регистрируемая составляющая	Вариант установки поляризационных приборов						Примечания		
	<i>a</i>		<i>b</i>		<i>z</i>				
	1	2	1	2	1	2			
$M_x; M_y$	$\alpha = \pi/4$	$\alpha = -\pi/4$	$\theta = \pi/4$	$\theta = -\pi/4$	–	–	–		
$M_x; M_z$	–	–	–	–	$\alpha = \pi/2$ $\theta = \alpha_0$	$\theta = \pi/2$ $\alpha = \alpha_0$	Измерения проводят дважды при разных положениях поляризационных приборов		

Примечание: прочерк означает, что схема непригодна для регистрации соответствующей составляющей намагниченности.

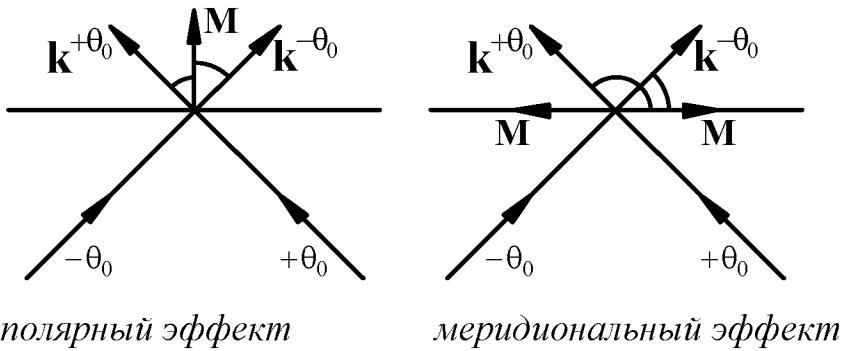


Рисунок 2.13 – Схема наблюдений полярного и меридионального эффекта Керра при наклонном освещении при изменении направления падения света.

2.2.2. Магнитооптический контраст

В системе с двумя поляризационными приборами интенсивность прошедшего света определяется законом Малюса, который в общем случае с учётом несовершенства оптической системы можно записать в виде:

$$I = (H_0 - H_{90}) \cos^2 \theta + H_{90}, \quad (2.3)$$

где H_0 - пропускание параллельной пары, а H_{90} - пропускание скрещенной пары поляризаторов. Для идеальных поляризаторов $H_0=0,5$, а $H_{90}=0$. Относя параметры H_0 и H_{90} ко всей оптической системе и заменяя θ на $\theta - \delta$ для интенсивность света на выходе получим

$$I = (H_0 - H_{90}) \cos^2 (\theta - \delta) + H_{90}. \quad (2.4)$$

Наблюдение доменной структуры в поляризованном свете производится как в отражённом, так и в проходящем свете с помощью эффектов Керра или Фарадея соответственно. Намагниченная среда придаёт отражённому (проходящему) свету некоторую степень эллиптичности и поворачивает эллипс поляризации. Поэтому оптическую систему, используемую для наблюдения доменов, можно моделировать уравнением (2.4). В этом случае угол δ является углом вращения плоскости поляризации доменом. Контраст изображения определяется как

$$C = \frac{I_1 - I_2}{I_1 + I_2} \quad (2.5)$$

Подставив в (2.4) значение интенсивностей, определяемые формулой (2.5), для двух доменов разной полярности получаем

$$C = \frac{I(-\delta) - I(+\delta)}{I(-\delta) + I(+\delta)} = \frac{(H_0 - H_{90}) \sin 2\delta \sin 2\theta}{(H_{90} - H_0) \cos 2\delta \cos 2\theta - H_{90} - H_0} \quad (2.6)$$

Решая задачу нахождения экстремума по углу θ , находим углы, при которых абсолютное значение контраста максимально:

$$\theta = \arccos \left(\frac{\sqrt{(H_{90} + H_0)(H_{90} \cos^2 \delta + H_0 \sin^2 \delta)}}{H_{90} + H_0} \right) \quad (2.7)$$

Как следует из полученной формулы, для идеальной системы оптимальный угол между анализатором и поляризатором равен $\pi/2 - \delta$ (или δ , если угол отсчитывать от положения скрещивания поляризатора и анализатора), т.е. оптимум для обычно реализуемых углов вращения плоскости поляризации ($0.8 - 1^0$) мало отличается от положения скрещивания.

На рисунке 2.14 показаны функции $C(\theta)$ для различных углов вращения плоскости поляризации и для различных характеристик поляризаторов. Как видно из рисунка, максимальный контраст достигается при некотором развороте анализатора от положения скрещивания; при уменьшении керровского вращения контраст падает.

Анализ выражения для C показывает, что контраст должен существенно зависеть от значения H_{90} . Например, при $H_{90} = 5 \cdot 10^{-3}$ и $\delta = 0.2^0$ доменная структура становится практически неразличимой, в то же время при $H_{90} = 5 \cdot 10^{-4}$ и том же значении угла α контраст весьма велик. Значения $H_{90} \sim 5 \cdot 10^{-3} \div 5 \cdot 10^{-4}$ являются типичными для оптических систем с плёночными поляризаторами, при использовании высококачественных поляризационных призм можно было бы получить $H_{90} = 5 \cdot 10^{-5}$. Однако в реальных условиях эта цифра на порядки величины отличается от реальных значений $\sim 10^{-2} \div 10^{-3}$, что объясняется в

первую очередь деполяризацией света на объективах микроскопов [Inoue 1957], а также на других оптических компонентах.

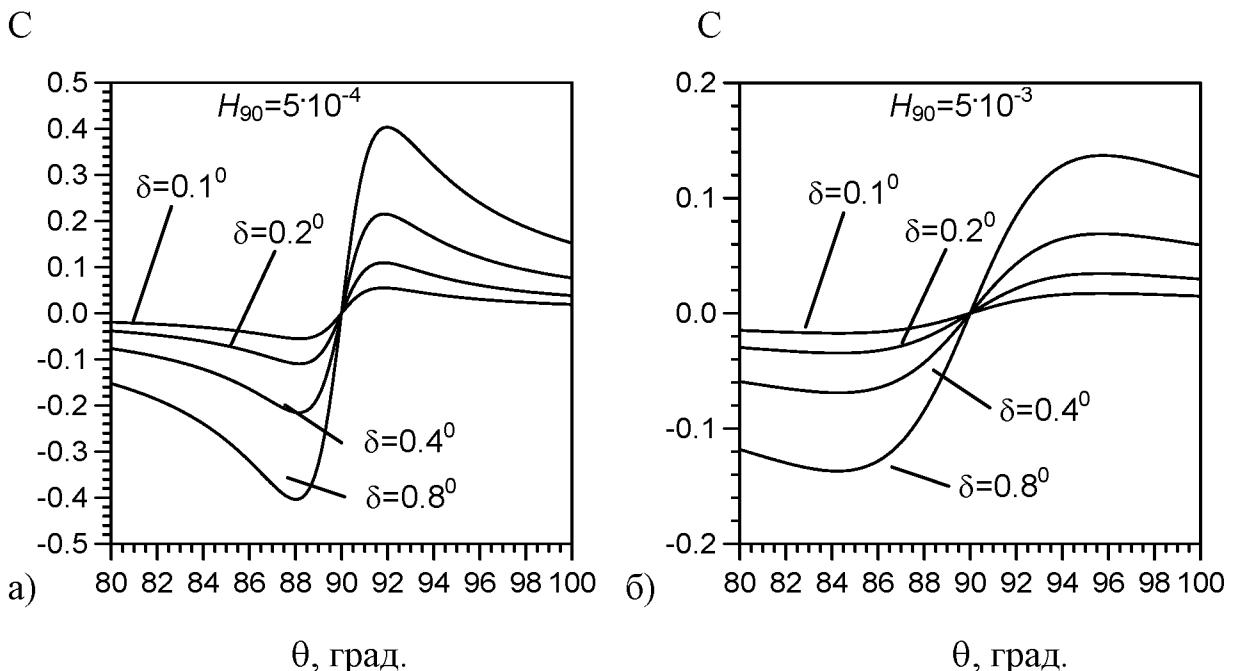


Рисунок 2.14 – Влияние ориентации поляризационных элементов θ на контраст изображения доменной структуры при различных значениях магнитного вращения плоскости поляризации δ и коэффициента качества H_{90} .
а) $H_{90}=5 \cdot 10^{-4}$ б) $H_{90}=5 \cdot 10^{-3}$.

Представленные на рисунке 2.14 данные являются основой для выбора оптимальных условий выявления доменной структуры, которые подбираются индивидуально для разных образцов с учётом конкретных условий наблюдения.

2.2.3. Цифровая регистрация и дифференциальный алгоритм поляризационно-оптических изображений

В экспериментальном плане выявление доменной структуры реальных образцов сталкивается с рядом дополнительных трудностей. В большинстве случаев необходимо применение максимальных оптических увеличений, желательно с иммерсионным высокоапертурным объективом с числовой

апертурой $A \sim 1,25\dots1,3$ (полезное увеличение равно $\sim 1000A$). Однако с иммерсионными объективами из-за сильной деполяризации света приходится применять узкие апертурные диафрагмы, повышающие контраст, но снижающие разрешение. Рассеяние поляризованного света на дефектах поверхности образцов создаёт сильный фон, маскирующий изображения доменов. При работе с источником сильных магнитных полей паразитное фарадеевское вращение в линзах объектива также приводит к сильной деполяризации. Кроме того, в материалах с оптической анизотропией материала на магнитооптический контраст накладывается оптический контраст, обусловленный двойным лучепреломлением.

В данной работе для запланированных исследований была создана система цифровой регистрации и обработки поляризационно-оптических изображений. Цифровая обработка позволяет добиться радикального улучшения качества изображений главным образом благодаря возможности реализации принципа дифференциальной поляризационной микроскопии – получения разностных изображений из двух картин одного объекта, зарегистрированных в излучении двух разных поляризаций. Благодаря этому создаётся возможность компенсации неинформативной (не влияющей на состояние поляризации света) части изображения, а также разделения вкладов разных магнитооптических эффектов и двупреломления, что обеспечивает многократное повышение контраста картин доменов и расширяет функциональные возможности методов магнитооптики.

Принцип дифференциальной поляризационно-оптической микроскопии восходит к работе [Fowler1954], в которой были впервые получены фотографии доменной структуры, имеющей исходно весьма низкий контраст, находящийся практически за пределами возможностей непосредственного наблюдения человеческим глазом (контрастность менее 1-3%). Для реализации метода авторы [Fowler1954] использовали трудоёмкую процедуру изготовления дифференциальной пары фотографий и их совмещения вручную для получения разностного изображения. Развитие цифровой техники в

последние годы привело к появлению ряда работ, в которых этот был реализован с применением современных методов цифровой обработки изображений с помощью компьютеров [Hubert1998; Rave1990; Schmidt 1985; Kubajewska 1989; Shirae1982].

Человеческий глаз может видеть изображение, если контрастность его составляет не менее нескольких процентов. С помощью оцифровки мы имеем возможность повысить контраст изображения, так что оно будет доступно для наблюдения и анализа. Кроме того, существуют различные способы обработки графической информации уже при достаточной контрастности.

При цифровой обработке изображений обычно используется его представление в памяти в виде матрицы пикселов $f(m_1, m_2)$, $0 \leq m_1 \leq M_1 - 1$, $0 \leq m_2 \leq M_2 - 1$. Обработка изображения в общем случае заключается в выполнении какого-либо преобразования указанной матрицы, в результате которого формируется набор ее числовых характеристик или новое, обработанное изображение – $g(n_1, n_2)$, $0 \leq n_1 \leq N_1 - 1$, $0 \leq n_2 \leq N_2 - 1$. Преобразование может касаться значений элементов или их координат (индексов), выполняться над матрицей в целом, группой элементов или над каждым элементом в отдельности.

Простейший вид цифровой обработки изображений заключается в выполнении одного и того же функционального преобразования для каждого элемента матрицы вне зависимости от его положения и значений других (соседних) элементов. Такая обработка получила название поэлементного преобразования изображений [Бейтс1989]. Она переводит значение каждого элемента f в новое значение g в соответствии с заданной функциональной зависимостью $g = g(f)$.

Размеры входного и выходного изображения здесь, очевидно, совпадают ($M_1 = N_1$, $M_2 = N_2$). При практической реализации поэлементных преобразований можно непосредственно вычислять каждое значение преобразованного элемента в соответствии с конкретным видом функции $g(f)$.

Основной причиной снижения контрастности при изучении доменных структур является составляющая падающего света, не зависящая от намагниченности. Она по величине много больше компоненты, обусловленной намагниченностью, следовательно, её желательно каким-либо образом уменьшить. Предлагались и предлагаются различные способы решить эту проблему [Hubert1998; Rave1990; Schmidt1985; Kubajewska1989; Shira1982]. Обычно увеличение контраста достигается вычитанием постоянной компоненты падающего света и усреднением шумовых составляющих. Данные операции проводятся следующим образом.

Предварительно обработанный аналого-цифровым преобразователем кадр полученного изображения хранится в памяти,. Количественные данные, извлеченные из него, являются информацией о постоянной составляющей, обозначим её $B(x,y)$. Компонента, зависящая от вектора намагниченности, составляет 1% и меньше от значений $B(x,y)$.

На каждом последующем шаге производится усреднение. С видеокамеры посылаются последовательно N кадров, в то же время из памяти вызываются данные о $B(x,y)$ и производится вычитание:

$$dE_n(x, y) = E_n(x, y) - B(x, y). \quad (2.8)$$

Полученные величины накапливаются в памяти, а затем производится их усреднение:

$$\langle dE(x, y) \rangle = \frac{\sum dE_n(x, y)}{N}. \quad (2.9)$$

Значение $\langle dE(x, y) \rangle$ поступает в компьютер. С помощью этой процедуры удается уменьшить уровень шумов в \sqrt{N} раз. Далее образец намагничивается в одном направлении (скажем, положительном) до насыщения, и усредняющий процесс выдаёт нам значение $\langle dE(x, y)_+ \rangle$. Затем образец намагничивают в другом направлении (отрицательном), также до насыщения, и получают значение $\langle dE(x, y)_- \rangle$. Компьютер вычисляет арифметическую полуразность этих величин, обозначим её $T(x, y)$:

$$T(x,y) = [\langle dE(x,y)_+ \rangle - \langle dE(x,y)_- \rangle]/2 , \quad (2.10)$$

где $T(x,y)$ используется как отсчетное значение при последующих измерениях.

Предыдущие операции являлись подготовительными, теперь же образец подвергается действию магнитного поля, так что можно наблюдать его домены. Усредняющая это состояние образца процедура посыпает значение $\langle dE(x,y) \rangle$ в компьютер, который сравнивает его с величиной $T(x,y)$ в каждой точке (x,y) и посыпает сигнал на дисплей следующего вида:

- "1", если $\langle dE(x,y) \rangle$ больше или равно значению $T(x,y)$;
- "0", если $\langle dE(x,y) \rangle$ меньше $T(x,y)$.

"1" означает, что вектор намагниченности в точке (x,y) имеет положительное направление, а "0" означает, что в точке (x,y) вектор намагниченности направлен отрицательно. Таким образом, доменная структура выявляется на дисплее в виде светлых и тёмных точек. Здесь не существует неоднозначностей, и изображение может быть выведено на печатающее устройство.

Компьютер совершает все операции последовательно, причём последний шаг (шаг сравнения) повторяется. Период повторения определяется числом усреднения N . В разработанной нами системе максимальное число усреднения достигает 1800, т.е. с видеокамеры посыпается 1800 кадров за один цикл.

Дифференциальный метод состоит в получении разности сигналов, соответствующих различным состояниям оптической системы. Анализ данного метода может быть проведен с использованием матриц Мюллера. В этом случае свет описывается вектором Стокса (\mathbf{V}), определяемым четырьмя компонентами, характеризующими интенсивность света (\mathbf{V}_1), и его состояние поляризации (\mathbf{V}_2 , \mathbf{V}_3 , \mathbf{V}_4). Предполагается, что ширина пучка, с одной стороны, достаточно большая (чтобы свет мог быть неполяризованным), а с другой стороны - достаточно малая, чтобы применяемые оптические устройства можно было считать ахроматическими. Вектор Стокса света,

прошедшего через оптическую систему (\mathbf{V}_e), состоящую из поляризатора, образца и анализатора определяется из выражения

$$\mathbf{V}_e = \mathbf{M}_a(a)\mathbf{M}_s\mathbf{M}_p(p)\mathbf{V}_i, \quad (2.11)$$

где \mathbf{V}_i – вектор Стокса входящего света, \mathbf{M}_a , \mathbf{M}_s , \mathbf{M}_p – матрицы Мюллера для анализатора, образца и поляризатора соответственно, a и b – параметры определяющие состояние поляризатора и анализатора. Значение сигнала, поступающего с видеокамеры, равно

$$U = kI_e = k\mathbf{V}_{e1}, \quad (2.12)$$

где I_e – интенсивность света формирующего изображение в плоскости матрицы видеокамеры, k – коэффициент преобразования. Следовательно, выражение для разностного сигнала имеет вид:

$$U_d = U(a_1, b_1) - U(a_2, b_2) = k \left((\mathbf{M}_a(a_1)\mathbf{M}_s\mathbf{M}_p(p_1) - \mathbf{M}_a(a_2)\mathbf{M}_s\mathbf{M}_p(p_2)) \mathbf{V}_i \right)_1, \quad (2.13)$$

где пары параметров a_1, p_1 и a_2, p_2 характеризуют два состояния оптической системы.

При использовании в системе линейных поляризаторов и принимая в качестве параметра, определяющего состояние системы, взаимную ориентацию плоскостей пропускания анализатора и поляризатора получаем методику сегментации изображения по степени вращения плоскости поляризации в образце. В этом случае (считая поляризаторы идеальными)

$$U_d = k \left(\left(\mathbf{M}_a \mathbf{M}_s \mathbf{M}_p \left(\frac{\pi}{2} - \theta \right) - \mathbf{M}_a \mathbf{M}_s \mathbf{M}_p \left(\frac{\pi}{2} + \theta \right) \right) \mathbf{V}_i \right)_1, \quad (2.14)$$

где θ – угол раскрешивания поляризаторов,

$$\mathbf{M}_a = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}, \quad \mathbf{M}_p(\varphi) = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & \cos 2\varphi & \sin 2\varphi & 0 \\ \cos 2\varphi & \cos^2 2\varphi & \cos 2\varphi \sin 2\varphi & 0 \\ \sin 2\varphi & \cos 2\varphi \sin 2\varphi & \sin^2 2\varphi & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}.$$

Окончательно имеем

$$U_d = \frac{1}{2} k I_0 (\mathbf{M}_{s_{31}} + \mathbf{M}_{s_{32}}) \sin 2\theta, \quad (2.15)$$

где I_0 – интенсивность входящего неполяризованного света. Таким образом, в данном случае разностное изображение представляет собой сумму двух мюллеровых изображений соответствующих элементам M_{s31} M_{s32} матрицы Мюллера образца. Принимая в качестве матрицы Мюллера образца матрицу, описывающую гиротропную двулучепреломляющую недеполяризующую среду

$$M_s = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \cos 2\omega \cos 2\delta & -\cos 2\omega \sin 2\delta & 0 \\ 0 & \cos 2\omega \sin 2\delta & \cos 2\omega \cos 2\delta & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}, \quad (2.16)$$

где ω и δ - углы эллиптичности и поворота эллипса, придаваемые средой проходящему свету, выражение для разностного сигнала примет вид:

$$U_d = -\frac{1}{2}kI_0 \sin 2\theta \cos 2\omega \sin 2\delta \quad (2.17)$$

Работы по наблюдению, цифровой регистрации и обработке изображений доменной структуры выполнялись на базе того же микроскопа МИМ-8, на котором был собран магнитооптический гистериограф (микромагнитометр), что позволяло применять эти методики для одного и того же поля зрения. Функциональная схема регистратора изображений – цифрового магнитооптического микроскопа представлена на рисунке 2.15.

Установка собрана по двухканальной дифференциальной схеме. Для расщепления исходного светового пучка применяется поляризационно-изотропный делитель (полупрозрачная пластинка в условиях почти нормального падения). Благодаря этому (в отличие от схем с призмой Волластона) обеспечивается свободный выбор любых поляризующих направлений анализаторов 1 и 2 и расположение их в оптимальной поляризационной геометрии, обеспечивающей щадящий режим работы фотоприёмников на ПЗС матрицах и улучшение соотношения сигнал/шум. Переход от схемы микромагнитометра к схеме регистратора изображений в

геометрии эффектов Керра или Фарадея проводится путём смены вида фотоприёмников (фотодиоды или видеокамеры на ПЗС матрицах).

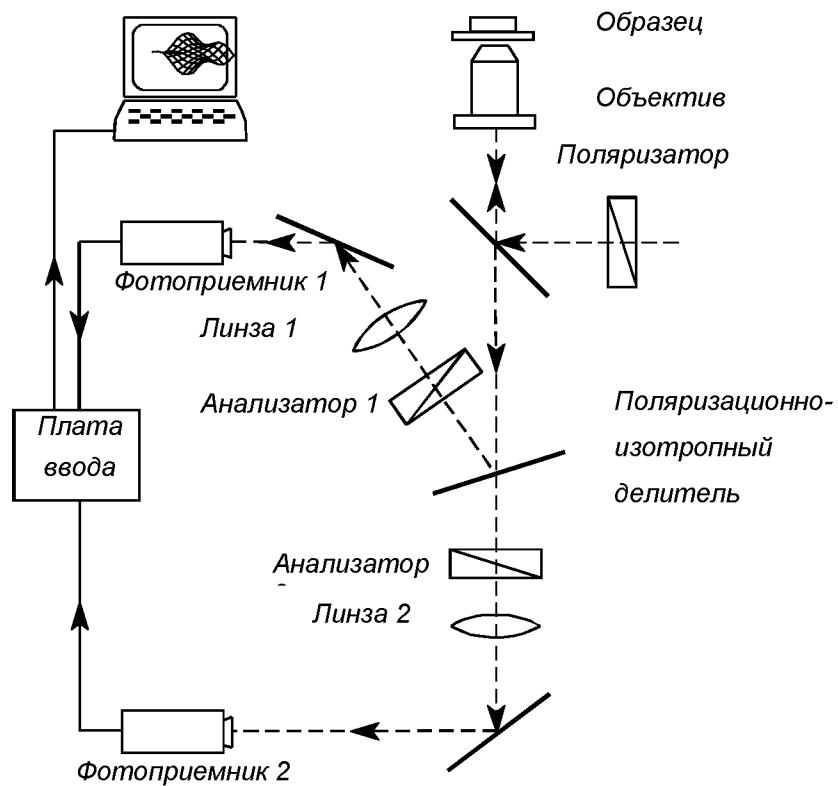


Рисунок 2.15 – Схема двухканальной комбинированной магнитооптической установки для измерений кривых намагничивания и петель гистерезиса (режим микромагнитометра, фотоприёмники – фотодиоды) и дифференциальной регистрации изображений (фотоприёмники – ПЗС матрицы).

2.2.4. Влияние двулучепреломления

Наряду с описанным алгоритмом компенсации изображения оптически пассивных компонентов изображения, в редкоземельных интерметаллидах приходится также сталкиваться с эффектами, обусловленными значительной оптической анизотропией этих материалов.

Оптическая анизотропия (двойное лучепреломление) непосредственно не связана с наличием магнитного упорядочения. Рассмотрим возможности

учёта эффекта двулучепреломления при цифровой регистрации и обработки изображений.

Известно [Борн1970], что при прохождении плоскополяризованного света через оптически активную среду

$$I_1 = I_0 \left(\cos^2 \chi - \sin 2\phi \sin 2(\phi - \chi) \sin^2 \frac{\delta}{2} \right), \quad (2.18)$$

где I_0 и I_1 - интенсивности света после прохождения поляризатора и анализатора, ϕ - угол между осью пропускания поляризатора и плоскостью, в которой лежит оптическая ось и световой луч, χ - угол между осями пропускания поляризатора и анализатора, $\delta = 2\pi \Delta n d/\lambda$ - фазовый сдвиг между обыкновенным и необыкновенным лучом на входе анализатора.

Из соотношения (2.18) видно, что в частном случае параллельной установки поляризатора и анализатора ($\chi=0$) мы имеем

$$I_{//} = E^2 \left(1 - \sin^2 2\phi \sin^2 \frac{\delta}{2} \right), \quad (2.19)$$

в то время, как для перпендикулярной ориентации ($\chi=\pi/2$)

$$I_{\perp} = E^2 \left(1 - \sin^2 \frac{\delta}{2} \right) = E^2 \cos^2 \frac{\delta}{2}. \quad (2.20)$$

Из этих формул видно, что (2.20) описывает интерференционные эффекты, дополнительные по отношению к (2.19). Это обстоятельство может быть использовано для получения двух строго дополнительных цветов у пары изображений двупреломляющего объекта, полученных в скрещенных и параллельных поляризаторах.

При компьютерной обработке можно легко сформировать алгоритм обработки такой пары изображений, т.к. в компьютерном стандарте RGB (Red, Green, Blue) операция инвертирования цветного изображения является по существу операцией смены всех цветов на строго дополнительные. Поэтому операция компьютерного вычитания двух цветных изображений двупреломляющих объектов, полученных при двух взаимно перпендикулярных ориентациях поляризаторов (или при повороте образца на 90°) приведёт к

суммированию цветов, обусловленных оптической активностью, в то время, как изображения оптически пассивных элементов микроструктуры будут взаимно скомпенсированы. Такой алгоритм создаёт новые возможности сегментации изображений в поляризованном свете, который особенно полезен для цветных изображений. Следует подчеркнуть, что под цветным изображением здесь понимается такое изображение, цвет которого создан за счёт интерференции поляризованного излучения, и всё сказанное выше не относится к тривиальному случаю частотной дисперсии поляризационно-инвариантного поглощения или отражения света.

Следует отметить, что подобный алгоритм может быть применён также и для обработки изображений других объектов, таких, как жидкие кристаллы, розетки напряжений вокруг дислокаций (и вообще все изображения в методах фотоупругости), кристаллические двойники, структура зёрен (кристаллитов) и т. п. [Glazer1996; Geday2000]

2.3.5. Наблюдение доменной структуры при повышенных температурах

Условия температурных исследований структурных и магнитных фазовых переходов в ряде случаев требуют использования малогабаритных устройств с возможностью малоинерционного регулирования скорости изменения температуры, как по величине, так и по знаку. Диапазон температур был расширен как в сторону высоких (до 400°C), так и в сторону низких температур (до -20 °C).

На рисунок 2.16 представлена схема разработанного нами устройства для наблюдения доменной структуры при температурах от комнатной до 400°C.

Основной частью этого устройства является нагреватель радиационного типа с параболоидным отражателем. Опыты показали, что при мощности излучателя 100 Вт (галогенная лампа накаливания) и при массе образца порядка десятых долей грамма легко достигаются температуры до 400°C. Питание лампы производилось от стабилизированного источника питания

типа ТЕС-41. Достоинствами выбранного типа нагревателя является простота сборки и эксплуатации и отсутствие соединительных проводов.

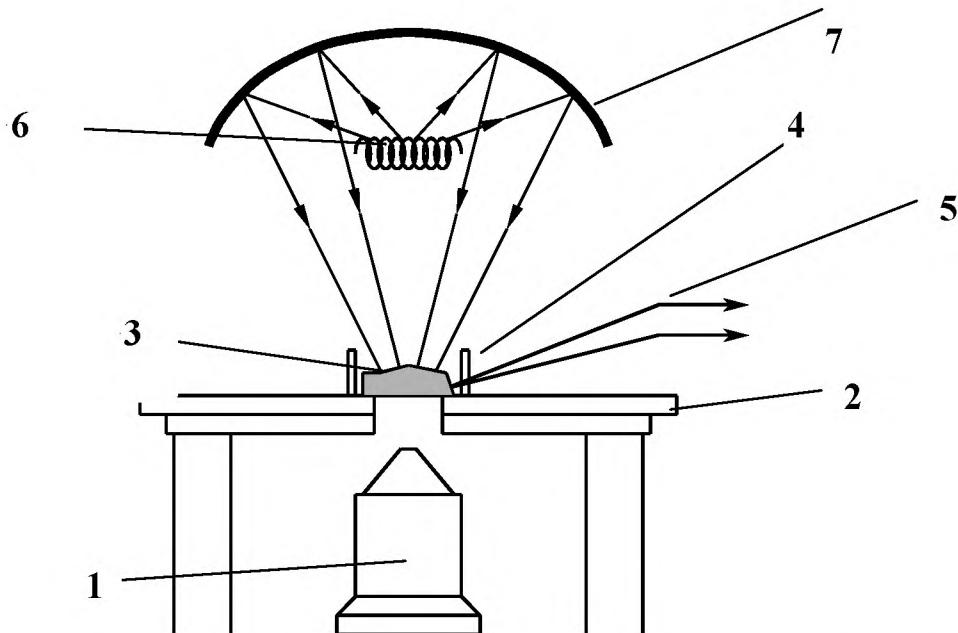


Рисунок 2.16 – Схема устройства для наблюдения доменной структуры при температурах выше комнатной. 1 - объектив; 2 - предметный столик микроскопа; 3 - образец; 4 - тепловой экран; 5 - термопара; 6 - лампа; 7 - параболоидный отражатель.

Для работы при температурах ниже комнатной, были использованы модули Пельтье (Peltier). Действие таких элементов основано на эффекте Пельтье, или обратном эффекте Зеебека. В отличие от теплоты Джоуля-Ленца, теплота Пельтье прямо пропорциональна первой степени силы тока и меняет знак при изменении направления последнего. $Q = k_p \cdot I \cdot t$, где k_p - коэффициент Пельтье, значение которого зависит от природы контактирующих материалов и от их температуры.

Модуль Пельтье представляет собой термоэлектрический холодильник, состоящий из последовательно соединенных полупроводников *p*- и *n*-типа, образующих *p-n*- и *n-p*-переходы. Современные однокаскадные модули

Пельтье, в частности, модули фирмы ElectroSolutions (США) обеспечивают в режиме охлаждения максимальный перепад температур до 100 К по отношению к температуре радиатора. Типичные характеристики такого модуля при работе в режиме охлаждения приведены на рисунке 2.7. При смене направления тока холодильник превращается в нагреватель.

Разработанные устройства устанавливаются непосредственно на предметном столике микроскопа.

Наряду с магнитооптическими методами использовались традиционные варианты выявления доменной структуры с помощью порошковых осадков, адаптированные к случаям низких и высоких температур.

Наблюдения доменной структуры монокристаллических образцов с анизотропией типа "легкая плоскость" и "легкий конус" на разных кристаллографических плоскостях позволили определить основные типы доменных границ и их эволюцию в ходе переориентации от базисной плоскости к с-оси кристалла.

2.3. Визуализация распределений магнитного поля с помощью магнитооптических индикаторных плёнок

В методе магнитооптических индикаторных плёнок используется изменение оптических свойств вещества под действием магнитного поля, что позволяет получить изображение пространственного распределения магнитного поля в специальной индикаторной среде, заполняющей исследуемую область. Для большинства известных материалов значения магнитооптических эффектов относительно невелики, что до недавнего времени ограничивало практические возможности метода. Положение изменилось благодаря достижениям технологии выращивания высококачественных висмут содержащих плёнок ферритов-гранатов с высокими значениями удельного фарадеевского вращения и малым оптическим поглощением.

2.3.1. Магнитные свойства эпитаксиальных плёнок ферритов-гранатов

Индикаторные висмутсодержащие монокристаллические плёнки ферритов-гранатов (Bi:ФГ пленки) представляют собой прозрачные монокристаллические слои, выращиваемые методом жидкофазной эпитаксии на немагнитной подложке (рисунок 2.17).

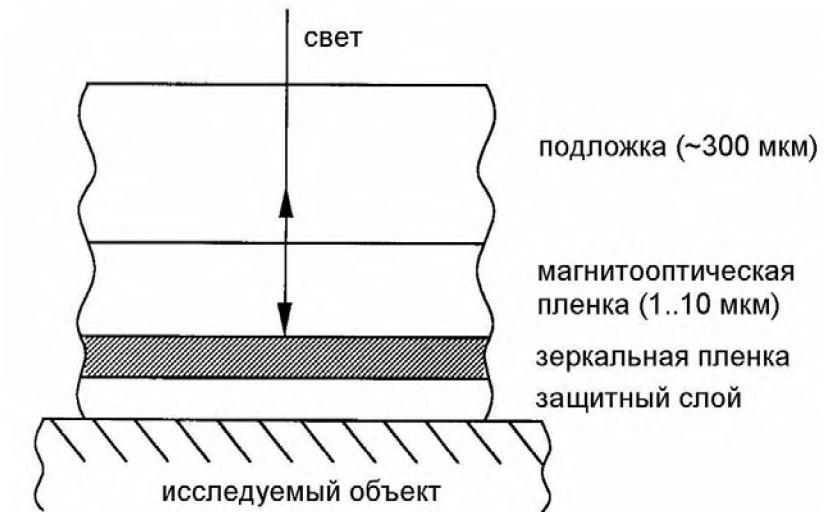


Рисунок 2.17 – Индикаторная висмутсодержащая монокристаллическая эпитаксиальная пленка.

Магнитные и магнитооптические свойства Bi:ФГ пленок можно регулировать в широких пределах путем изменений состава, условий получения и последующей обработки. Оптимальным индикаторным материалом является висмутсодержащий феррит-гранат $R_{3-x} Bi_x Fe_{5-y} M_y O_{12}$, где R - комбинация редкоземельных элементов, M – Ga, Al и микродобавки элементов с незаполненной d-оболочкой. Рабочий слой Bi:ФГ толщиной 1..10 мкм выращивается на жесткой плоской прозрачной пластине (подложке) немагнитного гадолиний-галлиевого граната $Gd_3Ga_5O_{12}$ толщиной порядка 0,5 мм. На рабочую поверхность преобразователя наносится зеркальный слой серебра или алюминия. Отражение поляризованного света от зеркального слоя обеспечивает удвоение фарадеевского вращения. Для защиты от повреждений на зеркальный слой наносится износостойкое покрытие.

Bi:ФГ пленки обладают аномально большим удельным вращением плоскости поляризации света и высокой прозрачностью. Магнитооптические свойства Bi:ФГ определяются в основном содержанием висмута. Параметром, определяющим величину оптического сигнала, является магнитооптическая добротность $\Psi = 2\vartheta_F/\alpha$, где α - коэффициент оптического поглощения. Зависимость $\Psi(x)$ имеет широкий максимум и практически не меняется в диапазоне значений $x \sim 0,8..1,1$.

Важнейшей характеристикой индикаторных Bi:ФГ пленок является их магнитная анизотропия. Положение направлений легкого намагничивания в плёнке определяется минимумом анизотропной части свободной энергии, включающей в себя энергию кубической анизотропии E_c , одноосной анизотропии E_u , энергии взаимодействия магнетика с внешним магнитным полем $E_m = -(M \cdot H)$ и энергии магнетика в собственном размагничивающем поле $E_d = -(M \cdot H_d)/2$, где H_d – собственное размагничивающее поле.

В зависимости от характера эффективной магнитной анизотропии можно выделить два основных типа Bi:ФГ пленок – одноосный (с одним преимущественным направлением намагничивания вдоль нормали к плоскости образца), и планарный, или плоскостной (с лёгкими направлениями намагничивания в плоскости образца). Классификацию пленок можно проводить с помощью соотношения

$$Q = \frac{2K_u}{\mu_0 M_s^2}, \quad (2.21)$$

где Q – коэффициент, характеризующий материал и называемый фактором качества, K_u - константа одноосной анизотропии, $\mu_0 M_s^2 / 2$ - максимальная плотность энергии по отношению к анизотропии формы. Смысл отношения (2.21) состоит в том, что при $Q > 1$ Bi:ФГ пленка является одноосной и направление легкой оси намагничивания ортогонально плоскости образца, и, соответственно, при $Q < 1$ магнитные моменты будут иметь склонность к ориентации в плоскости образца вследствие эффекта размагничивающего

поля, значения которого минимальны при ориентации векторов намагниченности в плоскости.

Константы кубической анизотропии регулируются в широких пределах замещающими добавками ионов переходных d -металлов. Первая константа кубической анизотропии в плёнках ферритов-гранатов всегда отрицательна, вторая константа может иметь любой знак. Введённые в состав гранатов ионы переходных d -металлов (Co^{2+} , Ru^{3+} , Ru^{4+} , Os^{3+} , Rh^{4+} и др.) дают положительный вклад в первую константу анизотропии и отрицательный во вторую константу, что в принципе позволяет при определённых условиях добиться компенсации кубической анизотропии. Обусловленная механическими напряжениями константа K_u^s достаточно хорошо описывается через упругие константы материала, рассогласование параметров решётки подложки и плёнки $\Delta a/a$ и константы магнитострикции λ_{100} и λ_{111} с помощью соотношения

$$K_u^s = -\frac{3}{2} \frac{E}{(1-\nu)} \frac{\Delta a}{a} \lambda_{hkl}, \quad (2.22)$$

где E – модуль Юнга, а ν - коэффициент Пуассона. E и ν ферритов-гранатов мало зависят от состава; максимальные значения K_u^s имеют порядок 10^4 эрг/см³ и ограничены константами магнитострикции и максимально достижимым рассогласованием $\Delta a/a$.

Обусловленная механическими напряжениями константа K_u^s достаточно хорошо описывается через упругие константы материала, рассогласование параметров решётки подложки и плёнки $\Delta a/a$ и константы магнитострикции λ_{100} и λ_{111} с помощью соотношения

$$K_u^s = -\frac{3}{2} \frac{E}{(1-\nu)} \frac{\Delta a}{a} \lambda_{hkl}, \quad (2.23)$$

где E – модуль Юнга, а ν - коэффициент Пуассона. E и ν ферритов-гранатов мало зависят от состава; максимальные значения K_u^s имеют порядок 10^4 эрг/см³ и ограничены константами магнитострикции и максимально достижимым рассогласованием $\Delta a/a$.

На ростовую анизотропию Ві:ФГ пленок оказывают влияние не только стандартно контролируемые технологические параметры (состав раствора-расплава, температуры роста, переохлаждение, скорость вращения подложки и др.). Рисунок 2.18 иллюстрирует закономерность изменения константы ростовой анизотропии эпитаксиальных плёнок от процесса к процессу (при выращивании производилась коррекция технологических условий, компенсирующая изменение эффективного переохлаждения и обеспечивающая постоянство состава выращенных плёнок). Было выяснено, что ростовая анизотропия зависит от таких трудно регулируемых параметров, как характеристики теплового узла эпитаксиальной установки, геометрические характеристики тигля и подложки, особенности приготовления шихты, температура и длительность гомогенизации, скорость снижения температуры. Типичные зависимости анизотропии эпитаксиальных плёнок разного состава от переохлаждения раствора-расплава приведены на рисунке 2.19.

Изменение процедуры приготовления раствора–расплава, характеристик эпитаксиальной установки, тигля или подложки приводит к смещению показанных на рисунке 2.19 зависимостей при сохранении их общего характера, поэтому для получения технологической информации для нового набора «раствор-расплав – установка – тигель – подложка» достаточно провести один–два реперных процесса. Это позволяет обеспечить достаточную для практики предсказуемость (но не управляемость) результатов эпитаксиальных процессов.

Оперативное управление величиной магнитной анизотропии гранатовых плёнок в технологическом процессе может проводиться за счёт магнитоупругого вклада. Магнитоупругая анизотропия однозначно определяется величиной коэффициентов магнитострикции и деформацией плёнки (формула (2.23)). Деформация эпитаксиальной плёнки при отсутствии дислокаций на границе раздела равна несоответствию параметров решётки плёнки и подложки. При использовании гадолиний-галлиевого граната (GGG)

параметр решётки подложки фиксирован ($a_{\text{GGG}} = 12,383 \text{ \AA}$), в то время, как параметр решётки плёнки регулируется путём изменения технологического режима (рисунок 2.20).

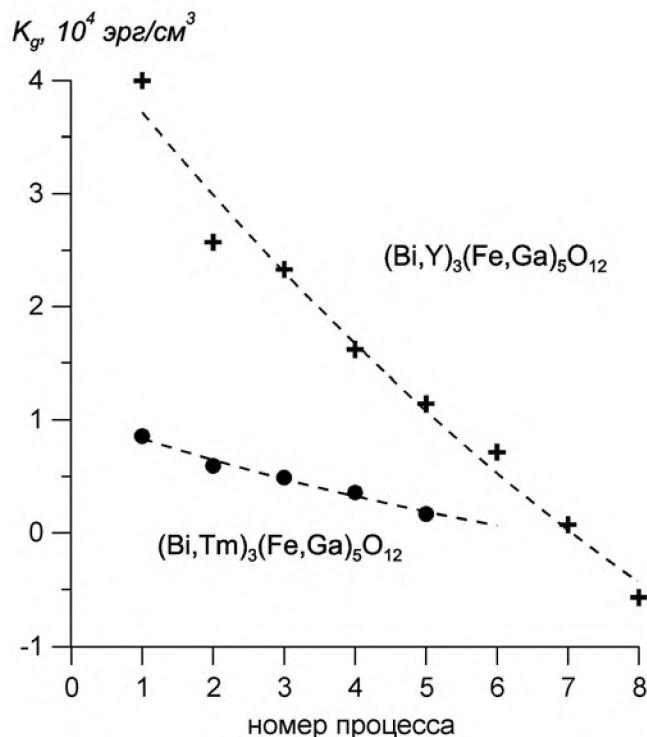


Рисунок 2.18 – Константы анизотропии K_g эпитаксиальных пленок для последовательных рядов технологических процессов.

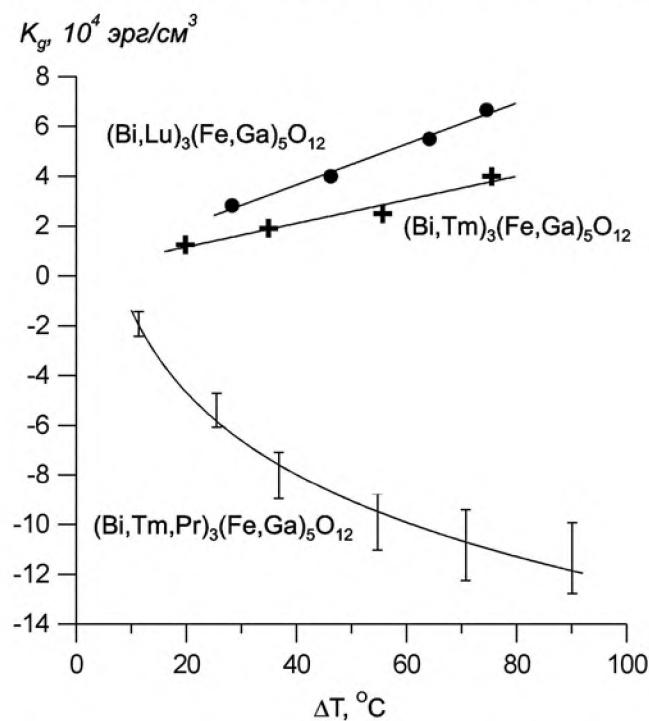


Рисунок 2.19 – Влияние переохлаждения раствора-расплава на константу анизотропии K_g .

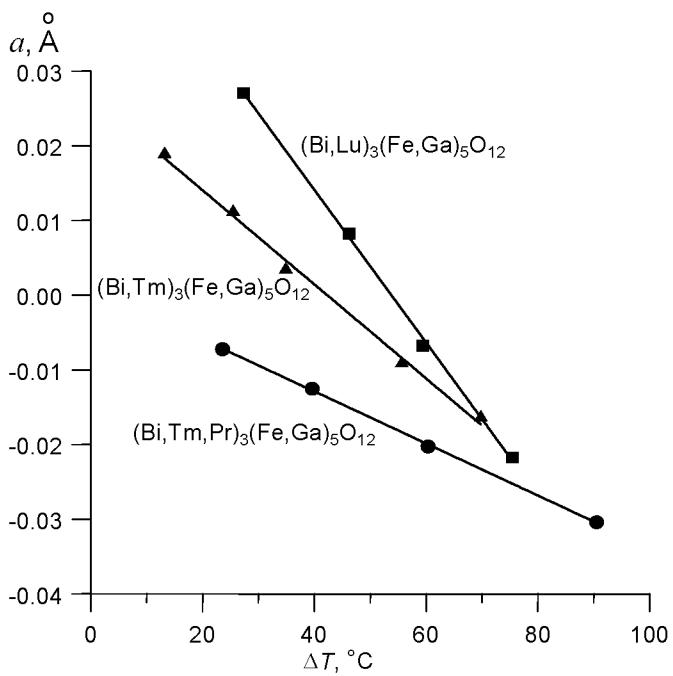


Рисунок 2.20 – Зависимости параметра кристаллической решётки Ви:ФГ плёнок от переохлаждения раствора-расплава.

С учётом этих факторов технологический процесс включает в себя этапы: выбора состава шихты с помощью графиков, подобных рисунку 2.20, определения точного положения технологических зависимостей с помощью реперных процессов, коррекции состава раствора-расплава, проведения рабочих процессов с компенсацией предполагаемого изменения характеристик путём изменения технологического режима.

2.3.2. Кривые намагничивания феррит-гранатовых эпитаксиальных монокристаллических плёнок

Технологические возможности метода жидкофазной эпитаксии позволяют получать Ви:ФГ пленки с разными типами эффективной магнитной анизотропии. В зависимости от соотношений между соответствующими константами анизотропии для плёнок с ориентацией (111) возможно получение анизотропии типа лёгкая ось, лёгкий конус и лёгкая плоскость, которые характеризуются существованием в нулевом магнитном поле

равновесной доменной структуры с двумя, шестью и двенадцатью магнитными фазами соответственно.

2.5.2.1. Одноосные плёнки

Плёнки с преимущественно одноосной магнитной анизотропией обладают в равновесном состоянии лабиринтной структурой магнитных доменов (фаз) 180-градусного типа с ориентацией векторов намагниченности соседних доменов $\pm \mathbf{M}$ вдоль нормали z к плоскости плёнки. Для задач визуализации толщину доменных границ (ДГ) можно считать бесконечно малой, соответственно направление \mathbf{M} изменяющимся скачкообразно при переходе через ДГ. Смещение ДГ происходит под воздействием z -компоненты внешнего магнитного поля, при этом в случае высоких значений константы одноосной анизотропии $K_u > 2\pi M_s^2$ можно считать, что направление векторов $\mathbf{M}_{1,2}$ соседних 180-градусных доменов не изменяется под действием плоскостных x - и y -компонент изучаемого неоднородного поля.

Задача вычисления хода кривых намагничивания одноосных плёнок в направлении нормали к плоскости плёнки была решена в работе Коу и Энца [Kooy 1960]. В модели Коу и Энца рассматривается поведение полосовых доменов 180⁰-ного типа в бесконечной пластине одноосного магнетика в зависимости от величины внешнего магнитного поля (рисунок 2.21).

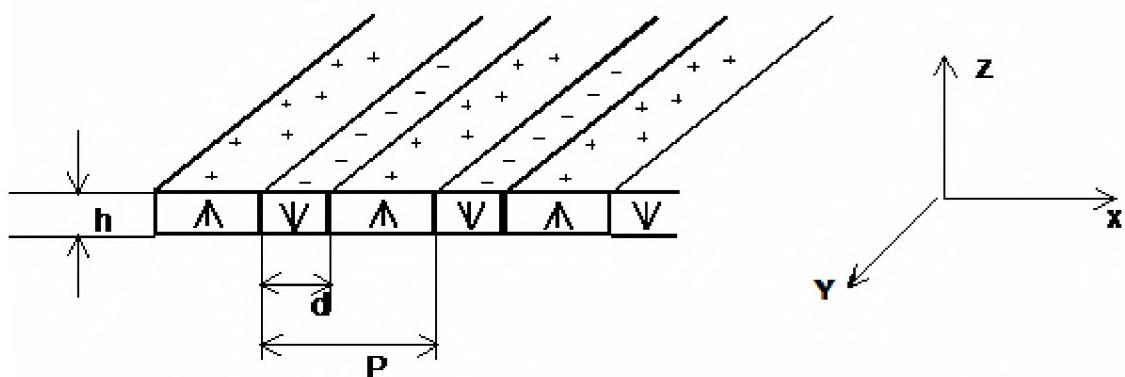


Рисунок 2.21 – Модель полосовых 180- градусных доменов. Ось легкого намагничивания нормальна к плоскости пленки, размеры вдоль осей x и y бесконечные.

Полная энергия системы складывается из энергии доменных границ, энергии магнетика во внешнем поле и энергии поля рассеяния, обусловленных наличием поверхностных магнитных зарядов. Первые два вклада учитываются из простых геометрических соображений. Для нахождения третьего вклада скалярный магнитный потенциал на поверхностях магнитной пластины представляют разложениями:

$$\Psi = \begin{cases} a_0 + \sum_{n=1}^{\infty} a_n \cos\left(\frac{2\pi nx}{d}\right) \exp\left(-\frac{2\pi nz}{d}\right), & z > \frac{h}{2} \\ b_0 z + \sum_{n=1}^{\infty} b_n \cos\left(\frac{2\pi nx}{d}\right) \operatorname{sh}\left(\frac{2\pi nz}{d}\right), & -\frac{h}{2} < z < \frac{h}{2} \end{cases}$$

в которых коэффициенты вычисляют с учетом соответствующих граничных условий – непрерывности потенциала

$$\psi\left(\frac{h^+}{2}\right) = \psi\left(\frac{h^-}{2}\right),$$

и равенства разрыва первой производной потенциала поверхностью плотности магнитных зарядов:

$$-\left(\frac{\partial \psi}{\partial z}\right)_{z=\frac{h^+}{2}} + \left(\frac{\partial \psi}{\partial z}\right)_{z=\frac{h^-}{2}} = \rho(x).$$

Для нахождения устойчивого состояния системы ищутся решения для намагниченности и периода доменной структуры, удовлетворяющие условиям

$$\frac{\partial E}{\partial I} = 0, \frac{\partial E}{\partial d} = 0.$$

Вычисления приводят к уравнениям

$$\frac{4\pi l - H}{4\pi l_S} + \frac{kp}{\pi^2 h} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\sin\left[n\pi\left(1 + \frac{l}{l_S}\right)\right]}{n^2} \left[1 - \exp\left(-\frac{2n\pi h\sqrt{\mu}}{P}\right)\right] = 0, \quad (2.24)$$

$$\frac{P^2}{4\pi^2 h^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\sin^2\left[\frac{n\pi}{2}\left(1 + \frac{l}{l_S}\right)\right]}{n^3} \left[1 - \left(1 + \frac{2\pi nh\sqrt{\mu}}{P}\right) \exp\left(-\frac{2n\pi h\sqrt{\mu}}{P}\right)\right] - \frac{\pi l}{4kh} = 0,$$

где l/l_s – относительная намагниченность, H – величина внешнего поля, P – период доменной структуры, $l=\gamma/4\pi l_s^2$ – характеристическая длина, γ – плотность энергии доменной границы, $\mu=1+\frac{1}{Q}$, Q – фактор качества, $k=2/(1+\sqrt{\mu})$.

Эти уравнения одновременно можно решить численными методами для l и P . Соответствующие вычисления были проведены в работе [Duijvesteyn]. Приняв за основу приведенные данные, мы повторили расчеты для нужных нам значений параметров материала. Результаты представлены в графической форме на рисунке 2.22.

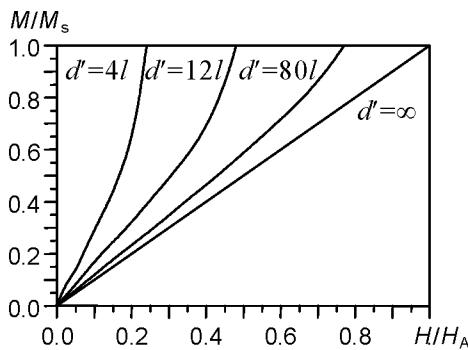


Рисунок 2.22 – (а) Кривые намагничивания одноосных пленок вдоль легкой оси (нормально к плоскости образца) для пленок различной толщины $d'=d/l$ (d – реальная толщина, l – характеристическая длина материала).

2.3.2.2. Кривые намагничивания квазизотропных ("планарных") пленок

Большинство ограничений и недостатков метода визуализации с помощью одноосных Ви:ФГ пленок устраняются при использовании квазизотропных пленок с минимизированной кубической и наведённой анизотропией (квазизотропных или "планарных" пленок). В этом случае из-за анизотропии формы в нулевом внешнем поле вектора намагниченности лежат в плоскости пленки, т.к. в этом направлении коэффициенты размагничивания минимальны. Энергия анизотропии формы в общем случае записывается в виде

$$E_s = \frac{1}{2} \sum_{i,k=1}^3 N_{ik} M_i M_k, \quad (2.25)$$

где N_{ik} – тензор коэффициентов размагничивания. У бесконечно тонкой плёнки коэффициенты размагничивания N_{xx} и N_{yy} вдоль осей x и y равны нулю, а в направлении нормали к плоскости фактор N_{zz} максимальен и равен 4π , поэтому

$$E_s = 2\pi M_s^2 \sin^2 \varphi, \quad (2.26)$$

где φ – угол между \mathbf{M}_s и плоскостью плёнки. Коэффициент $2\pi M_s^2$ можно рассматривать как константу анизотропии формы бесконечно тонкой плёнки K_s . Энергия анизотропии формы E_s равна нулю при $\varphi = 0$, что соответствует расположению векторов намагнченности в плоскости (анизотропия типа “лёгкая плоскость” с единственной осью трудного намагничивания). При воздействии внешнего поля энергия (при отсутствии других видов анизотропии) равна

$$E = E_s + E_H = K_s \sin^2 \varphi - H_e M_s \cos(\theta - \varphi), \quad (2.27)$$

где θ – угол между направлением внешнего поля H_e и плоскостью плёнки. Устойчивое направление M_s определяется из условия минимума энергии

$$\partial E / \partial \varphi = 0.$$

Решение уравнения (2.27) позволяет найти угловые зависимости кривых намагничивания при обратном вращении векторов намагнченности, показанные для ряда значений φ на рисунке 2.23.

Для частного случая $\theta = \pi/2$ нормальная z -проекция намагнченности при $M_z \leq M_s$ является линейной функцией внешнего поля ($M_z = M_s^2 H / 2K_s$), благодаря чему облегчается построение аналоговых магнитооптических преобразователей на эффекте Фарадея, т.к. поворот плоскости поляризации при эффекте Фарадея пропорционален именно z -компоненте намагнченности. В отсутствие внешнего поля вектора намагнченности собственных доменов плёнки лежат в плоскости плёнки и в геометрии

Фарадея эти домены являются невидимыми, контраст же возникает только при выходе вектора намагниченности из плоскости образца. Поскольку фарадеевский контраст зависит только от нормальной компоненты намагниченности M_z и не зависит от азимутального угла вектора \mathbf{M} в плоскости пленки, то, вообще говоря, результат визуализации не зависит от наличия собственной плоскостной ДС.

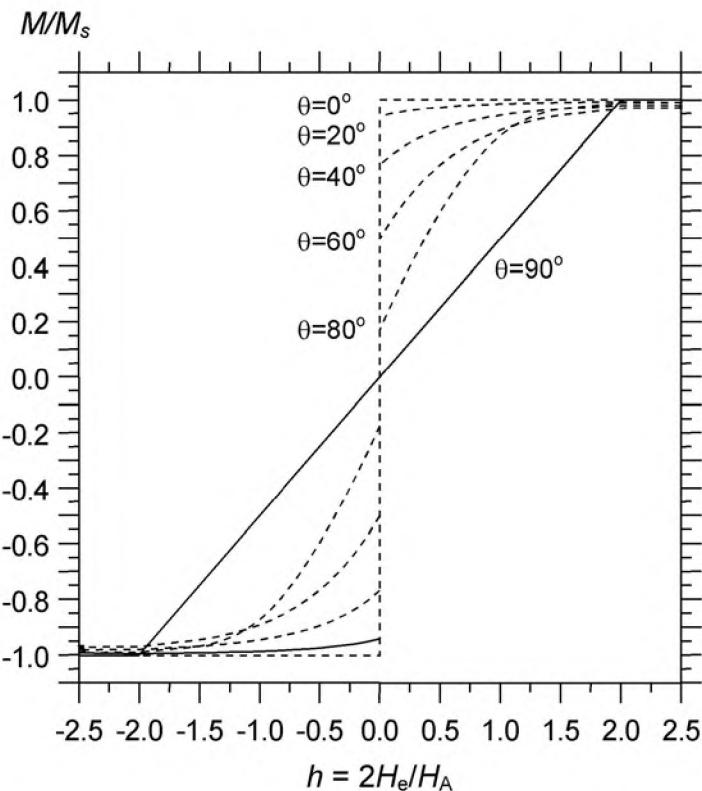


Рисунок 2.23 – Угловые зависимости кривых намагничивания полидоменной магнитной пленки для различных θ . $h = 2H_e/H_A$, H_A – поле анизотропии.

Рассмотренная выше модель Коу и Энцу [Koooy 1960] объясняет, почему у пленок с малой приведённой толщиной кривые намагничивания являются нелинейными и возрастают с полем более круто, чем у более толстых образцов. В пределе одноосных пленок бесконечной толщины (массивный кристалл) кривая намагничивания за счёт процессов смещения вдоль оси лёгкого намагничивания является линейной и совпадает с кривой намагничивания (процесс однородного вращения по Стонеру–Вольфарту)

идеальной планарной плёнки в её трудном направлении (вдоль нормали к плоскости) (рисунок 2.24).

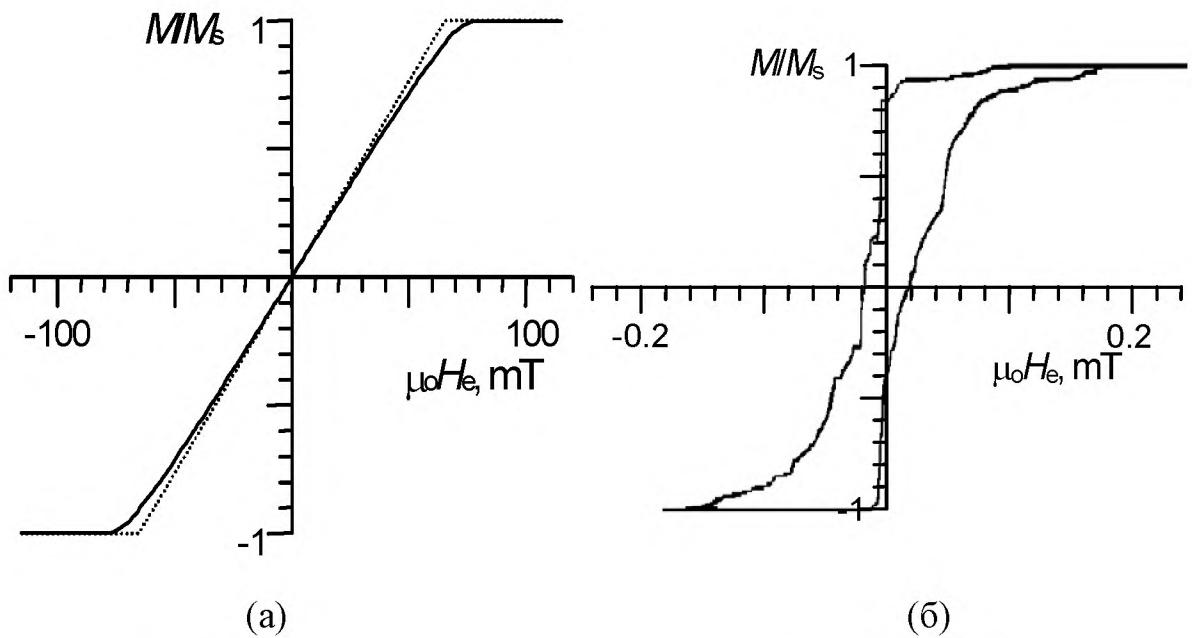


Рисунок 2.24 – (а) Кривые намагничивания планарной плёнки в направлении нормали к плоскости. Расчёт – пунктирная линия, эксперимент – сплошная линия. (б) Кривая намагничивания планарной плёнки в направлении, лежащем в плоскости образца (эксперимент).

2.3.2.3. Сравнительный анализ одноосных и планарных МОИП

Для наглядного сравнения особенностей и функциональных возможностей одноосных и планарных магнитооптических индикаторных пленок (МОИП) с их помощью была визуализирована магнитная доменная структура (ДС) на одном и том же участке образца монокристалла SmCo_5 и на разных расстояниях от его поверхности.

На рисунках 2.25 и 2.26 представлены изображения полей рассеяния 180-градусных доменов на базисной плоскости монокристалла SmCo_5 полученные с помощью одноосной и планарной магнитооптических индикаторных пленок (МОИП), а на рисунке 2.27 представлено распределение интенсивности света вдоль одной и той же линии АВ, соответствующей одному и тому же участку образца.

При сравнении рисунка 2.25 и рисунка 2.26 наглядно выявляются различия в принципах магнитооптической визуализации с помощью одноосных и плоскостных $\text{Bi}:\text{FG}$ пленок. Одноосные пленки создают бинарные двухградационные изображения, дающие информацию о положении изолиний нулевого поля изучаемого объекта. Эти изображения формируются путём смещения 180-градусных доменных границ, сопровождающегося явлениями гистерезиса и коэрцитивности. Что касается плоскостных пленок, то в них благодаря обратимым безгистерезисным процессам вращения намагниченности образуется аналоговое полутоновое изображение, локальная яркость которого является непрерывной функцией нормальной компоненты внешнего поля.

Из-за этой особенности некоторые изображения на планарной плёнке могут выглядеть размытыми, создавая иллюзию расфокусировки микроскопа. Сравнение распределений яркости 8-битовых (256 градаций серого цвета) микроизображений для одноосной и плоскостной $\text{Bi}:\text{FG}$ пленок дано на рисунке 2.27.

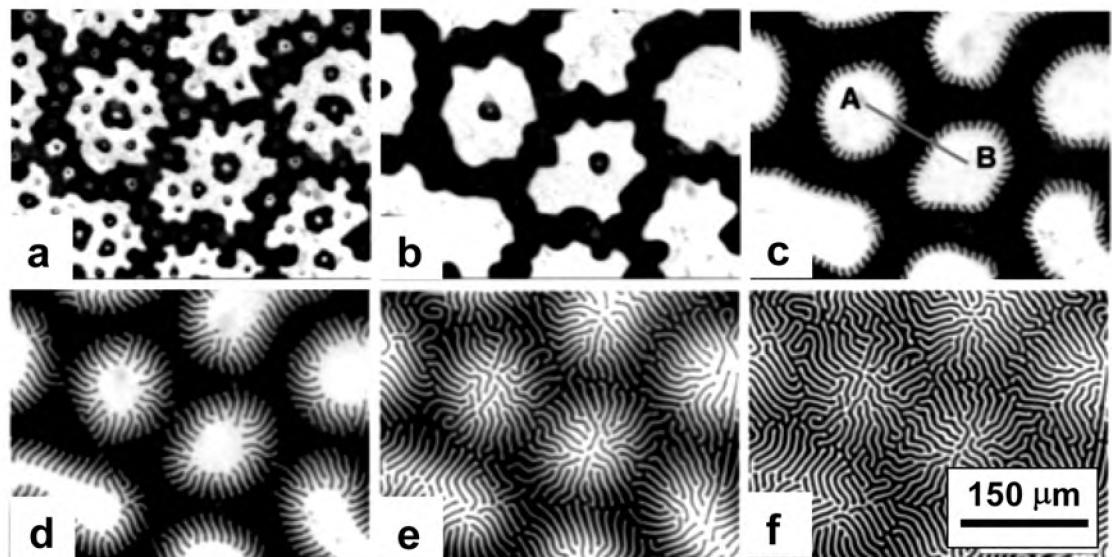


Рисунок 2.25 – Визуализация полей рассеяния 180-градусных доменов на базисной плоскости монокристалла SmCo_5 с помощью одноосной МОИП на расстояниях 30 (а), 60 (б), 100 (в), 120 (г), 140 (д) и 180 мкм (е) от поверхности образца.

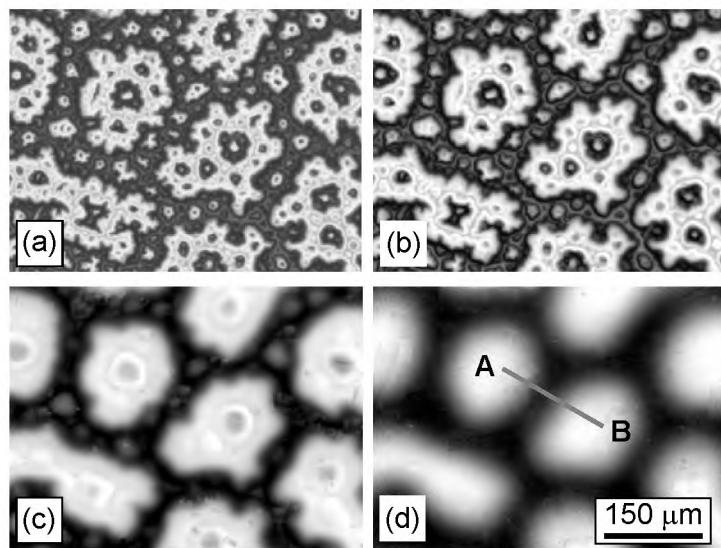


Рисунок 2.26 – Визуализация доменной структуры монокристалла SmCo_5 с помощью планарной $\text{Bi}: \text{ФГ}$ плёнки на расстояниях 10 (а), 40 (б), 60 (с) и 100 мкм (д) от поверхности образца.

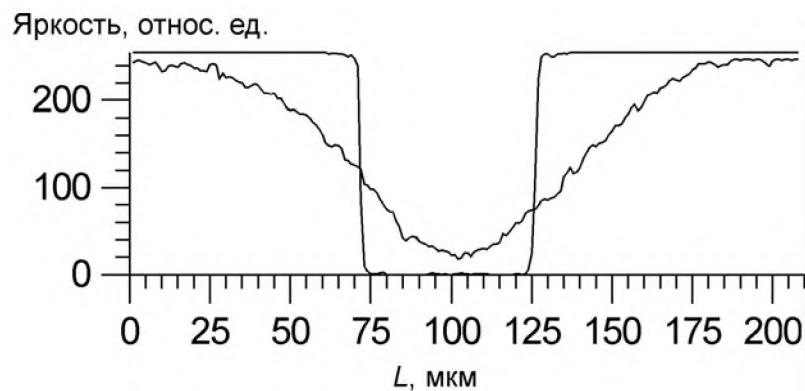


Рисунок 2.27 – Распределение яркости изображений, полученных при помощи одноосной и планарной $\text{Bi}: \text{ФГ}$ плёнок для одной и той же области магнитного поля (вдоль отрезков АВ, рис. 2.25 и 2.26, соответственно).

Для планарных МОИП, так же как и при обычных прямых наблюдениях доменной структуры с помощью эффекта Фарадея, можно путём изменения угла раскрешивания поляризатор–анализатор создавать режим наблюдения типа "контраст доменной границы" (DW contrast) и контраст доменов (domain contrast) (рис. 2.28).

На рисунке 2.29 представлен пример визуализации магнитной структуры образца посредством одноосной МОИП с цилиндрическими магнитными доменами (ЦМД), демонстрирующий высокую чувствительность одноосных МОИП (регистрируются поля рассеяния порядка 10 мкТ).

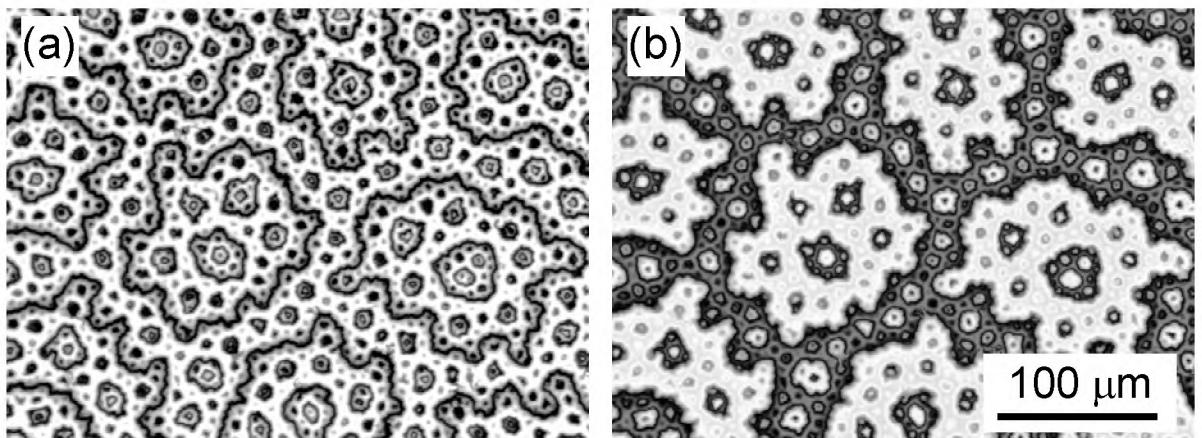


Рисунок 2.28 – Магнитная ДС на базисной плоскости монокристалла SmCo₅, полученная с помощью планарной МОИП и наблюдаемая в скрещенных поляризаторах (а) и раскрешенных на 4° (б) (режим контраста ДГ и контраста доменов, соответственно).

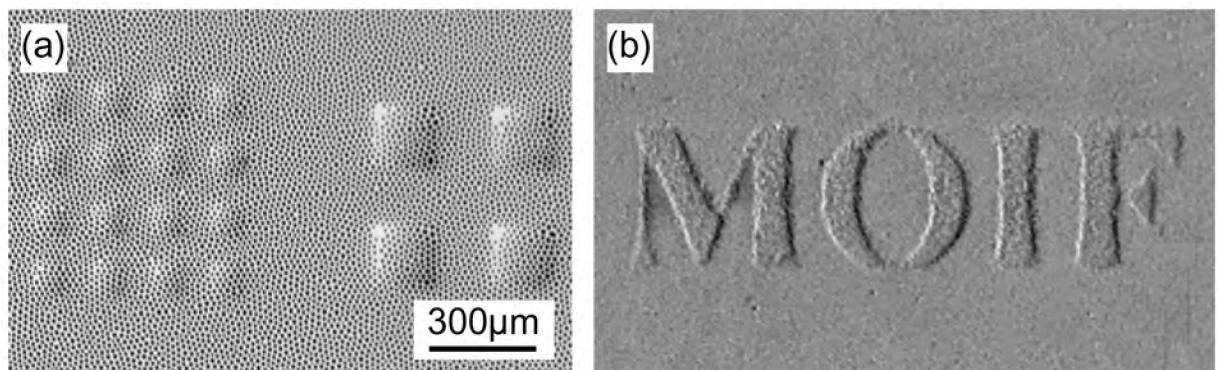


Рисунок 2.29 – Одноосная МОИП с цилиндрическими магнитными доменами, модулированными полем пермаллоевых участков квадратной формы на Si подложке (а) и стандартным текстом (Times 5 pt font), отпечатанным лазерным принтером на канцелярской бумаге (б).

Наличие собственной ДС одноосных плёнок накладывает ограничение на их разрешающую способность. На рисунке 2.30 дано сравнение

изображений одного и того же участка магнитного диска, полученных с помощью планарной и одноосной МОИП. Видно, что одноосная МОИП даёт высококонтрастную и хорошо распознаваемую картину, но при этом часть деталей изображения утрачена или искажена.

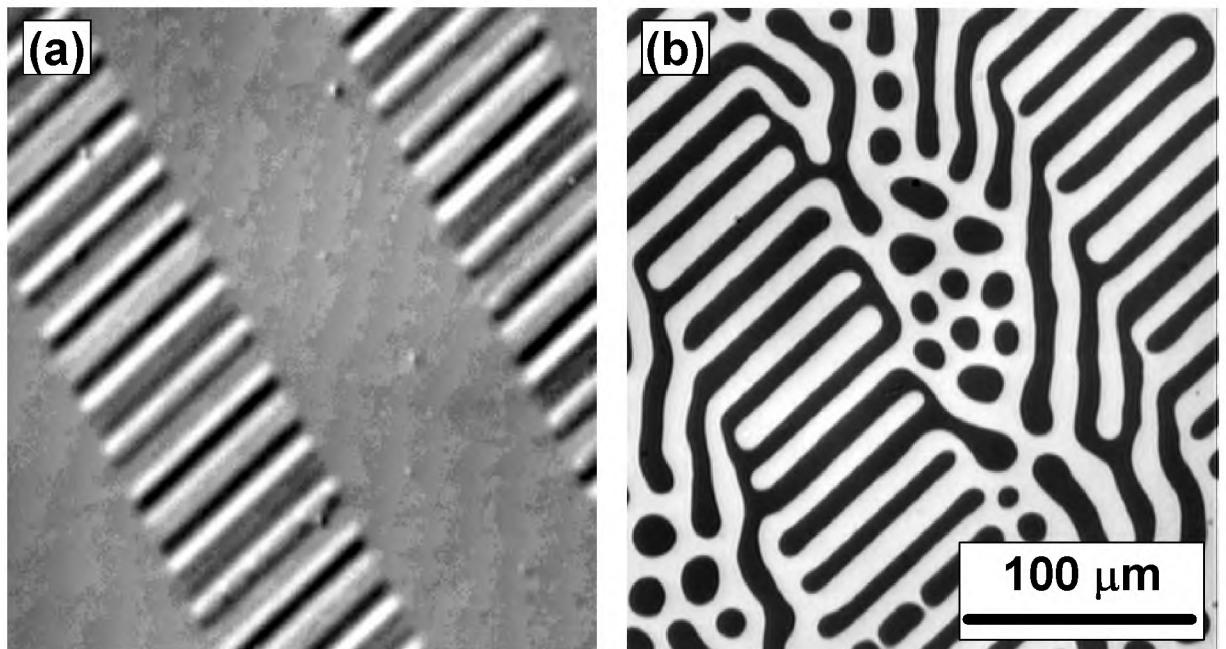


Рисунок 2.30 – МО изображения дорожек данных гибкого диска, выявленные планарной (а) и одноосной МОИП (б).

2.3.2.4. Собственная доменная структура планарных плёнок

Безгистерезисный характер намагничивания и перемагничивания планарных МОИП, свойственный процессам вращения вектора намагничивания, благоприятен для метрологических применений МОИП. Собственная ДС в обычных условиях освещения в фарадеевской геометрии не наблюдается, что дало некоторым исследователям повод считать, что планарные МОИП не обладают доменной структурой.

Для исследования этого вопроса в работе было сконструировано приспособление и разработана схема съёмок, поясняемая рисунке 2.31. Вращение столика 2 вокруг своей оси эквивалентно закономерному изменению угла падения света на образец, что приводит к появлению фарадеевской составляющей намагниченности. Ввиду больших значений

магнитооптической добротности $\Psi = 2\vartheta_F/\alpha$, "невидимые" домены, имеющие вектор намагниченности в плоскости образца, легко выявляются даже при небольших углах β (рисунок 2.31(с)). Это даёт возможность быстро и корректно расшифровывать ориентацию векторов доменов в плоскости образца. Кроме того, эта же схема наблюдений и измерений полезна для учёта влияния горизонтальных компонент поля на градуировку планарных МОИП при количественных измерениях распределений поля.

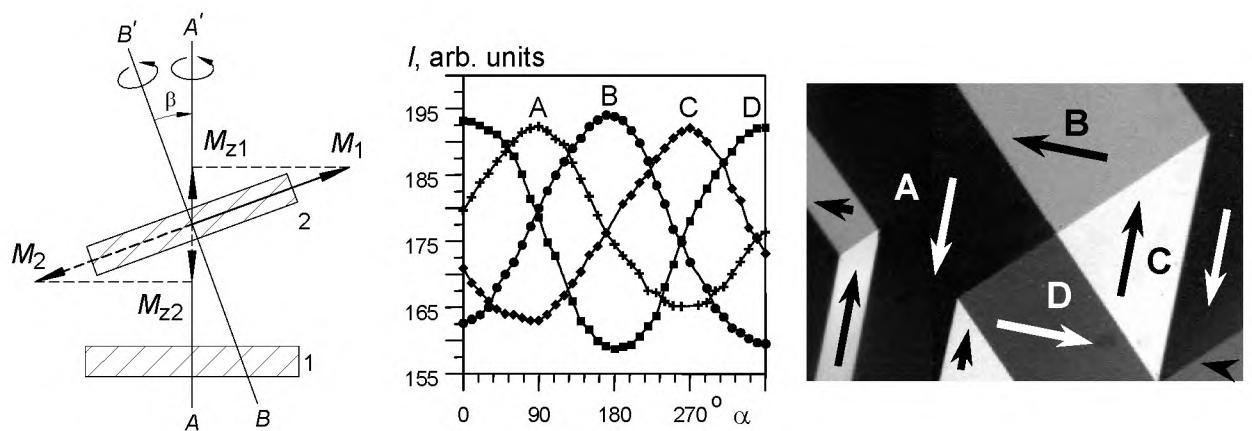


Рисунок 2.31 – (а) Схема установки для изучения распределения планарной компоненты намагниченности посредством эффекта Фарадея. 1 – основной поворотный столик микроскопа, 2 – второй поворотный столик с образцом, наклоненным по отношению к столику 1 на угол β . (б) Угловое изменение интенсивности света четырех доменов А, В, С, Д, измеренное при повороте столика 2 на 360° . (с) Изображение, полученное по методу Фарадея и интерпретация ДС планарной МОИП.

Собственная ДС планарных МОИП обычно не является серьёзным недостатком, т.к. в большинстве случаев она имеет малый контраст и становится заметной в особых случаях значительного контрастирования изображения (рисунок 2.32).

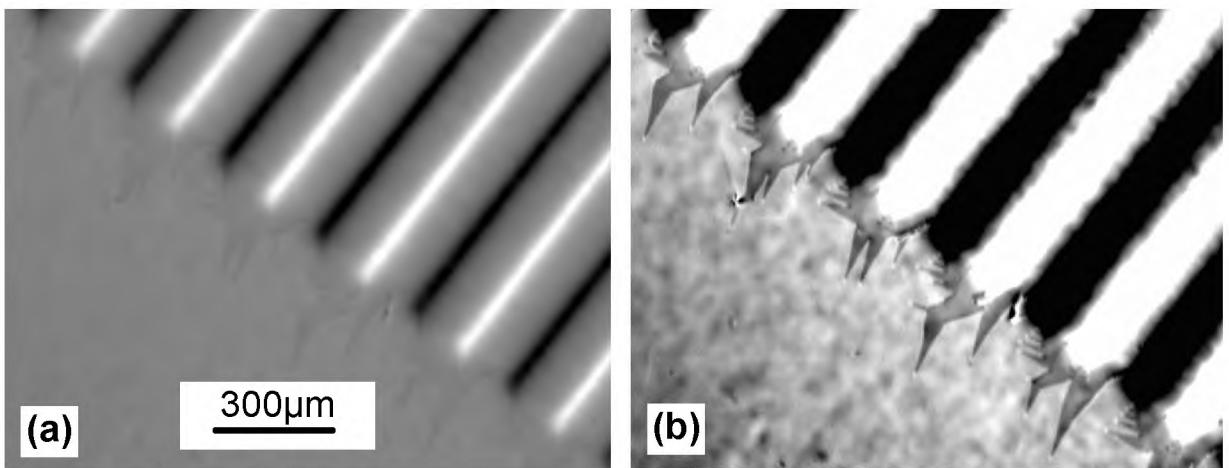


Рисунок 2.32 – Нормальное (а) и переконтрастированное (б) изображение магнитной карты, визуализированное планарной МОИП.

2.3.2.5. Магнитооптические индикаторные плёнки из соединений редкоземельных элементов с металлами группы железа

В работе также исследовались три другие разновидности одноосных плёнок:

- 1) тонкие металлические одноосные высококоэрцитивные плёнки на основе Tb-Fe-Co,
- 2) низкокоэрцитивные плёнки на основе соединений редкоземельных элементов с переходными металлами,
- 3) то же, что (2), но с точкой компенсации вблизи рабочей (комнатной) температуры.

Плёнки этих типов широко исследовались и изучались в эпоху материалов с цилиндрическими магнитными доменами и магнитооптических дисков, поэтому технология их получения была в своё время хорошо отработана, а свойства изучены достаточно подробно [Балбашов 1987; Eschenfelder 1980]. Выбор этих плёнок был сделан для поиска альтернативных технологий получения МОИП, т.к. феррит-гранатовые МОИП содержат дорогое сырьё и имеют сложную технологию приготовления.

На рисунках 2.33 и 2.34 представлены изображения, характеризующие поведение металлических плёнок с низкой и высокой коэрцитивной силой.

Изображения на одноосной низкоэрцитивной металлической МОИП близки к таковым для феррит-гранатовых МОИП, за исключением более слабого контраста. Этот недостаток мало существенен, т.к. современный арсенал программ обработки изображений легко позволяет повысить контраст программными средствами.

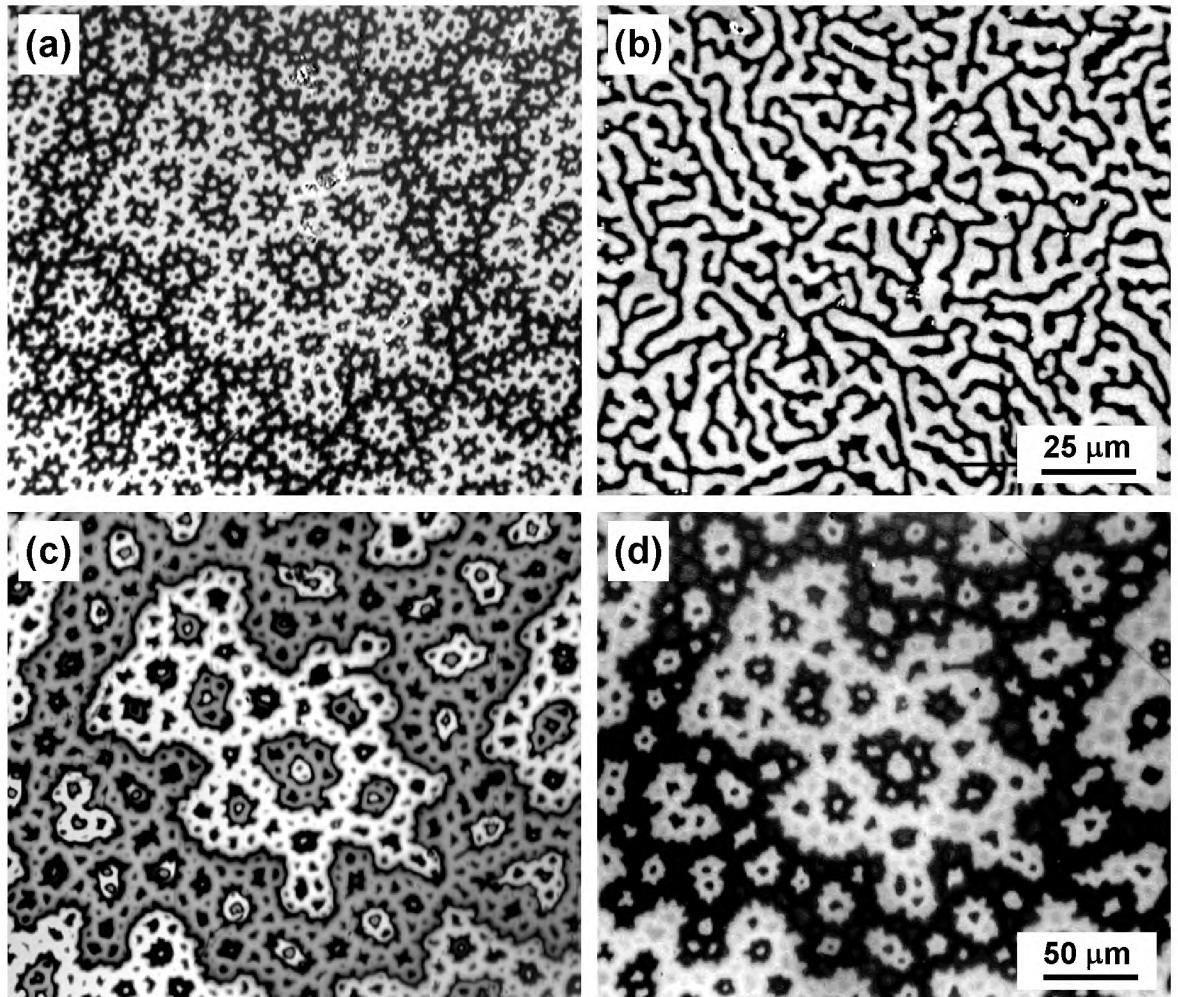


Рисунок 2.33 – Доменная структура (ДС) тест-объекта (моноокристалла SmCo_5), наблюдаемая с помощью полярного эффекта Керра (а); собственная ДС аморфной плёнки Gd-Co (б); визуализация структуры (а) с помощью планарной Ви:ФГ плёнки и плёнки Gd-Co (кадры (с) и (д) соответственно).

Изображение для высококоэрцитивной плёнки Tb-Fe-Co (рисунок 2.34) получено методом термомагнитной записи с помощью импульса света от ксеноновой лампы длительностью около 10 мс. Коэрцитивное поле этой плёнки, являющейся аналогом плёнок для магнитооптических дисков, очень

велико (порядка 0,8 Т), поэтому реально существующие в лабораториях поля не способны нарушить её состояние. Намагничивание и отображение поля объекта происходит во время импульса в течение некоторого короткого промежутка времени, при котором температура плёнки становится несколько ниже температуры Кюри, а коэрцитивное поле достаточно мало для обеспечения термомагнитной записи информации, после чего значения коэрцитивности быстро возрастают, "замораживая" зарегистрированное состояние. Оценки показывают, что порог реагирования, как правило, меньше, чем порог обычных низкокоэрцитивных плёнок.

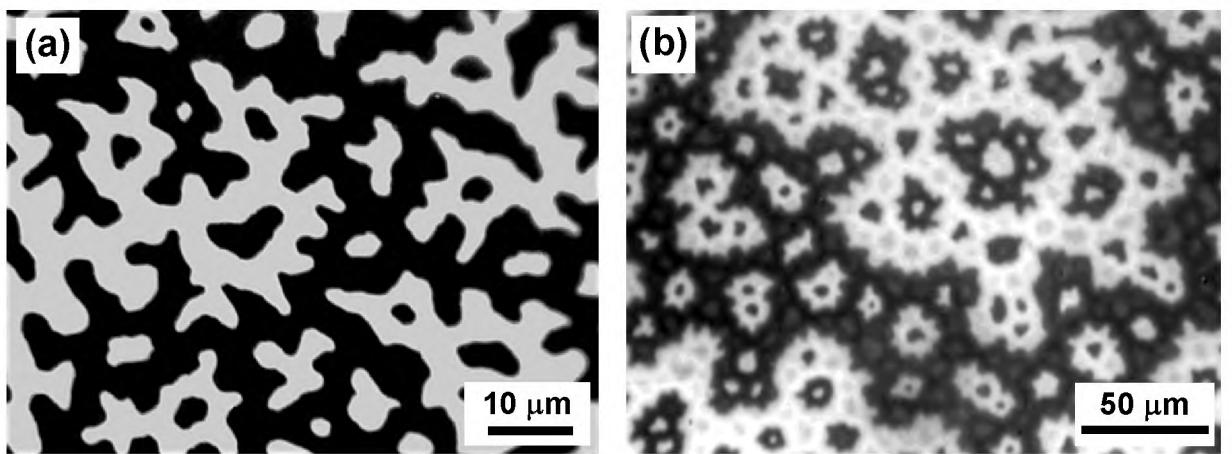


Рисунок 2.34 – Визуализация тест-объекта с помощью термомагнитной высококоэрцитивной высокоанизотропной плёнки Tb-Fe-Co (а) и аморфной плёнки Gd-Fe с фактором качества $Q \approx 1$.

Таким образом, возможно и целесообразно использовать в качестве индикаторных сред тонкие высоко- и низкокоэрцитивные металлические плёнки на основе соединений редкоземельных элементов с переходными металлами. Такие плёнки могут производиться в больших количествах, в том числе на гибких полимерных подложках, по известным технологическим схемам, разработанным в прошлые годы для производства магнитооптических дисков. Уступая по значениям керровского вращения толстым ($l \sim 5\ldots10$ мкм) фараадеевским ($\theta_F \sim 9_F l$) плёнкам ферритов-гранатов, металлические плёнки превосходят последние в области малых l . Уменьшение l играет важную роль для повышения вертикальной разрешающей способности метода в целом.

Глава 3. ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ $DyCo_{5,2}$, $TbCo_{5,1}$ И Sm_2Fe_{17} С ПЛОСКОСТНОЙ МАГНИТНОЙ АНИЗОТРОПИЕЙ

3.1. Характеристика исследуемых образцов

Для отбора образцов для доменных наблюдений и их ориентировки использовалась описанная в главе 2 методика К.П. Белова определения положений осей легкого намагничивания и их температурной зависимости с помощью псевдосвободного подвеса образца в ориентирующем поле. С помощью этого устройства удалось надёжно обнаружить наличие анизотропии шестого порядка в базисной плоскости гексагонального соединения $TbCo_{5,1}$ (рисунок 3.1), данные о которой в литературе ранее не приводились.

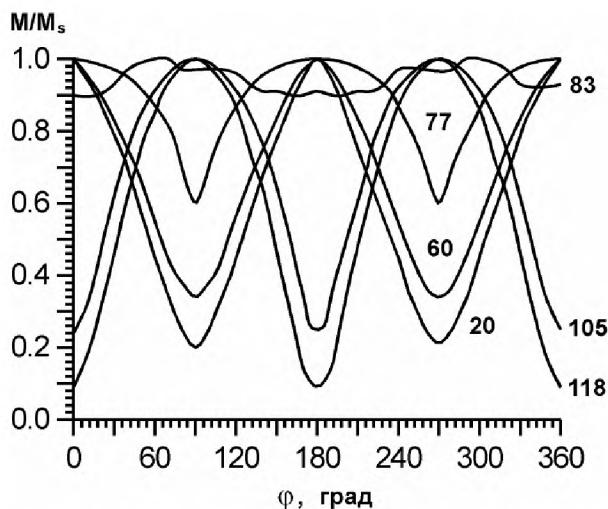


Рисунок 3.1 – Угловая зависимость намагниченности в призматической плоскости монокристалла $TbCo_{5,1}$ во внешнем поле 0,5 Т при $T = 20, 60, 77, 83$ и 118 С.

На рисунке 3.2 представлены результаты магнитооптического определения интервала ориентационного перехода с помощью индикаторной феррит–гранатовой плёнки для базисного среза сферического монокристалла $DyCo_{5,2}$. Температурная зависимость нормальной компоненты намагниченности получалась из компьютерных измерений контраста магнитооптических изображений (рисунок 3.3).

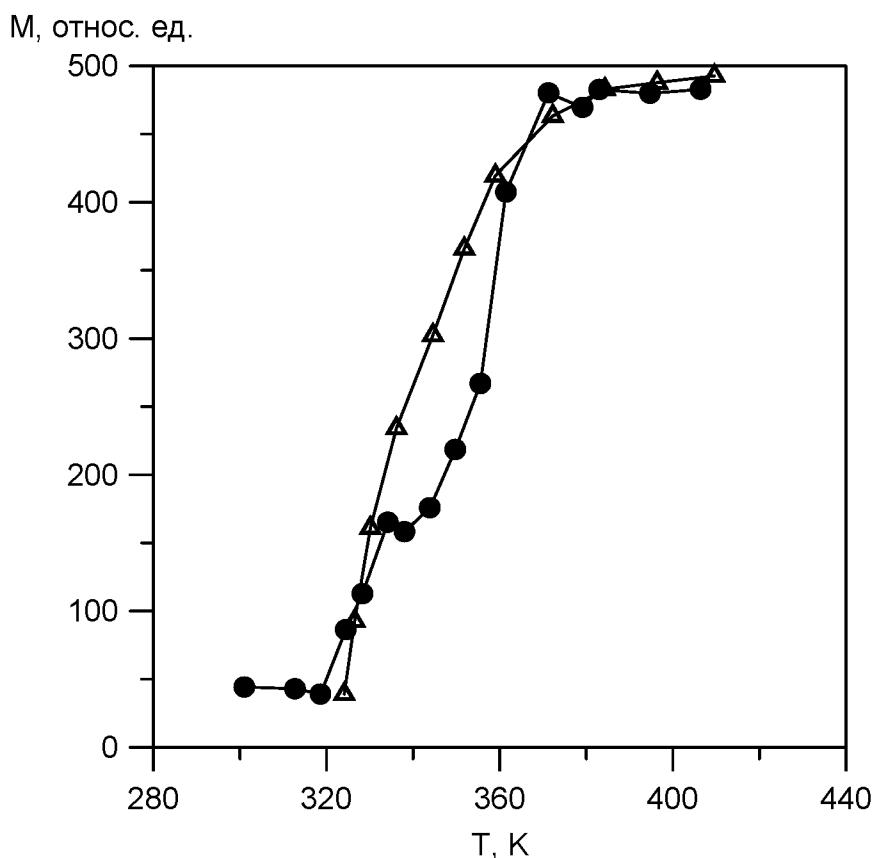


Рисунок 3.2 – Температурная зависимость среднего значения модуля нормальной компоненты поля вблизи базисной поверхности монокристалла DyCo₅, полученная из изображений распределений рис. 3.3 (круглые точки). Треугольники – литературные данные.

Из представленных данных видно, что магнитооптическая методика дала хорошее совпадение с литературными данными, полученными методом магнитометра.

3.2. Влияние спиновой переориентации на доменную структуру

Форма и размер доменов многофазного промежуточного состояния магнетиков в значительной степени зависят от внутренних состояний в доменах и ориентации векторов намагниченности относительно осей эллипсоида. Для многофазных ($n > 2$) магнетиков с анизотропией “легкая плоскость” и “легкий конус” расчеты равновесных доменных структур достаточно сложны и практически отсутствуют.

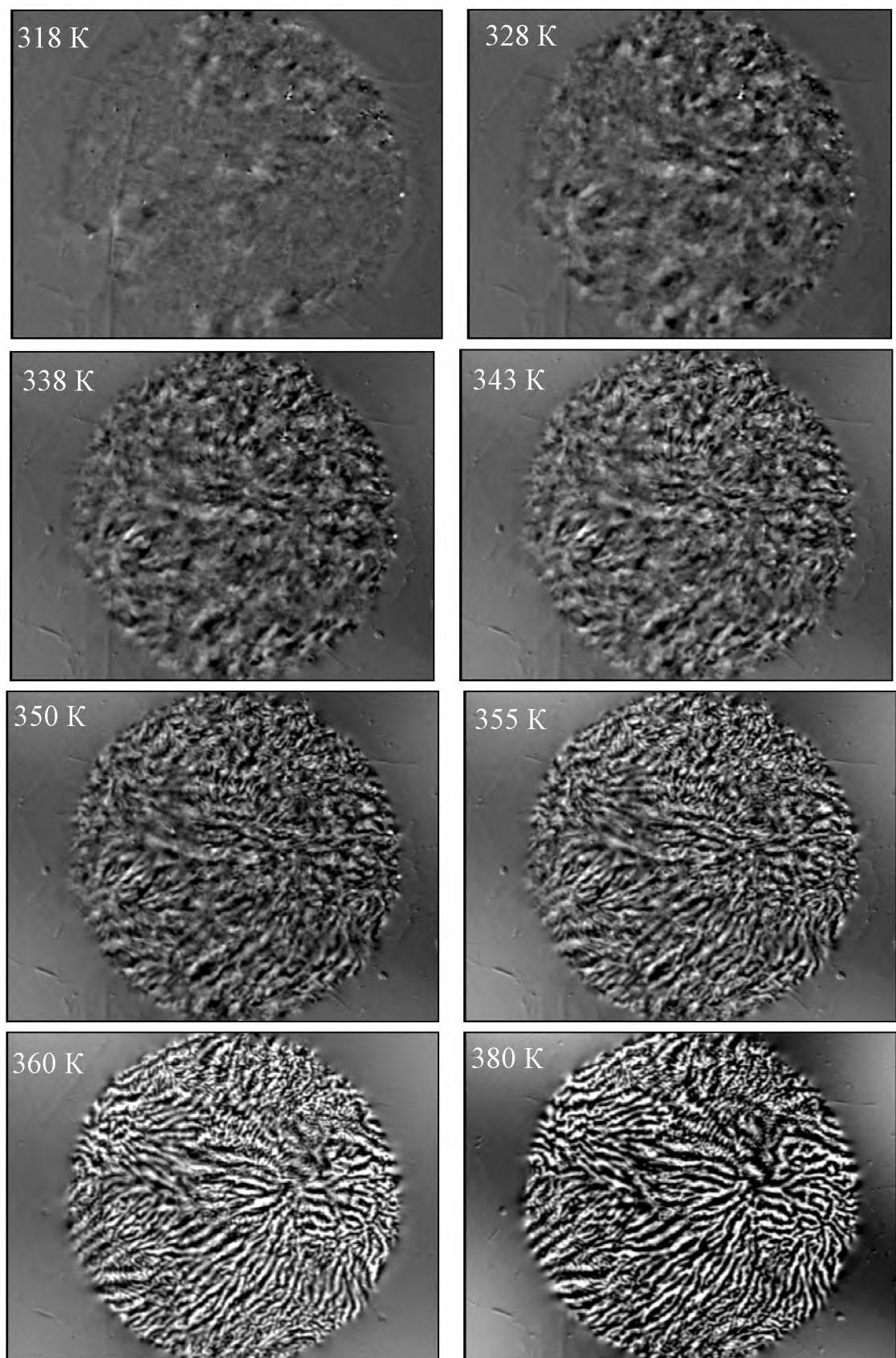


Рисунок 3.3 – Распределение нормальной компоненты поля вблизи базисного среза сферического монокристалла $DyCo_{5,2}$ в области спиновой переориентации, визуализированное с помощью индикаторной феррит–гранатовой пленки.

При определении типа доменных границ (доменных соседств) в массивных многофазных кристаллах в данной работе используется модель плоских доменных границ, являющихся энергетически наиболее выгодными при отсутствии дефектов кристаллической решётки и внутренних напряжений. Из соображений симметрии очевидно, что ориентация плоскости доменной границы по отношению к осям лёгкого намагничивания должна быть такой, чтобы нормаль к доменной границе лежала в плоскости, которая делит угол между векторами намагченности в соседних доменах пополам.

Условие отсутствия магнитостатических зарядов на поверхности доменной границы требует такой схемы разворота спинов в границе, при которой нормальная компонента намагченности не изменяется при переходе от одного домена к другому [Гречишкун 1975]. Указанные условия непосредственно вытекают из положений фундаментальной работы Л.Д.Ландау и Е.М.Лифшица, заложившей основы современной термодинамической теории доменной структуры.

На рисунках 3.4 и 3.5 представлены примеры определённых таким образом равновесных ориентаций доменных границ для анизотропии «лёгкий конус» с четырьмя и шестью осями лёгкого намагничивания на образующей конуса, из которых ясен принцип нахождения допустимых доменных соседств. Конфигурации для случая анизотропии в лёгкой плоскости находятся аналогично. Во всех случаях обеспечивается отсутствие магнитных зарядов на поверхности доменной границы, однако для образцов конечных размеров образуются заряды на разных кристаллографических поверхностях (рисунок 3.4). Эти заряды могут быть устраниены или сведены к минимуму, т.к. в многоосных кристаллах ($n = 6, 8, 12$), в отличие от одноосных ($n = 2$), существуют возможности формирования структур с замкнутым или почти замкнутым внутри образца магнитным потоком, за счет сочетания разных типов доменов, при этом число соответствующих трехмерных комбинаций может быть весьма велико. Классическим примером магнетика с замкнутой структурой является, например, кристалл железа (трехосный материал), в котором магнитные

потоки 180-градусных доменов могут замыкаться вблизи поверхности образца доменами 90-градусной ориентации.

Характеристические параметры плотности энергии уединенных доменных границ типа представленных на рисунках 3.4 и 3.5 получаются численным интегрированием при решении вариационной задачи [Гречишkin1975] при учете двух вкладов - энергии анизотропии (с учетом константы анизотропии K_4 , описывающей вклад шестого порядка) и обменной энергии. К сожалению, данные по анизотропии шестого порядка изучаемых соединений в литературе не найдены.

Следует вместе с тем подчеркнуть, что теоретическое рассмотрение моделей промежуточного состояния многофазных магнетиков (определение формы и размеров доменов) является чрезвычайно сложным ввиду большого количества действующих факторов. Для многоосных кристаллов (в отличие от одноосных магнетиков) принципиально важным становится учет в термодинамическом потенциале энергии упругих и стрикционных взаимодействий, которые приводят к качественным изменениям видов доменной структуры и ограничению разрешенных типов доменных границ. Например, в трехосном железе учет магнитострикции приводит к запрещению 90-градусных соседств по тетрагональным кристаллографическим плоскостям (001) кристалла из-за несовместимости магнитострикционных деформаций соседних доменов (в отличие от 90-градусных границ в диагональных плоскостях (110)) [Кандаурова1977; Гречишkin1975]. Для многофазных магнетиков эти важные вопросы остаются неизученными, что придает особое значение накоплению экспериментальных данных в этой области.

На рисунках 3.6 и 3.7 представлены доменные структуры на базисной плоскости $DyCo_{5.2}$ при различных температурах, соответствующих состояниям «лёгкая плоскость» и «лёгкая ось».

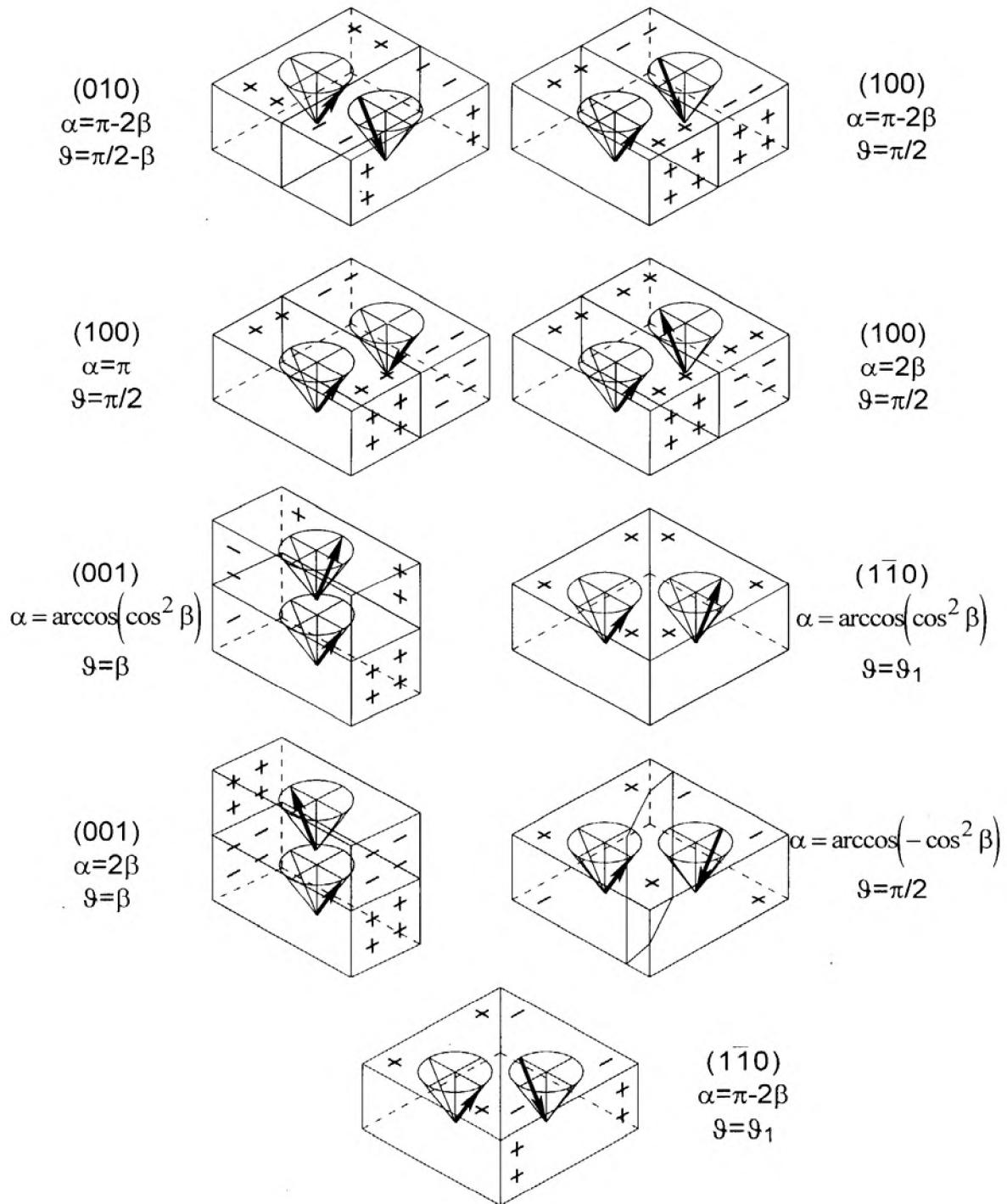


Рисунок 3.4 – Ориентации плоской доменной границы и векторов спонтанной намагниченности \mathbf{M}_s соседних доменов в нулевом внешнем поле для кристалла тетрагональной сингонии в случае $K_1 < 0, K_2 > 0, |K_1| < 2K_2$. Раствор угла при вершине конуса осей лёгкого намагничивания

$$2\beta = 2 \arcsin \sqrt{-K_1 / 2K_2}, \theta - \text{угол между } \mathbf{M}_s \text{ и нормалью к плоскости доменной границы}$$

(α - угол между векторами намагниченности в соседних доменах).

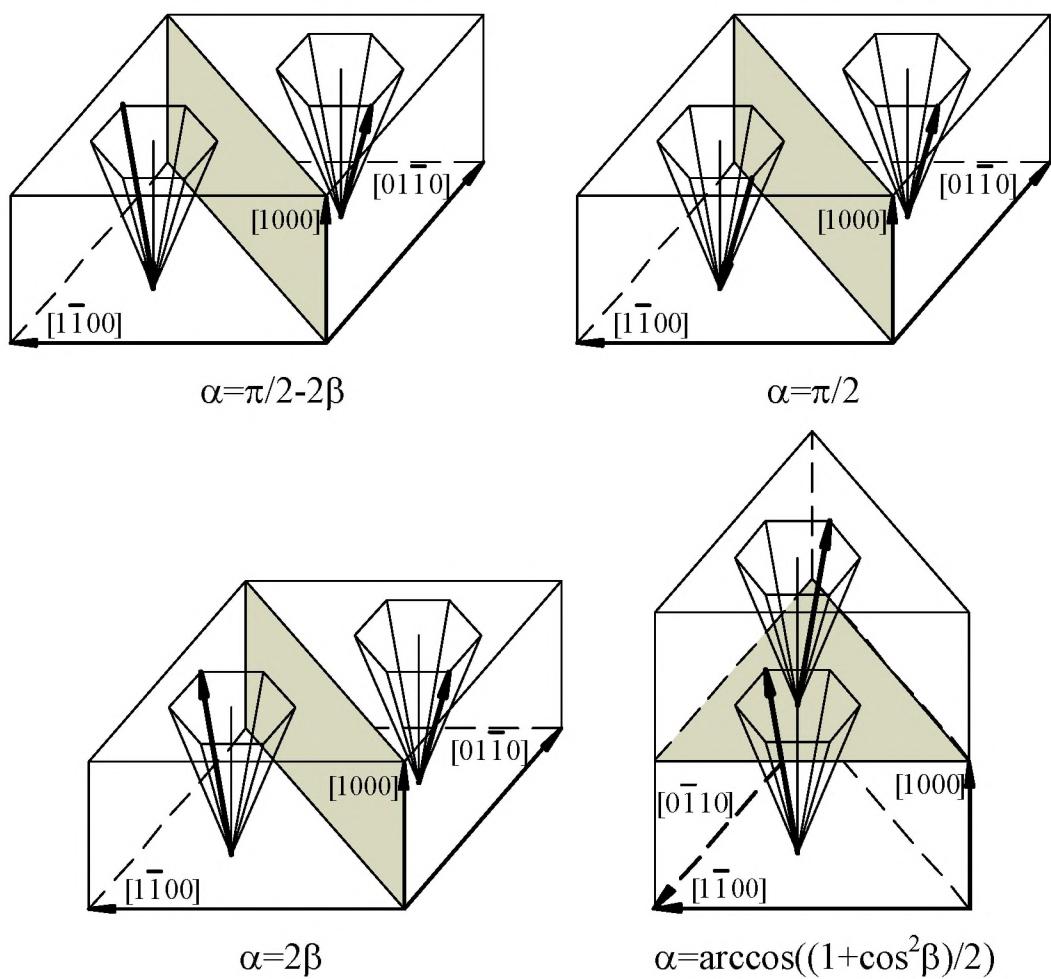


Рисунок 3.5 – Ориентации плоской доменной границы и векторов спонтанной намагниченности \mathbf{M}_s соседних доменов в нулевом внешнем поле для кристалла гексагональной сингонии в случае $K_1 < 0, K_2 > 0, |K_1| < 2K_2$. Раствор угла при вершине конуса осей лёгкого намагничивания

$2\beta = 2 \arcsin \sqrt{-K_1 / 2K_2}$ (α - угол между векторами намагниченности в соседних доменах).

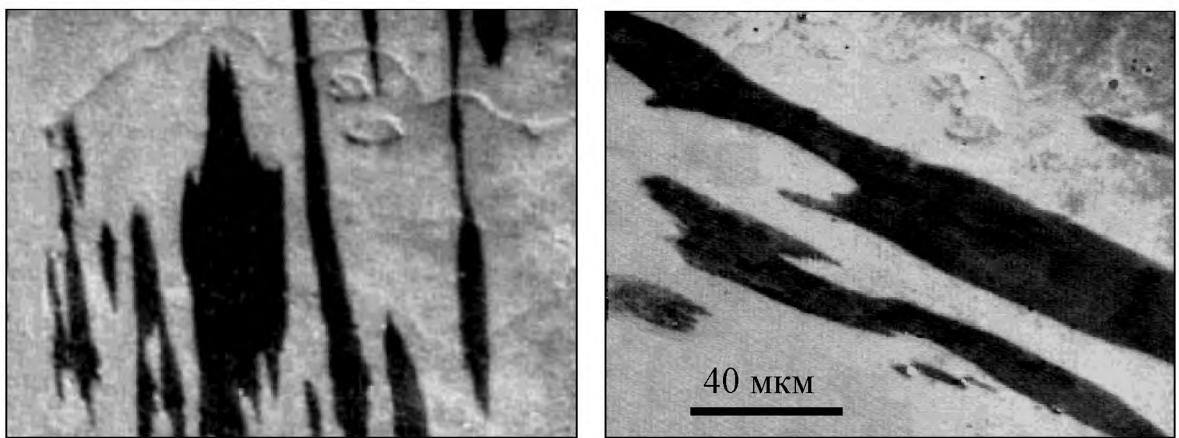


Рисунок 3.6 – 60-градусная переориентация 180-градусных доменов в $\text{DyCo}_{5.2}$ с анизотропией «лёгкая плоскость» ($T=293$ К), вызванная вращением вектора внешнего магнитного поля $\mu_0 H_e \sim 50$ мТ в базисной плоскости образца.

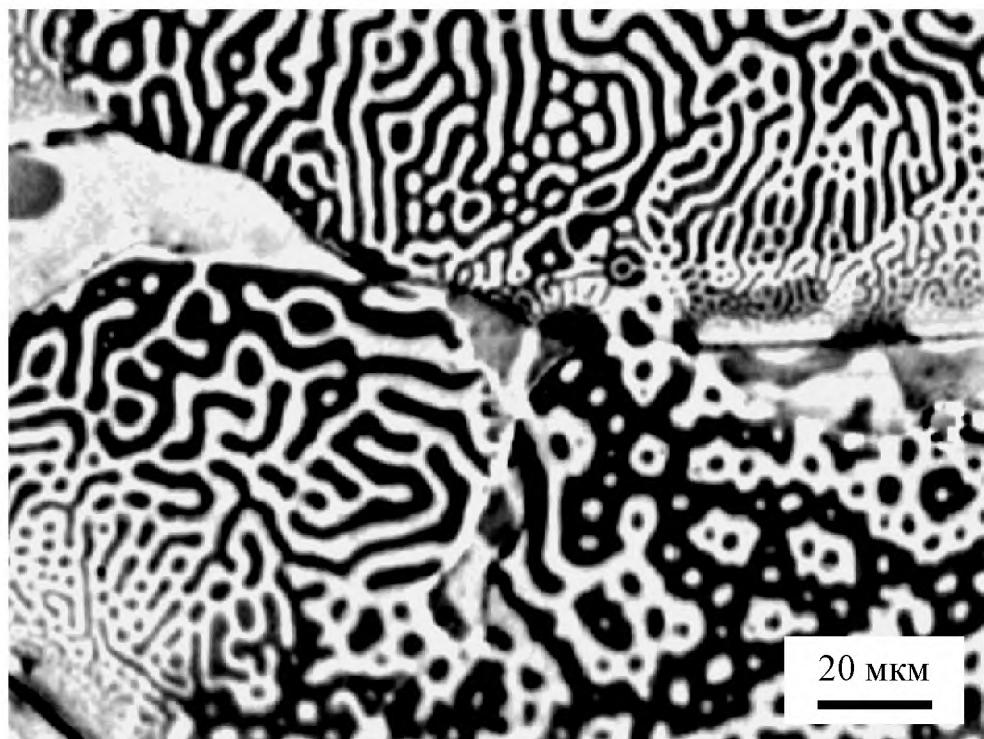


Рисунок 3.7 – Доменная структура текстурированного поликристалла $\text{DyCo}_{5.2}$ с ориентацией кристаллитов, близкой к базисной плоскости. $T = 353$ К (анизотропия «лёгкая ось»).

Расшифровка показала, что наблюдаемые на рисунке 3.6 домены в виде сравнительно правильных полос имеют 180-градусную ориентацию. При воздействии внешнего поля, вращающегося в плоскости образца, ось

наблюдаемой двухфазной структуры дискретно переориентируется на углы, кратные 60° . При переходе в одноосное состояние возникает доменная структура (рисунок 3.7), типичная для базисной плоскости массивных одноосных кристаллов, при этом небольшие и средние (до 0.5 Т) поля в плоскости образца не оказывают на неё заметного влияния, что указывает на высокие значения константы одноосной анизотропии.

На рисунках 3.8 и 3.9 представлены начальные стадии перестройки доменной структуры монокристалла $DyCo_{5.2}$ при переходе образца из состояния с одноосной анизотропией в угловую фазу. Переход начинается посредством плавного вращения векторов намагниченности в исходных 180-градусных доменах. При этом происходит деформация доменов за счёт появления элементов гексагональной симметрии без изменения топологической связности (гомеоморфное преобразование) (рисунок 3.8).

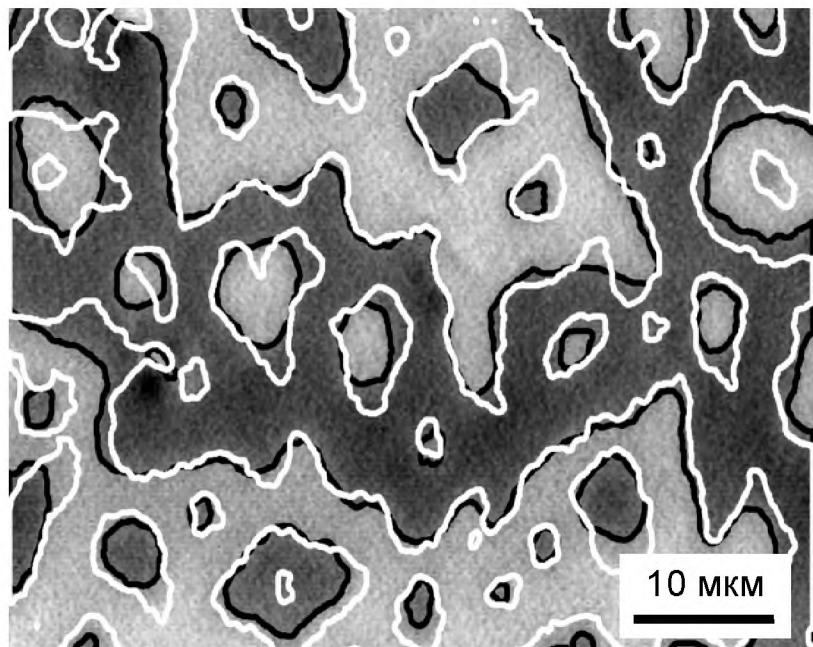


Рисунок 3.8 – Гомеоморфная деформация одноосной структуры Кандауровой-Захарова $1d^1$ [Кандаурова 1986] на начальной стадии перехода $DyCo_{5.2}$ в угловую фазу. Новые положения доменных границ показаны белыми линиями.

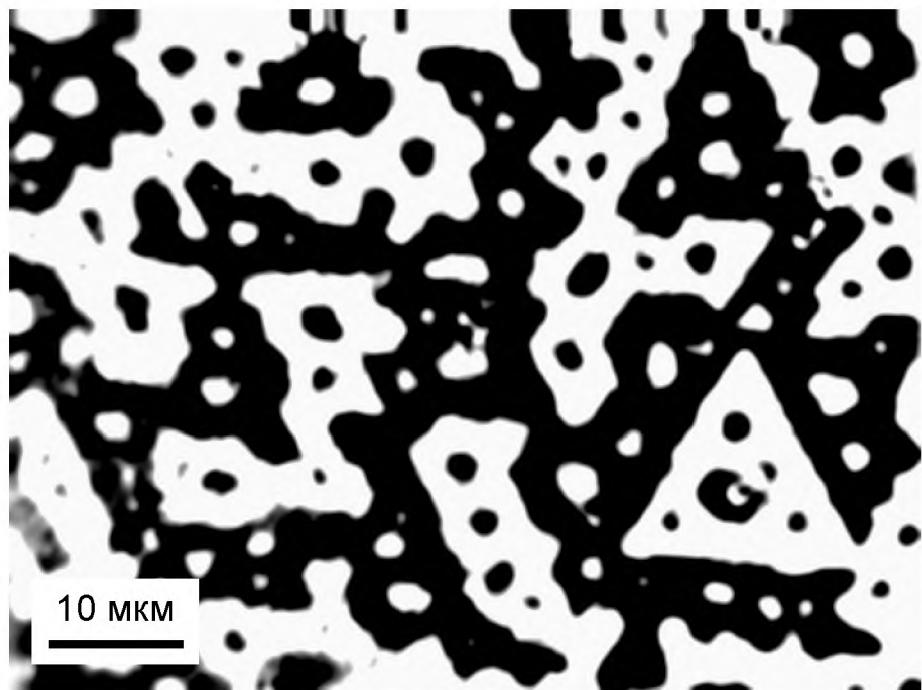


Рисунок 3.9 – Доменная структура на базисной плоскости монокристалла $DyCo_{5.2}$ (анизотропия «лёгкий конус») с элементами симметрии $L3$ и $L6$.

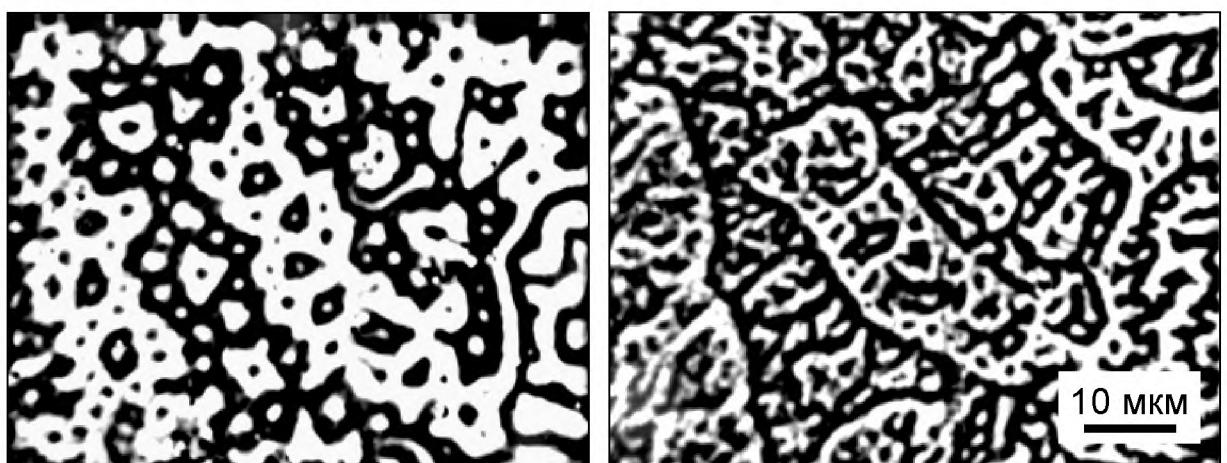


Рисунок 3.10 – Начальная стадия перестройки доменной структуры на базисной плоскости монокристалла $DyCo_{5.2}$ при охлаждении образца от $80^{\circ}C$ (а) (одноосная анизотропия) до $65^{\circ}C$ (б) (угловая фаза).

В ходе дальнейшего перехода деформация доменных границ приводит к фрагментации доменов (рисунок 3.10). Завершение процесса перехода в состояние «лёгкая плоскость» сопровождается коалесценцией доменов с образованием, в зависимости от предыстории и параметров образца, шести-, четырёх- или двухфазной структуры.

3.3. Эффект одноосной наведенной магнитокристаллической анизотропии

При исследовании кристаллов $TbCo_{5.1}$ наряду с описанными закономерностями выявились некоторые специфические особенности. При наблюдении доменной структуры на призматических плоскостях соединений типа $TbCo_5$ в состоянии «легкая плоскость», обнаружена четкая устойчивая структура 180-градусных доменов, хорошо выявляемая полярным эффектом Керра и свойственная одноосным высокоанизотропным кристаллам (рисунок 3.11).

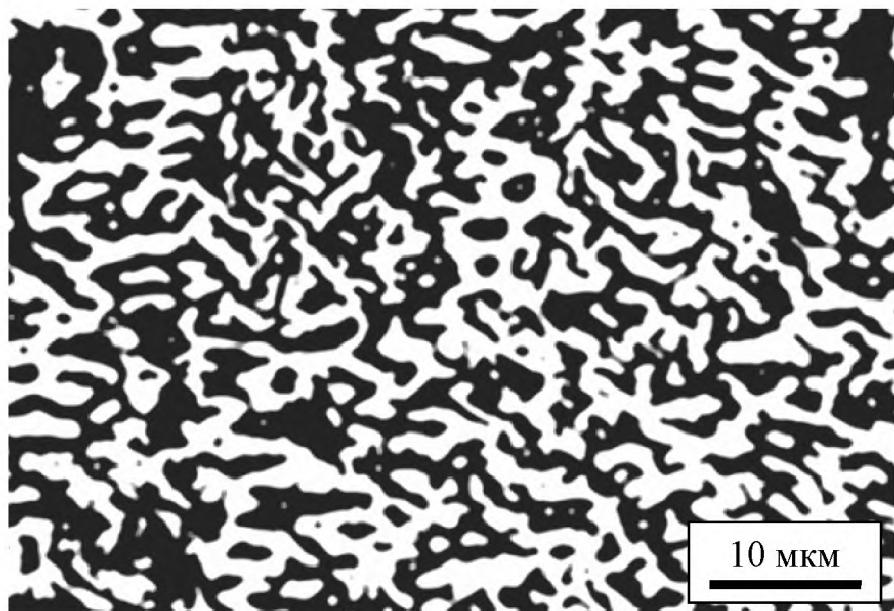


Рисунок 3.11 – 180-градусная доменная структура на призматической плоскости монокристалла $TbCo_5$ при $T = 300$ К (макроскопически легкоплоскостное состояние). Наблюдалась с использованием иммерсионного объектива ($F=2,77$ мм, $A=1,25$) в поляризованном свете (полярный эффект Керра). Поверхность образца подготовлена механической шлифовкой и полировкой на алмазных абразивных порошках с последовательным уменьшением размера частиц от 28 до 0,5 мкм.

Эксперименты показали, что причиной возникновения такой структуры является наведенная одноосная магнитная анизотропия в поверхностных слоях образцов, обусловленная действием механических напряжений,

возникающих в результате общепринятых в практике металлографии операций механической шлифовки и полировки. Связь структуры 180-градусных доменов с остаточными механическими напряжениями весьма наглядно видна из рисунка 3.12, поле зрения которого захватывает область вблизи глубокой механической царапины, созданной с помощью алмазного индентора микротвердомера ПМТ-3.

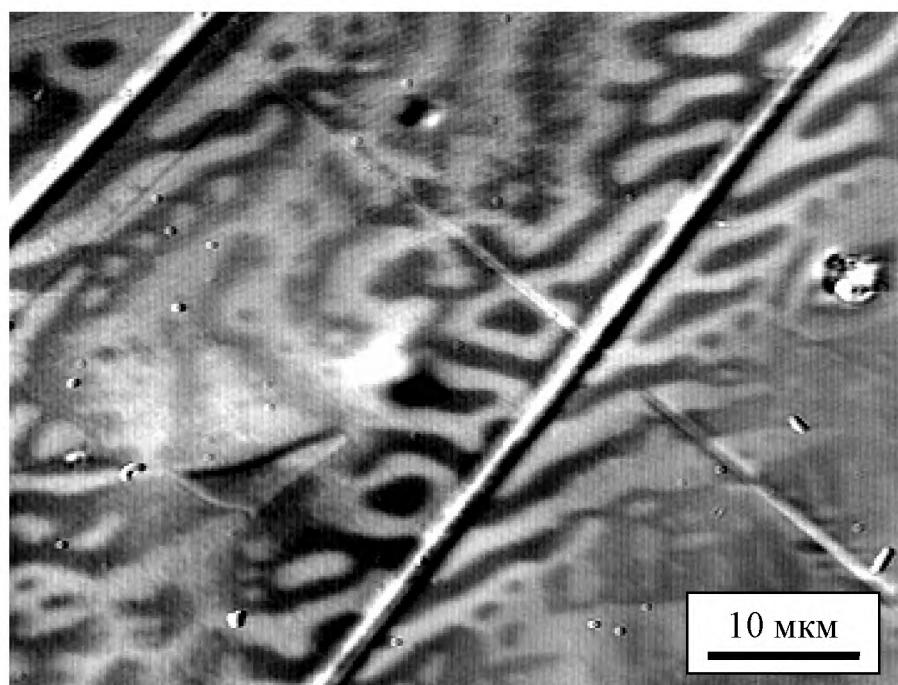


Рисунок 3.12 – Индуцированная напряжениями 180-градусная доменная структура на призматической плоскости монокристалла TbCo₅ при $T = 300$ К (макроскопически легкоплоскостное состояние). Наблюдалась с использованием иммерсионного объектива ($F=2,77$ мм, $A=1,25$) в поляризованном свете (полярный эффект Керра).

На рисунке 3.13 представлена доменная структура на призматической плоскости монокристалла TbCo_{5,1} в упруго-напряжённой области, созданной отпечатками алмазного индентора. Как отмечалось ранее, при деформации образуются домены с нормальной ориентацией намагниченности по отношению к поверхности образца. Под действием внешнего поля, нормального к плоскости наблюдения, происходит закономерное смещение

границ доменов и достаточно быстрое магнитное насыщение в поле около 0,22 Т (вблизи значений собственного размагничивающего поля) (на рисунке 3.13 показано промежуточное состояние в поле 0,18 Т). В то же время приложении на магнитооптическом анизометре поля в плоскости наблюдения в направлении трудной *c*-оси эффект смещения доменов или изменения их контраста не превышает 5–10% даже в максимальном поле 1,2 Т. Эти данные показывают, что мы действительно имеем дело со структурой, соответствующей одноосному вкладу в анизотропию, возникшему под действием механических напряжений, с направлением оси лёгкого намагничивания по нормали к призматической плоскости образца. Более того, поле наведённой анизотропии оказывается весьма значительным, как это следует из поведения кривой намагничивания в плоскостном поле. Нижняя оценка поля наведённой анизотропии $2K_1/M_s$ дает значение (нижний предел) не менее 12 Т.

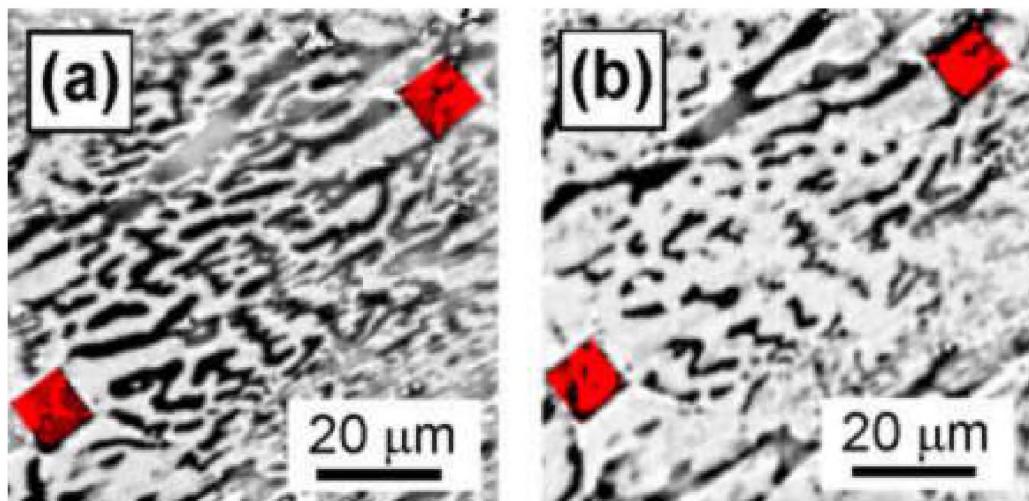


Рисунок 3.13 – Доменная структура на участке между двумя отпечатками алмазного индентора ($F=1,2$ Н) на призматической плоскости монокристалла $\text{TbCo}_{5,1}$ при комнатной температуре в нулевом поле (а) и в поле 0,18 Т, ориентированном нормально к плоскости наблюдения (б). Поверхность образца подготовлена методом ионной бомбардировки (утоньшения).

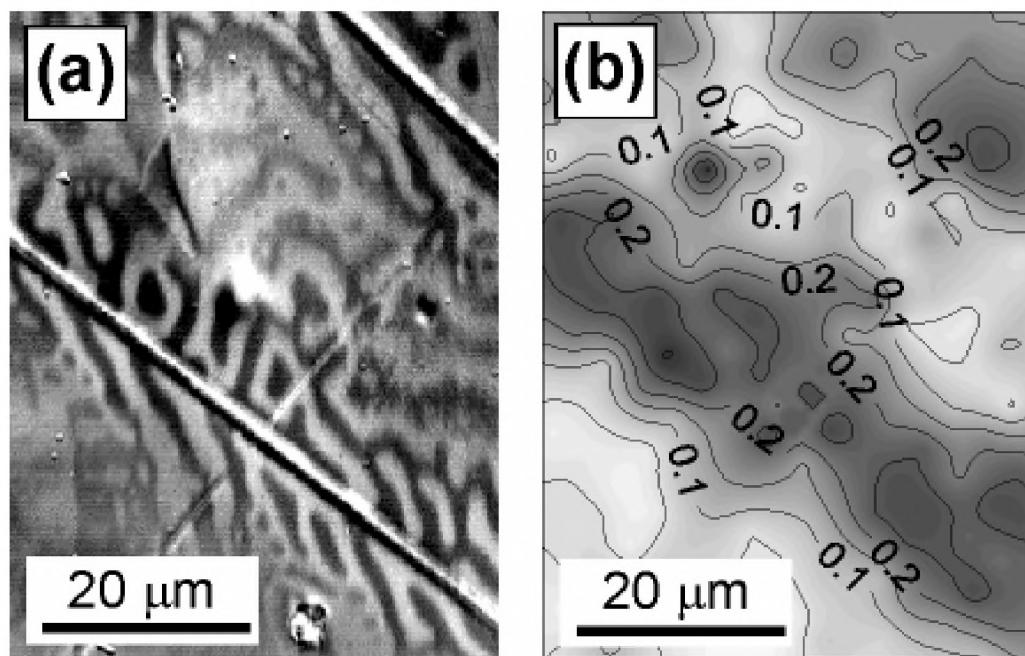


Рисунок 3.14 – Обусловленная напряжениями одноосная доменная структура в области между двумя царапинами на призматической плоскости монокристалла $\text{TbCo}_{5.1}$ при $T=300$ К (а) и распределение относительного контраста доменов для того же поля зрения (б).

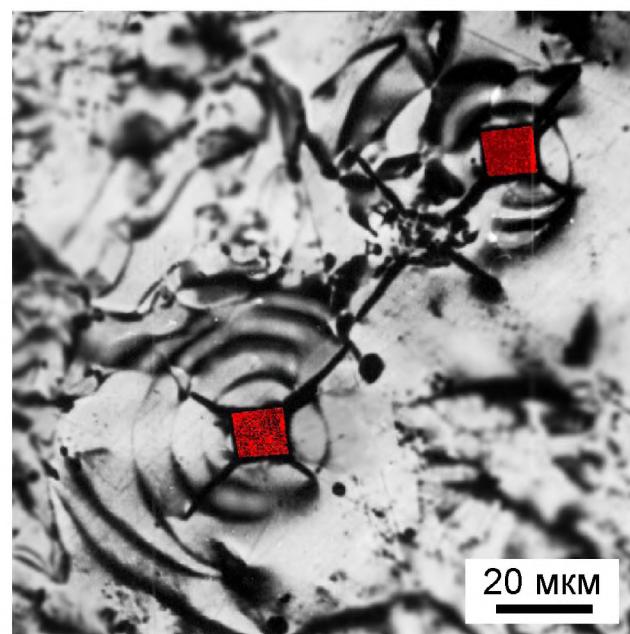


Рисунок 3.15 – Доменная структура на участке между двумя отпечатками алмазного индентора ($F=1,2$ Н) на базисной плоскости монокристалла $\text{TbCo}_{5.1}$ при комнатной температуре (метод порошковых осадков). Вектора намагниченности концентрических доменов лежат в базисной плоскости.

Характерно, что по мере удаления от источника напряжений контраст доменной структуры ослабевает (рисунок 3.14), что связано с постепенным отклонением векторов спонтанной намагниченности в плоскость образца. Картина на базисной плоскости кристалла полностью соответствует этой симметрии (рисунок 3.15). В этом случае вектора намагниченности лежат в плоскости образца (базисной плоскости кристалла).

Следует также указать, что механические воздействия не являются единственным источником напряжений в кристаллах, приводящим к качественным изменениям доменной структуры. На рисунке 3.16 показана доменная структура, связанная с напряжениями на границе двух кристаллитов разной ориентации. Этот результат совпадает с данными публикации [69] (единственная опубликованная работа по данному вопросу), в которой наблюдалась развитая одноосная структура на легкоплоскостных поликристаллах родственных составов $\text{Fe}_{17}\text{Tb}_2\text{B}_x$. Эти данные показывают, что для выявления основной доменной структуры легкоплоскостных магнетиков нужно изучать монокристаллы с малыми внутренними напряжениями.

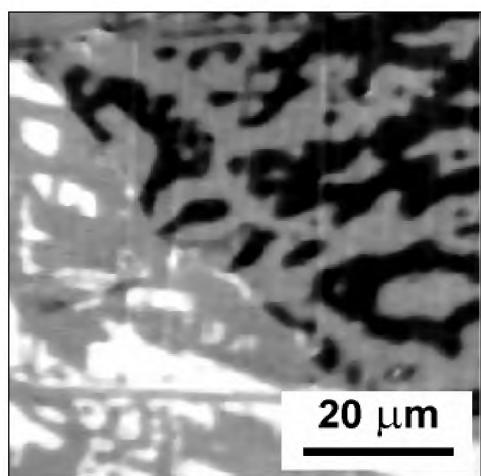


Рисунок 3.16 – Доменная структура в области вблизи межзеренной (межкристаллитной) границы (ориентирована по диагонали кадра) на призматической плоскости $\text{TbCo}_{5.1}$. Обусловленный двулучепреломлением поляризационно-оптический контраст между зернами налагается на контраст структуры 180-градусных доменов, обусловленный полярным эффектом Керра.

Эффект одноосной наведенной структуры исключается при бездеформационной обработке поверхности кристаллов с помощью электрополировки или ионной полировки путем бомбардировки поверхности ионами аргона. Полученные данные указывают на важность учета магнитострикционного вклада при теоретическом анализе доменных структур легкоплоскостных магнетиков.

Основные закономерности изменений доменной структуры на подготовленных таким образом образцах $TbCo_{5,1}$ подобны наблюдавшимся на $DyCo_{5,2}$. На рисунке 3.17 представлена доменная структура на призматической плоскости монокристалла $TbCo_{5,1}$ при комнатной температуре $T = 300$ К и при $T = 420$ К. На снимках видна 90-градусная переориентация направлений доменных границ от базисной плоскости к c -оси кристалла. На базисной плоскости этого же кристалла при температурах выше температуры спиновой переориентации видна типичная структура «звездочек», свойственная высокоанизотропным одноосным магнетикам (рисунок 3.18).

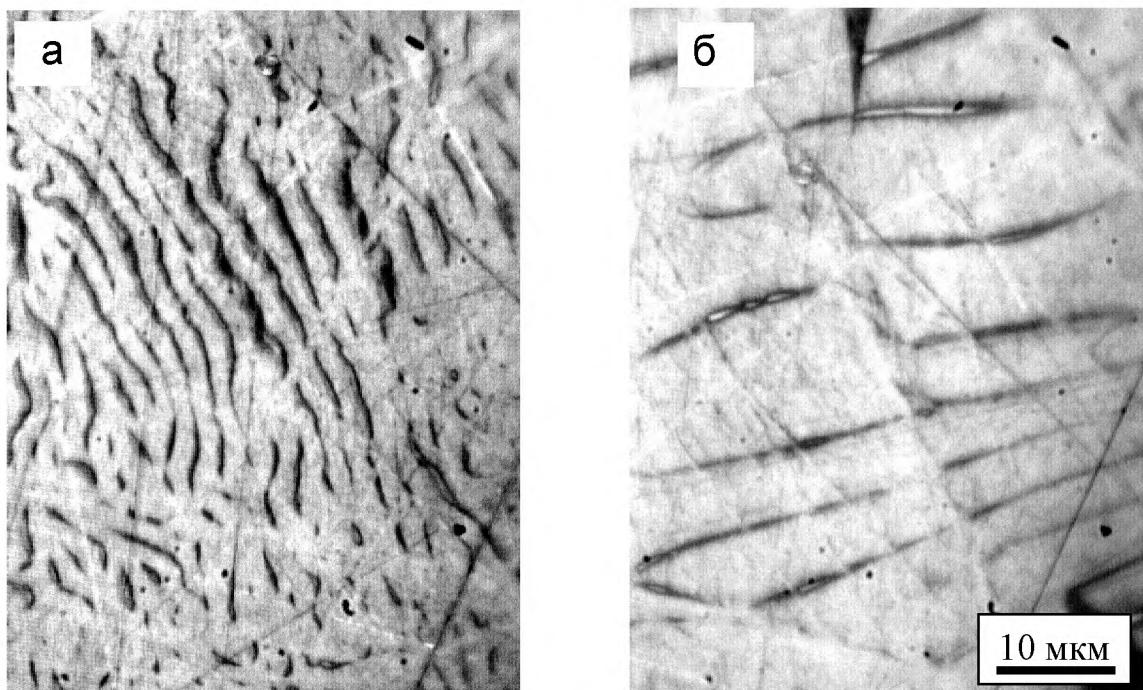


Рисунок 3.17 – Доменная структура на призматической плоскости монокристалла $TbCo_{5,1}$ при комнатной температуре $T=300$ К (а) и при $T=420$ К (б). Модифицированный метод порошковых осадков, иммерсионный объектив.

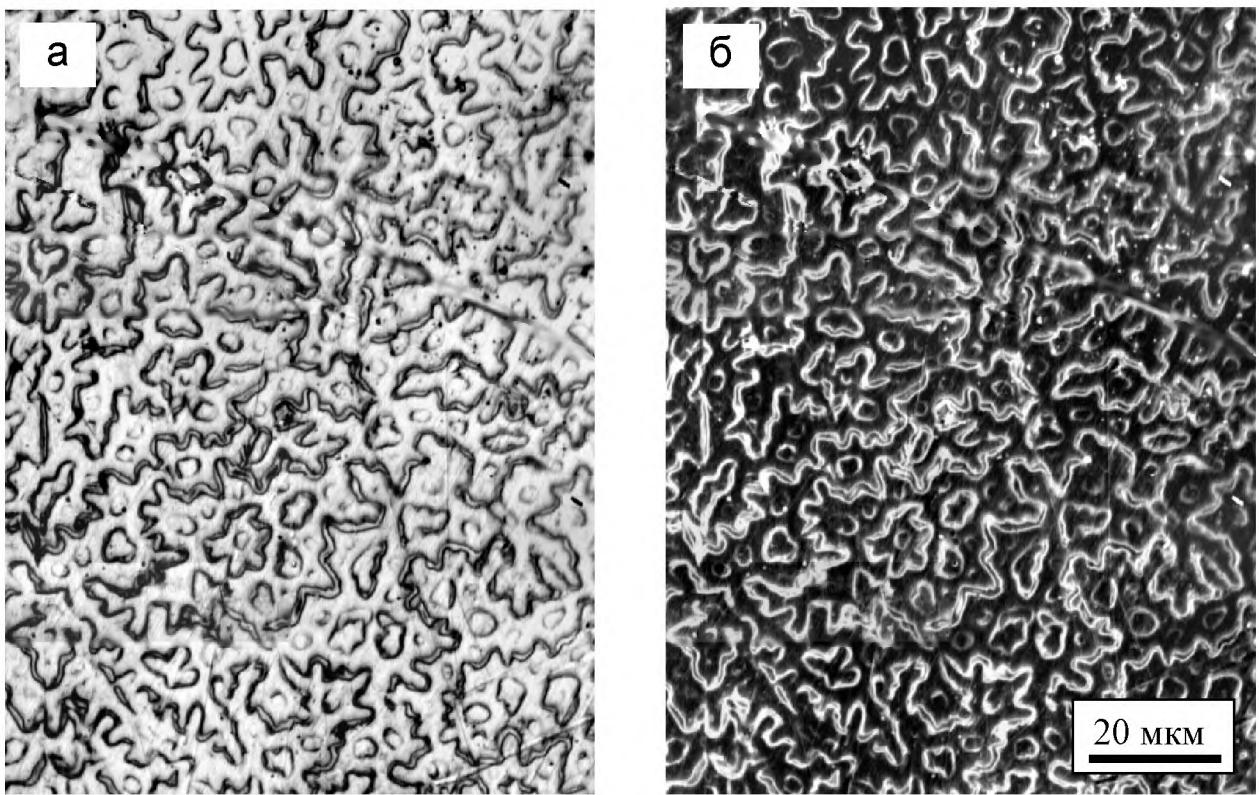


Рисунок 3.18 – Светлопольное (а) и темнотпольное (б) изображение доменной структуры на базисной плоскости монокристалла $\text{TbCo}_{5.1}$ при $T=420$ К (одноосная анизотропия). Модифицированный метод порошковых осадков, иммерсионный объектив.

3.4. Спиновая переориентация лёгкая плоскость – лёгкая ось в интерметаллическом соединении $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$

Внедрение атомов азота в решётку соединений РЗМ с железом РЗМ₂Fe₁₇ приводит к значительным изменениям их фундаментальных магнитных констант, благоприятным для получения порошковых постоянных магнитов [Соу 1990, 1992]. В настоящей работе проведены систематические исследования процессов водородного охрупчивания и реакций азотирования порошков Sm₂Fe₁₇. Водородное охрупчивание (диспергирование) [Semenenko 1995] посредством циклических экспозиций исходных литых сплавов под давлением водорода и вакуумным обезгаживанием является эффективным и технологически наиболее целесообразным способом подготовки порошков для последующего азотирования.

Принципиально важным эффектом азотирования является необратимый спин-переориентационный переход от анизотропии типа «лёгкая плоскость» в исходном соединении к анизотропии «лёгкая ось» после азотирования. Это изменение анизотропии приводит к качественным изменениям типа доменной структуры, прямые наблюдения которой на азотированных образцах с помощью эффектов Керра и порошковых осадков в сочетании с рентгенофазовым и терромагнитным анализом позволили в деталях оценить кинетику реакции азотирования как в среде азота и аммиака, так и в их смесях. В работе приводятся данные исследования влияния режимов гидрирования и азотирования на фазовый состав и толщину азотированного слоя высококоэрцитивных порошков сплавов на основе бинарного интерметаллического соединения $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ и его квазибинарных модификаций.

Сводный график основных данных терромагнитного анализа представлен на рисунке 3.19. Кривая 1 на рисунке 3.19 представляет собой кривую ТМА для исходного сплава в состоянии непосредственно после выплавки в заводских условиях (предприятие КБСМ, Москва) в индукционной печи в среде аргона с разливом расплава в медную водоохлаждаемую изложницу. Из представленных данных отчетливо видно наличие трех фазовых составляющих: соединения $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$, имеющего температуру Кюри 100°C , соединения SmFe_3 с температурой Кюри около 380°C , и чистого железа с температурой Кюри около 750°C . На этом же сплаве на кафедре химии и физики высоких давлений МГУ проводился рентгенофазовый анализ, который дал сходные результаты. Вместе с тем по данным рентгеновского анализа определение фазы SmFe_3 производилось менее уверенно, чем с помощью ТМА. Полученный результат позволил дать рекомендации о необходимости гомогенизации исходного сплава.

Кривая 2 на рисунке 3.19 относится к этому же сплаву, подвергнутому операции гидрирования. Гидрирование производилось на кафедре ХВФД МГУ при температуре около 200°C в течение четырех часов под давлением водорода 10 атмосфер. Кривые ТМА позволили в данном случае выявить

принципиально важный факт изменения (возрастания) температуры Кюри фазы $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ от исходного значения 100°C до значения около 230°C . Это означает, что в отличие от известных литературных данных по гидрированию родственных соединений самария с кобальтом, в $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ водород входит в решетку в межузельные позиции, вызывая заметные изменения магнитных свойств. Стандартный рентгенофазовый анализ не позволил выявить этого обстоятельства, в связи с чем был поставлен вопрос о повышении точности рентгеновского определения параметров решетки. При температурах выше 250°C водород начинает активно выделяться из сплава (вплоть до образования вспышек гремучего газа), и структура возвращается к исходному состоянию негидрированного $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$.

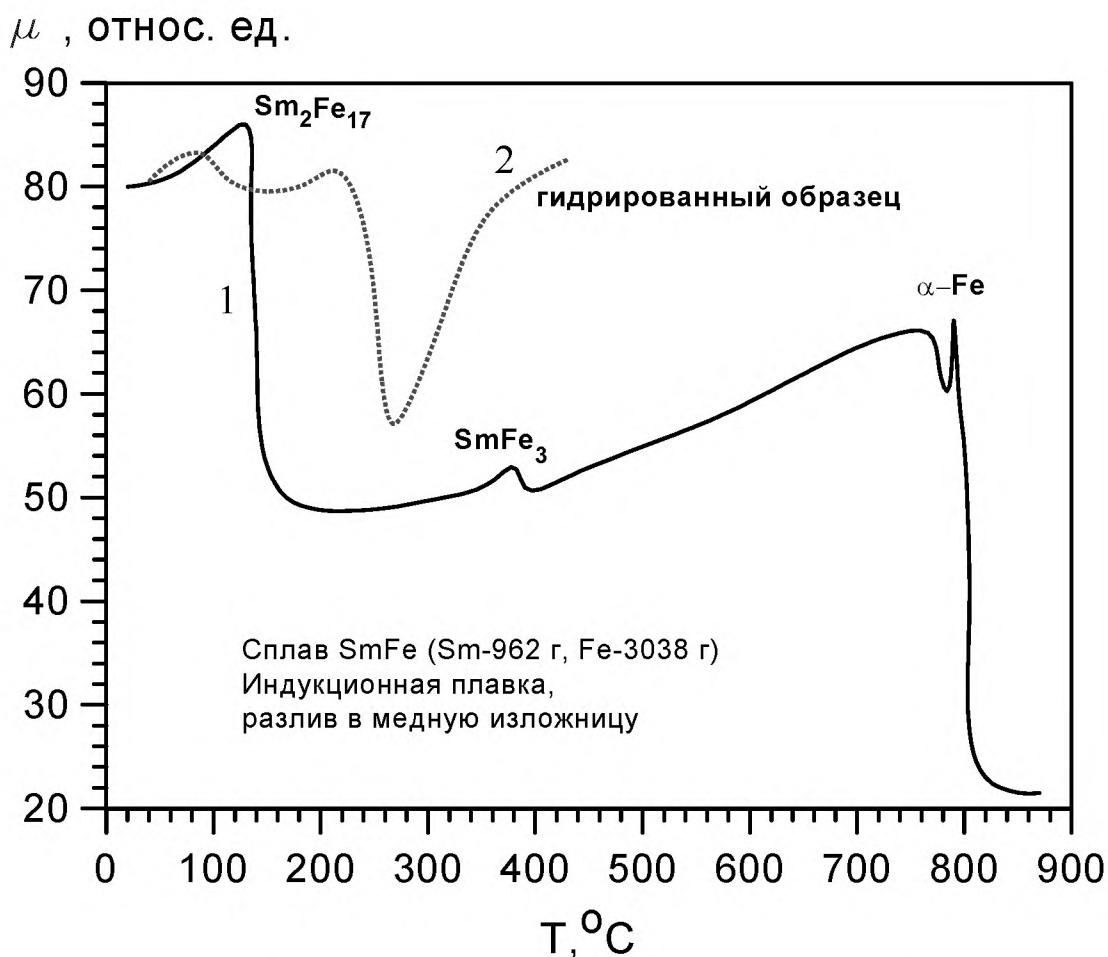


Рисунок 3.19 – Температурная зависимость начальной магнитной проницаемости для соединений самария с железом.

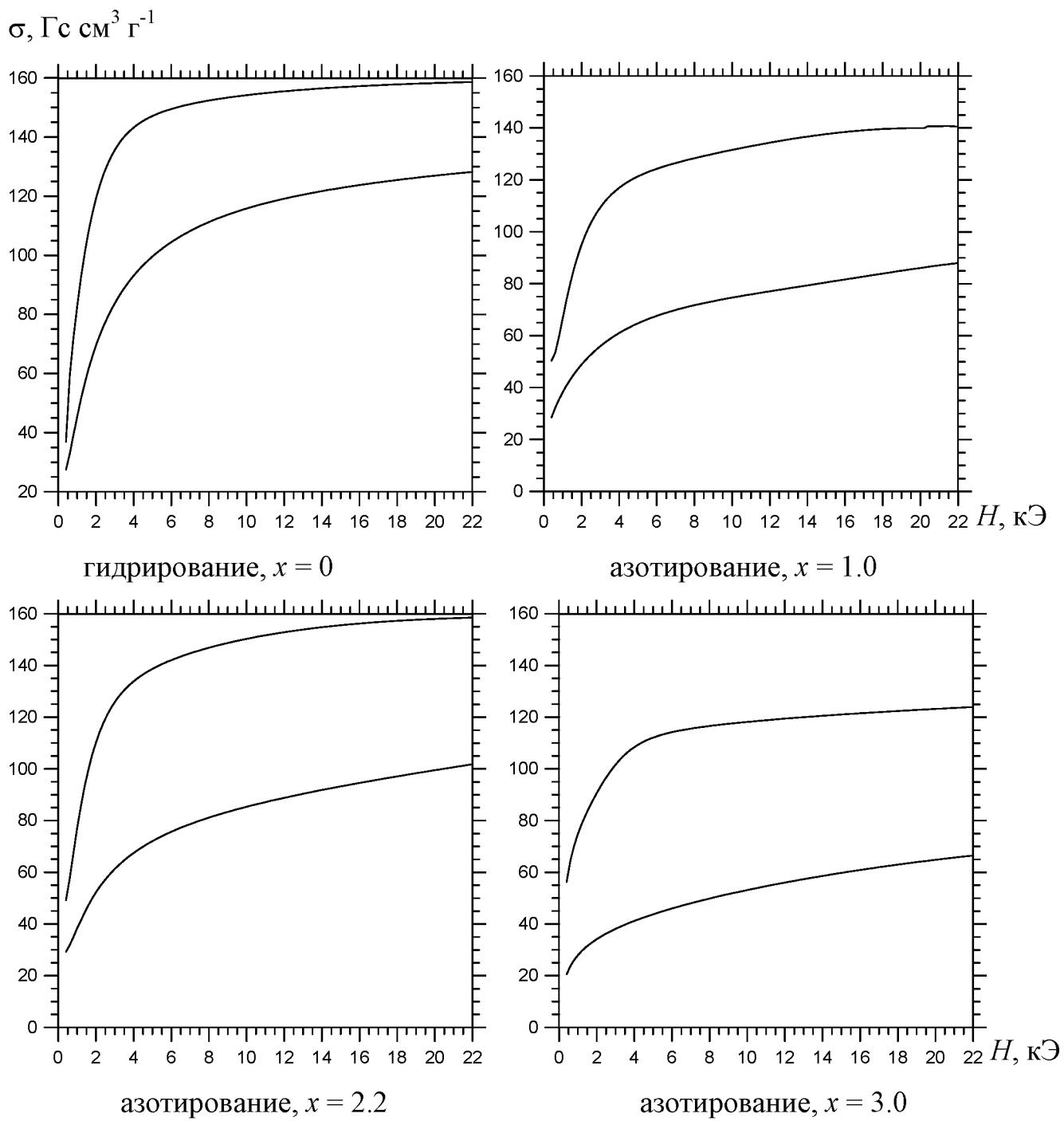


Рисунок 3.20 – Кривые намагничивания текстурированных порошковых образцов сплава $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ в лёгком и трудном направлениях после гидрирования и азотирования. x – среднее содержание азота по данным химического анализа.

Азотирование приводит к образованию фазы с температурой Кюри $470^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, что соответствует имеющимся литературным данным [Соу 1990, 1992].

На рисунке 3.20 представлены результаты измерений кривых намагничивания текстурированных порошков азотированного сплава в направлении оси текстуры (ось лёгкого намагничивания) и в перпендикулярном направлении. Представленные графики указывают на значительную одноосную анизотропию, возникающую при азотировании. Оценки поля анизотропии азотированных соединений находятся в хорошем согласии с опубликованными данными [Iriyama 1992].

На рисунке 3.21 представлено изображение нетравлённого шлифа гидрированного сплава $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ которое иллюстрирует процесс фрагментации материала на области с линейными размерами порядка $20 - 50$ мкм после обработки водородом. Вместе с тем следует отметить, что процесс фрагментации не является единственным результатом этой обработки, т.к. из данных ТМА (рисунок 3.19) видно, что образуется новое соединение $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{H}_x$ с температурой Кюри около 200°C (температура Кюри чистого $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ около 100°C).

На серии микрофотографий (рисунки 3.22 – 3.24) представлены картины доменной структуры, выявленные методом порошковых осадков и с помощью полярного эффекта Керра. На этих фотографиях однозначно прослеживается единая закономерность – образование периферийной зоны толщиной порядка 50 мкм с чётко выраженной структурой 180° -ных доменов, окружающей сердцевину с вялыми изображениями отдельных магнитных неоднородностей. Эта ситуация полностью соответствует представлению о постепенном прохождении процесса азотирования от поверхности вглубь материала. Для диагностики процесса азотирования весьма благоприятным оказывается то, что азотированный материал является одноосным, с высокой анизотропией, чему соответствует легко распознаваемая структура 180° -ных доменов, в то время, как базовое соединение $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ является ферромагнетиком с

анизотропией типа лёгкая плоскость, для которого доменная структура должна образовывать плохо выявляемые конфигурации с замкнутым магнитным потоком и малыми полями рассеяния на поверхности наблюдения.

Из этих данных следует практический вывод о необходимости увеличения длительности процесса азотирования или о проведении этого процесса на частицах, размер которых меньше глубины диффузационного слоя, т.е. меньше 50 мкм.

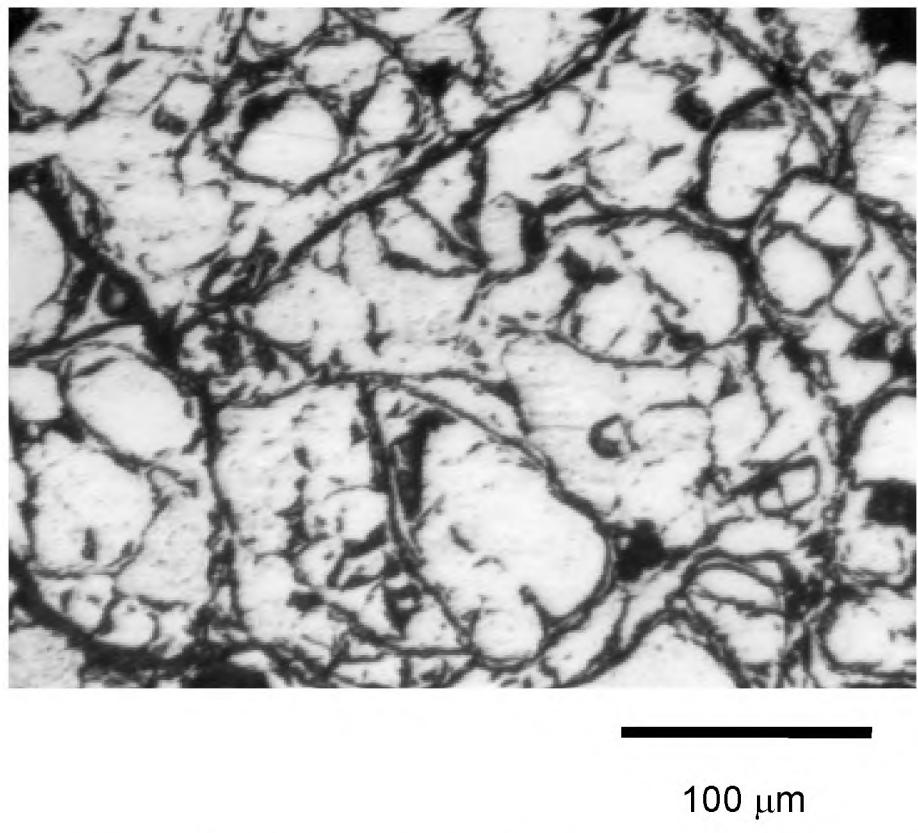
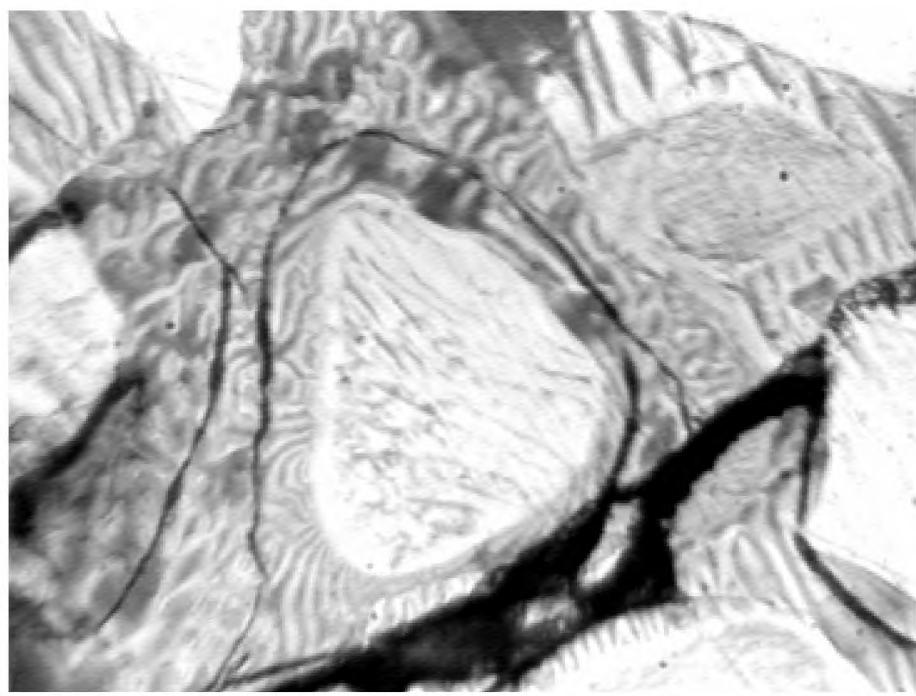
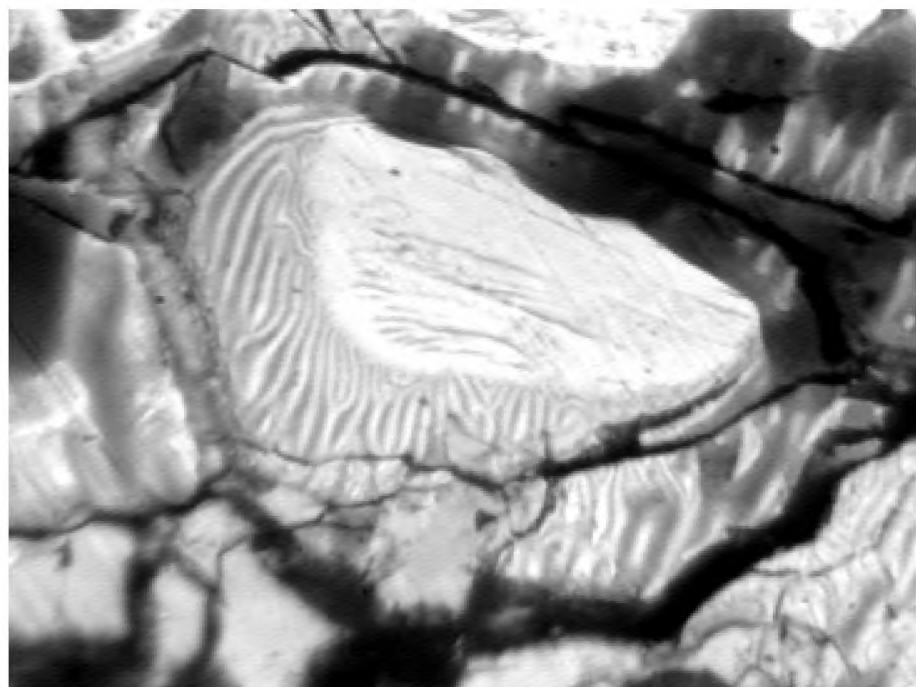


Рисунок 3.21 – Светлопольное изображение нетравлённого шлифа гидрированного сплава $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$. Представлены части фрагментированных частиц с максимальными размерами порядка 500-800 мкм.



20 μm

Рисунок 3.22 – Картины магнитных порошковых осадков на нетравлённых шлифах азотированного сплава $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_2$. Светлопольное изображение, иммерсионный объектив.

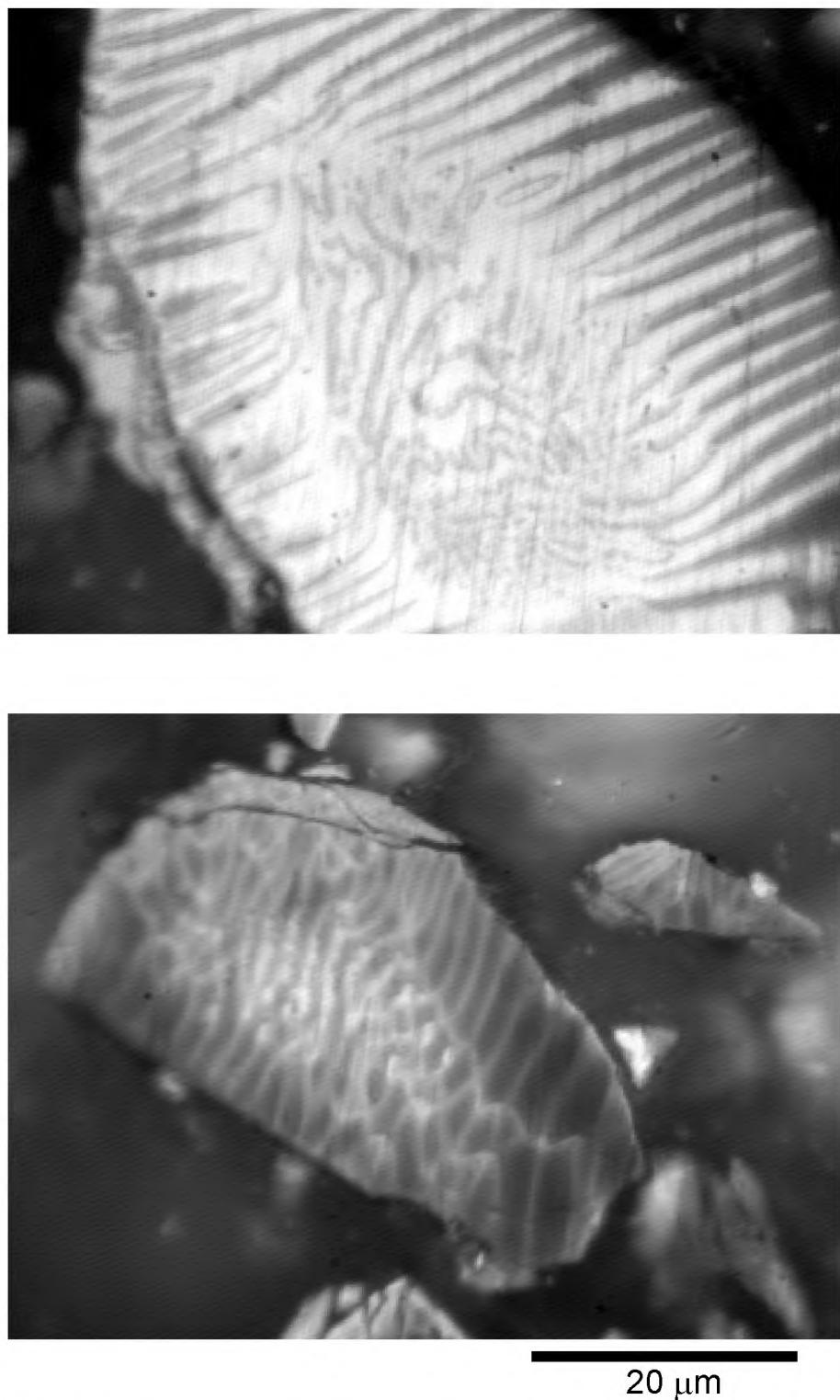


Рисунок 3.23 – Картины магнитных порошковых осадков на нетравлённых шлифах азотированного сплава $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_{2.8}$. Светлопольное изображение, иммерсионный объектив.

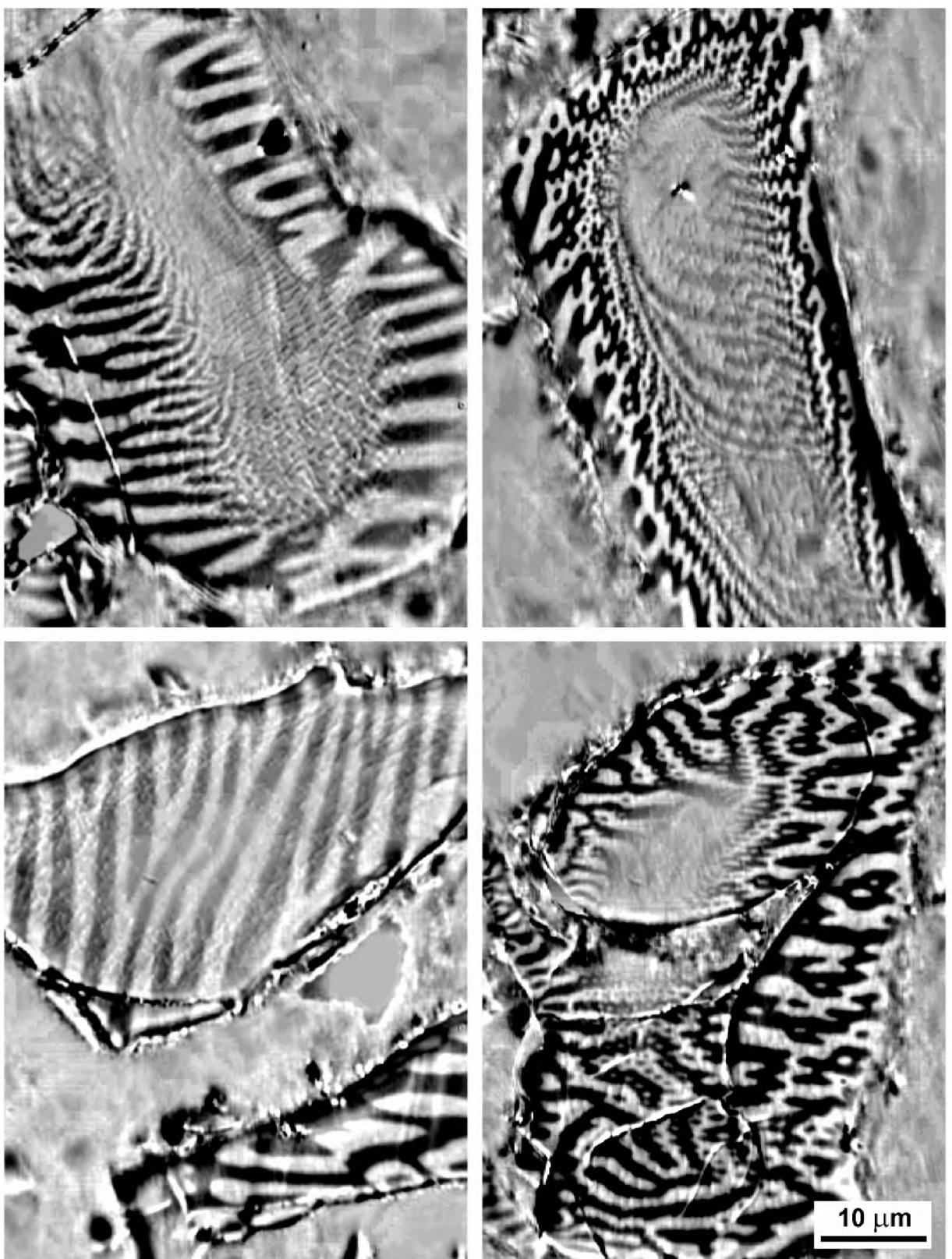


Рисунок 3.24 – Доменная структура монокристаллических частиц сплава $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ после азотирования при 500°C в течение 1 часа (полярный эффект Керра).

На рисунке 3.25 представлены изображения доменной структуры частицы частично азотированного сплава $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ со слоистой структурой. Ориентация плоскости шлифа близка к базисной плоскости, т.е. ось лёгкого намагничивания периферийного слоя ориентирована по нормали к плоскости рисунка. Для оценки поля анизотропии магнитооптическим методом [Боков 1978; Балбашов 1990; Enoch1974] в плоскости образца прикладывалось магнитное поле. Принцип этой методики состоит в наблюдении изменений контраста доменов, возникающих из-за отклонений (вращения) вектора намагченности в направлении поля. При значениях внешнего поля, равных полю анизотропии, контраст доменов исчезает, что и обеспечивает возможность измерений констант анизотропии.

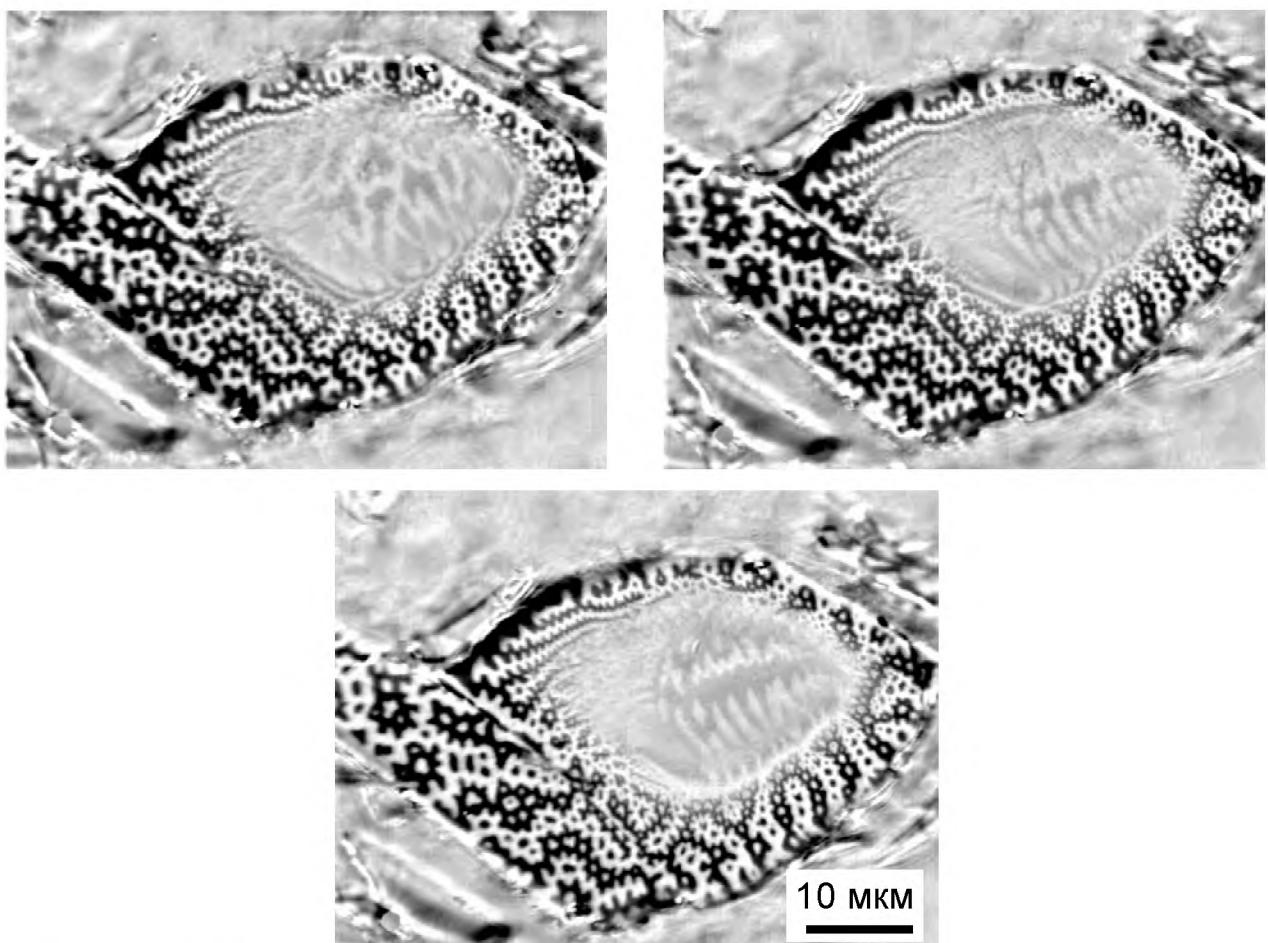


Рисунок 3.25 – Перестройка доменной структуры частицы азотированного сплава $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ вызванная вращением вектора внешнего магнитного поля $\mu_0\text{H}_e \sim 100$ мТл в плоскости шлифа (полярный эффект Керра).

Для проведения опытов использовались поля до 1,5 Т (15 кЭ), прикладываемые в плоскости плёнки. Контраст доменной структуры одноосного периферийного случая практически не изменялся. Отсюда следует, что поле анизотропии азотированной оболочки много больше указанного выше значения 1,5 Т.

В то же время уже в полях порядка 0,5 Т происходит насыщение ядра частицы, о чём свидетельствует его монодоменизация в этих полях. Значения внешнего поля порядка 0,5 Т по порядку величины совпадают с собственным размагничивающим полем частиц, имеющих в первом приближении форму шара (факторы размагничивания сферы $N_x = N_y = N_z = 0,333$), поэтому возможность лёгкого насыщения ядра свидетельствует о малости его магнитной анизотропии. В то же время существующая доменная структура сердцевины легко перестраивается при воздействии сравнительно слабых полей $H < H_s$ (рисунок 3.25). Это указывает на то, что ядро не подверглось сколько-нибудь заметному азотированию, и его состав остался близким к исходному соединению $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$, имеющему анизотропию «лёгкая плоскость».

Таким образом, магнитооптические наблюдения обеспечивают получение такой информации о составе и свойствах отдельных частиц порошка, которая недоступна для интегральных магнитометрических измерений на порошковых ансамблях. По этой причине они являются ценным дополнением к другим известным физическим и химическим методам анализа процессов азотирования.

Глава 4. МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА И СТРУКТУРА МОНО-, ПОЛИ- И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ ГЕЙСЛЕРА

Для разработки теории магнитоиндущированных явлений в сплавах Гейслера необходимы детальные экспериментальные данные о закономерностях формирования и перестройки как мартенситной, так и магнитной доменной структуры (ДС). Эти вопросы уже начали находить своё отражение в работах разных исследовательских групп [Enkovaara 2002; Albertini 2001; Heczko2002; Pan2002; Sullivan2004; Buchelnikov2011; McCord2015]. Однако имеющиеся данные в значительной степени фрагментарны и нуждаются в развитии и обобщении.

Благодаря интенсивным исследованиям сплавов семейства $Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga$, проводимым в последние годы, были выявлены рекордно высокие (до 10%) значения магнитоуправляемой деформации. Существуют также и другие перспективные, но менее изученные группы сплавов Гейслера, в частности, соединения на основе $Co-Ni-Ga$, $Co-Ni-Al$ [Oikawa2001; Wuttig2001].

Ниже описываются результаты проведённого в данной работе экспериментального исследования мартенситной и магнитной доменных структур (ДС) в моно-, поликристаллических образцах сплавов $Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga$ и $Co_{2+x}Ni_{1-x}Ga$.

4.1. Методика получения образцов

4.1.1. Поликристаллические слитки сплавов Гейслера

Сплавы $Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga$, $Co_{2+x}Ni_{1-x}Ga$, Cu_2MnAl , $Gd_5(Ge_{1-x}Si_x)_4$ с различными значениями x от 0,12 до 0,19 были получены методом дуговой плавки на медном водоохлаждаемом поддоне с нерасходуемым вольфрамовым электродом из исходных материалов чистотой 99,8% (Mn), 99,9% (Gd, Co, Ni) и 99,999 (Cu, Ga, Al, Ge, Si). После выплавки проводился гомогенизирующий отжиг при $800^{\circ}C$ в течение 100 часов с последующей

закалкой в воду. Образцы Cu₂MnAl подвергались термическим обработкам по специальным режимам, описанным в главе 4.

Благодаря особенностям дуговой плавки (направленный отвод тепла при затвердевании расплава) полученные слитки обладали текстурой. На рисунке 4.1 показана структура кристаллитов, выявленная с помощью поляризованного света на полированной нетравлённой поверхности поперечного сечения слитка. Видна радиальная вытянутость кристаллитов в направлениях к медному поддону.

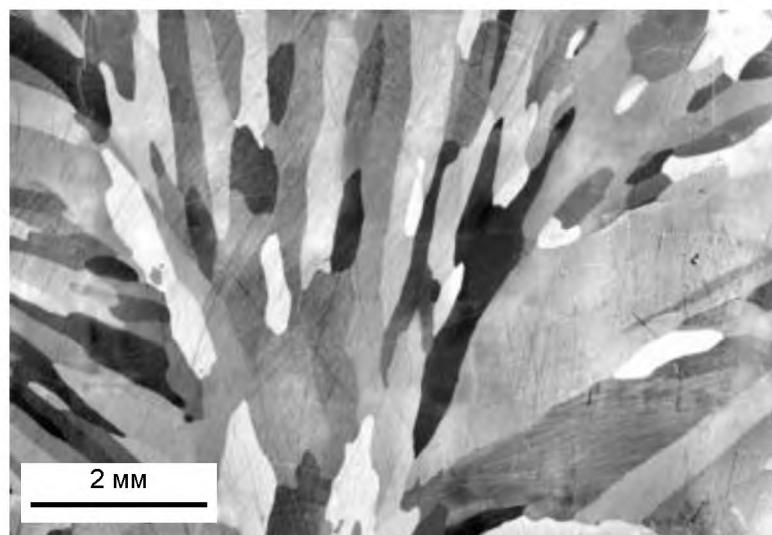


Рисунок 4.1 – Структура зёрен поликристаллического слитка Ni_{2.12}Mn_{0.88}Ga, полученного дуговой плавкой.

Образцы для исследований микро- и доменной структуры имели типичные размеры 6×10×1 мм и вырезались из исходных слитков электроискровым методом.

4.1.2. Монокристаллы сплавов Гейслера

Монокристаллы Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga и Co_{2+x}Ni_{1-x}Ga выращивались методом Бриджмена в лаборатории материаловедения и инженерии университета Айовы. Монокристаллы выращивались из слитков, полученных трёхкратной дуговой переплавкой. Исходная загрузка нагревалась и выдерживалась в вакууме порядка 10⁻⁴ мм рт. ст. при 1200 °C. Затем ростовая камера

заполнялась аргоном особой чистоты для минимизации испарения марганца в процессе роста, температура поднималась до 1350 °С и образовавшийся расплав выдерживался один час. Последующее вытягивание тигля с расплавом проводилось со скоростью 20 мм в час.

Внешний вид типичной монокристаллической були сплава $\text{Co}_{48}\text{Ni}_{22}\text{Ga}_{28}$ представлен на рисунок 4.2. Вырезанный из монокристалла образец для исследований в форме прямоугольного параллелепипеда длиной 15 мм показан на рисунок 4.3.



Рисунок 4.2 – Цилиндрический необработанный монокристалл $\text{Co}_{48}\text{Ni}_{22}\text{Ga}_{28}$ диаметром 15 мм, выращенный при скорости вытягивания 20 мм/час.



Рисунок 4.3 – Боковая поверхность монокристалла $\text{Co}_{48}\text{Ni}_{22}\text{Ga}_{28}$ в форме прямоугольного параллелепипеда. Виден мартенситный рельеф, возникший после термоциклирования. Диагональная чёрная полоса в левой части образца - микротрешина.

4.1.3. Быстроакалённые ленты

Нанокристаллические ленты сплавов $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ и $\text{Co}_{2+x}\text{Ni}_{1-x}\text{Ga}$ получали известным методом сверхбыстрой закалки в атмосфере гелия путём разлива на быстровращающийся медный барабан со скоростью охлаждения около 10^5 К/с, в результате чего были получены образцы в виде тонких и пластичных лент толщиной 30 – 40 мкм (рисунок 4.4 a). Ленты изготавливались в отделе магнитных материалов IMEM-CNR (Парма, Италия) и были предоставлены автору настоящей работы доктором F.Albertini. Регулирование размера кристаллитов проводилось с помощью кратковременных низкотемпературных отжигов при температурах 300-600°С. Нанокристаллические плёнки толщиной 0,5 – 5 мкм получали методом ВЧ магнетронного распыления на подложки из поливинилового спирта. Растворение подложки в горячей воде давало возможность получить самонесущие плёночные образцы площадью 5 - 10 см² (рисунок 4.4 b).

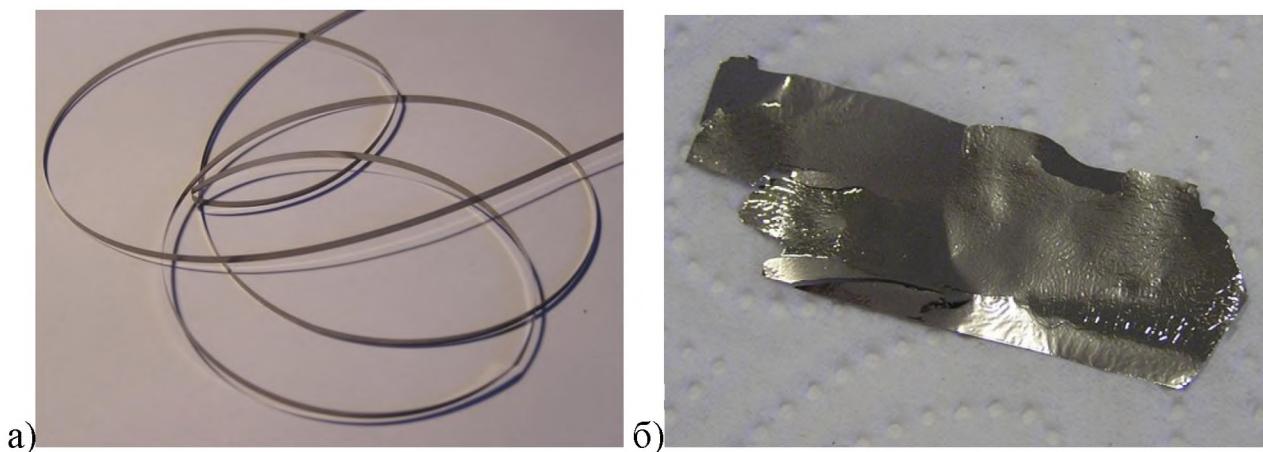


Рисунок 4.4 – Быстроакалённые ленты (a) и самонесущая тонкая плёнка сплава Ni-Mn-Ga, полученная магнетронным распылением (b).

4.2. Терромагнитный анализ

ТМА является эффективным средством определения температур мартенситных и магнитных превращений и ряда важных особенностей их протекания при изменении температуры. В работе проведены систематические измерения кривых ТМА для всей группы сплавов

$\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ с различными значениями x от 0,12 до 0,39 с шагом 0,03. По мере увеличения значений x от 0,12 до 0,19 температура Кюри понижается от исходных значений $T_c=350$ К до 340 К, в то время, как температура структурного фазового перехода повышается от $T_m=290$ К до 340 К при $x = 0,19$, т.е. происходит слияние температур обоих типов превращений. При дальнейшем увеличении x T_c возрастает, достигая максимума при $x = 0,23$, а затем уменьшается до 315 К при $x = 0,39$.

Температуры мартенситных и магнитных переходов определялись методом термомагнитного анализа (ТМА) по температурной зависимости начальной магнитной восприимчивости.

При термомагнитном анализе (ТМА) проводится измерение температурной зависимости начальной магнитной восприимчивости $\chi = M/H$. В переменном магнитном поле в общем случае из-за разности фаз между изменением намагниченности и поля восприимчивость представляют комплексной величиной $\chi = \chi' + i\chi''$. В большинстве практических случаев ТМА достаточным является ограничение действительной частью χ . На рис. 3.1 представлена типичная кривая $\chi=f(T)$ для однородного материала с единственным магнитным фазовым переходом. Ниже температуры Кюри T_c температурный ход восприимчивости можно описывать соотношением [81]

$$\chi(T) \propto M_s(T) / K(T),$$

где M_s – спонтанная намагниченность, а K – константа анизотропии.

Значения M_s и K ферромагнетиков уменьшаются при повышении температуры. При низких температурах эти изменения примерно пропорциональны друг другу и восприимчивость χ изменяется незначительно. При $T \rightarrow T_c$ M_s и $K \rightarrow 0$. Вблизи T_c значения K уменьшаются с температурой быстрее, чем M_s , что приводит к появлению максимума на кривой $\chi(T)$ (рисунок 4.5). Этот максимум носит название пика Гопкинсона [Stephenson1970]. Выше температуры T_c M_s обращается в нуль, при этом

материал характеризуется парамагнитной восприимчивостью $\chi(T) \propto 1/(T - T_c)$.

Пунктирные графики двух линейных регрессий на рисунке 4.5 иллюстрируют методику определения температуры Кюри по зависимости $\chi(T)$. Одна линия регрессии определяется для спадающей части кривой $\chi(T)$ вблизи T_c , вторая экстраполирует парамагнитную часть $\chi(T)$. T_c определяется как точка пересечения этих двух прямых.

При отработке методики исследований выбранных составов сплавов с помощью метода термомагнитного анализа (ТМА) были изучены следующие факторы:

- влияние амплитуды переменного поля возбуждения на ход кривых ТМА;
- влияние скорости изменения температуры при измерениях;
- влияние термических обработок на ход кривых ТМА;
- влияние ориентации образцов в поле возбуждения.

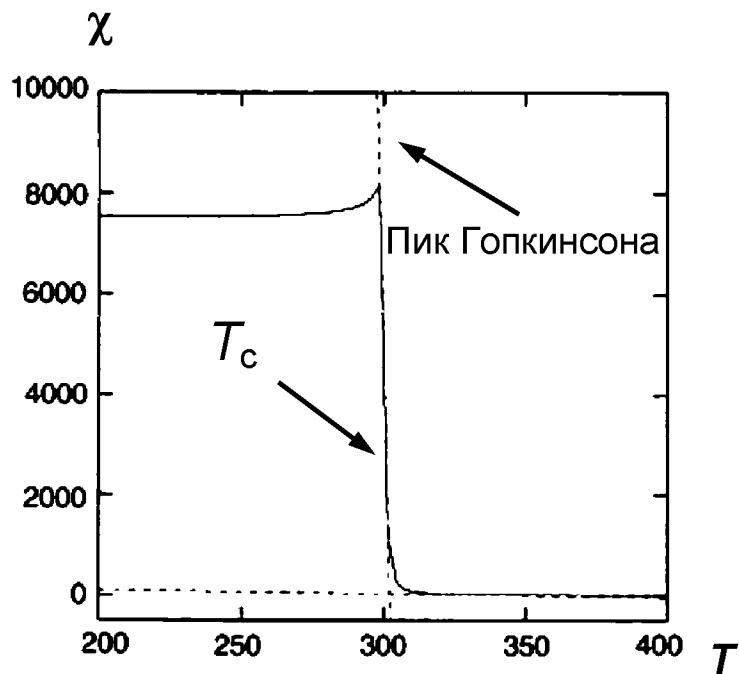


Рисунок 4.5 – Типичная температурная зависимость начальной магнитной восприимчивости однородного материала с единственным магнитным переходом и схема определения температуры Кюри.

Результаты измерений кривых ТМА для ряда значений амплитуды поля возбуждения представлены на рисунке 4.6. Как видно из представленных данных, абсолютные значения выходного сигнала с измерительных обмоток прямо пропорциональны амплитуде поля возбуждения, причём форма кривых ТМА, измерявшихся при прочих одинаковых условиях, не претерпевает заметных изменений. Это указывает на то, что применявшееся поля не выводили материал из линейной области начальной магнитной восприимчивости и эффекты магнитного гистерезиса не оказывают заметного влияния на результаты измерений.

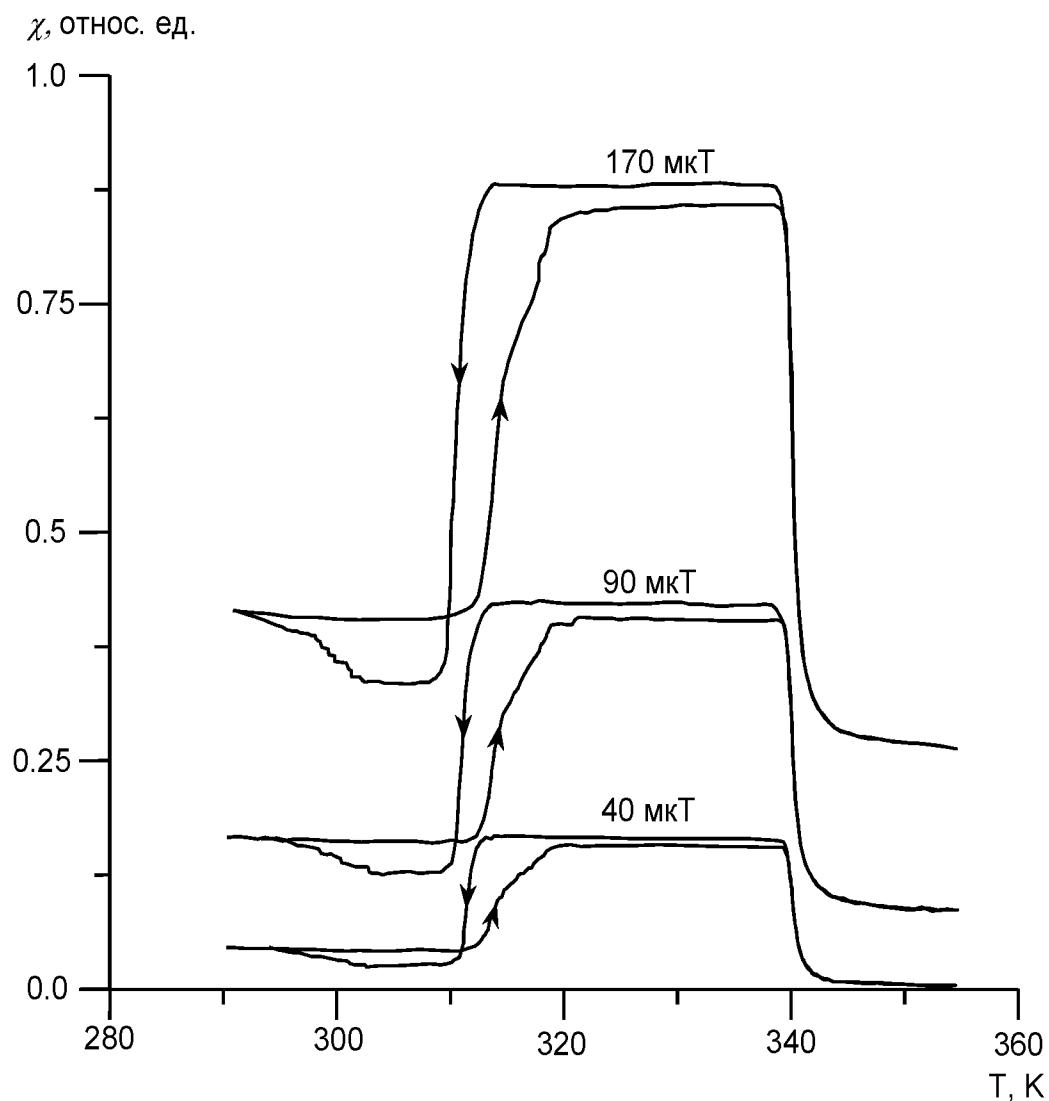


Рисунок 4.6 – Температурные зависимости начальной магнитной восприимчивости χ для поликристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$ при разной амплитуде внешнего магнитного поля.

По кривым ТМА, измеренным при разных скоростях изменения температуры (рисунок 4.7), видно, что при высоких скоростях нагрева (10 К/мин) в области магнитного фазового перехода гистерезис составляет около 5 К; при уменьшении скорости нагрева и охлаждения до 1 К/мин гистерезис в области T_c исчезает. В области мартенситного перехода гистерезис приобретает стабильный характер, не изменяющийся при дальнейшем уменьшении скорости изменения температуры.

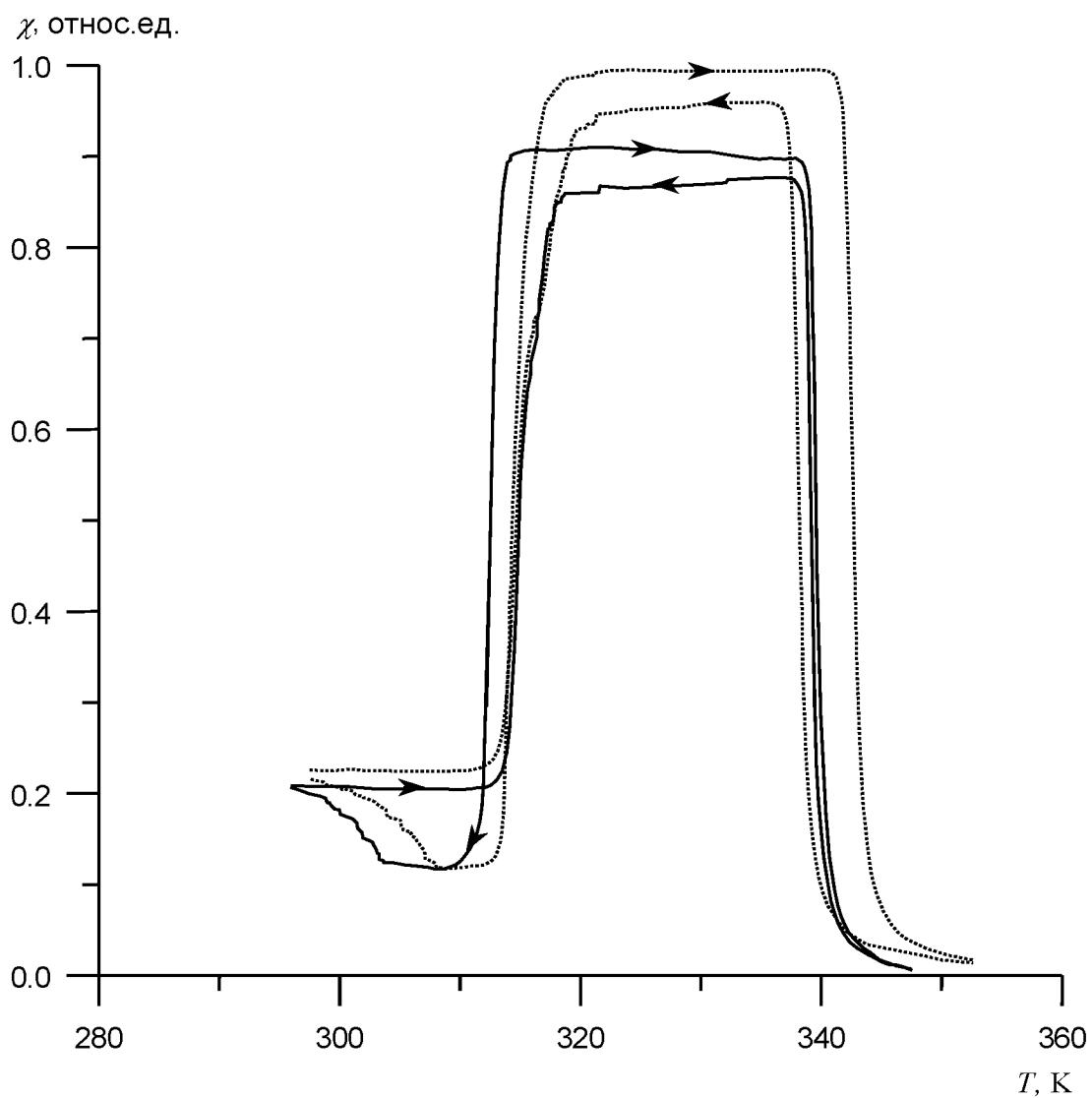


Рисунок 4.7 – Влияние скорости изменения температуры на температурную зависимость начальной магнитной восприимчивости χ для поликристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$. Скорость изменения температуры: $\sim 1 \text{ К/мин}$ (сплошная линия), $\sim 10 \text{ К/мин}$ (пунктир).

Согласно данным ТМА (кривые температурной зависимости начальной магнитной восприимчивости $\chi(T)$) для поликристаллических текстурированных образцов сплава $\text{Ni}_{2.12}\text{Mn}_{0.88}\text{Ga}$ в состоянии после выплавки и после гомогенизации при 800°C в течение 100 часов (рисунок 4.8), отжиг приводит к некоторому изменению характерных точек перегибов кривых ТМА, уменьшению гистерезиса кривых ТМА и увеличению их крутизны в области фазовых переходов – магнитного перехода порядок – беспорядок (правая безгистерезисная часть кривых ТМА) и структурного перехода аустенит–мартенсит (гистерезисные левые части).

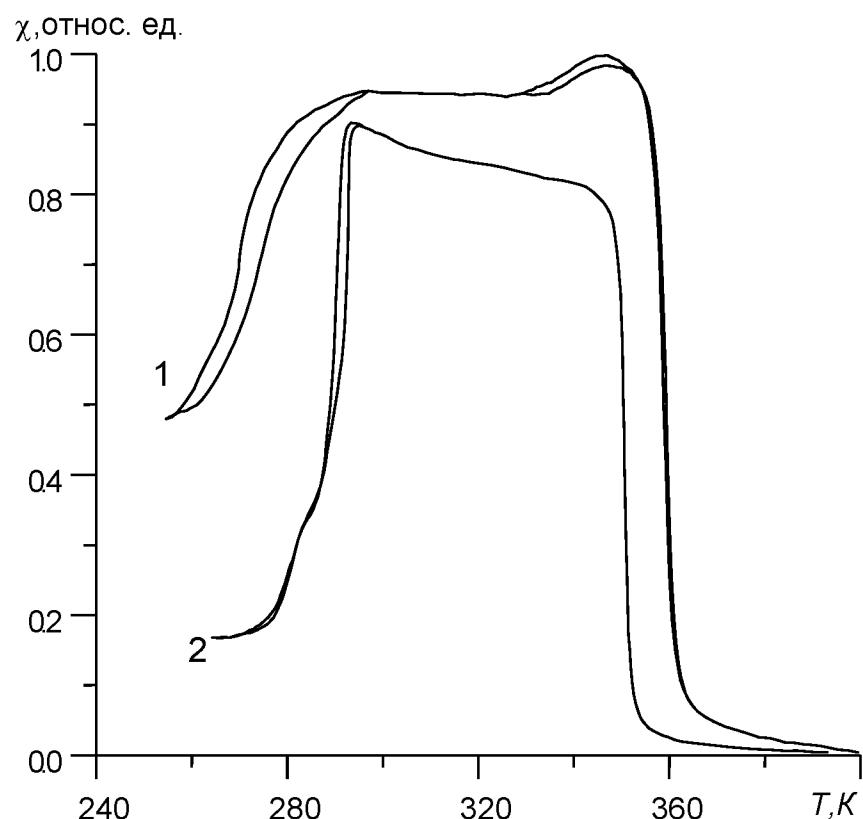


Рисунок 4.8 – Температурная зависимость начальной магнитной восприимчивости χ для поликристаллических текстурированных образцов $\text{Ni}_{2.12}\text{Mn}_{0.88}\text{Ga}$. 1 – состояние после выплавки, 2 – после гомогенизации при 800°C в течение 100 часов.

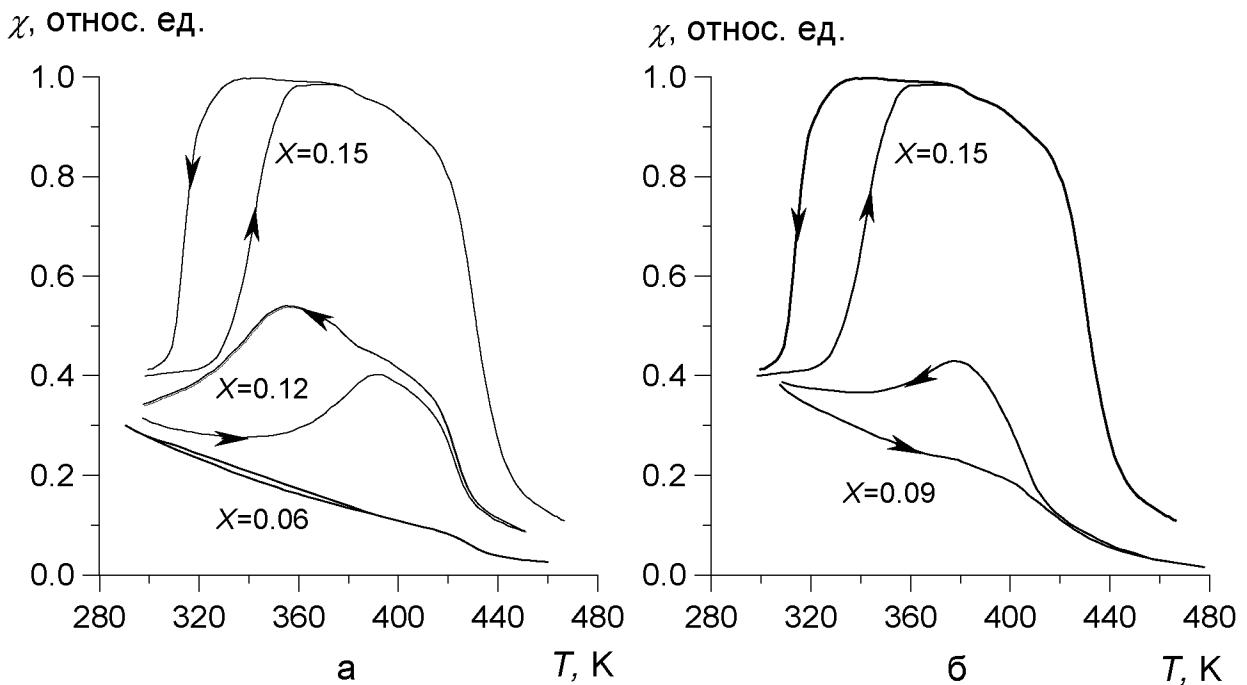


Рисунок 4.9 – Температурная зависимость начальной магнитной восприимчивости χ для образцов $\text{Co}_2\text{Ni}_{1-x}\text{Ga}_{1+x}$ со значениями $x = 0,06, 0,09, 0,12$ и $0,15$ в ходе цикла нагрев – охлаждение.

Увеличение замещение никеля галлием по сравнению со стехиометрическим составом Co_2NiGa слабо влияет на температуру окончательного превращения аустенита в мартенсит (M_f) и температуру Кюри (T_c) (рисунок 4.9). С другой стороны, это замещение приводит к уменьшению температур начала образования мартенситной фазы при охлаждении образца (M_s) и увеличению температур начала и конца образования аустенитной фазы (A_s и A_f). Процесс превращения мартенсит–аустенит–мартенсит по кривой ТМА для состава с $x = 0,06$ не обнаруживается, т.к. прямые и обратные структурные фазовые переходы происходят при температурах выше T_c . Для образца с $x = 0,09$ M_f меньше T_c , а A_s больше T_c , поэтому присутствие в образце аустенитной фазы выявляется только при охлаждении из парамагнитного состояния.

Представленные кривые ТМА являются типичными для исследованных в работе моно– и поликристаллических массивных образцов ферромагнитных

сплавов Гейслера и играют важную диагностическую роль, т.к. чётко указывают не только на наличие структурного перехода и его характерные температуры (начала и конца прямого и обратного мартенситного переходов), но также позволяют определять относительное содержание мартенситной фазы и качественно оценивать степень однородности материала.

Абсолютные значения магнитной восприимчивости низкотемпературной (мартенситной) и высокотемпературной (аустенитной) фазы сплавов $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ отличаются друг от друга в 5...10 раз. Это отличие, связано, по-видимому, с тем, что у этих фаз существенно (на 2 порядка) различаются значения констант магнитной кристаллографической анизотропии ($K_1 \sim 3 \cdot 10^6$ эрг/см³ у мартенсита и $\sim 5 \cdot 10^4$ эрг/см³ у аустенита) [Martynov1994]. Увеличение константы анизотропии должно приводить к уменьшению той части магнитной восприимчивости, которая обусловлена процессами вращения намагниченности [Stephenson1970; Chen1992], что и наблюдается в эксперименте. Этот вклад за счёт процессов вращения может быть оценён сравнительно точно [Stephenson1970; Chen1992]. К сожалению, такой расчёт в данный момент не играет большой роли, т.к. практически очень сложно оценить другую часть вклада – ту, которая обусловлена процессом смещения доменных границ. Последний сильно зависит от структуры и плотности дефектов кристаллической решётки, данные по которым в настоящее время отсутствуют.

Вместе с тем различия в значениях магнитной восприимчивости двух фаз оказываются очень полезными для количественной оценки их относительных объёмов. На рисунке 4.10 представлены кривые $\chi(T)$ для поликристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$, измеренные при циклических прямых и обратных мартенситных превращениях. В процессе этих измерений после завершения каждого цикла нагрев-охлаждение проводилось постепенное уменьшение нижнего предела температуры. В результате такой процедуры вырисовывались некие частные циклы зависимостей $\chi(T)$, внешне подобные

частным циклам магнитного гистерезиса $M(H)$. По этим кривым можно быстро и сравнительно точно оценить относительный объём мартенситной (или аустенитной) фазы.

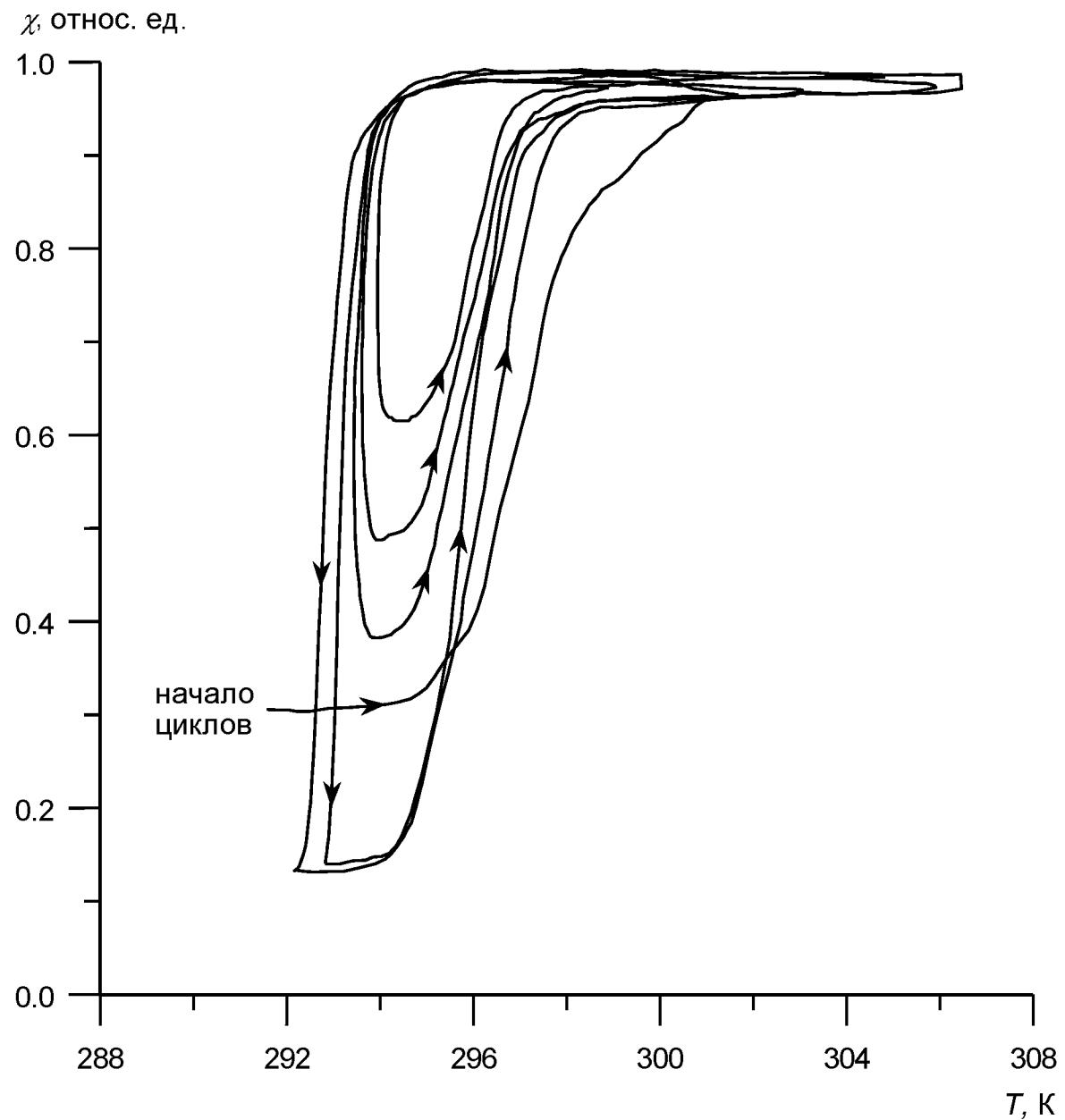


Рисунок 4.10 – Температурная зависимость начальной магнитной восприимчивости χ для поликристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$ при циклических прямых и обратных мартенситных превращениях.

Для рассматриваемого случая из очевидных соображений можно записать

$$V_{mart} = \frac{(\chi_{aust} - \chi_T)}{(\chi_{aust} - \chi_{mart})} \times V. \quad (4.1)$$

Измерения этого типа полезны для многих видов других исследований (например, механических испытаний, наблюдений микроструктуры) для оперативного контроля относительного объёма фазовых составляющих.

4.3. Тепловой эффект Баркгаузена

В работе методом электрополировки и быстрого чередования циклов нагрев-охлаждение, приводящих к фрагментированию материала, были изготовлены микромонокристаллы Ni-Mn-Ga массой 5-10 мг. При проведении ТМА выявились характерные особенности в магнитном поведении этих кристаллов, не наблюдаемые на более массивных образцах. Пример измерений представлен для микрокристалла $Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga$ на рисунке 4.11.

Как видно из представленных данных, в мартенситной области наблюдаются скачкообразные изменения магнитной восприимчивости при непрерывном изменении внешнего воздействия – температуры. В монографии [Рудяк 1986] В.М. Рудяк определяет тепловой эффект Баркгаузена в сегнетоэлектриках как возникновение скачкообразных процессов переполяризации при изменении температуры сегнетоэлектрика в отсутствие электрического поля или при его неизменности. Очевидно, что данное определение можно распространить и на рассматриваемый случай сегнетоэластика – ферромагнетика, т.к. данные, представленные на рисунке 4.11, получены в отсутствие внешних механических напряжений и магнитного поля. Параллельные прямые наблюдения мартенситной и магнитной доменной структуры показали, что скачки восприимчивости связаны со скачкообразной перестройкой мартенситных доменов, приводящей к дискретному изменению объёма мартенситной фазы.

Перестройка и изменение объёма мартенситной фазы сопровождаются изменением распределения механических напряжений в образце. Эти изменения в мартенситной фазе неизбежно сопровождаются изменениями магнитного состояния образца (направления или распределения вектора намагниченности), т.к. мартенситные домены обладают внутренней структурой ферромагнитных доменов. С этой точки зрения наблюдаемый эффект можно трактовать как смешанный механический и магнитный тепловой эффект Баркгаузена.

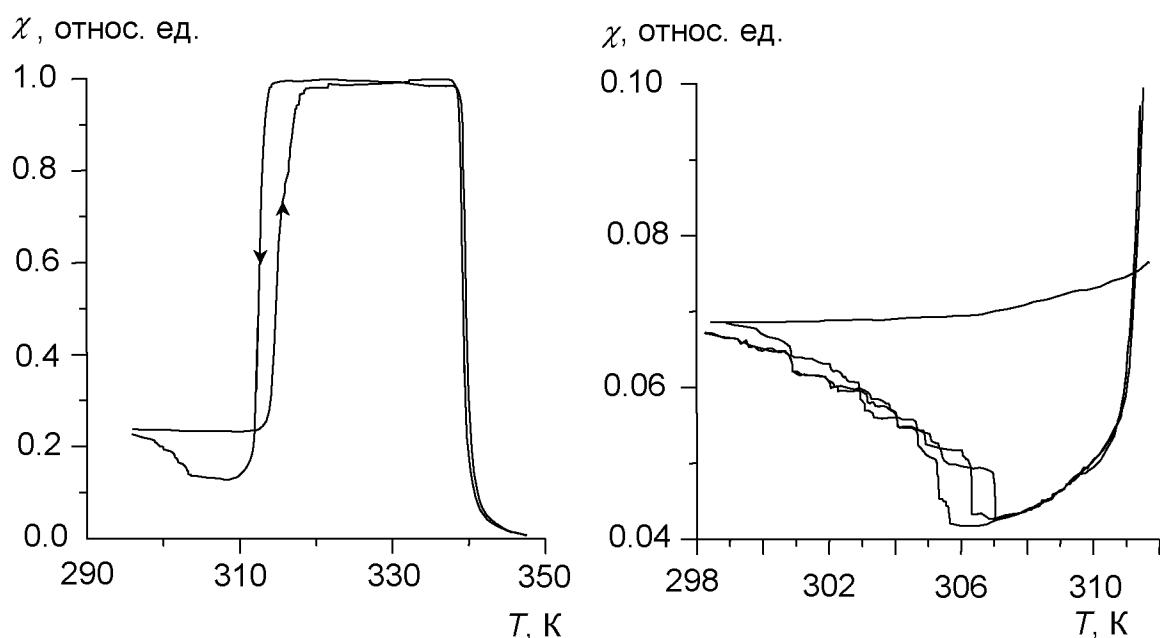


Рисунок 4.11 – Температурная зависимость начальной магнитной проницаемости микрокристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$. Слева – полный цикл нагрева - охлаждения образца из парамагнитного состояния при $T > T_c = 340$ К в ферромагнитное аустенитное состояние (горизонтальное плато) с последующим переходом в ферромагнитное мартенситное состояние, соответствующим на графике резкому уменьшению величины χ при $T = 312$ К. Справа – более детальный график для низкотемпературной части, демонстрирующий скачки Баркгаузеновского типа для трёх последовательных измерений.

Приведённые в правой части рисунка 4.11 более детальные измерения эффекта для нескольких повторных циклов показывают, что эффект устойчив и сохраняет свои основные параметры, хотя мелкие детали процесса различаются. Такие проявления характерны для эффектов Баркгаузена, подверженных статистическому разбросу параметров.

Описанные в [Рудяк 1986] проявления теплового эффекта Баркгаузена в сегнетоэлектриках наиболее интенсивно протекают в районе точки Кюри. В приведённом случае ферромагнитного сплава Гейслера эффект максимален при завершении прямого мартенситного фазового перехода, причём при обратном превращении эффект во много раз слабее. Такое поведение обусловлено, по-видимому, влиянием дефектов кристаллической решётки как на процесс смещения фазовой границы мартенсит – аустенит, так и перестройку доменов в мартенситном состоянии образца.

4.4. Мартенситная структура и рельеф поверхности

Как показали опыты, металлографические шлифы изучаемых сплавов обладают весьма специфическими особенностями. Плоские полированные поверхности, подготовленные на образцах, находящихся в аустенитном состоянии (при температурах выше температуры мартенситно - аустенитного превращения) становятся рельефными после перехода в низкотемпературную фазу. Благодаря этому создаётся оптический контраст между соседними мартенситными доменами, что позволяет изучать их структуру при обычных светлопольных наблюдениях (рисунок 4.12). При повторных переходах в аустенитную фазу рельеф исчезает, и поверхность снова становится гладкой. Если же плоская поверхность подготовлена в мартенситном состоянии, то в аустенитной фазе возникает деформационный рельеф, не исчезающий при повторных прямых переходах в мартенситную фазу.

Появление деформационного рельефа полезно для анализа структуры изучаемых сплавов и позволяет выявлять многие формирования и

перестройки мартенситных доменов. На рисунке 4.13 представлена картина ветвления и измельчения мартенситных доменов, образовавшаяся в результате взаимодействия границ мартенситных доменов с выделениями (включениями) второй фазы, а на рисунке 4.14 необычный эффект образования «лестничной» структуры мартенситного домена, рост которого был заторможен границей кристаллита.

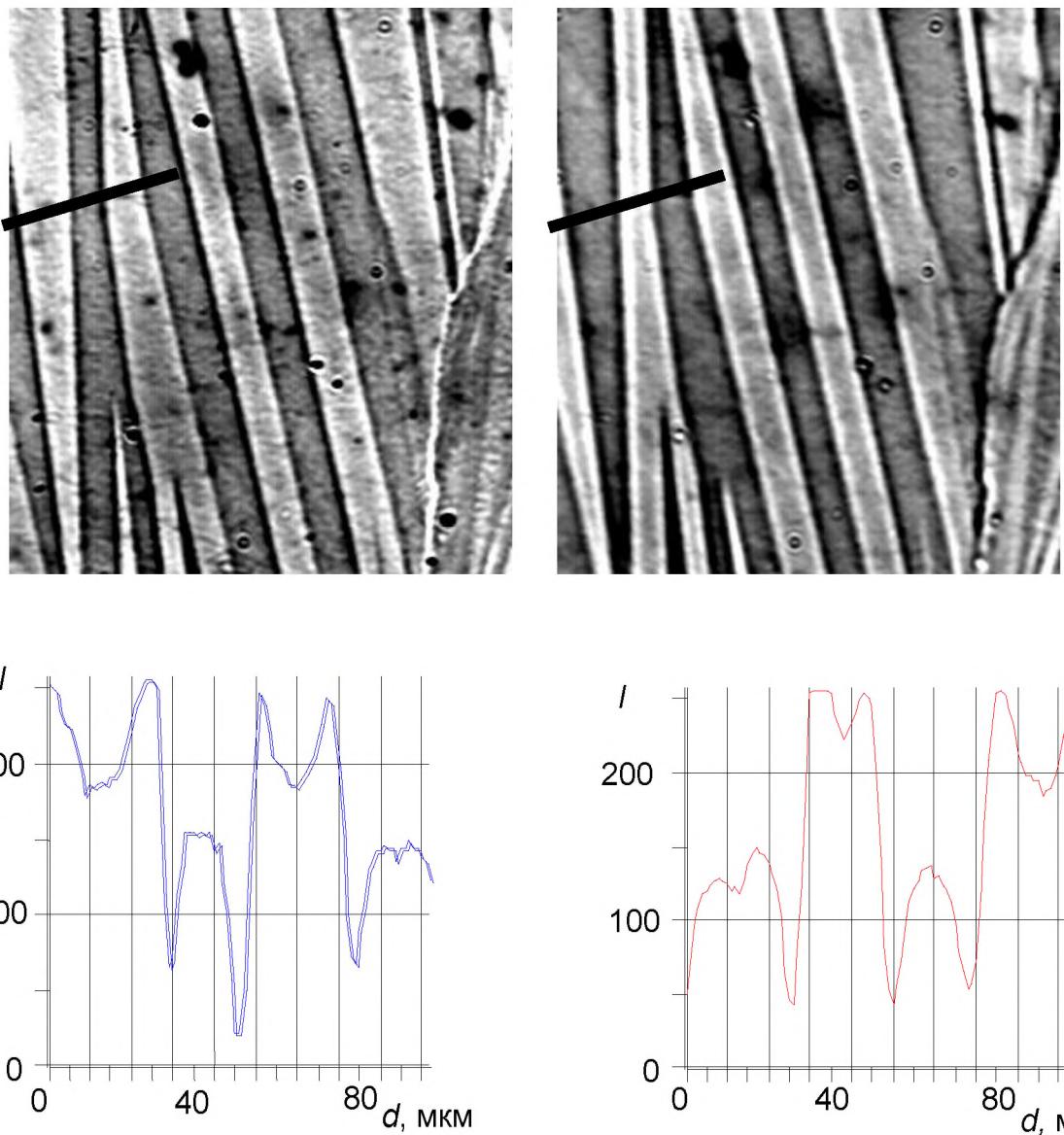


Рисунок 4.12 – Инверсия оптического контраста при фокусировании на мартенситных доменах двух разных ориентаций. Высота деформационного рельефа ~ 12 мкм. Светлопольное изображение, $\times 120$.

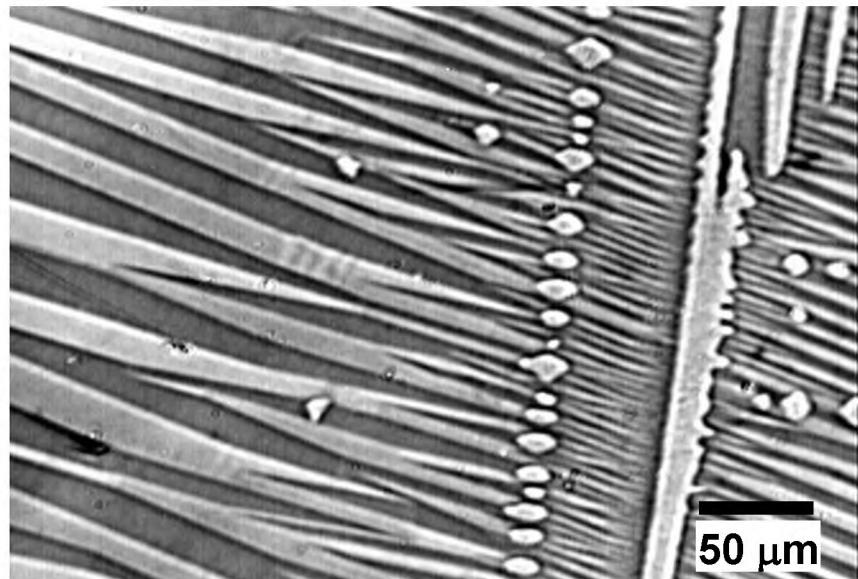


Рисунок 4.13 – Ветвление и измельчение мартенситных доменов на включениях второй фазы в образце Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga.

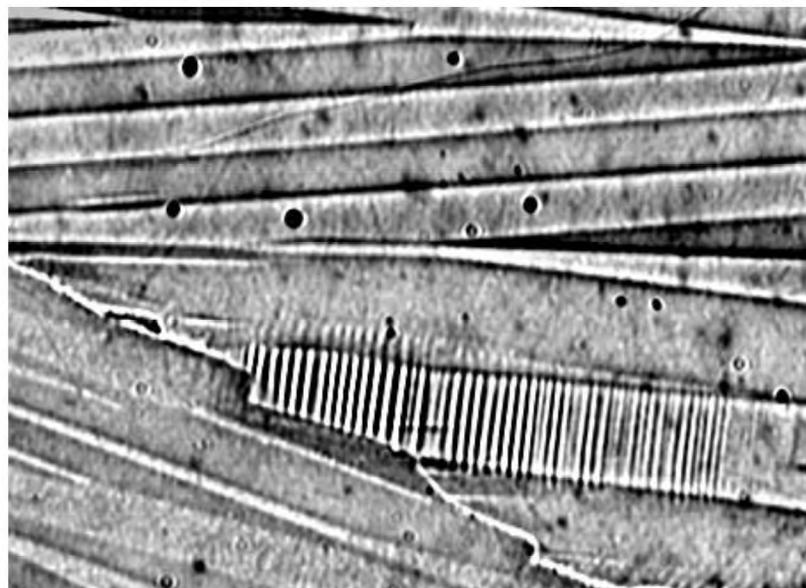


Рисунок 4.14 – «Лестничная» структура мартенситного домена, рост которого был заторможен границей кристаллита в образце Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga.

Как уже упоминалось, поверхность образца, отполированного в аустенитном состоянии, становится рельефной после его перехода в низкотемпературную мартенситную фазу. Этот эффект иллюстрируется на рисунке 4.15 для образца Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga.

Изменение структуры поверхности поликристалла Ni_{2.19}Mn_{0.81}Ga при последовательных циклах нагрева – охлаждения показаны на рисунке 4.16.

Оптический контраст соседних мартенситных доменов обусловлен разориентацией их оптических индикатрис. В аустенитной фазе возникает более контрастный деформационный рельеф, обусловленный перестройкой кристаллической структуры. Он не исчезает при переходе в мартенситную фазу, модулируя образующийся при охлаждении отличный от начального мартенситный рельеф, и восстанавливается при последующих нагревах. Из-за одинаковой ориентации в области наблюдения изотермической границы и различных ориентаций кристаллических осей в зёдрах межфазная граница, согласно теории ВЛР (WLR) [Wechsler1953], может быть плоской (А) или состоять из комбинации плоскостей (клиновидная форма - В) [Фесенко1990].

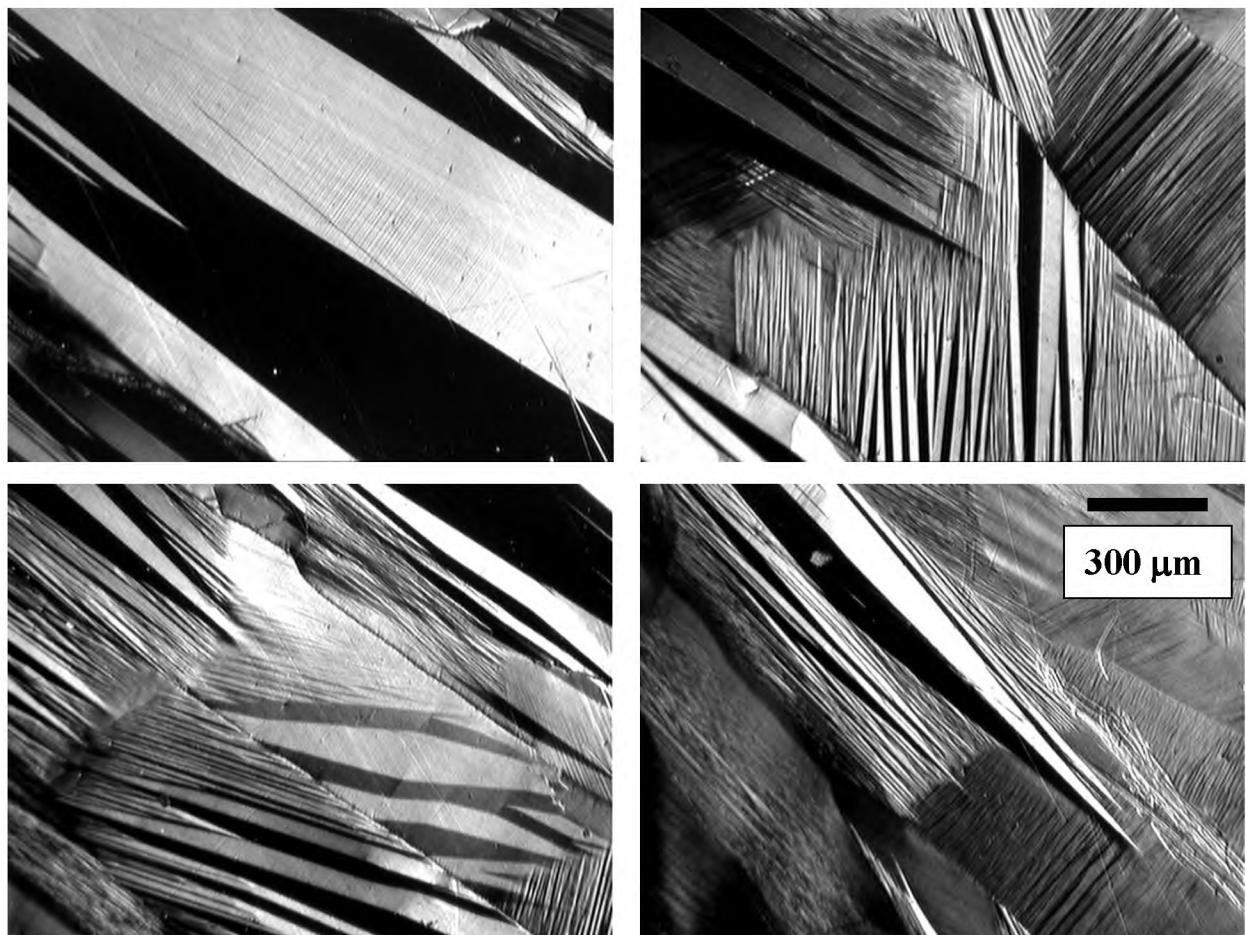


Рисунок 4.15 – Структура мартенситных доменов образца $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$, выявленная за счёт деформационного рельефа, возникшего после охлаждения образца, отполированного в аустенитном состоянии.

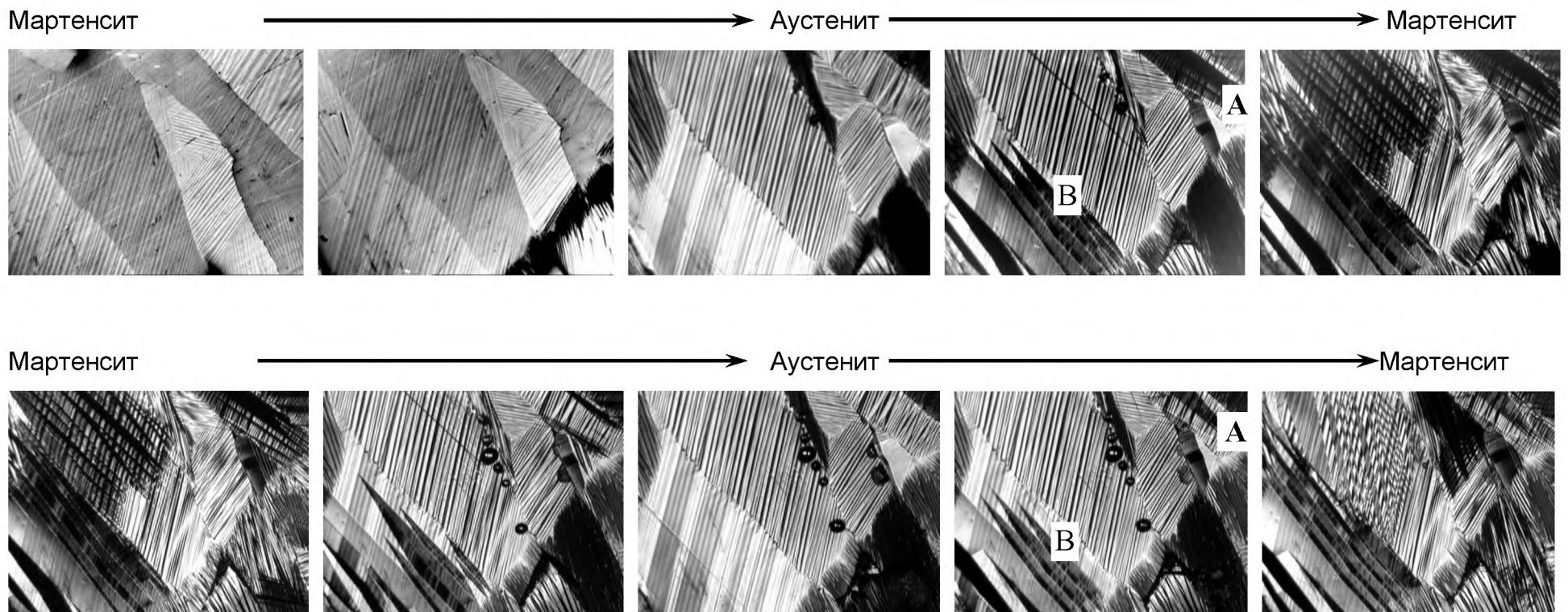


Рисунок 4.16 – Изменение структуры поверхности поликристалла $\text{Ni}_{2.19}\text{Mn}_{0.81}\text{Ga}$ при двух последовательных циклах нагрева – охлаждения. Поверхность образца отполирована в мартенситном состоянии.

4.5. Наблюдение локальных деформаций

Оптические наблюдения позволяют также получать количественные оценки деформации образца при структурных фазовых переходах.

На рисунке 4.17 представлены изображения прямоугольной сетки рисок, нанесённых с помощью алмазного резца на поверхность образца в исходном мартенситном состоянии и после его перехода в высокотемпературную аустенитную фазу. При переходе в высокотемпературную фазу исчезает контраст в изображении структурных элементов (наблюдаются однородный серый фон), т.к. аустенит имеет кубическую структуру и поэтому оптически изотропен. Деформация образца оценивается по изменениям геометрии сетки, на которой возникают характерные точки излома в местах её пересечения с границами мартенситных доменов.

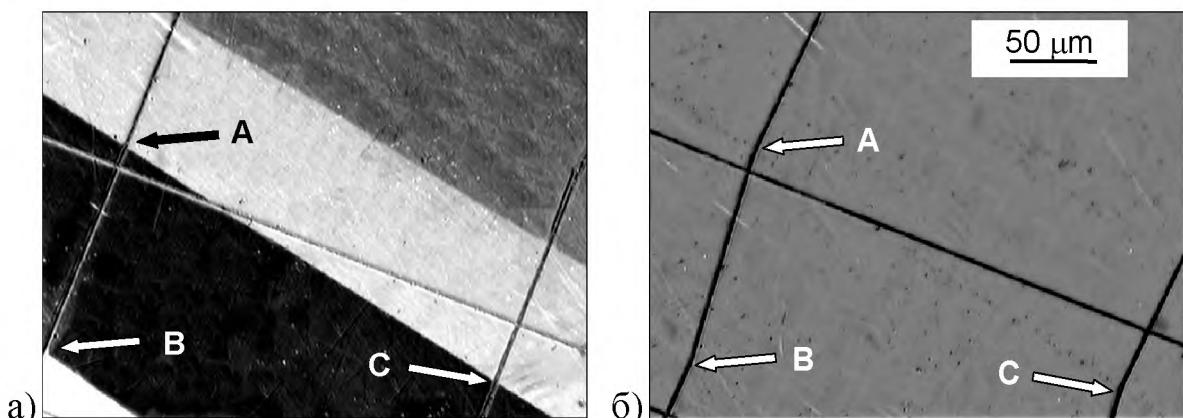


Рисунок 4.17 – Микроструктура сплава $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$ при комнатной температуре (мартенсит) (а) и при $T = 370$ К (аустенит) (б). Стрелки указывают на точки пересечения границ мартенситных двойников с прямоугольной сеткой царапин на поверхности шлифа (а) и на точки её излома в аустенитном состоянии (б).

Ранее при описании исследования сплавов $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$ методом ТМА уже отмечалось обнаружение скачкообразных изменений мартенситной

доменной структуры при непрерывном изменении температуры без других внешних воздействий. На рисунке 4.18 представлены результаты прямых наблюдений перестройки мартенситной доменной структуры, проводившихся параллельно с ТМА. Прямые наблюдения подтвердили полученную ранее информацию по ТМА и позволили получить весьма детальную информацию о проходящих скачкообразных процессах перестройки мартенситной доменной структуры, осуществив привязку процесса «на местности».

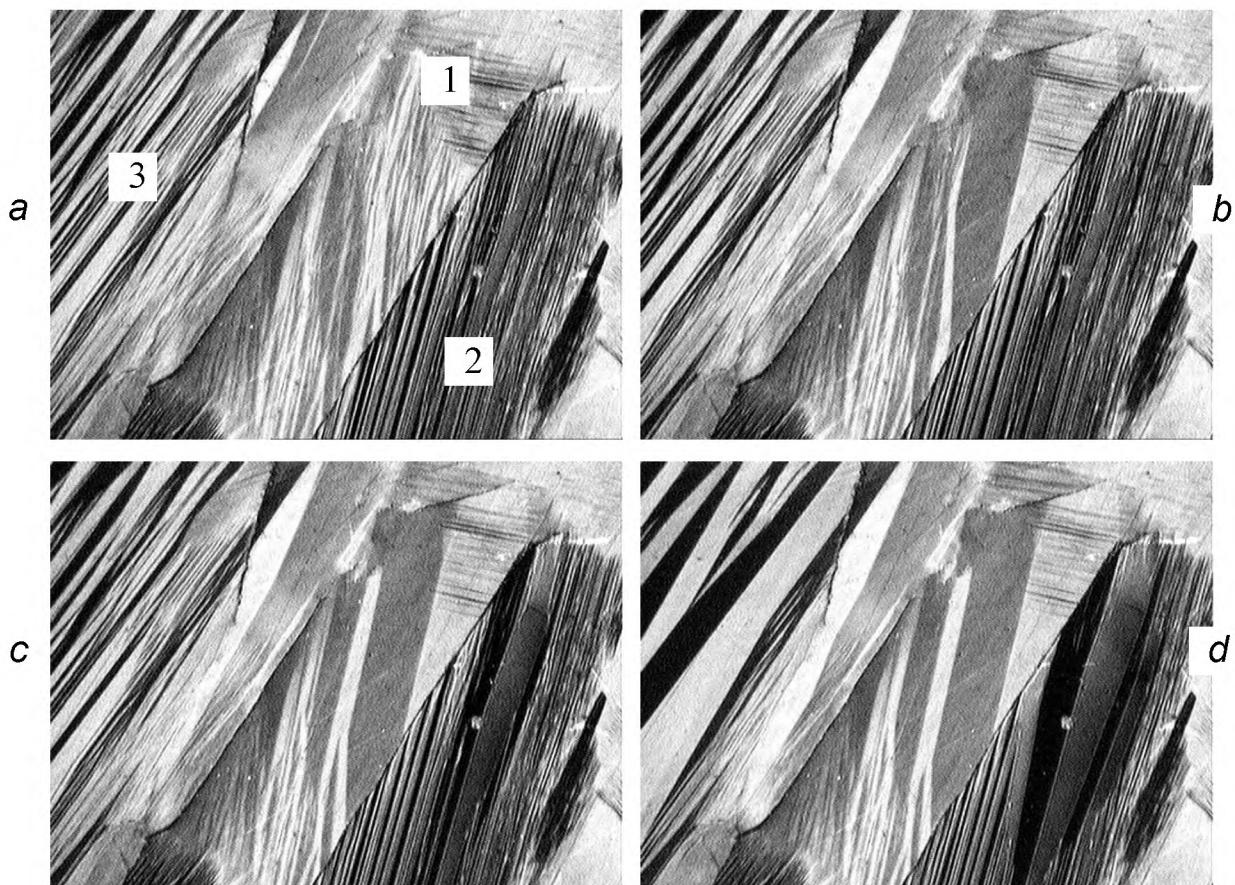


Рисунок 4.18 – Тепловой эффект Баркгаузена (скачкообразная перестройка мартенситной доменной структуры) при понижении температуры текстурированного поликристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$. *a* – исходная структура, *b, c, d* – после перестройки структуры в кристаллитах 1, 2 и 3 соответственно.

4.6. Абсорбция и десорбция жидкости при прямом и обратном мартенситном превращениях

В процессе работы с образцами был обнаружен необычный эффект абсорбции и десорбции жидкости при мартенситных превращениях. Выяснилось, что после низкотемпературной обработки (полировки) на суспензиях алмазных паст в вазелиновом масле при нагреве образцов и их переходе в аустенитное состояние на поверхности образца на границах кристаллитов появляются капли. Самое удивительное состоит в том, что при охлаждении и переходе обратно в мартенситную фазу эти капли абсорбируются обратно.

Процесс абсорбции иллюстрируется серией изображений (рисунок 4.19). На этих изображениях в исходном состоянии можно различить пять крупных капель, самая крупная из которых имеет диаметр около 20 мкм. По мере охлаждения капли абсорбируются поверхностью образца. Этот процесс иллюстрируется на рисунке 4.19 изображениями с последовательно уменьшающимся числом капель до четырёх, трёх, двух и одной.

На рисунке 4.20 показан процесс десорбции для этого же участка образца. Картина имеет хорошую повторяемость и наблюдается на образцах разных составов, в частности, на сплаве $\text{Ni}_{2.19}\text{Mn}_{0.81}\text{Ga}$ (рисунки 4.21 и 4.22).

Представляется, что обнаруженнное явление может найти некоторые применения в нанотехнологии. Детальное изучение его механизма и особенностей работы этого необычного насоса не входило в задачи данной работы. По-видимому, эффект связан с формированием некоторых микроскопических зазоров между кристаллитами, ширина которых меняется в результате структурных переходов.

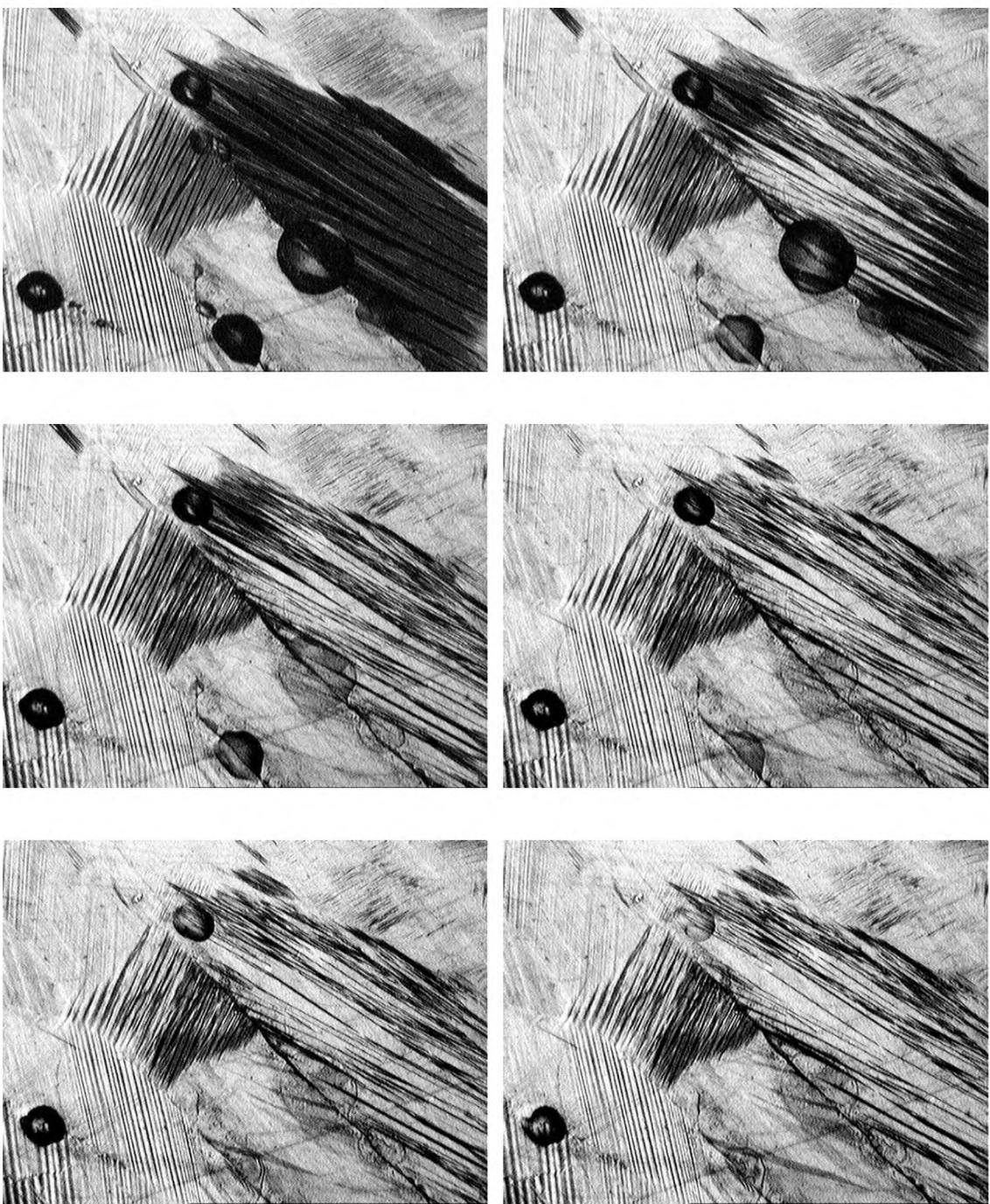


Рисунок 4.19 – Абсорбция капель вазелинового масла на границах зёрен поликристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$ во время прямого мартенситного превращения.
Образец отполирован в мартенситном состоянии.

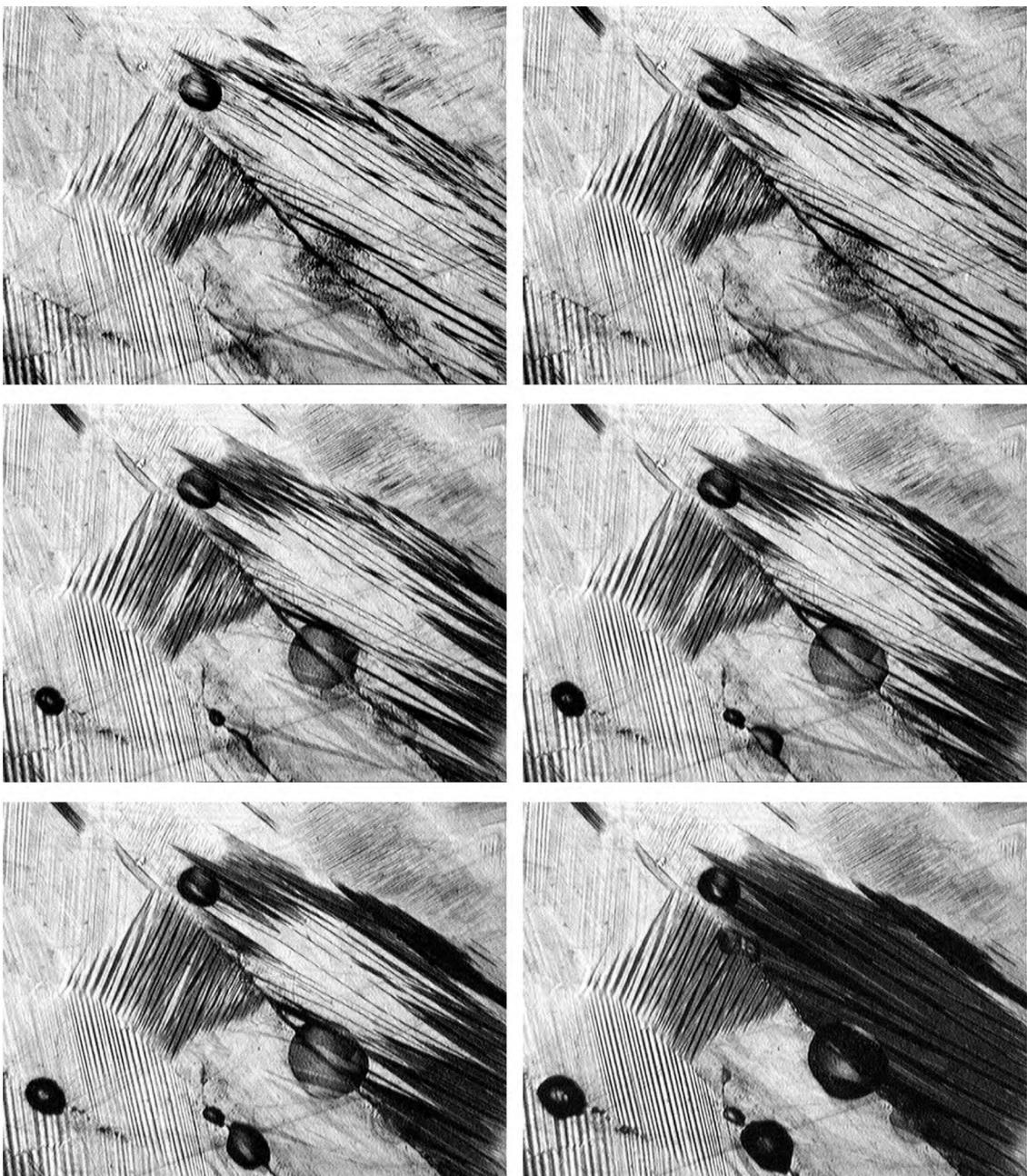


Рисунок 4.20 – Десорбция капель вазелинового масла на границах зёрен поликристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$ во время обратного мартенситного превращения.

При переходе в аустенитное состояние зазоры уменьшаются или исчезают полностью, что приводит к десорбции жидкости. При прямом мартенситном превращении зазоры возникают вновь или же расширяются уже существовавшие, при этом капиллярный эффект приводит к абсорбции жидкости. Напомним, что возникающие при мартенситном превращении

деформации кристаллической решётки могут быть достаточно большими, т.к. изменение параметров кристаллической решётки при переходе высокотемпературной кубической фазы в низкотемпературную с тетрагональной структурой достигает 6%.

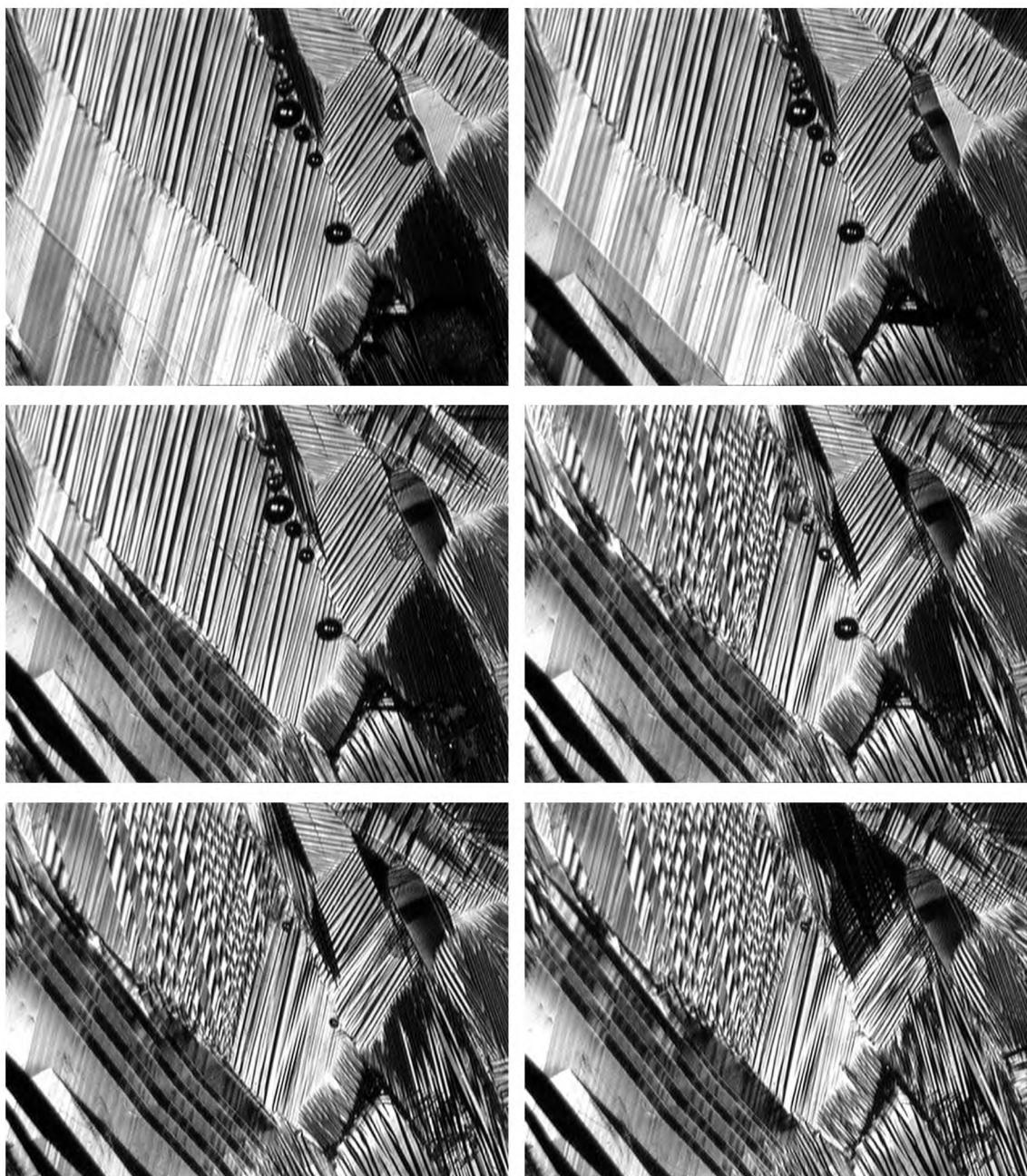


Рисунок 4.21 – Абсорбция капель вазелинового масла на границах зёрен поликристалла $\text{Ni}_{2.19}\text{Mn}_{0.81}\text{Ga}$ во время прямого мартенситного превращения.



Рисунок 4.22 – Десорбция вазелинового масла на границах зёрен поликристалла $\text{Ni}_{2.19}\text{Mn}_{0.81}\text{Ga}$ во время обратного мартенситного превращения.

4.7. Поляризационно-оптические наблюдения

Приведённые выше многочисленные примеры показывают, что рельеф поверхности, возникающий при мартенситном превращении из-за больших изменений параметров кристаллической решётки и изменении её симметрии, обеспечивает возможность получения разнообразной информации о протекающих процессах. В то же время рельеф затрудняет наблюдения магнитной доменной структуры. С этой точки зрения при проведении комплексных исследований становятся предпочтительными более универсальные методы поляризационной микроскопии, которые также пригодны и для выявления магнитной доменной структуры с помощью эффектов Керра.

На рисунке 4.23 представлены поляризационно-оптические изображения мартенситной структуры на плоской полированной поверхности поликристалла $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$. Выявление этой структуры в данном случае становится возможным благодаря оптической анизотропии мартенсита и обусловленной ею разориентации оптических индикатрис в разных мартенситных доменах.

На рисунке 4.24 представлены микрофотометрические измерения угловой зависимости локальной интенсивности поляризованного света I , прошедшего через анализатор после отражения от двух показанных на вставке соседних мартенситных доменов сплава $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$.

Как видно из представленных данных, оптический контраст в изображении мартенситных доменов зависит от угловой ориентации образца на предметном столике микроскопа. При определённых угловых положениях образца контраст может быть нулевым. Это свойство эффекта двупреломления позволяет отличать его от других оптических эффектов, в частности, от магнитооптического полярного эффекта Керра, определяемого инвариантной к повороту образца нормальной компонентой вектора намагниченности на его

поверхности. Приведённые измерения позволяют определить угол разориентации оптических индикатрис между соседними мартенситными доменами (90° для данного случая), т.е. определять их тип.

Оптическая анизотропия мартенсита создаёт дополнительные возможности анализа структуры низкотемпературной фазы. В частности, по числу уровней контраста мартенситных доменов, представленных на рисунке 4.25, наблюдаемую структуру можно отнести по терминологии А.Л. Ройтбурда [Ройтбурд 1974] к полисинтетическим двойникам 2-го порядка.

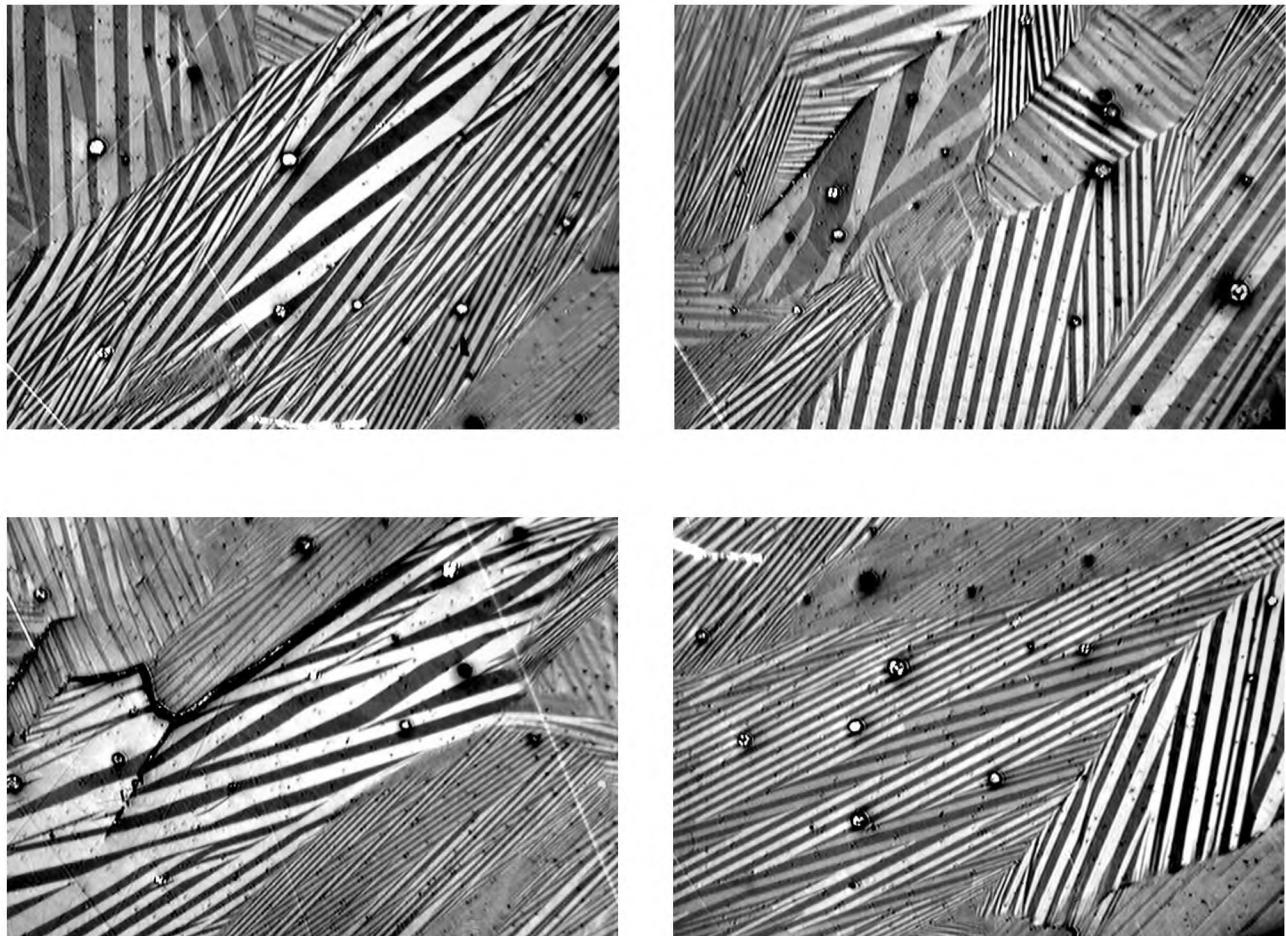


Рисунок 4.23 – Поляризационно-оптические изображения мартенситной доменной структуры в текстурированном поликристалле $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$.

I, усл. ед.

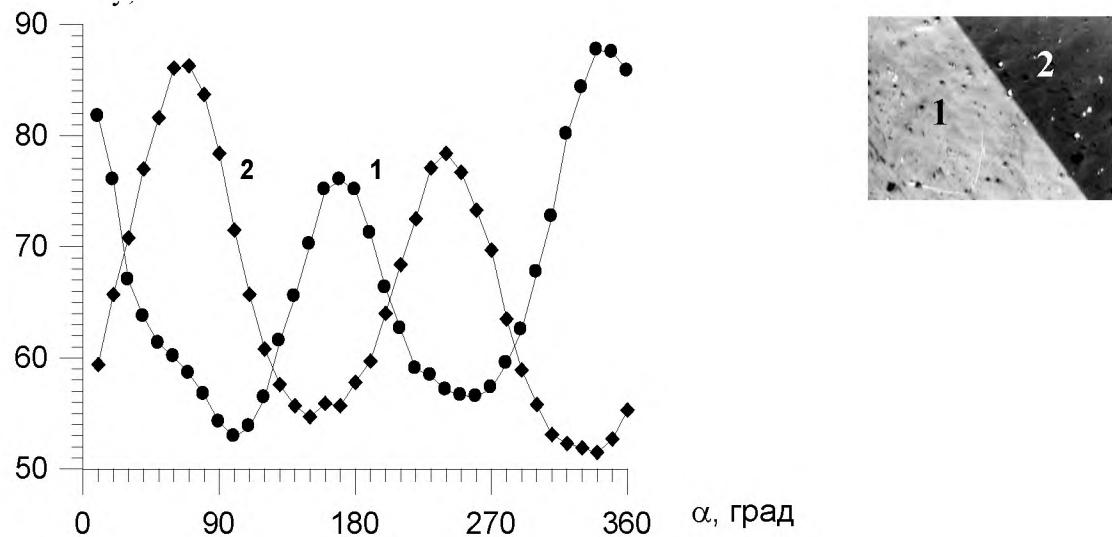


Рисунок 4.24 – Угловая зависимость интенсивности поляризованного света I , отражённого от двух мартенситных доменов 1 и 2 сплава $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$. α - угол вращения образца в плоскости наблюдения. Точки пересечения кривых 1 и 2 соответствуют нулевому оптическому контрасту между доменами. Угол разориентации оптических осей $\pi/2$.

На этой же поверхности одновременно удалось выявить магнитную доменную структуру за счёт полярного эффекта Керра. Следует подчеркнуть, что последняя ввиду малой контрастности при обычных наблюдениях невидима, и её выявление становится возможным только с применением развитых нами цифровых методов обработки изображений. Литературные данные других авторов о возможности выявления доменной структуры $\text{Ni}-\text{Mn}-\text{Ga}$ с помощью эффекта Керра отсутствуют.

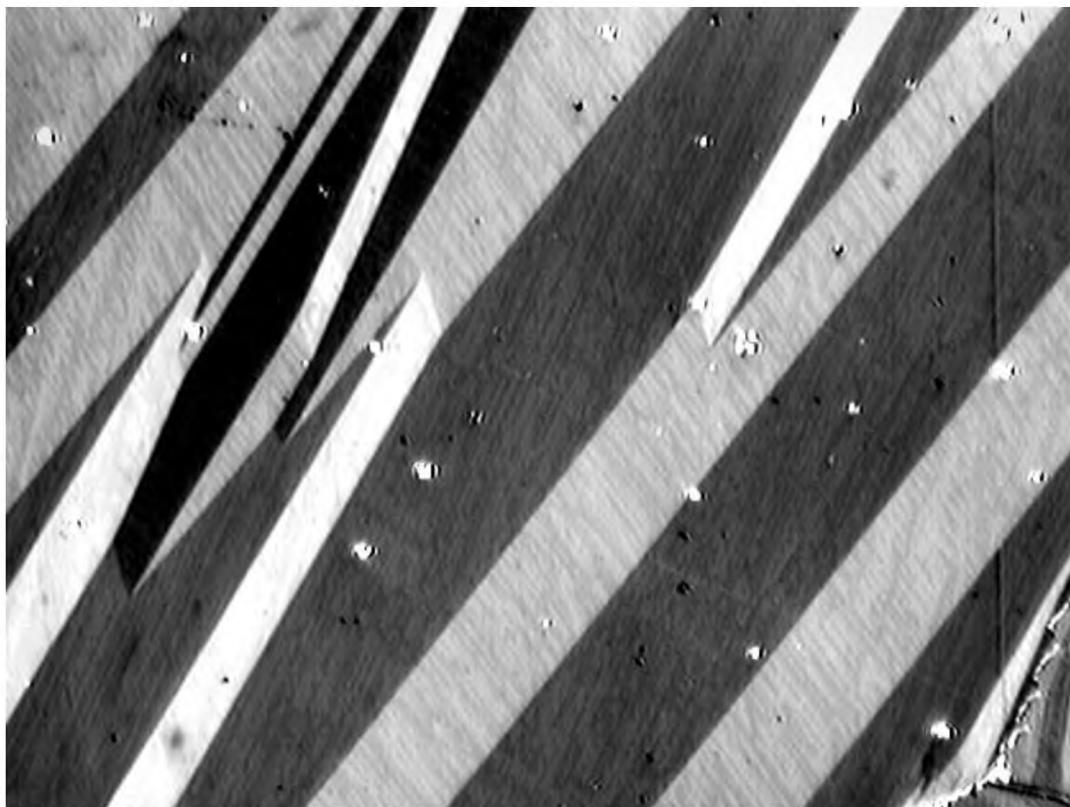


Рисунок 4.25 – Мартенситные и магнитные домены в Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga, выявленные на механически полированной поверхности при наблюдениях в поляризованном свете, ×120.

4.8. Мартенситная доменная структураmono- и поликристаллов

На рисунке 4.26(а) представлен рельеф мартенситной структуры на различных кристаллографических поверхностях ориентированного монокристалла Co₄₈Ni₂₂Ga₃₀, а на рисунке 4.26(б) - обусловленные рельефом интерференционные полосы, наблюдаемые при наложении плоскопараллельной индикаторной пластиинки на поверхность образца.

В поликристаллических образцах более сложное распределение внутренних напряжений приводит к образованию пересечений двойниковых систем разной ориентации (рисунок 4.27)

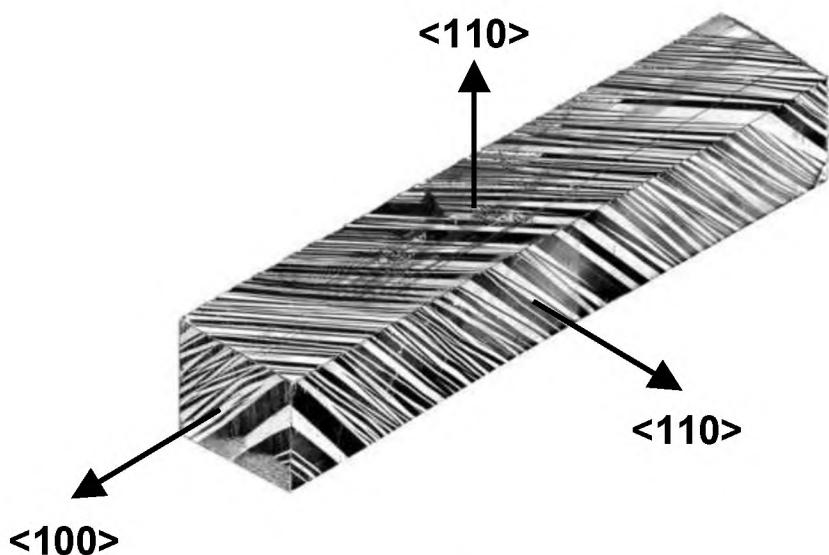


Рисунок 4.26(а) – Мартенситный рельеф ориентированного монокристалла $\text{Co}_{48}\text{Ni}_{22}\text{Ga}_{30}$ с размерами $3\times 3\times 6$ мм.

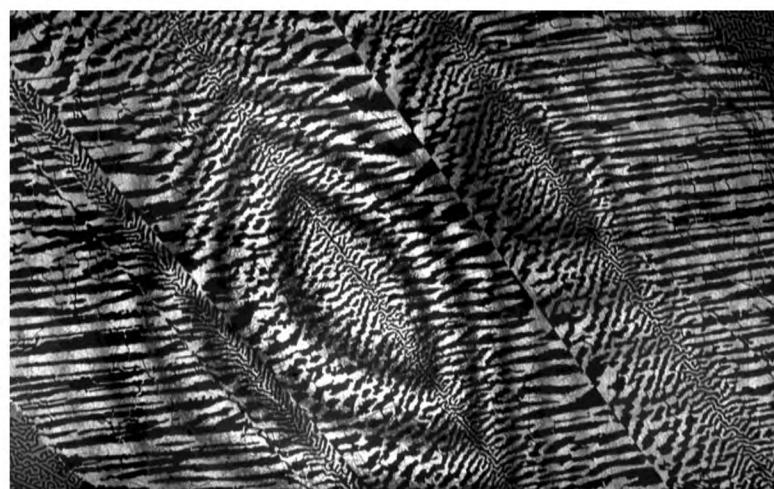


Рисунок 4.26 б – Интерференционные полосы, обусловленные мартенситным рельефом и наблюдаемые при наложении плоскокарральной индикаторной пластиинки на поверхность образца (б).

Мартенситный рельеф образуется после прямого мартенситного перехода на поверхности образца, отшлифованного и отполированного при повышенной температуре в аустенитном состоянии. При подготовке шлифа на образце в мартенситном состоянии рельеф отсутствует при условии, что температура

образца не изменялась. В этом случае мартенситная структура выявляется за счёт оптической анизотропии при наблюдениях в поляризованном свете. Типичные мартенситные структуры, наблюдаемые на поликристаллах $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$ (рисунок 4.28). Типы прослоек, пересечений, торможения, и фрагментации для поликристаллического образца и рисунок 4.29).

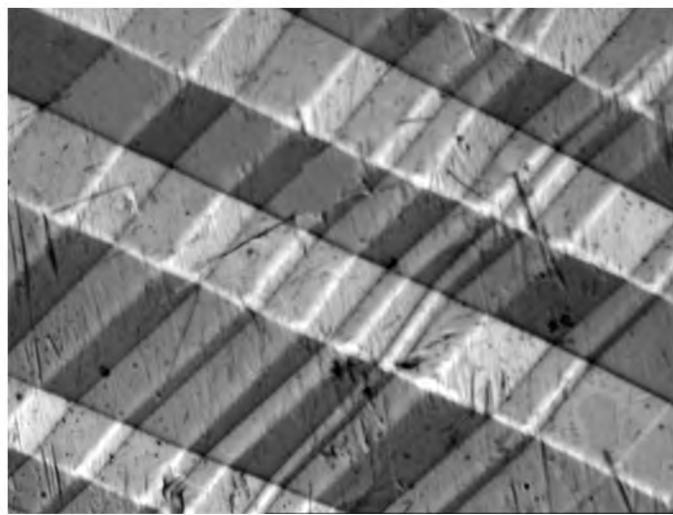


Рисунок 4.27 – Пересечение двух полидвойниковых систем разной ориентации в поликристаллическом образце $\text{Co}_2\text{Ni}_{0.85}\text{Ga}_{1.15}$.

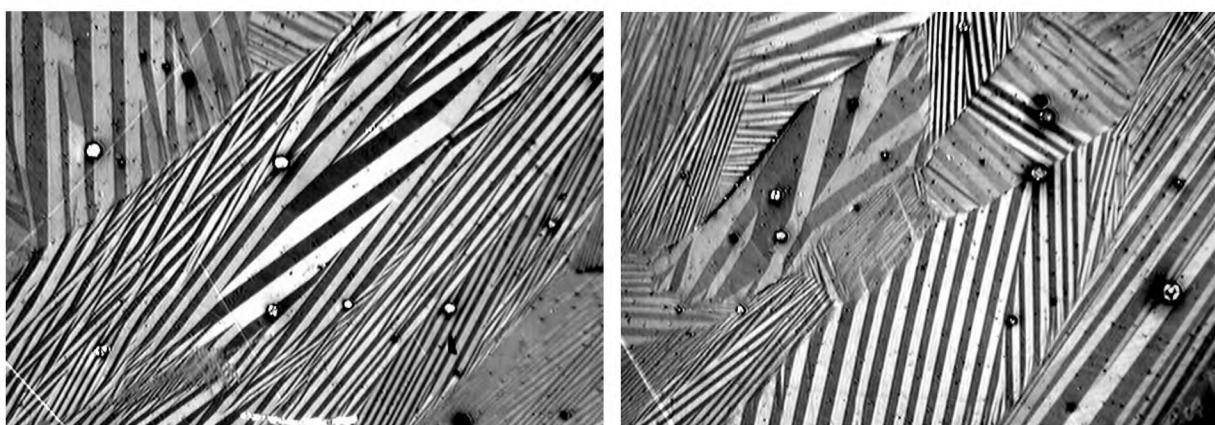


Рисунок 4.28 – Мартенситная структура поликристаллического образца $\text{Ni}_{2.16}\text{Mn}_{0.84}\text{Ga}$, выявленная на механически полированной поверхности при наблюдениях в поляризованном свете, $\times 120$.

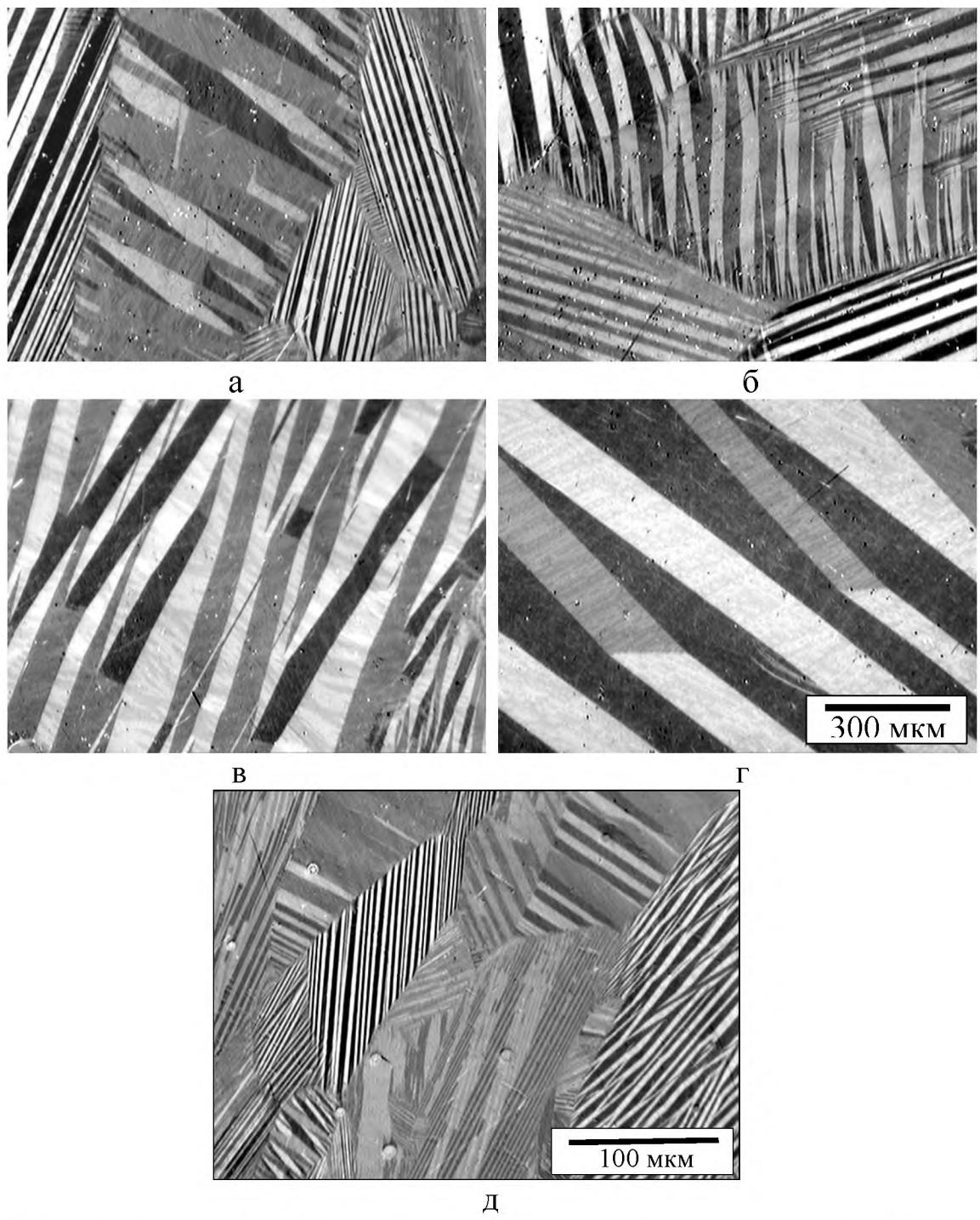


Рисунок 4.29 – Мартенситная структура поликристаллического образца $\text{Co}_2\text{Ni}_{0.85}\text{Ga}_{1.15}$, выявленная на механически полированной поверхности при наблюдениях в поляризованном свете. На рисунках в и г видна магнитная доменная структура, выявленная за счёт полярного эффекта Керра.

4.9. Магнитная доменная структура моно- и поликристаллов

Для выявления магнитной доменной структуры и её взаимосвязи с мартенситными двойниками эффективно использование индикаторных магнитных плёнок. На рисунке 4.30 показан мартенситный рельеф на плоскости (110) монокристалла $\text{Co}_{48}\text{Ni}_{22}\text{Ga}_{30}$ и его связь с магнитной доменной структурой, выявленной с помощью полупрозрачной магнитооптической индикаторной феррит-гранатовой плёнки, а на рисунке 4.31 – магнитная доменная структура ориентированного монокристалла $\text{Ni}_{49}\text{Mn}_{29.7}\text{Ga}_{21.3}$.

Подобно соединениям Ni-Mn-Ga, в изучаемых сплавах Co-Ni-Ga каждая мартенситная пластина разделена на магнитные домены 180-градусной ориентации, а двойниковые границы одновременно являются 90-градусными магнитными доменными границами типа Блоха.

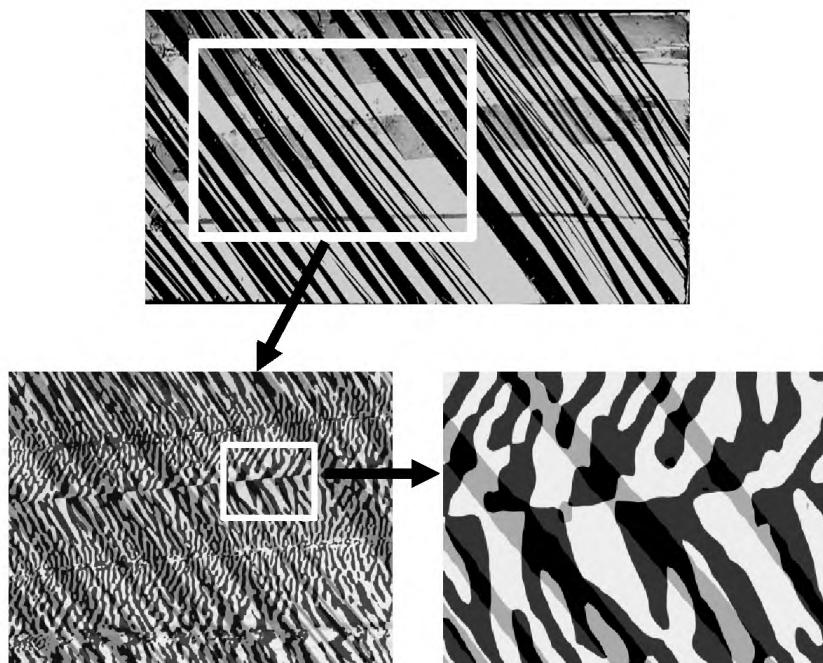


Рисунок 4.30 – Мартенситный рельеф на плоскости (110) монокристалла $\text{Co}_{48}\text{Ni}_{22}\text{Ga}_{30}$ (вверху) и его связь с магнитной доменной структурой (нижние кадры).

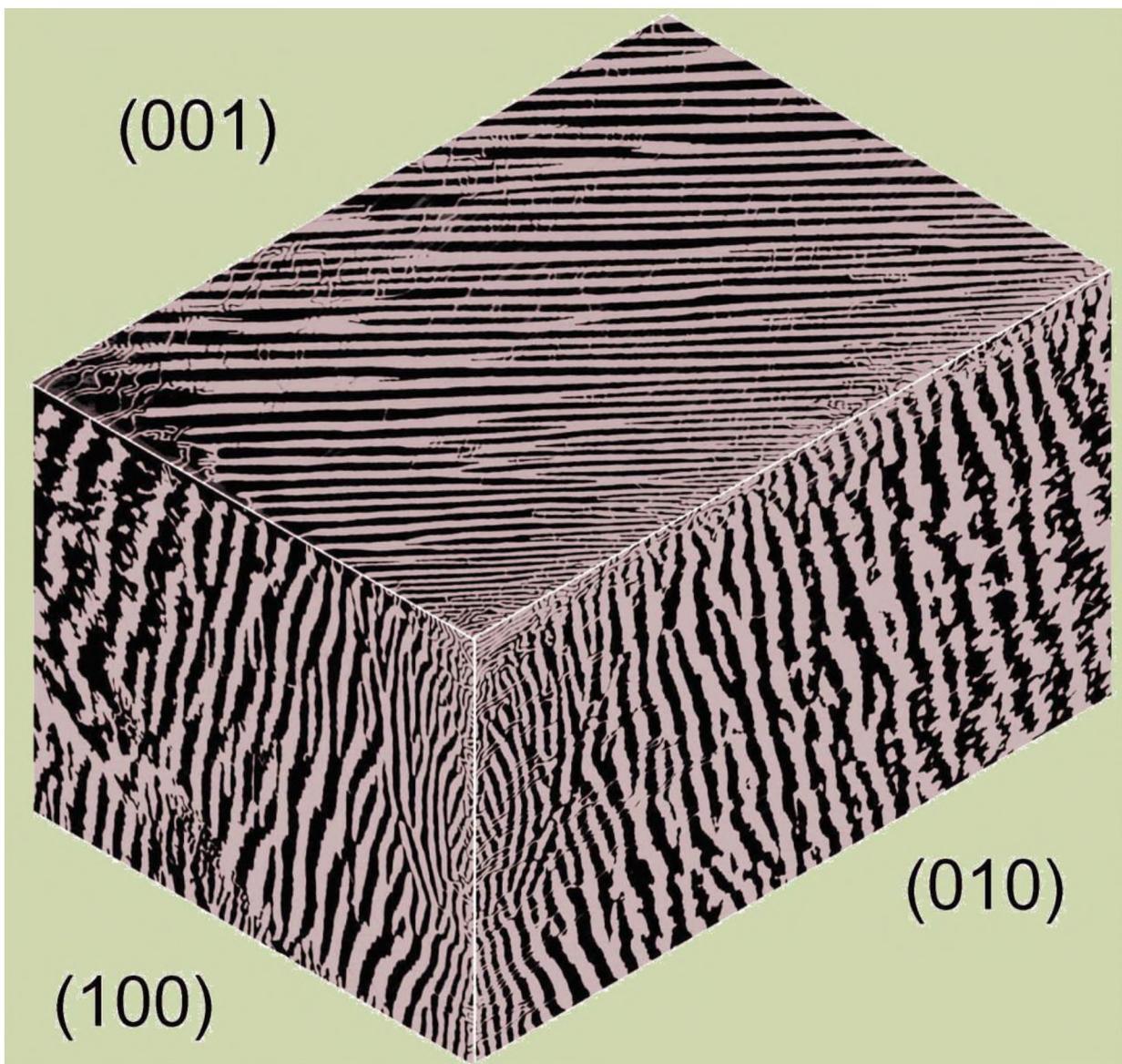


Рисунок 4.31 – Структура 180° магнитных макродоменов на плоскостях {100} ориентированного монокристалла Ni₄₉Mn_{29.7}Ga_{21.3} с линейными размерами 1.2×1.5×2.5 мм.

В поликристаллических образцах с произвольной кристаллографической ориентацией поверхностей конфигурации магнитных доменов усложняются (рисунки 4.32 и 4.33), поскольку зависят от кристаллографической ориентации мартенситных пластин.

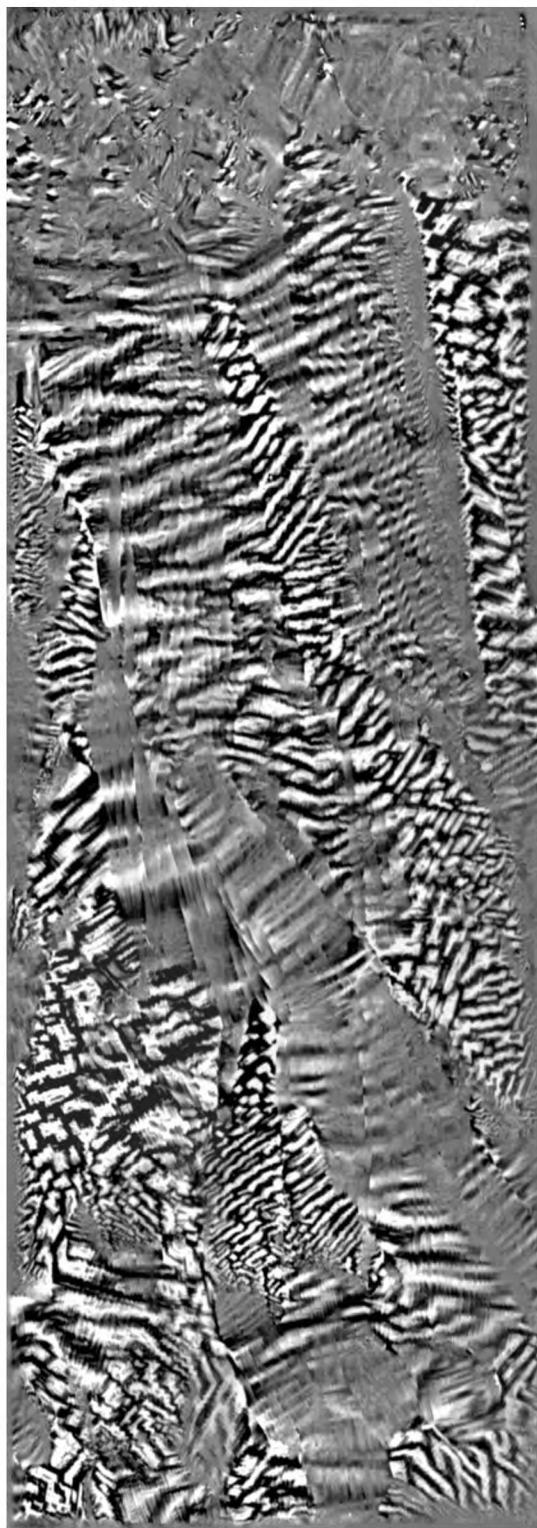


Рисунок 4.32 – Магнитная доменная структура текстурированного поликристалла $\text{Co}_{48}\text{Ni}_{22}\text{Ga}_{30}$, выявленная с помощью индикаторной феррит-гранатовой плёнки. Ось текстуры параллельна длинной стороне образца.

Размеры образца $3.3 \times 3 \times 9.4$ мм.

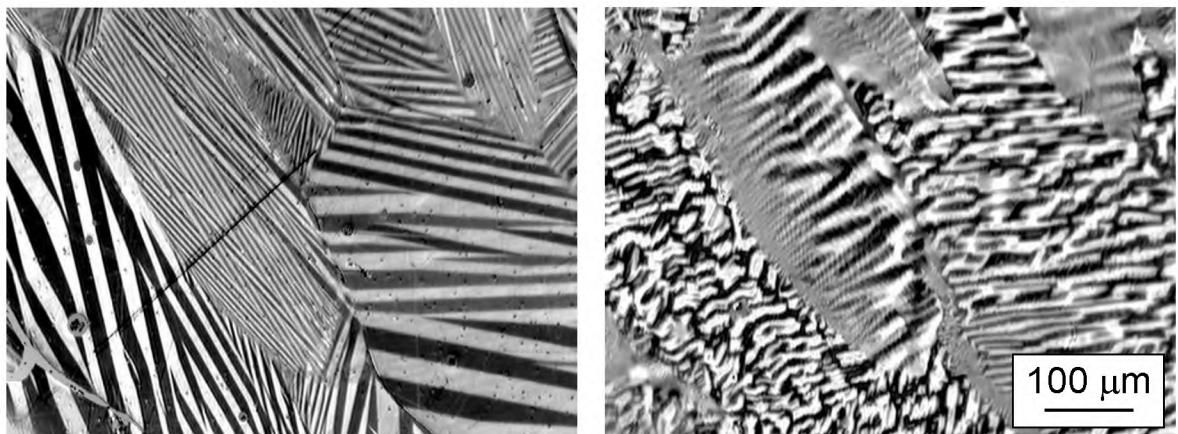


Рисунок 4.33 – Визуализация доменной структуры кристалла $\text{Co}_2\text{Ni}_{0.85}\text{Ga}$ с помощью гранатовой пленки. Слева – мартенситная структура, наблюдаемая в поляризованном свете, справа – структура магнитных доменов того же участка образца, выявленная с помощью индикаторной феррит-гранатовой плёнки.

4.10. Быстрозакалённые ленты и тонкие плёнки

Для изготовления образцов быстрозакалённых лент был выбран сплав с некоторым избытком никеля по сравнению со стехиометрическим составом. Сплав имеет удобные для экспериментов значения температур мартенситного и магнитного фазового переходов несколько выше комнатной температуры. Образцы лент толщиной около 20 мкм были получены спиннингованием из исходного слитка состава $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{23.5}\text{Ga}_{23.5}$, полученного дуговой выплавкой. Толщина лент колеблется по длине в пределах 15...30 мкм (рисунок 4.34).



Рисунок 4.34 – Поперечное сечение быстрозакалённой ленты $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{23.5}\text{Ga}_{23.5}$.

Образцы лент отжигались при температуре 800°С в течение от 10 минут до 72 часов. Методом ТМА были определены температуры Кюри T_c , а также температуры начала и конца переходов аустенит-мартенсит и мартенсит-аустенит.

Кривые ТМА для быстрозакалённых лент качественно подобны таковым для моно- и поликристаллов. Как для исходных (непосредственно после закалки), так и для отожжённых образцов лент перегибы на зависимостях $\chi(T)$ свидетельствуют о прохождении структурного и магнитного переходов при температурах, близких к температурам соответствующих переходов исходных массивных сплавов. Формы кривых $\chi(T)$ варьируют в зависимости от режимов отжига и от условий измерений (ориентации ленточных образцов относительно измерительных катушек). Последнее объясняется анизотропией формы (соответственно разными факторами размагничивания) лент. На рисунке 4.35 представлена температурная зависимость начальной магнитной восприимчивости $\chi(T)$ для быстрозакалённой тонкой ленты $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{23.5}\text{Ga}_{23.5}$ при измерении в направлениях вдоль и поперёк длинной стороны образца. Несмотря на отличие абсолютных значений измерительного сигнала, кривые подобны друг другу и дают близкие значения температур мартенситного и магнитного перехода. Графики имеют резкий подъём вблизи температуры Кюри и характерный гистерезисный спад при мартенситном переходе. Спад восприимчивости при мартенситном переходе обусловлен, по-видимому, увеличением магнитной анизотропии мартенсита (одноосная анизотропия) по сравнению с аустенитом (кубическая магнитная анизотропия) и влиянием дополнительных дефектов в мартенситной фазе, каковыми являются границы мартенситных двойников. Оба фазовых перехода – магнитный и мартенситный несколько повышают свою температуру при отжиге ленты.

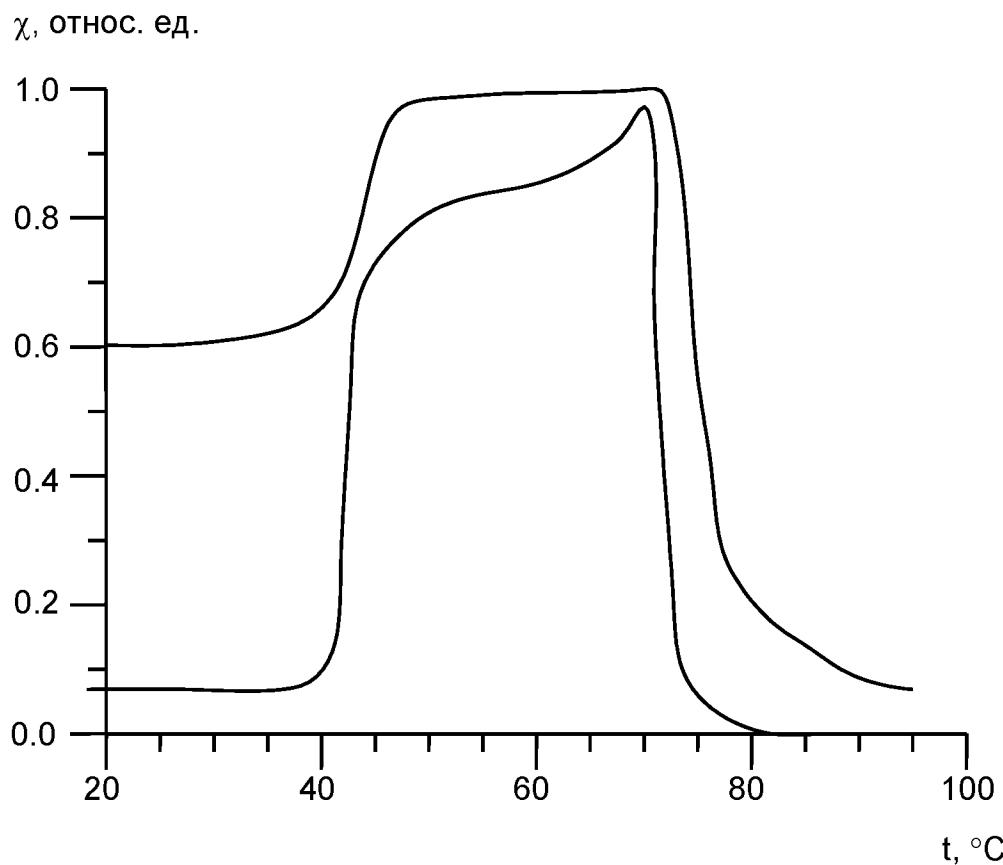


Рисунок 4.35 – Температурная зависимость начальной магнитной восприимчивости χ для образца быстрозакалённой тонкой ленты $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{23.5}\text{Ga}_{23.5}$, отожжённой в вакууме при температуре 800°C в течение 5 часов. 1 – поле параллельно длинной оси ленты, 2 – поле ориентировано в плоскости ленты перпендикулярно её длинной оси.

Мартенситная структура образца быстрозакалённой ленты $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{23.5}\text{Ga}_{23.5}$, отожжённой при 800°C в течение 72 часов и выявленной с помощью электролитической полировки, представлена на рисунке 4.36. Ширина мартенситных вариантов имеет порядок 1...5 мкм, т.е. заметно меньше толщины ленты.

На рисунке 4.37 представлены микрофотографии полидвойниковой мартенситной структуры нанокристаллической ленты $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{23}$, отожжённой при 800°C в течение 72 часов и структуры 180-градусных

магнитных макродоменов, выявленных с помощью МОИП для того же поля зрения. Сопоставление мартенситной и магнитной структуры показывает, что магнитные макродомены перпендикулярны границам двойников подобно тому, как это имеет место для массивных моно- и поликристаллических образцов.

При исследовании структуры нанокристаллических плёнок, полученных методом магнетронного распыления было обнаружено, что в состоянии остаточной намагниченности они способны сохранять конфигурацию действовавших на них полей (рисунок 4.38). Этот полученный из наблюдений доменной структуры результат позволяет сделать два предположения – о наличии одноосной текстуры в направлении, перпендикулярном плоскости образцов, и о достаточно высокой коэрцитивности доменных границ, сохраняющих свою конфигурацию при снятии внешнего поля. Эти предположения были подтверждены при магнитометрических измерениях петель гистерезиса плёнок в различных направлениях.

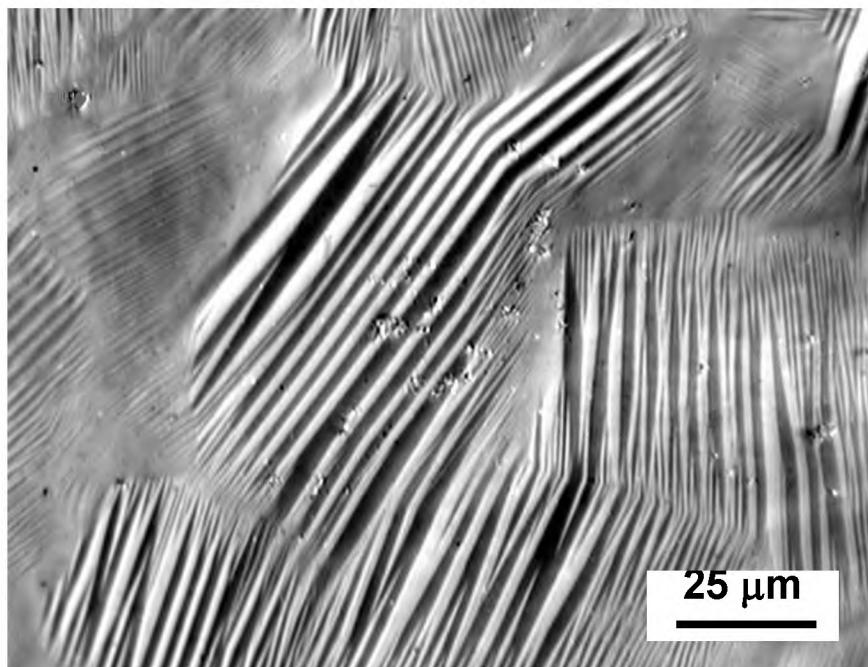


Рисунок 4.36 – Полидвойниковая мартенситная структура быстрозакаленной ленты $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{23.5}\text{Ga}_{23.5}$, отожжённой при 800°C в течение 72 часов.

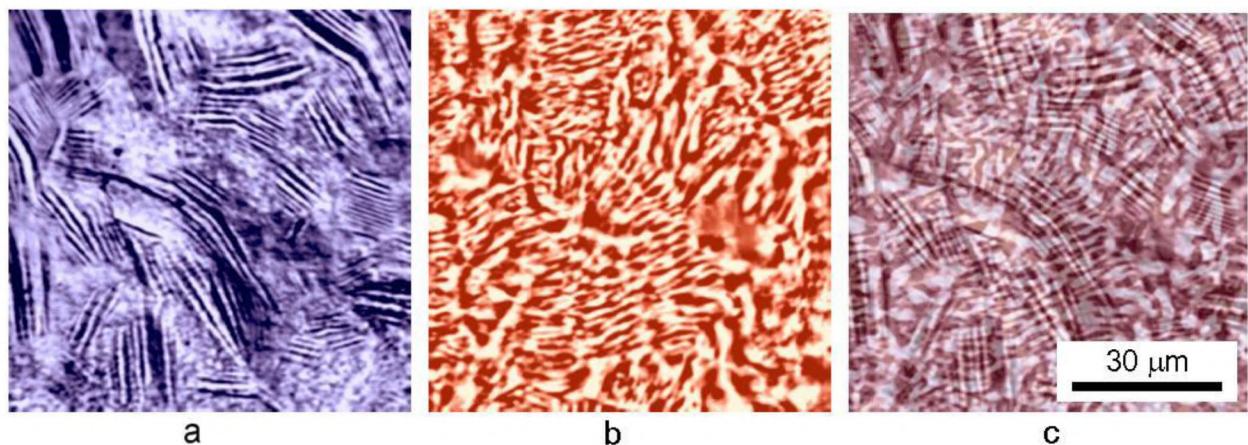


Рисунок 4.37 – (а) Полидвойниковая мартенситная структура нанокристаллической ленты $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{23}$, отожжённой при 800°C в течение 72 часов, (б) структура 180° макродоменов того же поля зрения, выявленная с помощью МОИП, (с) корреляция между мартенситной и магнитной структурами.

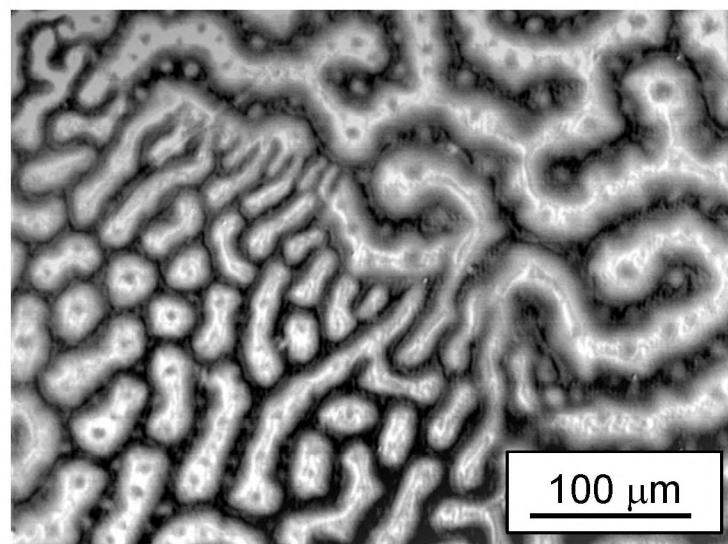


Рисунок 4.38 – Отпечаток доменной структуры монокристалла SmCo_5 на тонкой (толщина 5 мкм) плёнке $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$, полученной методом ВЧ магнетронного распыления.

4.11. Модель взаимосвязанной мартенситной и магнитной доменной структуры

Представленные экспериментальные данные показывают, что главной особенностью мартенситной и магнитной доменной структуры изученных материалов является их взаимосвязанный характер. 180-градусные магнитные домены непрерывны в пределах кристаллитов, при этом они пересекают плоские параллельные между собой границы мартенситных доменов. Намагченность магнитных доменов модулирована мартенситными доменами, т.к. c -оси последних, являющиеся направлениями лёгкого намагничивания, находятся под углами 90° друг по отношению к другу. В результате границы между мартенситными доменами также выполняют роль 90-градусных магнитных доменных стенок без свободных зарядов ($\text{div } \mathbf{M}=0$) (рисунок 4.39).

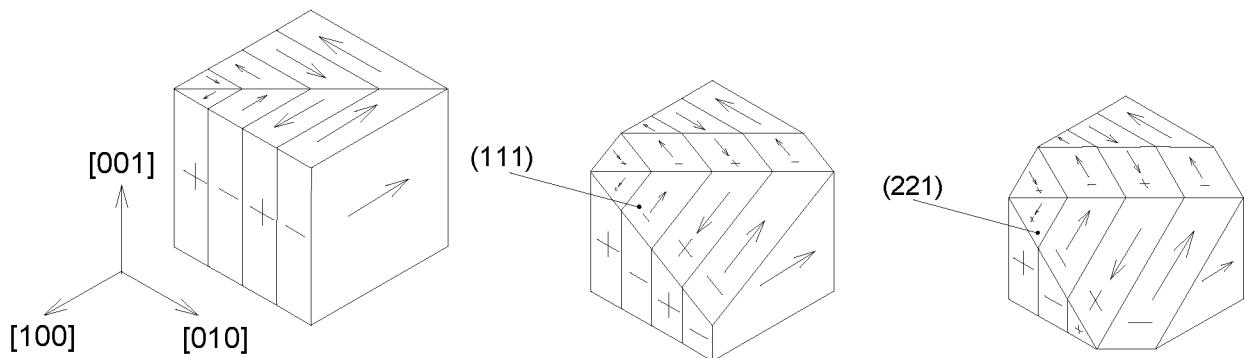


Рисунок 4.39 – Субструктура магнитных доменов, образующаяся при сечении кристалла плоскостями типа $(hh\bar{l})$. Кубический элемент объёма (слева) разделён на две части мартенситной границей, лежащей в плоскости (110) . Плоскости $(hh\bar{l})$ – группа плоскостей, получаемых при повороте плоскости (001) относительно оси $[\bar{1}10]$. Стрелки и знаки (+) и (-) характеризуют ориентации векторов намагченности 180° магнитных доменов.

Конфигурации мартенситной и магнитной доменной структуры на различных поверхностях образцов зависят от их кристаллографической ориентации. Плоскость (001) свободна от зарядов, границы магнитных доменов ориентированы под углами 45° к мартенситным границам. В плоскостях типа (100) и (010) чередуются домены с намагниченностью, параллельной и нормальной к поверхности образца. Как следствие (и в отличие от однородных одноосных кристаллов), плотность магнитных зарядов на поверхности образца для соседних магнитных доменов может быть существенно различной, соответственно будут возникать различия в конфигурации дополнительных поверхностных доменов, снижающих магнитостатическую энергию образца. Иллюстрацией этого эффекта является доменная структура образца Co-Ni-Ga, представленная на рисунке 4.40.

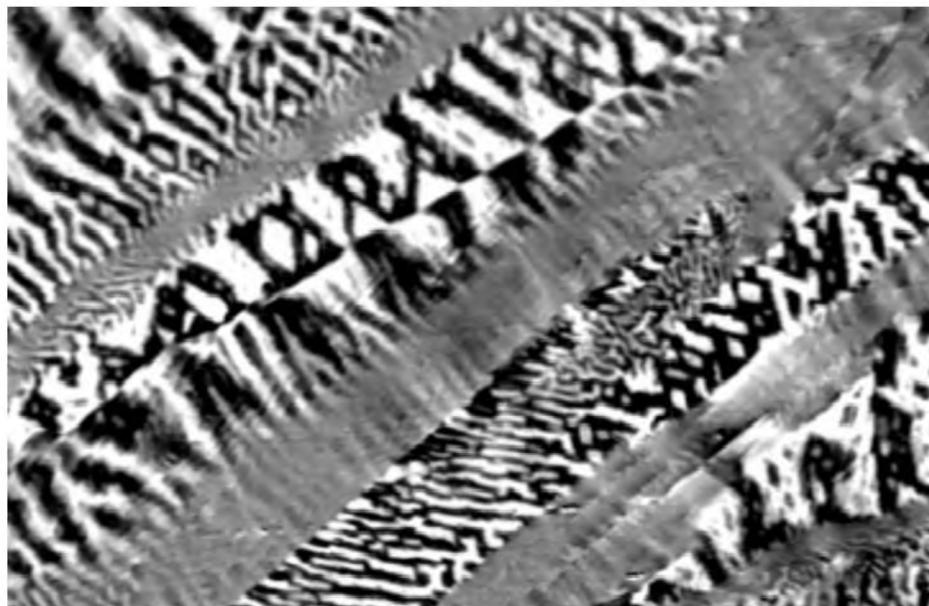


Рисунок 4.40 – Изменение конфигурации дополнительных магнитных доменов в мартенситных двойниках с чередующимися значениями нормальной компоненты намагниченности

Полученные результаты показывают, что основные закономерности формирования и взаимодействия взаимосвязанных структур мартенситных и магнитных доменов моно-, поли- и нанокристаллических ферромагнитных сплавов Гейслера $\text{Co}_{2+x}\text{Ni}_{1-x}\text{Ga}$ и $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ подобны друг другу. Следует ожидать сходства и других свойств этих семейств сплавов, в том числе свойств, определяющих их практическое использование. Представленное рассмотрение соответствует модели, впервые разработанной Г.С. Кандауровой с соавторами для полидвойниковых сплавов типа CoPt [Vlasova2000].

Глава 5. ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ

5.1. Термоуправляемые постоянные магниты на основе квазибинарных сплавов $GdCo_{5-x}Cu_x$

Температурная зависимость магнитных характеристик является фундаментальным свойством магнитных материалов и в большинстве случаев является нежелательным фактором, ограничивающим диапазон рабочих температур соответствующих устройств определёнными пределами. Вместе с тем наличие такой зависимости может быть использовано для некоторых особых применений. Так, температурная зависимость намагниченности насыщения и магнитной проницаемости используется в магнитомягких терромагнитных материалах (ферриты, сплавы железо-никель) для создания датчиков температуры и компенсаторов (шунтов) магнитного потока (терромагнитные сплавы термаллой, кальмаллой) для термостабилизации систем на постоянных магнитах.

В настоящей работе рассматривается другой тип материалов с температурно-зависимыми свойствами – редкоземельные сплавы, позволяющие управлять как абсолютными значениями, так и направлениями магнитного потока в магнитных устройствах, представляющих интерес для сенсорной техники и микро- и наноэлектромеханических систем.

5.1.1. Магнитные свойства

Постоянные магниты используются в качестве источника магнитного поля в большом количестве самых разнообразных магнитных систем [Parker1990], общим требованием для которых является требование постоянства остаточной индукции и коэрцитивной силы в рабочем температурном интервале. В противоположность этому, в данном разделе работы решалась задача создания постоянного магнита с сильной температурной зависимостью остаточной индукции и большим динамическим диапазоном её изменений от положительных до отрицательных значений с

переходом через нулевую точку.

Подобный тип поведения характерен для многих магнитомягких двух- и многоподрешёточных ферримагнитных соединений с точкой температурной компенсации спонтанной намагниченности [O'Handley2000], которые, однако, не могут быть использованы в качестве источников магнитного поля из-за малой коэрцитивности. Магнитотвёрдыми ферримагнетиками являются постоянные магниты на основе феррита бария и стронция $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ и $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$, однако они не имеют точки компенсации. В настоящей работе для исследования были выбраны ферримагнитные квазибинарные сплавы семейства $\text{Gd}(\text{Co}_{5-x}\text{Cu}_x)$. Базовое бинарное соединение GdCo_5 обладает высокой одноосной магнитной анизотропией, что является важной предпосылкой для создания постоянного магнита, а также точкой компенсации на температурной зависимости намагниченности. Замещающие добавки Cu (а также Ni, Al и др.) изменяют баланс между магнитными моментами подрешёток Gd и Co, что можно использовать для регулирования температуры компенсации. Кроме того, известно, что в родственных соединениях $\text{Sm}(\text{Co}_{5-x}\text{M}_x)$ частичные замещения атомов кобальта элементами M позволяют значительно, вплоть до значений >3 Тл, увеличить коэрцитивное поле μ_0H_c [Nesbitt1969; Ermolenko1977], поэтому можно было ожидать аналогичный эффект добавок и для сплавов $\text{Gd}(\text{Co}_{5-x}\text{Cu}_x)$.

Крупнозернистые (средний размер кристаллитов 2 – 4 mm) слитки были получены методом индукционной плавки из исходных металлов Gd и Co чистотой 99.8% и меди чистотой 99.99%. После выплавки производился вакуумный отжиг при 1273 K в течение двух часов с последующим охлаждением со скоростью 100 K/мин. Сферические образцы монокристаллов диаметром ~2 mm вырезались из выделенных крупных кристаллитов, магнитные измерения проводились с помощью вибрационного магнитометра. Для контроля поля рассеяния образцов применялись магнитооптические индикаторные плёнки (МОИП) [глава 2 п.3].

На рисунке 5.1 представлены измеренные при комнатной температуре

зависимости намагниченности и коэрцитивного поля $\mu_0 H_c$ от состава образцов $\text{GdCo}_{5-x}\text{Cu}_x$ ($x = 0 - 2,5$). Из представленных данных видно, что максимум $\mu_0 H_c$ приходится на область составов $x \approx 1.5$ вблизи точки компенсации. Абсолютные значения $\mu_0 H_c$ в интервале составов $x = 1 - 2.2$ варьируются в пределах 0.3 – 1.6 Т, что значительно выше коэрцитивной силы бинарного сплава GdCo_5 ($x = 0$), для которого $\mu_0 H_c \approx 30$ мТ).

Предельные петли гистерезиса образцов $\text{GdCo}_{5-x}\text{Cu}_x$ ($x = 0.25 - 1.25$) характеризуются 100%-ной остаточной намагниченностью и идеальной прямоугольностью (рисунок 5.2), подобно петлям, наблюдавшимся ранее на образцах бинарных сплавов [Katayama 1976].

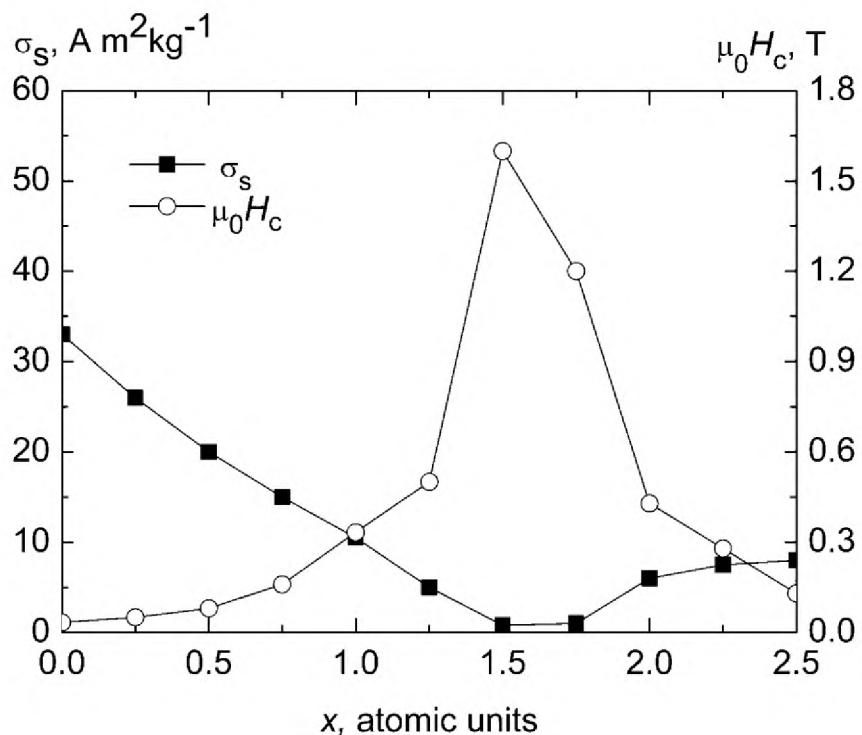


Рисунок 5.1 – Удельная намагниченность насыщения σ_s и коэрцитивная поле $\mu_0 H_c$ в зависимости от состава образцов $\text{GdCo}_{5-x}\text{Cu}_x$ ($x = 0 - 2.5$).

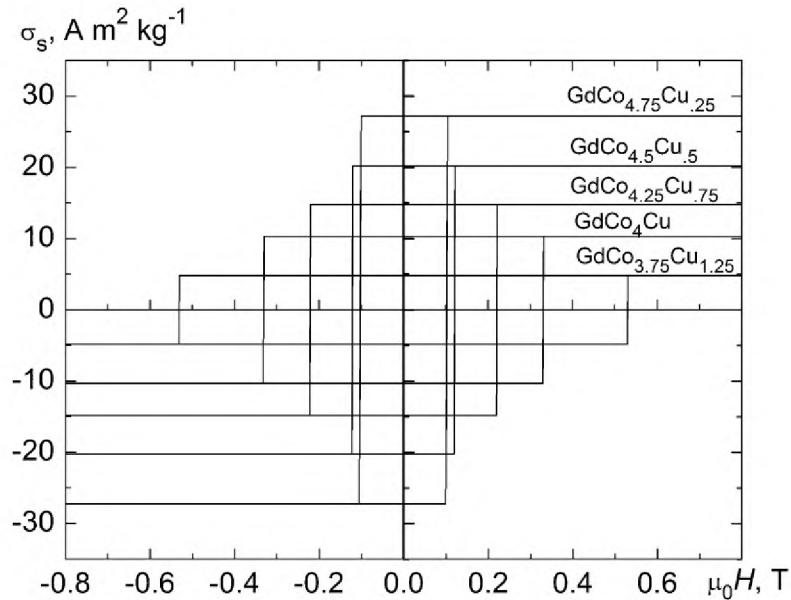


Рисунок 5.2 – Предельные петли гистерезиса образцов $\text{GdCo}_{5-x}\text{Cu}_x$ ($x = 0.25 – 1.25$) при комнатной температуре.

Для изучения поведения образцов при изменениях температуры, вызывающих переход через точку компенсации, были проведены прямые температурные наблюдения полей рассеяния образцов с помощью одноосной МОИП. Образец монокристалла GdCo_3Cu_2 имел форму диска диаметром 2 мм и толщиной 0,1 мм. Представленные на рисунке 5.3 изображения (а) и (б) отображают нормальную компоненту поля рассеяния образца, исходно намагниченного до насыщения, при двух разных температурах – выше и ниже температуры компенсации. Наблюдаемая на представленных снимках инверсия оптического контраста означает инверсию поля рассеяния, соответствующую изменению ориентации вектора остаточной намагниченности на 180° . На рисунке 5.3 (с) и (д) проиллюстрирована инверсия намагниченности для образца, находящегося в размагниченном многодоменном состоянии. Из представленных изображений видно, что при переходе через точку компенсации вектор намагниченности каждого 180-градусного домена меняет направление на противоположное. Благодаря высокой коэрцитивности доменных границ доменная структура "заморожена" и устойчива к действию внешних магнитных полей, не превышающих

коэрцитивное поле. В этом плане образец с доменной структурой можно рассматривать как периодическую систему постоянных магнитов с узкими переходными зонами между "магнитами", ширина которых равна толщине доменных границ. Формой и размером доменов ("магнитов") можно управлять методами доменной инженерии. Это свойство представляет интерес для некоторых микро- и наноэлектромеханических систем магнитных захватов и манипуляции микрообъектами, т.к. столь малую (десятки нанометров) толщину переходных зон (высокий градиент поля) практически невозможно получить традиционными способами намагничивания с помощью внешних источников поля.

Многократное термоциклирование образцов показало высокую воспроизводимость и стабильность процесса магнитного инвертирования.

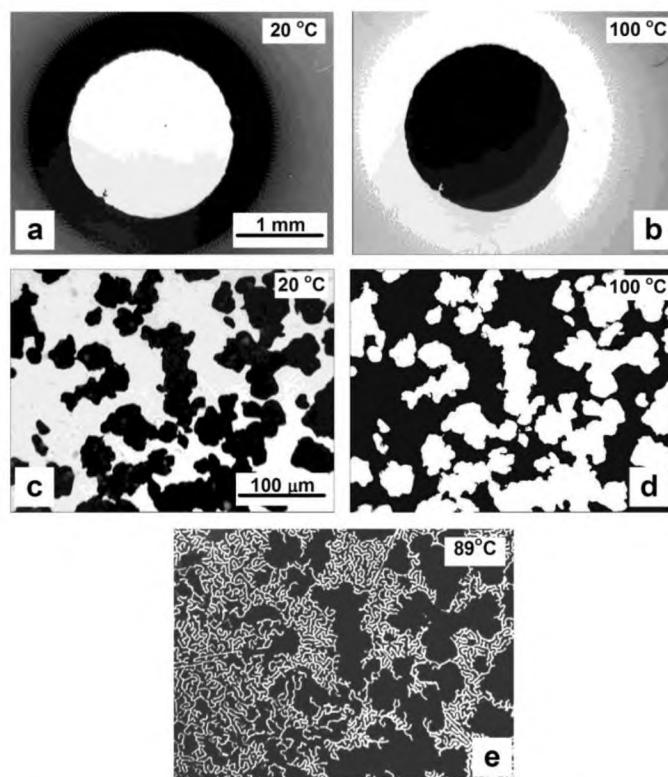


Рисунок 5.3 – Обусловленная изменением температуры инверсия намагниченности намагниченного до насыщения ((a), (b)) и размагниченного ((c), (d)) образца GdCo_3Cu_2 , наблюдаемая с помощью одноосной магнитооптической индикаторной пленки (МОИП) при температурах ниже и выше точки компенсации $T_{\text{comp}} = 90$ °С. (e) – собственная доменная структура МОИП, наблюданная вблизи T_{comp} .

5.1.2. Датчик температуры на основе Gd-Co-Cu

С использованием полученных образцов термоуправляемых магнитов был разработан и изготовлен лабораторный макет дистанционного датчика температуры. Чувствительный элемент датчика состоит из двух элементов: сигнального (отрезка магнитомягкой нанокристаллической ленты сплава $\text{Fe}_{81}\text{B}_{13.5}\text{Si}_{3.5}\text{C}_2$ с прямоугольной петлёй гистерезиса с размерами $40\times 5\times 0.02$ мм), и задающего (подмагничающего) элемента из термоуправляемого сплава GdCo_3Cu_2 . В отсутствие постоянного подмагничивания опрашивающее переменное поле ввиду прямоугольности петли гистерезиса приводит к появлению в спектре эдс индукции сигнального элемента нечётных гармонических составляющих [Fletcher2000] (рисунок 5.4(а)). При подмагничивании зависящим от температуры постоянным полем задающего элемента в спектре появляются чётные гармоники, амплитуда которых оказывается пропорциональной температуре (рисунок 5.4(б)). Из представленного на вставке к рисунку 5.4(б) графика зависимости амплитуды второй гармоники от температуры видно, что она близка к линейной. В отличие от известных терромагнитных материалов эта зависимость лишена гистерезиса, т.к. процесс измерений не связан со смещением доменных границ. Кроме того, наклон кривой $M_r(T)$ не изменяется при переходе через точку компенсации, в отличие от "хвостов" намагниченности, характерных для переходов второго рода вблизи точки Кюри обычных ферромагнетиков. В изготовленном датчике дистанционный опрос осуществлялся на расстояниях до 10-15 см между чувствительным элементом и измерительной и возбуждающей катушкой. Это расстояние может быть увеличено при дальнейшем усовершенствовании устройства.

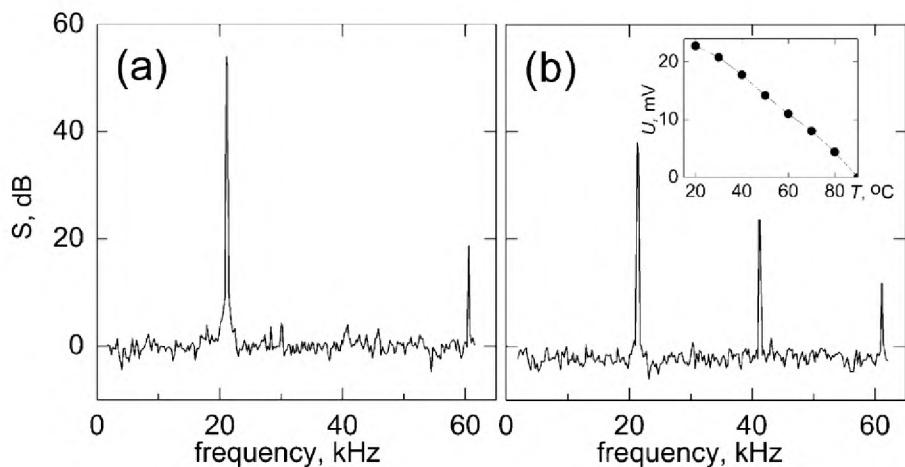


Рисунок 5.4 – Спектры выходного сигнала датчика температуры. (а) нечётные (первая и третья гармоники) при частоте опрашивающего поля 20040 Гц и нулевом поле подмагничивания; (б) появление чётных гармоник при подмагничивании постоянным полем задающего элемента. На вставке показана температурная зависимость амплитуды второй гармоники.

5.2. Материалы со спиновой перереориентацией

Плотность энергии магнитокристаллической анизотропии одноосных кристаллов обычно описывается соотношением вида [Белов1979]

$$E_a^{hex} = K_1 \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta + K_3 \sin^6 \theta + K_4 \sin^6 \theta \cos 6\varphi + \dots \quad (5.1)$$

где $K_1 \dots K_4$ – константы анизотропии. В зависимости от соотношений между значениями этих констант (1) описывает случаи анизотропии типа "лёгкая ось", "лёгкий конус" или "лёгкая плоскость" (рисунок 5.5).

Наибольшее разнообразие материалов со спин-переориентационными переходами встречается среди редкоземельных магнетиков (РЗМ) [Белов1979]. Ниже приводятся результаты исследований температурной зависимости магнитных свойств некоторых интерметаллидов РЗМ(Т)₅ (структурный тип CaCu₅, Т – кобальт и другие переходные элементы), представляющих интерес для практических приложений. Изучалась доменная структура интерметаллического соединения DyCo_{5.2}, обладающего чётко выраженным спонтанным ориентационным переходом лёгкая ось – лёгкий конус – лёгкая плоскость намагничивания [Белов1979], и влияние состава на

температуры спиновой переориентации четвертных сплавов $\text{Nd}(\text{Co}_{1-x-y}\text{Al}_x\text{Fe}_y)_5$. Последние представляют интерес как материалы с регулируемыми за счёт изменений состава температурами спиновой переориентации для применения в условиях, близких к комнатным.

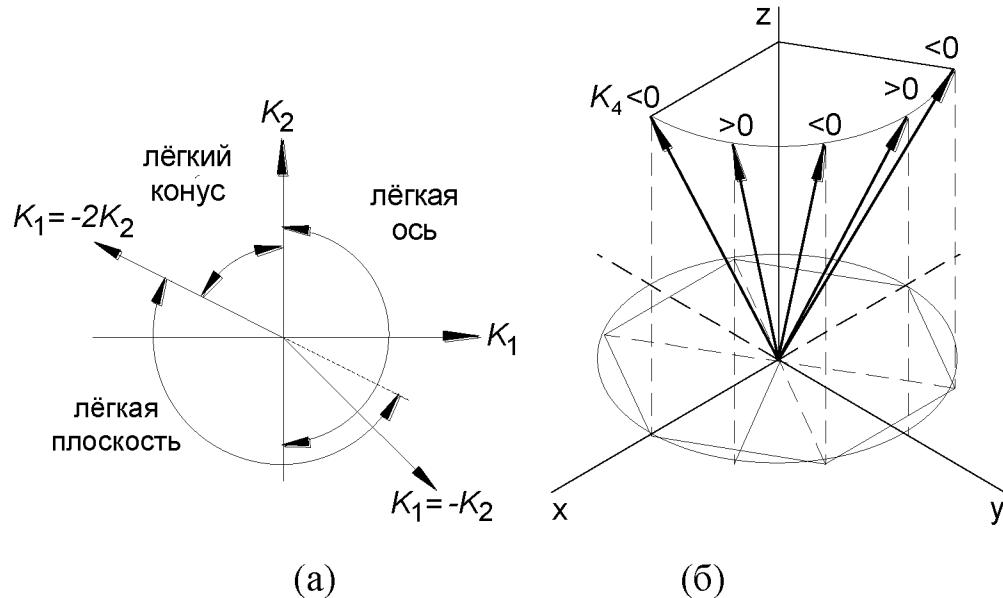


Рисунок 5.5 – Преимущественные направления намагничивания в одноосных кристаллах с цилиндрической симметрией в зависимости от значений K_1 и K_2 (а) и лёгкие направления на образующей конуса в зависимости от знака константы K_4 (б).

При высоких температурах $T > 380$ К соединение $\text{DyCo}_{5.2}$ обладает одноосной магнитной анизотропией. В этом случае вектора намагниченности двухфазной структуры доменов 180-градусного типа направлены перпендикулярно к базисной плоскости кристалла (плоскости наблюдения) (рисунок 5.6). Представленные конфигурации доменов типичны для массивных одноосных кристаллов (волнистые границы основных полосовых и дополнительных клиновидных доменов). В полях, перпендикулярных базисной плоскости (параллельно c -оси) образец $\text{DyCo}_{5.2}$ достаточно легко намагничивается до насыщения и перемагничивается без заметного гистерезиса. При этом небольшие и средние (до 0,5 Т) поля в плоскости образца не оказывают заметного влияния на доменную структуру, что

указывает на высокие значения константы одноосной анизотропии материала в этом состоянии.

При охлаждении происходит переход из состояния с одноосной анизотропией в угловую фазу. Переход начинается с плавного отклонения векторов намагниченности исходных 180-градусных доменов от направления *c*-оси. При этом происходит деформация доменов за счёт появления в их форме элементов гексагональной симметрии *L3* и *L6*.

В ходе дальнейшего фазового перехода деформация доменов усиливается, что приводит к перетяжкам доменов и образованию новых конфигураций доменных границ. Вслед за этим происходит быстрое измельчение (фрагментация) доменной структуры до характерных размеров порядка единиц микрометров и менее.

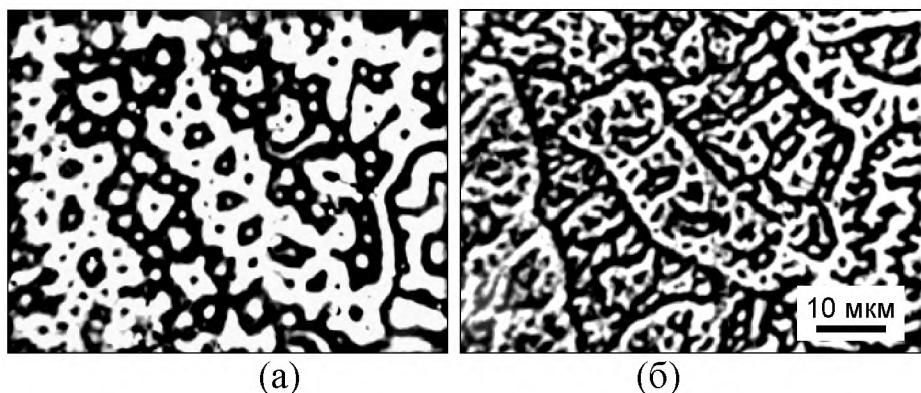


Рисунок 5.6 – Начальная стадия перестройки доменной структуры на базисной плоскости монокристалла DyCo_{5.2} при охлаждении образца от 380 К (одноосная анизотропия) (а) до 350 К (угловая фаза) (б).

Процесс перехода угловой фазы в состояние с анизотропией «лёгкая плоскость» завершается коалесценцией фрагментированной доменной структуры и образованием, в зависимости от магнитной предыстории и параметров образца, новых шести-, четырёх- или двухфазных структур.

На рисунке 5.7(а) и 5.7(б) представлены доменные структуры на базисной плоскости DyCo_{5.2} при температуре $T=293$ К (анизотропия «лёгкая плоскость»).

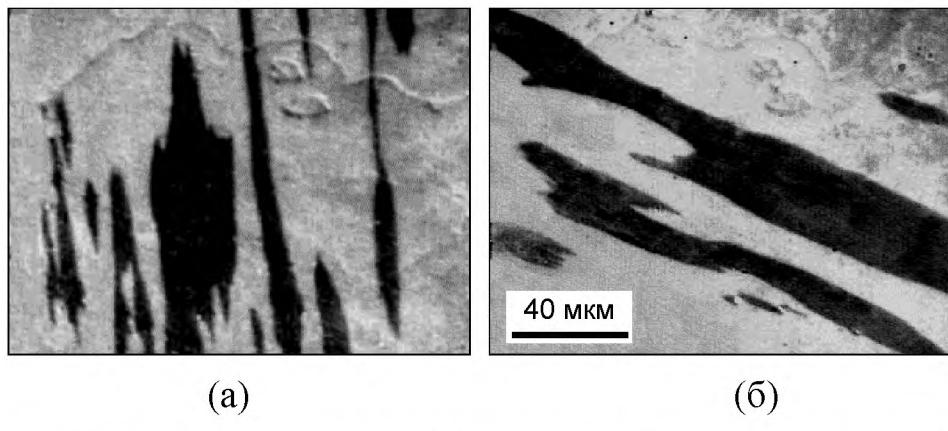


Рисунок 5.7 – 60-градусная переориентация 180-градусных доменов в $\text{DyCo}_{5.2}$ с анизотропией «лёгкая плоскость» ($T = 293 \text{ K}$), вызванная вращением вектора внешнего магнитного поля $\mu_0 H_e \sim 50 \text{ мT}$ в плоскости образца.

Расшифровка показала, что вектора намагниченности представленных на этих рисунках доменов лежат в базисной плоскости кристалла, причём в общем случае в образце могут сосуществовать до шести магнитных фаз. При наложении небольших ($\sim 50 \text{ мT}$) полей в плоскости образца число фаз можно уменьшить до двух (рис. 7(а)). При вращении вектора внешнего магнитного поля в плоскости образца на 360° наблюдается ступенчатая переориентация доменов на углы, кратные 60° (рисунок 5.7(б)), что указывает на существование в базисной плоскости кристалла анизотропии шестого порядка. Значения этой анизотропии невелики, в противном случае домены имели бы более правильные формы полос с прямолинейными границами.

На рисунке 5.8 показаны зависимости угла отклонений осей лёгкого намагничивания от c -оси кристалла для двух образцов сплавов семейства $\text{Nd}(\text{Co}_{1-x-y}\text{Al}_x\text{Fe}_y)_5$. Эти данные показывают, что изменениями состава (замещающими добавками третьих и четвёртых элементов) можно достаточно плавно регулировать характерные температуры спин-переориентационного перехода.

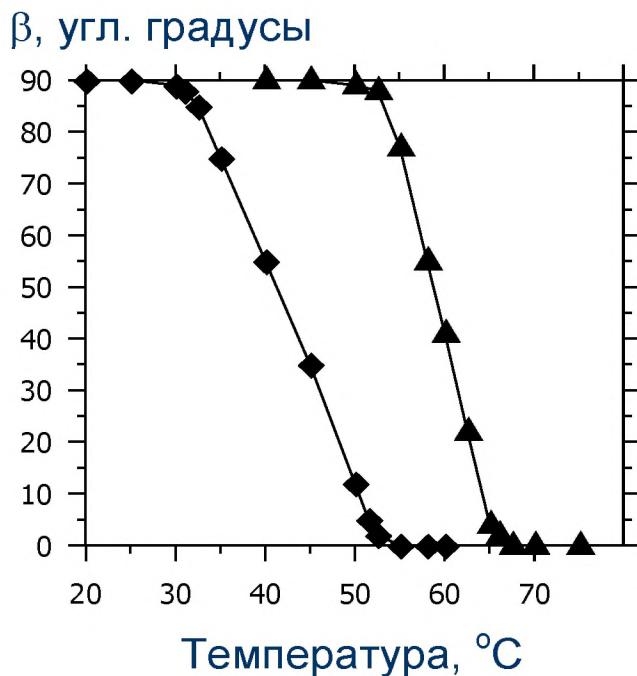


Рисунок 5.8 – Температурная зависимость угла между *c*-осью кристалла и преимущественными направлениями намагничивания для сплавов $\text{Nd}(\text{Co}_{0,37}\text{Al}_{0,08}\text{Fe}_{0,05})_5$ (квадратные символы) и $\text{Nd}(\text{Co}_{0,32}\text{Al}_{0,122}\text{Fe}_{0,06})_5$ (треугольники).

Большая разница в значениях магнитной восприимчивости вдоль двух ортогональных направлений в материалах со спиновой переориентацией (МСП) и плавное обратимое изменение направлений лёгкого намагничивания при изменении температуры позволяет использовать МСП в устройствах, основанных на переключении магнитных потоков. Простейшая схема одного из возможных видов магнитных переключателей, которые могут быть использованы в термомагнитных генераторах, представлена на рисунке 5.9. В этой схеме магнитный поток, создаваемый постоянным магнитом Nd-Fe-B может быть направлен, в зависимости от температуры элемента МСП, вставленного в зазор, по магнитомягкому магнитопроводу по одному из двух возможных путей, показанных стрелками. В результате в обмотках, нанесённых на магнитопровод (на схеме не показаны), будет наводиться эдс индукции, т.е. будет осуществляться преобразование тепловой энергии в электрическую.

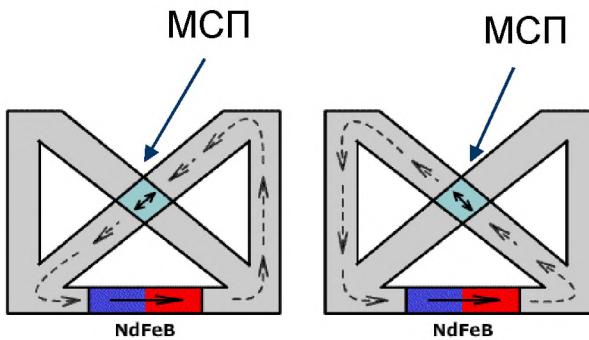


Рисунок 5.9 – Схема твердотельного переключателя магнитного потока на материалах со спиновой переориентацией (МСП).

Таким образом, продемонстрирована возможность получения материалов, в которых ферримагнитный тип температурного поведения с точкой компенсации сочетается с высококоэрцитивным состоянием. В термоуправляемых постоянных магнитах этого типа остаточная намагниченность может плавно и обратимо меняться до нуля и менять направление на противоположное после перехода через точку компенсации. С использованием этих магнитов создан лабораторный макет дистанционного датчика температуры. Другой разновидностью термоуправляемых материалов являются сплавы со спин-переориентационными фазовыми переходами типа порядок-порядок, при которых направление лёгкого намагничивания обратимо изменяется на 90° . Этот эффект может быть использован для создания переключателей магнитного потока. Рассмотренные термоуправляемые материалы перспективны для создания различных функциональных устройств и могут быть получены в виде тонких плёнок.

5.3. Стробоскопический метод неразрушающего контроля

Для неразрушающего контроля скрытых дефектов в образцах из проводящих материалов широко используют вихревоковый метод [Рандошкин 1994]. Суть метода заключается в следующем. В испытательную катушку подают импульсы тока. Эта катушка электромагнитно связана с

контролируемым образом, например, путем наложения катушки на его поверхность. При подаче импульсов тока в катушку возбуждаются локальные вихревые токи, при этом магнитный поток через поперечное сечение катушки уменьшается. Поскольку электросопротивление для вихревых токов зависит от отсутствия или присутствия дефектов в контролируемой области образца (в области расположения накладной катушки), то при наличии дефекта плотность вихревых токов уменьшается. Как следствие, при прочих равных условиях суммарный магнитный поток через катушку будет выше при наличии дефекта по сравнению со случаем его отсутствия. К сожалению, вихревой метод позволяет регистрировать только наличие дефектов. Однако часто желательно иметь информацию также о размерах и форме дефектов.

Для выявления дефектов в магнитотвердых и магнитомягких материалах и их визуализации используют магнитооптический метод. Этим методом с помощью индикаторной пленки визуализируют магнитные поля рассеяния контролируемого образца по локальному изменению статического распределения намагниченности в этой пленке. При этом в случае магнитомягкого материала его необходимо намагничивать внешним магнитным полем.

С другой стороны, для визуализации дефектов самих МОИП используют магнитооптический динамический метод, основанный на локальном изменении порогового поля зарождения домена с обратной намагниченностью вблизи дефекта при импульсном перемагничивании МОИП. Этот подход использовался также для выявления дефектов управляющих структур в элементах запоминающих устройств на цилиндрических магнитных доменах (ЦМД) визуализации доменных стенок (ДС) в ионно-имплантированном слое материалов-носителей информации на ЦМД, визуализации информации, записанной на магнитном носителе, и областей со сверхпроводящей фазой [Балбашов 1987; Eschenfelder 1980].

В предлагаемом в настоящей работе стробоскопическом методе с помощью испытательной катушки возбуждают локальные вихревые токи, а с помощью магнитооптической одноосной индикаторной плёнки с импульсной подсветкой и визуализирующим элементом на базе МОИП наблюдают динамические доменные структуры в пленке, по которым судят о распределении магнитных полей внутри катушки.

Индуктор, питаемый переменным током звуковой и ультразвуковой частоты, создаёт переменное магнитное поле в плоскости образца, к которому приложена индикаторная плёнка. Магнитный поток индуктора ориентирован в плоскости x, y образца, соответственно вихревые токи также равномерно распределены в этой плоскости, поэтому нормальная компонента поля H_z на поверхности в области индикаторной плёнки также равна нулю. В области дефекта распределение вихревых токов нарушается, что приводит к локальному появлению ненулевой компоненты H_z в области индикаторной плёнки, которая регистрируется с помощью видеокамеры.

Схема для измерений модуля и фазы H_z включает в себя модулируемый источник света, поляризационную пару поляризатор–анализатор с осями пропускания, ориентированными под углом α друг по отношению к другу, МОИП, подверженную действию синусоидального магнитного поля с частотой f , ПЗС видеокамеру, регистрирующую световой поток, выходящий из анализатора. Источник света, состоящий из скомпонованных в одном узле 24 сверхярких светодиодов фирмы Kingbright, обеспечивал равномерное освещение объекта. Интенсивность света (или поток), попадающие на фотодиоды видеокамеры, определяются из закона Малюса, который может быть приближённо записан в виде

$$\Phi_{\text{det}}(t) = e_0^2 \cos^2[\alpha + \vartheta_F(t)] \quad (5.2)$$

где угол фарадеевского вращения $\vartheta_F(t)$ зависит от амплитудного значения поля H_z^{amp} :

$$\vartheta_F(t) = K_F H_z^{\text{amp}} \sin(2\pi f t + \psi). \quad (5.3)$$

Для малых значений КФ можно записать

$$\Phi_{\text{det}}(t) \approx e_0^2 [\Phi_0 - \Phi_1 \sin(2\pi ft + \psi)], \quad (5.4)$$

где

$$\begin{cases} \Phi_0 = \frac{1}{2}[1 + \cos(2\alpha)] \\ \Phi_1 = K_F H_z^{\text{ampl}} \sin(2\alpha) \end{cases} \quad (5.5)$$

и окончательно

$$\frac{\Phi_1}{\Phi_0} = K_F \frac{2 \sin(2\alpha)}{1 + \cos(2\alpha)} \times H_z^{\text{ampl}}, \quad (5.6)$$

где отношение Φ_1/Φ_0 пропорционально амплитуде измеряемого поля.

Стандартные видео камеры регистрируют 25 кадров в секунду, что не согласуется с рабочими частотами, на которых происходит возбуждение вихревых токов (10...100 кГц). Для получения информации об амплитуде и фазе измеряемого поля используется стробоскопический принцип, при котором модулятор источника излучения управляется сигналом V_{source} , синхронизированным с током возбуждения I . Фазовый сдвиг между V_{source} , и током I можно регулировать.

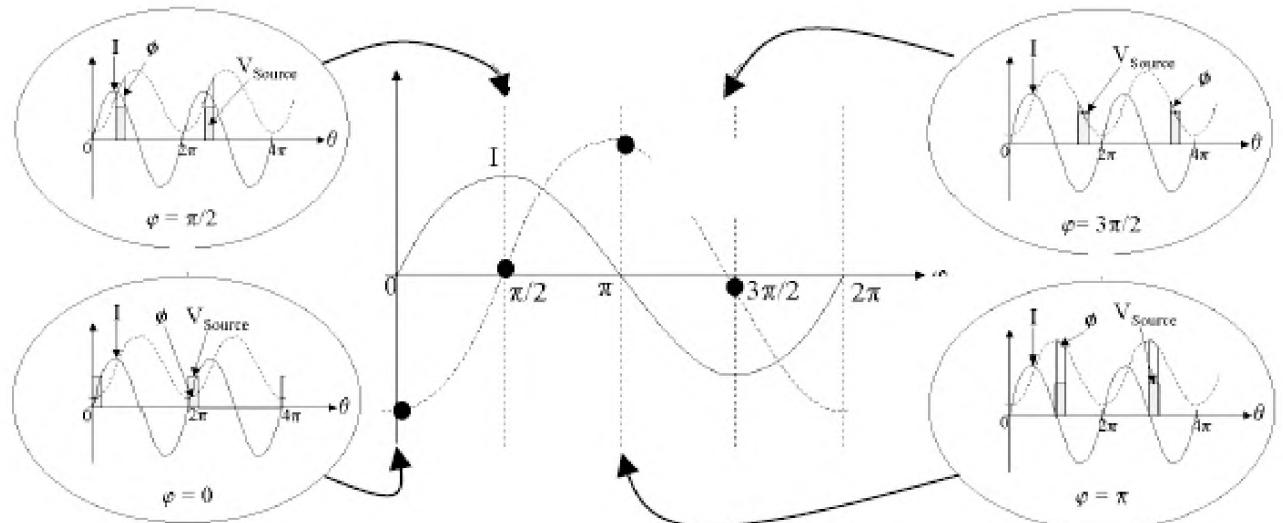


Рисунок 5.10 – Стробоскопический метод формирования изображения

Для заданного фазового сдвига камера регистрирует N изображений с потоком Φ_{det} с выхода анализатора. Значение N выбирается достаточно большим для учёта времени интегрирования видеокамеры и для уменьшения шума. Затем для получения второго изображения фазовый сдвиг изменяется и процесс регистрации N изображений повторяется. На рисунке 5.10 этот процесс проиллюстрирован диаграммами для четырёх значений угла фазового сдвига.

Схема вихревоковой установки для стробоскопических визуальных наблюдений приведена на рисунка 5.11. Намагничивающее устройство в виде приставного электромагнита изготовлено по схемам ИФМ УРО РАН (Екатеринбург). Идея использования светодиодов для стробоскопических наблюдений доменной структуры ортоферритов была предложена в ряде работ (см. [Shimizu1985; Freeman2002; Колотов1973]).

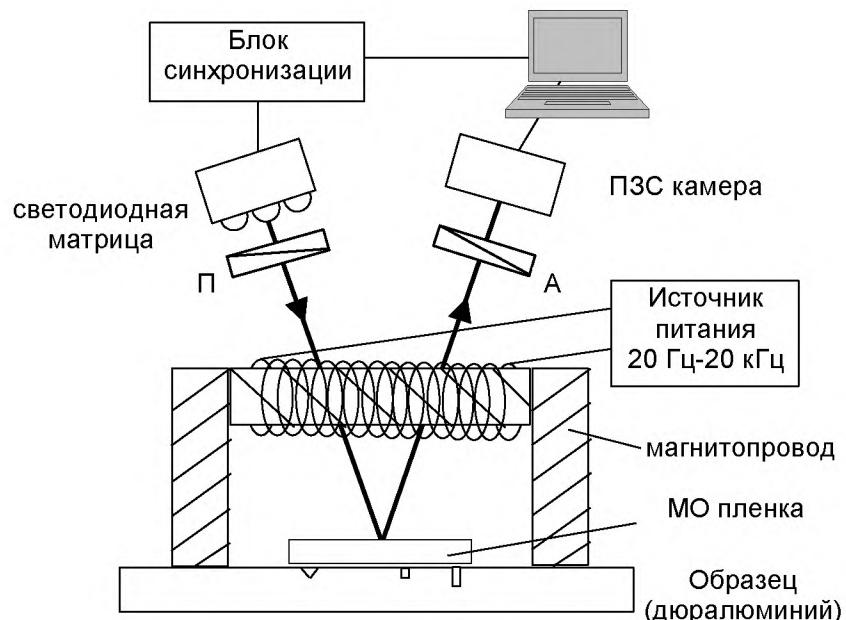


Рисунок 5.11 – Схема вихревоковой установки для стробоскопических визуальных наблюдений структуры дефектов электропроводящих листовых материалов

На рисунке 5.12 представлены результаты визуализации двух рядом расположенных заклёпок диаметром 4 мм. При визуальном контроле было

видно, что от одного из отверстий отходит тонкая трещина (вертикально вверх). Съёмки были произведены для двух направлений внешнего намагничивающего поля - вдоль и поперёк трещины. Из рисунка 5.12 видно, что при направлении поля вихревых токов перпендикулярно трещине, её выявляемость заметно усиливается. Опыты с другими образцами с искусственными дефектами в виде щелей разной толщины подтвердили работоспособность устройства.

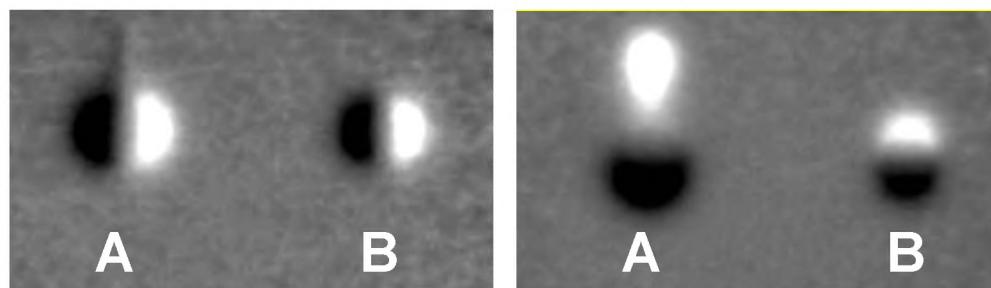


Рисунок 5.12 – Визуализация поля вихревых токов дефектного (с вертикальной трещиной, А) и нормального отверстия $\varnothing 5$ мм (В) в алюминиевом листе толщиной 1 мм при внешнем возбуждении вдоль оси y (левый кадр) и оси x (правый кадр)

Изображение на рисунке 5.12 выглядит полуточновым, хотя фактически оно получено с одноосной плёнкой с развитой доменной структурой. Отсутствие видимой картины доменов объясняется тем, что их ширина составляла около 10 мкм, что меньше предела разрешения представленных кадров.

Достоинством твердотельных индикаторных сред является их способность работать в динамических режимах. Для феррит-гранатовых планарных МОИП установленный верхний предел рабочих частот превышает 1 ГГц; для одноосных МОИП этот предел ниже из-за эффектов резонанса доменных границ, но в любом случае не ниже десятков и сотен МГц. Таким образом, частотный диапазон феррит-гранатовых МОИП с большим запасом удовлетворяет требованиям их эксплуатации в звуковом и ультразвуковом диапазоне, что открывает перспективы их применения в дефектоскопии.

Стробоскопический режим позволяет использовать для регистрации измерительного сигнала не дорогостоящие высокоскоростные видеокамеры, а обычные ПЗС матрицы массового производства.

5.4. Магнитооптическая дефектоскопия

Г.С. Корзунином [Корзунин 1995] был предложен метод оценки свойств магнитомягких материалов на основе наблюдения порошковых фигур, образующихся на поверхности листовых образцов при их подмагничивании с обратной стороны стержневым аксиально намагниченным постоянным магнитом. Метод позволяет оценивать текстуру материала и обнаруживать внутренние механические напряжения.

В данной работе этот метод был модифицирован и применён для изучения однородности некоторых магнитомягких листовых и ленточных материалов. Модификация заключалась в использовании постоянных магнитов меньшего размера, использовании магнитной жидкости с более высокой разрешающей способностью, а также применением для визуализации МОИП. При исследовании нанокристаллических лент выявлены существенные магнитные неоднородности (рисунок 5.13), связанные с рельефом поверхности и неоднородностью толщины лент, которые, в свою очередь, обусловлены спецификой процесса сверхбыстрой кристаллизации.

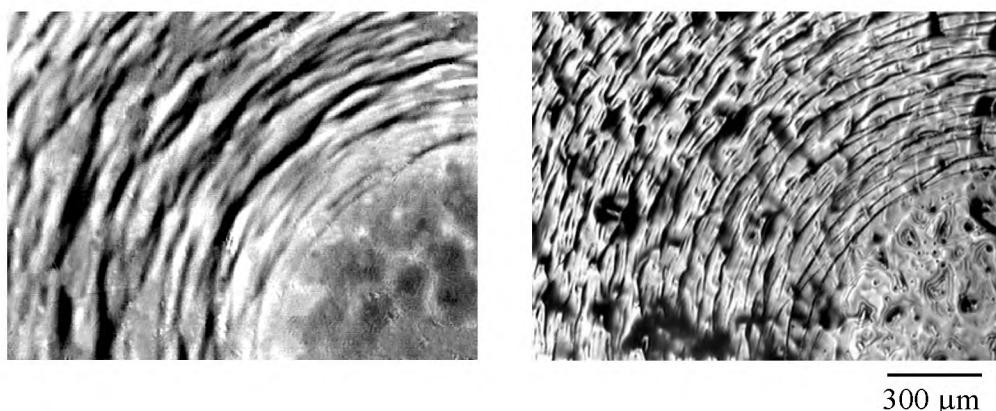


Рисунок 5.13 – Концентрические магнитные фигуры на нанокристаллической ленте ГАММАМЕТ 412А толщиной 25 мкм, визуализированные с помощью МОИП (а) и магнитной жидкости (б).

5.5. Магнитооптический контроль миниатюрных постоянных магнитов

Как было показано в главе 2, магнитооптические индикаторные плёнки позволяют топографировать неоднородные магнитные поля, локализованные или резко изменяющиеся в областях пространства с характерными размерами порядка единиц микрометров.

В настоящей работе были проведены магнитооптические исследования распределений намагниченности и рабочего поля роторов для миниатюрных трёхфазных двигателей и микротурбин. Предварительно проделанные с помощью дискретных датчиков Холла измерения оказались неэффективными из-за малой разрешающей способности, длительности процесса сканирования и невозможности получения информации о магнитной структуре поверхности роторов.

Исследовались 30-полюсные сплошные роторы с внешним диаметром 8 мм и толщиной 450 мкм. Роторы вырезались с помощью программируемого электроискрового станка из массивных постоянных магнитов из сплава Recoma 25. Для намагничивания роторов была изготовлена импульсная намагничающая система с пятнадцатью наконечниками из сплава FeCo (пермендюр), имеющим индукцию насыщения около 2,4 Т. Аксиальное знакопеременное намагничивание проводилось в два этапа: сначала намагничивались в одну сторону все нечётные полюса, затем ротор поворачивался в намагничающей системе вокруг своей оси на 12° и импульсом тока противоположного направления намагничивались все чётные полюса. Такая технология намагничивания была принята потому, что из-за малости размеров одновременное намагничивание всех полюсов было затруднительно.

Магнитная структура поверхности роторов изучалась с помощью полярного эффекта Керра. Для изучения распределения рабочего поля на разных расстояниях от поверхности применялись одноосные и планарные феррит-гранатовые МОИП.

На рисунке 5.14 представлена магнитооптическая визуализация поля ротора с помощью одноосной индикаторной плёнки, дающей общую качественную картину распределения поля в рабочем пространстве. Особенностью визуализации с помощью одноосных плёнок является зависимость формы образующихся в них доменных границ (ДГ) от значений градиента измеряемого поля $\beta = dB/dz$ (z - координата нормали к плоскости образца). При β меньше некоторого критического значения β_c возникает синусоидальная нестабильность ДГ, амплитуда и период которой зависят от β . Образование такой нестабильности у внутреннего круга ротора, представленного на рисунке 5.14, свидетельствует об уменьшении градиента поля в этой области. Градиент уменьшается также на участках с малыми радиусами кривизны, как показано на рисунке 5.15, представляющем собой увеличенный фрагмент рисунка 5.14.



Рисунок 5.14 – Визуализация рабочего поля ротора (внешний диаметр 8 мм) с помощью одноосной индикаторной плёнки на расстоянии 50 мкм от поверхности

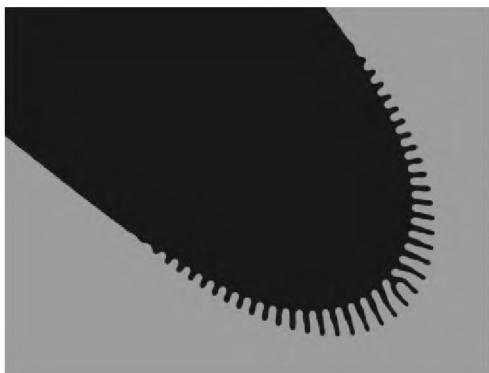


Рисунок 5.15 – Увеличенный фрагмент рисунка 5.14, иллюстрирующий развитие синусоидальной нестабильности при уменьшении градиента поля

Подводя итог, отметим, что в результате проведённого магнитооптического исследования выяснены особенности магнитного состояния опытных образцов миниатюрных многополюсных магнитов и создаваемого ими рабочего поля, что необходимо для оптимизации конструкции создаваемых на их основе микротурбин и генераторов нового поколения. Таким образом, контроль создаваемого многополюсными постоянными магнитами внешнего поля с помощью индикаторных плёнок даёт важную информацию, получение которой другими способами невозможно или затруднено.

Проводимые в последние годы интенсивные разработки микро- и наноэлектронных технологий обусловили также потребность в получении тонкоплёночных постоянных магнитов с высокими магнитными свойствами. Возможности препарирования миниатюрных образцов из массивных заготовок ограничены линейными размерами порядка сотен микрометров с отношением объём/поверхность порядка 20...35, поэтому усилия исследователей направлены на получение тонких плёнок и трёхмерных микро- иnanoструктур с использованием богатого арсенала современных технологий, включая электроосаждение, аэрозольное напыление, молекулярно-лучевую эпитаксию, импульсное лазерное, вакуумное и магнетронное распыление, разлив расплава на вращающийся диск и др.

В настоящей работе исследовались тонкие плёнки магнитов из сплавов на основе Nd-Fe-B на подложках из монокристаллического кремния, полученные методом магнетронного распыления. Выбор этого вида подложки

и метода напыления вызван стремлением создания процесса, совместимого с другими основанными на кремнии микроэлектронными технологиями.

Плёнки выращивались методом ионно-плазменного распыления в вакуумной камере при давлении аргона 0,7 Па. Основная мишень представляла собой отожжёный литой сплав состава Nd₁₅Fe₇₂B₁₃. В качестве дополнительной мишени для нанесения буферных и защитных слоёв использовался тантал чистотой 99,9%. Держатель подложки содержал резистивный подогреватель, температура которого контролировалась термопарой хромель-алюмель. Мишень Nd-Fe-B перед началом процесса распылялась в течение 30 минут для очистки от окислов. Плёнки тантала наносились со скоростью осаждения около 15 нм/мин., основной материал наносился со скоростью до 40 мкм/час. Для обеспечения роста кристаллитов и создания текстуры применялся кратковременный отжиг в вакуумной печи с инфракрасным нагревателем (галогеновые лампы с отражателем), обеспечивающим быстрый нагрев и охлаждение образца через 1-2 минуты после достижения заданной температуры. Плёнки были получены в лаборатории Л. Неля (Гренобль).

На рисунке 5.16 показано поперечное сечение композитной структуры плёнки Nd-Fe-B с буферным и защитным слоями тантала, нанесёнными на подложку из кремния, в которой методами микролитографии были созданы параллельные углубления прямоугольного профиля (снимок получен с помощью растрового электронного микроскопа). Период и амплитуда профиля менялись в пределах от 50 до 5 мкм. Эксперимент предпринят с целью изучения возможностей создания трёхмерных структур, необходимых для некоторых новых устройств адаптивной оптики, микропереключателей и линейных электроприводов.

Магнитные измерения показали, что основные параметры петель гистерезиса таких структур практически не отличаются от параметров сплошных плёнок. Картинам периодического распределения нормальной компоненты поля вблизи поверхности намагниченной профилированной

плёнки Nd-Fe-B представлены на рисунке 5.17.

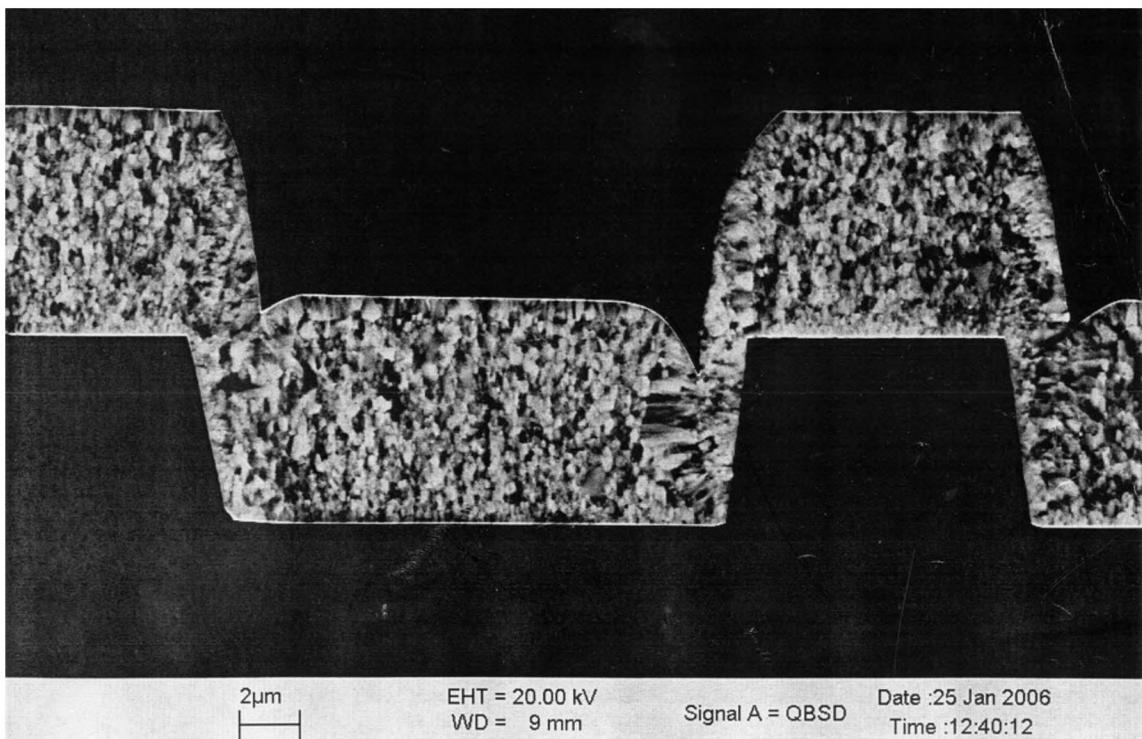


Рисунок 5.16 – Поперечное сечение профилированной кремниевой подложки с напылённой плёнкой Nd-Fe-B

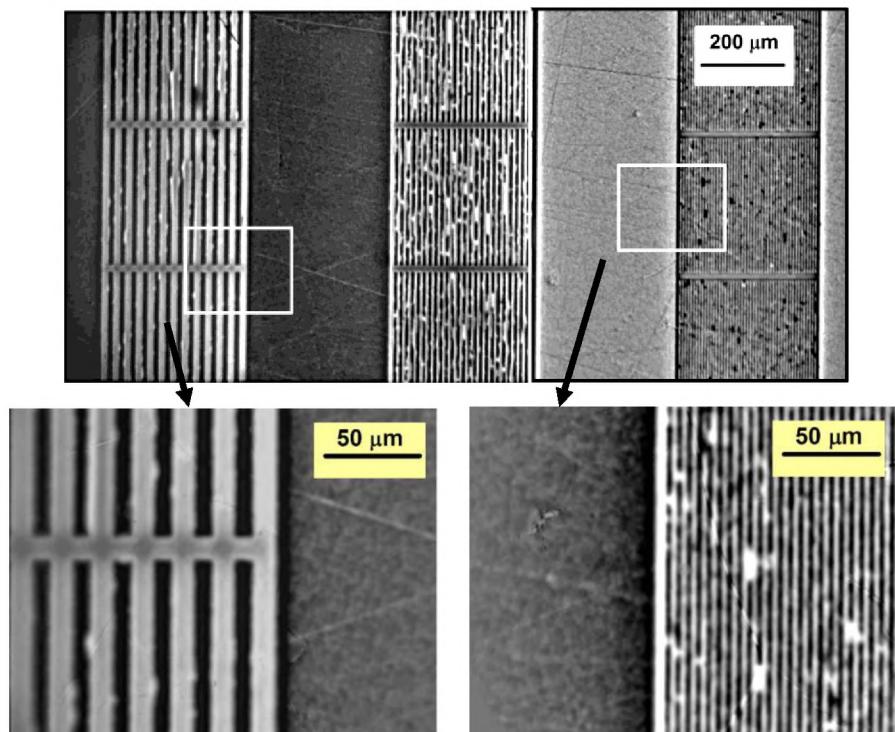


Рисунок 5.17 – Магнитооптическая визуализация распределения нормальной компоненты поля вблизи поверхности профилированной плёнки Nd-Fe-B, однородно намагниченной в направлении нормали к плоскости

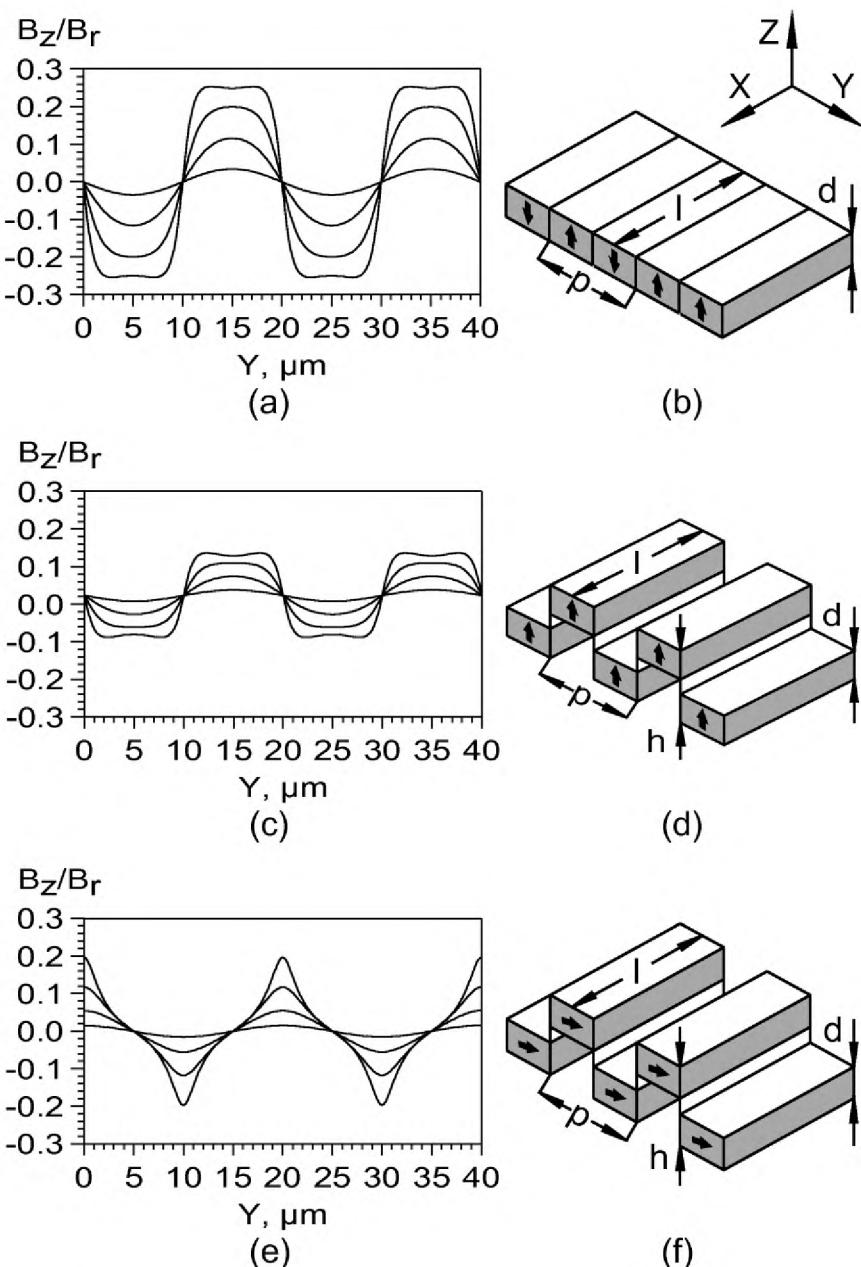


Рисунок 5.18 – Расчётное распределение B_z/B_r вдоль оси Y на расстояниях 1, 2, 4 и 8 мкм от поверхности профилированных плёнок Nd-Fe-B. [(a), (b)] – многополюсное намагничивание вдоль $\pm Z$, [(c), (d)] – однонаправленное намагничивание вдоль направления $+Z$, [(e), (f)] – однонаправленное намагничивание вдоль $+Y$. $d = 3.5$ мкм, $p = 20$ мкм, $h = 10$ мкм и $l = 100$ мкм.

На рисунке 5.18 представлены расчётные распределения внешнего поля для разных конфигураций профилированных плёнок Nd-Fe-B, а на рисунках 5.19 и 5.20 показано экспериментальное распределение B_z ,

реконструированное из полуточновых изображений, полученных с помощью планарной МОИП.

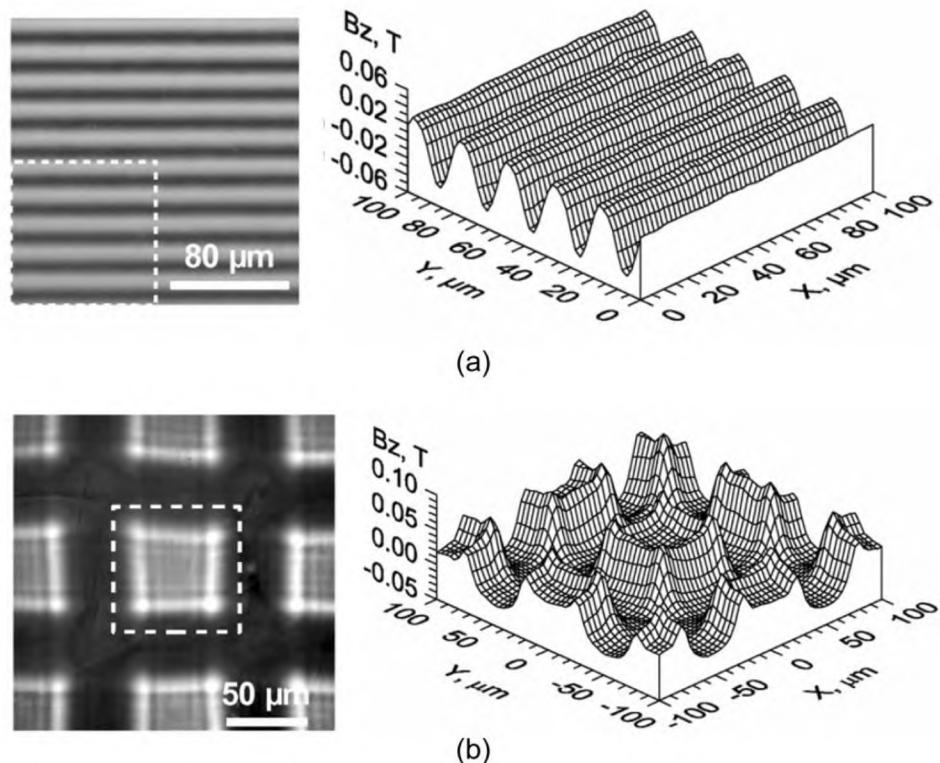


Рисунок 5.19 – Распределение нормальной компоненты поля 1D и 2D периодических плёночных структур Nd-Fe-B, найденное после обработки полуточновых изображения на планарной МОИП. (а) плёнка напылена на профилированную (шаг 10 мкм) подложку. (б) 2D распределение, полученное термомагнитной лазерной записью на плоскую подложку.

Рисунок 5.21 демонстрирует сравнение теоретически рассчитанного распределения B_z/Br магнитного поля на расстоянии 4 мкм от поверхности пленки Nd-Fe-B и изображение термомагнитно нанесенных квадратов 50×50 мкм, наблюдаемое с помощью планарной МОИП. На рисунке 5.22, B_z распределение магнитного поля образца Nd-Fe-B с термомагнитной записью квадратов 50×50 мкм построено из полуточнового магнитооптического изображения, полученного с помощью планарной МОИП.

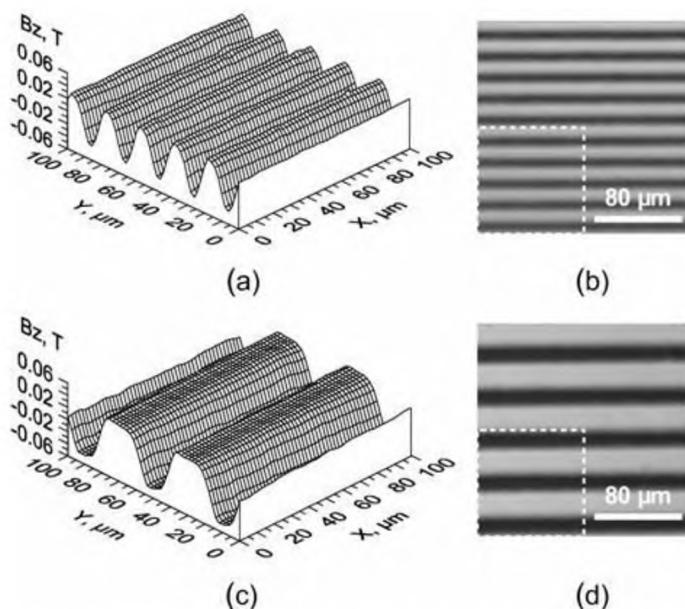


Рисунок 5.20 – B_z распределение [(a), (c)] однонаправленно намагниченной профилированной пленки Nd-Fe-B на расстоянии 4 $\mu\text{м}$ от поверхности, полученное после обработки полутонаовых изображений на планарной МОИП. Плёнки напылены на профилированную подложку с периодом 20 (а) и 40 (б) мкм.

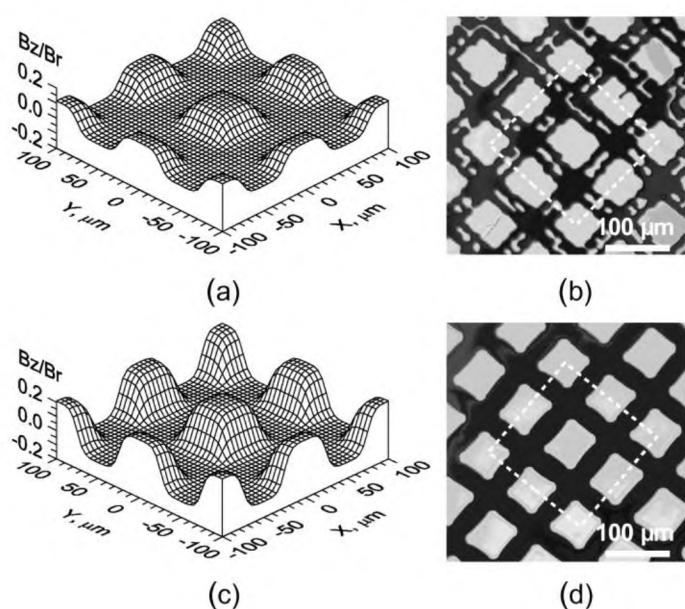


Рисунок 5.21 – Теоретически рассчитанное распределение B_z/B_r магнитного поля на расстоянии 4 мкм от поверхности пленки Nd-Fe-B и изображение термомагнитно нанесенных квадратов 50x50 мкм на планарной МОИП. Образец термически размагнечен [(а), (б)] или насыщен в противоположном z -направлению полем 7 Тл [(с), (д)] перед термомагнитной записью в z -направлении.

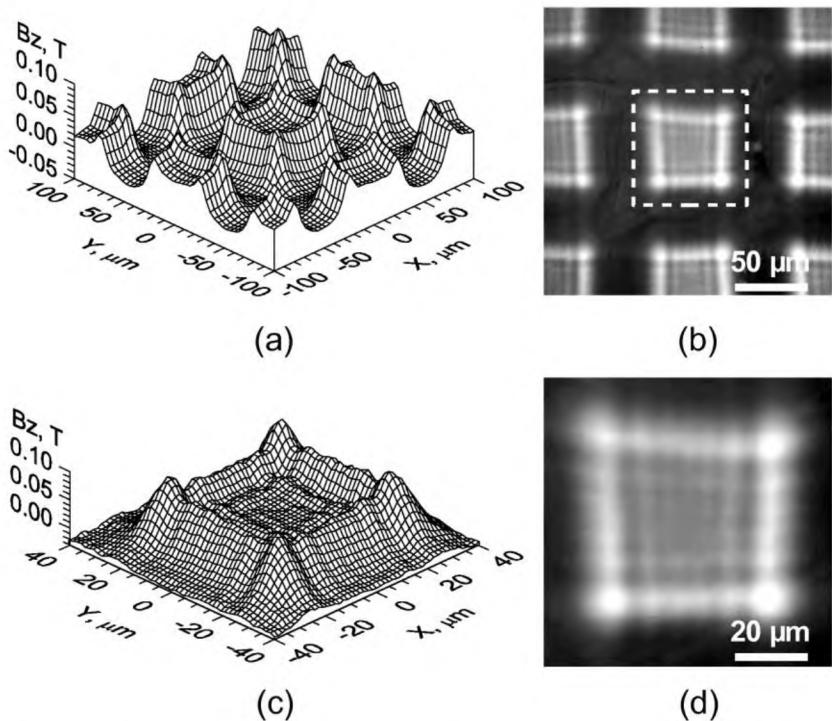


Рисунок 5.22. B_z распределение [(a), (c)] магнитного поля образца Nd-Fe-B с термомагнитной записью квадратов 50×50 мкм построенное из полуточнового магнитооптического изображения [(b), (d)], полученного с помощью планарной МОИП.

В качестве примера, на рисунках 5.23 и 5.24 показаны изображения магнитной записи на floppy диске и банковской карте, полученные на планарной МОИП.

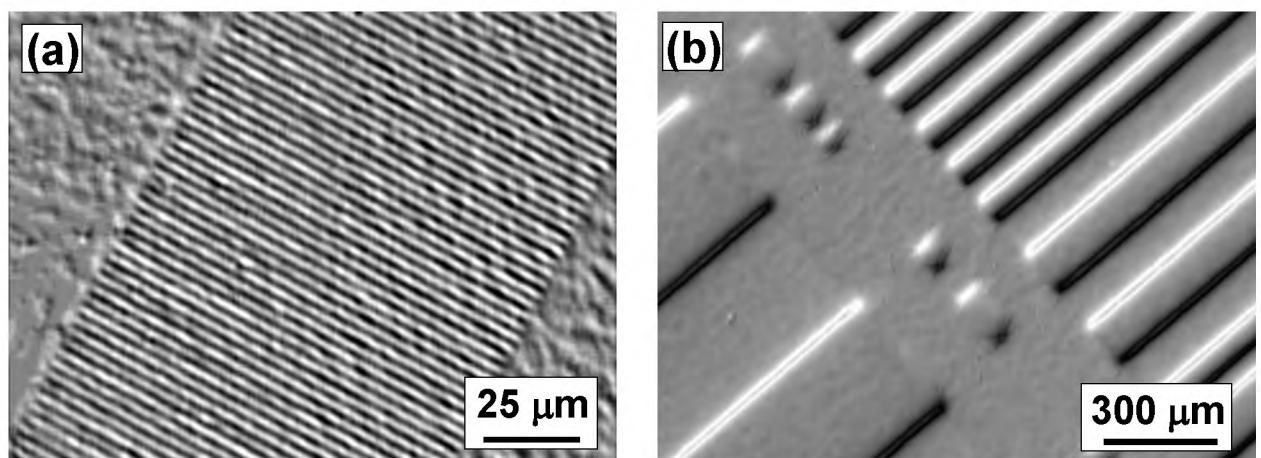


Рисунок 5.23 – Магнитная запись 3'' floppy диска и банковской карты, выявленные с помощью планарной МОИП

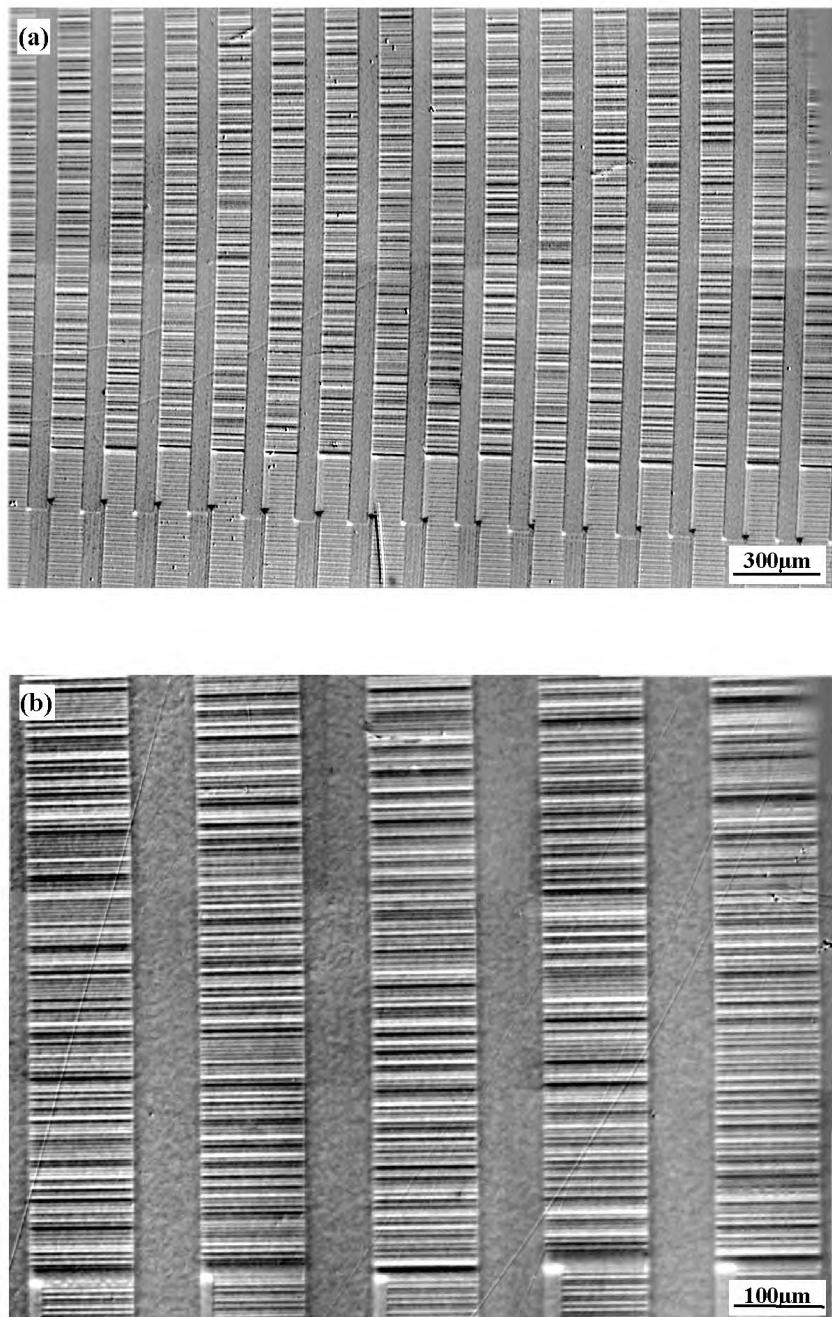


Рисунок 5.24 – Магнитная запись 3" floppy диска, выявленная с помощью планарной МОИП.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ВЫВОДЫ

Совокупность полученных результатов и положений диссертации составляет основу решения крупной научной проблемы по разработке физических основ и практической реализации новой комплементарной методологии определения и анализа механизмов эволюции мартенситной и магнитной доменной структуры при температурных воздействиях. Результаты, полученные в работе, развивают новый подход к исследованию магнитных материалов. Разработанная методология призвана способствовать поиску новых практически ценных функциональных материалов.

Основные научные результаты диссертации:

1. Разработана новая методология качественной и количественной оценки микрораспределения магнитных полей, основанная на магнитооптической визуализации с помощью твердотельных одноосных и планарных индикаторных сред.
2. Разработан и прошел апробацию метод неразрушающего контроля качества неферромагнитных токопроводящих материалов, использующий стробоскопическую визуализацию поля вихревых токов.
3. Предложен и реализован новый подход к получению качественных оптических изображений магнитных структур базирующийся на ориентационном магнитооптическом эффекте и эффекте двойного лучепреломления. Данный подход включает в себя цифровую регистрацию и обработку изображений и новые алгоритмы обработки информации с эффективным подавлением высокочастотных и низкочастотных шумовых составляющих, что позволяет осуществлять разделение магнитооптических эффектов, различающихся по симметрии.
4. Впервые получены экспериментальные результаты по спонтанным спин-ориентационным переходам в интерметаллических соединениях с анизотропией «лёгкая плоскость» $DyCo_{5.2}$, $TbCo_{5.1}$ и Sm_2Fe_{17} .
 - 1) Для соединений $DyCo_{5.2}$ и $TbCo_{5.1}$ данный переход является обратимым и осуществляется по схеме: одноосная фаза – угловая фаза

(посредством плавного вращения векторов намагниченности в исходных 180-градусных доменах и их деформации за счёт появления элементов гексагональной симметрии $L3$ и $L6$ без изменения топологической связности) – планарная фаза (посредством фрагментации доменов за счет деформации доменных границ и последующего перехода в состояние «лёгкая плоскость»).

- 2) Для соединений $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ азотирование в процессе нагрева приводит к необратимости спин-ориентационного фазового перехода от состояния с анизотропией «лёгкая плоскость» к анизотропии «лёгкая ось».
- 3) Доменная структура реальных образцов $\text{DyCo}_{5.2}$, $\text{TbCo}_{5.1}$ в состоянии с анизотропией «лёгкая плоскость» не имеет регулярной периодичности и определяется внутренними механическими напряжениями.
- 4) Соединения $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ имеют слоистые магнитостатически связанные доменные структуры, при которых оболочка малых частиц имеет одноосную регулярную доменную структуру, а сердцевина с анизотропией «лёгкая плоскость» обладает нерегулярной структурой, конфигурация которой в основном определяется локальными распределениями внутреннего магнитного поля.
5. Впервые осуществлены прямые одновременные наблюдения взаимосвязанных структур мартенситных и магнитных доменов в образцах ферромагнитных сплавов Гейслера, позволившие изучить статические конфигурации мартенситных доменов (двойников) и их изменения в ходе прямых и обратных мартенситных переходов моно-, поли и нанокристаллических образцов. В результате экспериментально продемонстрировано разнообразие взаимодействий между мартенситными двойниками, протекающих в ходе структурных переходов (ветвление, крестообразные пересечения, прослойки, торможение, фрагментация и др.).
6. Установлено, что взаимодействие границ мартенситных доменов с дефектами приводит к гистерезису и необратимым механическим и магнитным скачкам Баркгаузена. Таким образом, при проектировании

устройств с использованием эффекта памяти формы необходимо учитывать повышенное содержание структурных дефектов в поверхностных слоях образцов ферромагнитных сплавов Гейслера.

7. Показано, что взаимосвязь мартенситной и магнитной доменных структур обусловлена тем, что мартенситные домены обладают внутренней структурой 180-градусных магнитных доменов с направлениями лёгкого намагничивания вдоль c -осей тетрагональной мартенситной фазы. В результате 180-градусные магнитные домены соседних 90-градусных мартенситных доменов находятся в обменной и магнитостатической связи, образуя непрерывную кооперированную модулированную сверхструктуру, в которой границы мартенситных доменов одновременно являются 90-градусными магнитными доменными границами.
8. В результате апробации методики визуализации динамики доменной структуры на ферримагнитных редкоземельных соединениях с точкой компенсации была продемонстрирована возможность их практического применения для управления абсолютными значениями и направлением магнитного потока в разнообразных магнитных устройствах.

**Основное содержание диссертации опубликовано в следующих журналах
рекомендованных ВАК**

- А1. Шур Я.С., Ермаков А.Е., Иванов О.А., Гречишкін Р.М. Магнитные свойства монокристальных порошков никеля // Физика металлов и металловедение. –1972. –Т.33. –Вып.3.– С.558–563.
- А2. Сергеев В.В., Ермолин В.И., Гречишкін Р.М., Булыгина Т.И., Сальковский Ф.М., Сёмин В.П., Башков Ю.Ф. Исследование процессов изготовления постоянных магнитов из интерметаллических соединений РЗМСо₅ // Электротехн. пром. Сер. Электротехн. матер. –1972. –Вып.2. – №19. –С.14–17.
- А3. Гречишкін Р.М., Гогін В.П., Башков Ю.Ф. Влияние дислокаций на скорость перемагничивания магний-марганцевых ферритов // Изв. вузов. Физика. –1973. –№9. –С.155–156.
- А4. Гогін В.П., Гречишкін Р.М., Марьин Г.А. К вопросу импульсного перемагничивания ферритов с ППГ // Изв.вузов. Физика. –1973. –№10. – С.134–136.
- А5. Гречишкін Р.М., Э.А.Савіна, Лагутін А.Е., Мишин Д.Д. Магнитное последействие в сплавах самария с кобальтом и медью // Изв. вузов. Физика. –1973. –№9. –С.125–126.
- А6. Ненаст'єв В.П., Гречишкін Р.М., Рудяк В.М. Гистерезис перемагничивания и эффект Баркгаузена в монокристаллах ортоферритов // Физ. твёрдого тела. –1975. –Т.17. –Вып.2. –С.592–594.
- А7. Сюткін П.Н., Гречишкін Р.М. Приспособлення для іонного утончения образцов для электронной микроскопии // Заводская лаборатория. –1975. –Т.40.– №9. –С.1128–1129.
- А8. Васьковский Ф.А., Гречишкін Р.М., Полищук А.І. Установка для определения характеристик высококоэрцитивных материалов в открытой магнитной цепи // Изв. вузов. Электромеханика. –1975. –№11. –С.1190–1193.

- A9. Разорёнов Г.В., Васьковский Ф.А., Гречишкін Р.М., Лукін А.А. Малогабаритный генератор мощных импульсов // Приборы и техника эксперимента. –1976. –№2. –С.96.
- A10. Гречишкін Р.М., Бирюков В.С., Ашметков А.С. Гигантские скачки Баркгаузена в кристаллах гадолиний-кобальт-медь // Изв. АН СССР. Сер. физ. –1981. – Т.45. –№9. –С.1683–1686.
- A11. Sementsov D.I., Grechishkin R.M. Light diffraction by stripe domain structures in magnetic crystals // Physica status solidi (a). –1988. –V.110. – P.259–267.
- A12. Grechishkin R.M., Sementsov D.I. Polarization characteristics and magneto-optic diffraction efficiency at oblique light incidence // Czech.Journ.Physics. – 1989. –V.B39. –P.1413–1422.
- A13. Гречишкін Р.М., Зубков Ю.Н., Семенцов Д.І. Дифракція світла на полосової доменій структурі з волнистими доменними границями // Письма в ЖТФ. –1989. –Т.15. –Вып.9. –С.45–50.
- A14. Sementsov D.I., Grechishkin R.M., Zubkov Yu.N. Magneto-optic diffraction by a stripe domain structure with wavy walls // J.Phys.D:Appl.Phys. –1991. – V.24. –P.2210–2214.
- A15. Grechishkin R.M., Y.G.Pastushenkov, Afanasieva L.E. Surface domain structure and local demagnetizing field in Nd-Fe-B permanent magnets // Physica status solidi(a). –1994. –V.142. –P.K41–K45.
- A16. Grechishkin R.M., Afanasieva L.E., Pastushenkov Y.G., Maksimov N.N. Analysis of a linear position sensor with a Hall effect element // Meas. Sci. Technol. –1994. –V.5. –P.853–860.
- A17. Grechishkin R.M., Pastushenkov Y.G., Shipov A.V., Afanasieva L.E. Thermal remagnetization effect in RE-Fe-B permanent magnets // Journ.Magn.Magn.Mat. –1995. –V.140–144. –P.1103–1104.
- A18. Гречишкін Р.М., Пастушенков Ю.Г., Шипов А.В., Ільяшенко С.Е. Термическое намагничивание в постоянных редкоземельных магнитах // Известия РАН. Металлы. –1996. –№4. –С.117–121.

- A19. Goosev M.Yu., Grechishkin R.M., Il'yashenko S.E., Neustroev N.S. High resolution sensitive magnetooptic ferrite-garnet films with planar anisotropy // J.Magn.Magn.Mater. –1996. –V.157/158. –P.305–306.
- A20. Grechishkin R.M., Suponev N.P., Lyakhova M.B., Pushkar Ju.E. Angular dependence of coercive field in (SmZr)(CoCuFe) alloys // J.Magn.Magn.Mater. –1996. –V.157/158. –P.376–377.
- A21. Grechishkin R.M., Malyshkina O.V., Soshin S.S. Ferroic domain structure observation in polarized light using image processing techniques // Ferroelectrics. –1999. –V.222. –P.215–220.
- A22. Гречишkin Р.М., Малышкина О.В., Сошин С.С. Цифровая регистрация и обработка поляризационно-оптических изображений доменной структуры. // Измерительная техника. –1999. –Т.11. –C.26–28.
- A23. Гусев М.Ю., Гречишkin Р.М., Козлов Ю.Ф., Неустроев Н.С. магнитооптическая визуализация магнитного поля с помощью монокристаллических пленок ферритов-гранатов // Изв. Вузов. Материалы электронной техники. –2000. –№1. –C.27–37.
- A24. Grechishkin R.M., Malyshkina O.V., Prokofieva N.B., Soshin S.S. Effect of domain structure realignment on the pyroelectric current temperature dependence in gadolinium molybdate crystals // Ferroelectrics. –2001. –V.251 (1-4). –P.207–212.
- A25. Korpusov O.M., Grechishkin R.M., Breczko T., Goosev M.Yu., Neustroev N.S. Magnetooptic visualization of magnetic field microdistributions: Principles and applications for NDT of smart structures and materials // Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering. – 2002. –No.5127. –P.140–142.
- A26. Малышкина О.В., Гречишkin Р.М., Сошин С.С., Мишина М.А. Цифровой анализ поляризационно-оптических изображений доменной структуры двуосных кристаллов молибдата гадолиния // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. –2002. – №.11. –C. 99–103.

- A27.Grechishkin R.M., Koledov V.V., Shavrov V.G., Dikshtein I.E., Khovailo V.V., Takagi T., Buchelnikov V.D., Taskaev S.V. Martensitic and magnetic domain structures in polycrystalline shape memory alloys Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga // International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics. –2004. – No.19 (1–4). –P.175–178.
- A28.Korpusov O.M., Grechishkin R.M., Koledov V.V., Khovailo V.V., Takagi T., Shavrov V.G. Simultaneous magnetooptic observation and thermomagnetic analysis of phase transitions in shape-memory Ni-Mn-Ga alloys // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. –2004. –V. 272–276 (III). –P.2035–2037.
- A29.Борисенко И.Д., Гречишкін Р.М., Коледов В.В., Красноперое Е.П., Ли Я., Ховайло В.В., Худавердян Т.О., Шавров В.Г., Цзян Ч. Структура, магнитные и термомеханические свойства сплава Гейслера Ni_{2.14}Mn_{0.81}Fe_{0.05}Ga // Известия Российской академии наук. Серия физическая. –2005. –Т. 69. –№ 4. –C.570–572.
- A30.Albertini F., Besseghini S., Bugaev A.S., Grechishkin R.M., Koledov V.V., Paresi L., Pasquale M., Shavrov V.G., Yulenkova D.S. Melt-spun ribbons of shape-memory ferromagnets: Structure, magnetic and thermomechanical behavior and prospects for application in the sensor and actuator technology // Journal of Communications Technology and Electronics. –(2005). –50 (6). – P.638–646.
- A31.Weisheit M., Bonfim M., Grechishkin R., Barthem V., Fahler S., and Givord D. Magnetization Reversal of Highly Coercive FePt Examined With Pulsed Microcoils // IEEE Transactions on magnetics. –2006. –V.42. –No.10. –P. 3072–3074.
- A32.Grechishkin R.M., Kustov, M.S., Cugat, O., Delamare, J., Poulin, G., Mavrudieva, D., Dempsey, N.M. Thermoreversible permanent magnets in the quasibinary GdCo 5-xCux system // Applied Physics Letters. –2006. –V.89. – No.12. art. no. 122505.

- A33. Mavrudieva D., Voyant J.Y., Delamare J., Poulin G., Dempsey N.M., Grechishkin R. Contactless Harmonic Detection of Magnetic Temperature Sensor // Sensor Lett. –2007. –No.5. –P.315–318.
- A34. Бречко Т., Залетов А.Б., Быков Д.С., Лебедев Г.А., Захаров Д.И., Ильяшенко С.Е., Коледов В.В., Гречишкін Р.М. Магнитные свойства и структура моно-, поли-, и нанокристаллических сплавов Гейслера. Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). –2007. –№ ОВ 2. –С.127–137.
- A35. Гречишкін Р.М., Гусев М.Ю., Чигиринский С.А., Ильяшенко С.Е., Афанасьева Л.Е., Мамкина Н.О. Магнитооптические твердотельные индикаторные среды и их технические применения. Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). –2007. –№ ОВ 2. –С.99–110.
- A36. Бурханов Г.С., Афанасьева Л.Е., Быков Д.А., Гречишкін Р.М., Сошин С.С. Термоуправляемые магнитные материалы и их применение // Перспективные материалы. –2008. Спец. выпуск, март. –С. 106–111.
- A37. Чигиринский С.А., C. N'dao, Кустов М.С., Сошин Ч.С.С., N.M. Dempsey, Гречишкін Р.М. Топографирование магнитных полей профилированных тонкопленочных постоянных магнитов для МЭМС // Перспективные материалы. –2008. Спец. выпуск, март. –С. 112–116.
- A38. Grechishkin R, Chigirinsky S., Gusev M., Cugat N. Dempsey N.M. Magnetic Imaging Films. // In B. Azzerboni et. Al. (eds.) Magnetic Nanostructures in Modern Technology. Springer, –2008. –P. 195–224.
- A39. Walther A., Marcoux C., Desloges B., Grechishkin R., Givord D., Dempsey N.M.. Micro-patterning of NdFeB and SmCo magnet films for integration into micro-electro-mechanical-systems // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. –2009. –V.321. –Issue 6. –P.590–594.
- A40. Profijt H.B., Pigot C., Reyne G., Grechishkin R.M., Cugat O. Stable diamagnetic self-levitation of a micro-magnet by improvement of its magnetic

gradients // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. –2009. –321 (4). – P.259–262.

A41.Chigirinsky S., Kustov M., Grechishkin R., Dempsey N., Ndao C. Calculations and measurements of the magnetic field of patterned permanent magnetic films for lab-on-chip applications. // Reviews on Advanced Materials Science. – 2009. –T.20. –№1. –C.85–91.

A42.Breczko T., Ilyashenko S., Bykov D., Korpusov O., Grechishkin R., Bramowicz M. Thermomagnetic analysis and domain structure in the phase transition region of ni-mn-ga and co-ni-ga shape memory alloys // Reviews on Advanced Materials Science. –2009. –T. 20. –№1. –C.101–106.

A43.Гречишкін Р.М., Ільяшенко С.В., Істомін В.В., Калашников В.С., Коледов В.В., Кучин Д.С., Лега П.В., Лучинін В.В., Перов Е.П., Савенко А.Ю., Шавров В.Г., Шеляков А.В. Двостороння пам'ять форми в нанорозмірному зразку сплава $Ti_{49.5}Ni_{25.5}Cu_{25.0}$ з частично упорядоченою структурою // Знання Української академії наук. Серія фізическая. – 2009. –T.73. –№8. –C.1138–1140.

A44. Бречко Т.М., Гречишкін Р.М., Ільяшенко С.Е., Нелаєв В.В., Брамович М., Корпусов О.М. Структура і властивості ферроіков семейства $Ni_{2+x+y}Mn_{1-x}Ga_{1-y}$ // Фізика твердого тела. –2010. –T.52. –№1. –C.97–99.

A45.BreczkoT.M., GrechishkinR.M., IlyashenkoS. E., NelaevV. V., DovzhikK.N., KorpusovO.M. Martensitic and Magnetic Domain Structures of Ferroics of the Ni–Mn–Ga and Co–Ni–GaFamilies // Physics of the Solid State. –2010. –52. – No.1. –P.101–104.

A46.Dumas-Bouchiat F., Zanini L.F., Kustov M., Dempsey N.M., Grechishkin R., Hasselbach K., Orlianges J.C., Champeaux C., Catherinot A., Givord D. Thermo-magnetically patterned micromagnets // Applied Physics Letters. – 2010. –V 96. – P. 102511 (3)

A47.Grechishkin R.M., Kaplunov I.A , Ilyashenko S.E., Lebedev G.A., Malyshkina O.V., Mamkina N.O., Zalyotov A.B. Magnetoelectric effect in

Metglas-piezoelectric macrofiber composites // Ferroelectrics. –2011. –V.424. –P.45–51.

- A48. Afanas'eva L.E., Barabonova I.A., Zorenko P.O., Yakovlev I.A., Grechishkin R.M., Grezhev A.N. and Grezhev N.V. Laser welding in external electrical and magnetic field // Welding International –2013. –Vol.27. –No.7. – P.545–547.
- A49. Golovnin V.A., Kaplunov I.A., Ivanova A.I. and Grechishkin R.M. . Engineering aspects of multilayer piezoceramic actuators // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineerin. –2013. –V.49. –12033 (1–4).
- A50. Iwasieczko W., Pankratov N.Yu., Tereshina E.A., Nikitin S.A., Tereshina I.S., Skokov K.P., Karpenkov A.Yu., Grechishkin R.M., Drulis H. Changes in magnetic state of $Y_2(Fe,Mn)_{17}-H$ systems: regularities and potentialities // Alloys and compounds. –2014.–Vol.587. –P.739–746.

Патенты на изобретения

1. Способ определения параметров тонких магнитных пленок. Афанасьева Л.Е., Гречишкін Р.М., Федичкін Г.М., Шленов Ю.В. патент на изобретение RUS 2047183
2. Способ изготовления порошкового текстуированного магнита. Афанасьева Л.Е., Гречишкін Р.М., Первухин К.І., Егоров С.М. патент на изобретение RUS 2015857
3. Способ получения постоянных магнитов на основе редкоземельных металлов. Афанасьева Л.Е., Гречишкін Р.М., Первухин К.І., Егоров С.М. патент на изобретение RUS 2015848
4. Магнитополярископ. Третьяков С.А., Гречишкін Р.М., Гасанов О.В. патент на полезную модель RU 142029 U1
5. Актуатор, система актуаторов и способ его изготовления. Гречишкін Р.М., Коледов В.В., Королев А.В., Коуров Н.И., Красноперов Е.П., Лебедев Г.А., Пушин В.Г., Тулайкова А.А., Ховайло В.В., Шавров В.Г. патент на изобретение RUS 2305874
6. Электродинамический преобразователь. Афанасьева Л.Е., Гречишкін Р.М., Мухин И.А., Щербаков В.В. патент на изобретение RUS 2038679

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Acet M., Manosa L., & Planes A. Magnetic-field-induced effects in martensitic Heusler-based magnetic shape memory alloys // Handbook of Magnetic Materials. –2011. –19. – P. 231–289.
- Albertini F., Morellon L., Algarabel P.A. et al. Magnetoelastic effects and magnetic anisotropy in Ni₂MnGa polycrystals // Appl. Phys. –2001. –Vol.89. – No. 10. –P. 5614–5617.
- Aliev A.M., Batdalov A.B., Kamilov I.K., Koledov V.V., Shavrov V.G., Buchelnikov V.D., García J., Prida V.M. and Hernando B. Magnetocaloric effect in ribbon samples of Heusler alloys Ni–Mn–M (M= In, Sn) // Applied Physics Letter. –2010. –97(21). –P.212505.
- Antonini B., D'Angelo S., Foco A., Maturi B., Paroli P. An easy axis monitor for the detailed study of spin transitions. Application to ErFeO₃ and Er₃Fe₅O₁₂ // IEEE Trans. Magn. –1982. –V.18. –P.1562–1564.
- Baltes G.P., Popovic R.S. Integrated semiconductor magnetic field sensors // Proc. IEEE. –1986. –V.74. –P.1107–1132.
- Borisenko I.D., Koledov V.V., Khovailo, V. V., Shavrov, V. G. Martensitic and magnetic phase transitions in ternary ferromagnetic alloys Ni–Mn–Ga // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. –2006. –V.300. –№.1. –P.E486-e488.
- Bozhko A.D., Vasil'ev A.N., Khovailo V.V. et al. Phase transitions in the ferromagnetic alloys Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga // Jetp. Lett. –1998. –V. 67. –No.3. –P.227–232.
- Buchel'nikov V. D. Vasiliev A. N., Koledov V. V., Taskaev S. V., Khovaylo V. V. E., & Shavrov V.G. Magnetic shape-memory alloys: phase transitions and functional properties // Physics-Uspekhi. –2006. –T. 49. –№. 8. –P.871–877.

Buchelnikov V.D., Sokolovskiy V.V. Magnetocaloric effect in Ni-Mn-X (X= Ga, In, Sn, Sb) Heusler alloys // The Physics of Metals and Metallography. – 2011. – 112. – 7. –P.633–665.

Buchelnikov V., Sokolovskiy V.V., Taskaev S.V. and Entel P. December. Theoretical Modeling of Magnetocaloric Effect in Heusler Ni-Mn-In Alloy by Monte Carlo Study // Materials Science Forum. –2009. –Vol.635. –P.137–142.

Cesari E., Chernenko V.A., Kokorin V.V. et al. Internal friction associated with the structural phase transformation in Ni-Mn-Ga alloys // Acta Mater. –1997. – Vol.45. –No.3. –P. 999–1004.

Chen D.X., Skumryev V., Kronmuller H. AC susceptibility of a spherical Nd₂Fe₁₄B single crystal // Phys. Rev. B. –1992. –V.46. –P.3496–3505.

Cherechukin A.A., Dikshtein I.E., Ermakov D.I. et al. Shape memory effect due to magnetic field-induced thermoelastic martensitic transformation in polycrystalline Ni-Mn-Fe-Ga alloy // Ph. Let. A. –2001. –No.291. –P.175–183.

Cherechukin A.A., Takagi T., Matsumoto M. and Buchel'Nikov V.D. Magnetocaloric effect in Ni 2+ x Mn 1– x Ga Heusler alloys // Physics Letters A. –2004. –326(1). –P.146–151.

Chernenko V. Effect of magnetic field on phase transformation in MnAs and Ni₂MnGa compounds / L'vov V., Cesari E., McCormick P. // Mat. Tr. JIM. 2000. Vol. No. 8. P. 928-932.

Chernenko V.A., Amengual A., Cesari E., Kokorin V.V., and Zasimchuk I.K. Thermal and magnetic properties of stress-induced martensites in Ni-Mn-Ga alloys // J. Phys. IV France 5 –1995. P.2–95.

Chernenko V.A., Cesari E., Kokorin V.V., Vitenko I.N. The development of new ferromagnetic shape memory alloys in Ni-Mn-Ga system // Scripta Metal. – 1995. –33. –P.1239.

Chernenko V.A., Kokorin V.V., Vasil'ev A.N., and Savchenko Yu.I. The behavior of the elastic constants at the transformation between the modulated phases in Ni₂MnGa // Phase Transitions. –1993. –V.43. –P.187.

Chopra H.D., Ji C., Kokorin V.V. Magnetic-field-induced twin boundary motion in magnetic shape-memory alloys // Phys. Rev. B. –2000. –Vol. 61. –No.22. –P. 14913–14915.

Chu S.-Y., Cramb A., Graef M.De, Laughlin D., McHenry M.E. The effect of field cooling and field orientation on the martensitic phase transformation in a Ni₂MnGa single crystal // J. Appl. Phys. –2000. –V. 87. –P. 5777.

Coey J.M.D., Hong Sun. Improved magnetic properties by treatment of iron-based rare-earth intermetallic compounds in ammonia // J. Magn. Magn. Mater. –1990. – 87. – L251–L254.

Coey J.M.D., Hurley D.P.F. New interstitial rare-earth iron intermetallics produced by gas phase reaction // J. Magn. Magn. Mater. –1992. –104–107. – P.1098–1101

Craik D.J. The measurement of magnetization using Hall probes // J. Phys. E: Sci. Instr. –1968. –V.1. –P.1193–1196.

Dikstein I., Koledov V., Shavrov V., Tulaikova A., Cherechukin A., Buchelnikov V. Phase transitions in intermetallic compounds Ni-Mn-Ga with shape memory effect // IEEE Trans. Magn. –1999. –V.35. –P. 3811–3813.

Endo K., Ooiwa K., Shinogi A. Structural phase transitions and magnetism in Ni₂Mn_{1-x}V_xGa and (Co_{1-y}Ni_y)₂NbSn // J. Magn. Magn. Mater. –1992. –V.104–107. –P. 2013.

Enkovaara J., Ayuela A., Nordström L., Nieminen R. M. Magnetic anisotropy in Ni₂MnGa // Phys. Rev. B. –2002. –Vol.65. –P.134422.

Enoch R.D., Jones M.E. Optical measurement of magnetic anisotropy in magnetic bubble materials // J. Phys. E.: Sci. Instr. –1974. –V.7. –P.334–336.

Entel P., Buchelnikov V.D., Khovailo V.V., Zayak A.T., Adeagbo W. A., Gruner M.E., Wassermann E. F. Modelling the phase diagram of magnetic shape memory Heusler alloys // Journal of Physics D: Applied Physics. –2006. –V.39. –№.5. –P. 865.

Ermolenko A.S., Korolyov A.V., Rozhda A.F. Magnetic properties and magnetic reversal peculiarities of single crystals of R(Co_{1-x} Ni_x)_s compounds // IEEE Trans. Magn. –1977. –V.13. –P.1339–1341.

Eschenfelder A.H. Magnetic Bubble Technology // Berlin-Heidelberg-New York: Springer Verlag. –1980. –320 p.

Fletcher R., Gerschenfeld N.A. Remotely interrogated temperature sensors based on magnetic materials // IEEE Trans. Magn. –2000. –V.36. –P.2794–2795.

Fowler C.A. and Fryer E.M. Magnetic domains in cobalt by the longitudinal Kerr effect // Phys. Rev. –1954. –V.95. –P.564–565.

Freeman M.R., Choi B.C. Advances in magnetic microscopy // Science. –2001. –V.294.– P.1484 (8).

Freeman M.R., Hiebert W.K. Stroboscopic microscopy of magnetic dynamics // Spin Dynamics in Confined Magnetic Structures I. – 2002. – P. 93-126.

Fritsh G., Kokorin V.V., Chernenko V.A., Kempf A., Zasimchuk I.K. Martensitic transformation in Ni-Mn-Ga alloys // Phase Transitions. –1996. –V. 57. –P.233–240.

Gan'shina E.A. et al. Magneto-optical spectroscopy of diluted magnetic oxides TiO₂–δ: Co // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. –2009. V.321. – №.7. P. 723–725.

Gan'shina E., Loshkareva N., Sukhorukov Y., Mostovshchikova E., Vinogradov A., Nomerovannaya L. Optical and magneto-optical spectroscopy of manganites // Journal of magnetism and magnetic materials. –2006. –V.300. – №.1. –P.62–66.

Ge Y., Heczko O., Soderberg O., Hannula S.-P. Direct optical observation of magnetic domains in Ni–Mn–Ga martensite // Appl. Phys. Lett. –2006. –V. 89. – P.082502.

Ge Y., Heczko O., Soderberg O., Lindroos V.K. Investigation of magnetic domains in Ni–Mn–Ga alloys with a scanning electron microscope // Smart Mater. Struct. –2005. –V.14. –P.S211–S215.

Ge Y., Heczko O., Soderberg O., Lindroos V.K. Various magnetic domain structures in a Ni–Mn–Ga martensite exhibiting magnetic shape memory effect // J. Appl. Phys. –2004. –V.96. –P.2159–2163.

Geday M.A., Kaminsky W., Lewis J.G., Glazer A.M. Images of absolute retardance $L \cdot \Delta n$ using the rotating polarizer method // J. Microscopy. –2000. – V.198. –P.1–9.

Glazer A.M., Lewis J.G., Kaminsky W. An automatical optical imaging system for birefringent media // Proc. Roy. Soc. (London). –1996. –V.A452. –P.2751–2765.

Granovskii A.B., Gan'shina E.A., Yurasov A.N., Boriskina Y.V., Yerokhin S.G., Khanikae A.B., Sukhorukov Y.P. Magnetorefractive effect in nanostructures, manganites, and magnetophotonic crystals based on these materials // Journal of Communications Technology and Electronics. –2007. –V.52. –№. 9. –P.1065–1071.

Heczko O., Lanska N., Soderberg O., Ullakko K. Temperature variation of structure and magnetic properties of Ni-Mn-Ga magnetic shape memory alloys // J. Magn. Magn. Mater. –2002. –V. 242–245. –P.1446–1449.

Heczko O., Sozinov A., Ullakko K. Giant field-induced reversible strain in magnetic shape memory NiMnGa alloy // IEEE Trans. Magn. –2000. –V.36. –P. 3266–3268.

Heczko O., Straka L., Lanska N., Ullakko K., Enkovaara J. Temperature dependence of magnetic anisotropy in Ni-Mn-Ga alloys exhibiting giant field-induced strain // J. Appl. Phys. –2002. –V.91. –P.8228–8230.

Hosoda H., Sugimoto T., Ohkubo K. et al. Characterization of phase transformations, long range order and thermal properties of Ni₂MnGa alloys // Int. J. Appl. Electromagn. Mech. –2000. –V.12. –P.9–17.

Hubert A., Schafer R. Magnetic Domains // Springer Verlag. –1998. – 568 c.

Inoue S., Hyde W.L. Studies on depolarization of light at microscope lens surfaces // J. Biophys. Biochem. Cytol. –1957. –V.3. –P.831–838.

Iriyama T., Kobayashi K., Imaoka N., Fukuda T. Effect of nitrogen on magnetic properties of Sm₂Fe₁₇N_x (0<x<6) // IEEE Trans Magn. –1992. –V.28. –No.5. – P.2326–2331.

Ivanova T.I., Pastushenkov Y.G., Skokov K.P., Telegina I. V., & Tskhadadze, I. A.. Spin-reorientation transitions and magnetic anisotropy in TbFe_{11-x}Co_xTi compounds // Journal of alloys and Compounds. –1998. –280.1. –P.20–25.

Kamantsev A.P., Koledov V.V., Shavrov V.G., Tereshina I.S. . Thermodynamic and Relaxation Processes near Curie Point in Gadolinium // arXiv preprint arXiv:1404.5648. 2014.

Katayama T, Ohkoshi M., Koizumi Y, Shibata T., Tsushima T. Magnetization reversal in GdCo₅ single crystals //Appl. Phys. Lett. – 1976. –V.28. –P.635–637.

Khovailo V.V. et al. Magnetic properties and magnetostructural phase transitions in Ni $2+x$ Mn $1-x$ Ga shape memory alloys // Physical Review B. –2004. – V.70. –№.17. –P.174413.

Khovailo V.V., Takagi T., Bozhko A.D. et al. Premartensitic transition in $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ Heusler alloys // J. Phys.: Condens. Matter. –2001. –No13. – P.9655–9662.

Khovaylo V.V., Skokov K.P., Koshkid'ko Y.S., Koledov V.V., Shavrov V.G., Buchelnikov V.D., Vasiliev A.N.. Adiabatic temperature change at first-order magnetic phase transitions: Ni 2.19 Mn 0.81 Ga as a case study // Physical Review B. –2008. –V.78. –№.6. –P.060403.

Kokorin V., Chernenko V.A., Val'kov V.I., Konoplyuk S.M., Khapalyuk E.A. Magnetic transformations in Ni_2MnGa compound // Sov. Phys. Solid State. – 1995. –V.37. –P.2049.

Kokorin V.V., Martynov V.V., and Chernenko V.A. Stress-induced martensitic transformations in Ni_2MnGa // Scripta Metal. –1992. –26. –P175.

Kooy C., Enz U. Experimental and theoretical study of the domain configuration on thin layers of $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ // Philips Res. Repts. –1960. –V.15. –P.7–29.

Krutyanskiy V.L., Kolmychek I.A., Gan'shina E.A., Murzina T.V., Evans P., Pollard R., Zayats A. Plasmonic enhancement of nonlinear magneto-optical response in nickel nanorod metamaterials // Physical Review B. –2013. –V.87. – №.3. –P.035116.

Kubajewska, A. Maziewski and A. Stankiewicz. Digital image processing for investigation of domain structure in garnet films // Thin Solid Films. –1989. –V. 175. –P.299–303.

Kuch W. Magnetic imaging. // Lect. Notes Phys. –2006. –V.697. –P.275–320.

Kustov Mikhail, Grechishkin Rostislav, Gusev Mikhail, Gasanov Oleg, McCord Jeffrey. A Novel Scheme of Thermographic Microimaging Using Pyro-Magneto-Optical Indicator Films // Advanced Materials. –07/2015. –27(34).

Lag E., Urs N.O., Röbisch V., Teliban I., Knöchel R., Meyners D., & Quandt E. Magnetic domain control and voltage response of exchange biased magnetoelectric composites // Applied Physics Letters. –2014. –104(13). – P.132405.

Lai Yiu-Wai, et al. Volume magnetic domain mirroring in magnetic shape memory crystals // Applied Physics Letters. –2010. – 96. –P.2022507.

Martynov V.V. and Kokorin V.V. Shape memory and multistage superelasticity in Heusler-type Ni-Mn-Ga single crystals // Trans. Mater. Res. Soc. Jpn. –1994. –P.18B839.

Martynov V.V. and Kokorin V.V. The crystal structure of thermally- and stress-induced martensites in Ni_2MnGa single crystals // J. Phys. III France. –1992. – V.2. –P.739.

Martynov V.V. X-ray diffraction study of thermally and stress-induced phase transformations in single crystalline Ni-Mn-Ga alloys // J. Phys. IV France 5. – 1995. – P.8–91

Matsumoto M., Takagi T., Tani J. et al. Phase transformation of Heusler type $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ ($x=0\sim 0.19$) // Mat. Sc. Eng. –1999. –A273–275. –P.326–328.

McCord J. Progress in magnetic domain observation by advanced magneto-optical microscopy // J. of Phys. D: Appl. Phys. –2015. –V.48. –P.33300.

Murakami Y., Shindo D., Oikawa K., Kainuma R., Ishida K. Magnetic domain structures in Co–Ni–Al shape memory alloys studied by Lorentz microscopy and electron holography // Acta Materialia. –2002. –V.50. –P.2173–2184.

Murakami Y., Shindo D., Sakamoto T., Fukuda T., Kakeshita T. Magnetic domain structure in the presence of very thin martensite plates: electron holography study on a thin-foil Fe–31.2 at.%Pd alloy // Acta Materialia. –2006. –V.54. –P.1233–1239.

Murakami Y., Shindo D., Suzuki M., Ohtsuka M., Itagaki K. Magnetic domain structure in Ni_{53.6}Mn_{23.4}Ga_{23.0} shape memory alloy films studied by electron holography and Lorentz microscopy // Acta Materialia. –2003. –V.51. –P.485–494.

Murray S.J. et al. Large field induced strain in single crystalline Ni–Mn–Ga ferromagnetic shape memory alloy // Journal of Applied Physics. –2000. –87.9 P.5774–5776.

Murray S.J., Marioni M., Allen S.M., O’Handley R.C., Lograsso T.A. 6% magnetic-field-induced strain by twin-boundary motion in ferromagnetic Ni-Mn-Ga // Appl. Phys. Lett. –2000. –V.77. –P.886–888.

Nesbitt B.A., Wilens R.H., Sherwood R.C., Buehler F., Wernick J.H. New permanent magnet materials // Appl. Phys. Lett. –1968. –V.12. –P.361–363.

Neudert A., Lai Y. W., Schäfer R., Kustov M., Schultz L., & McCord J. Magnetic domains and twin boundary movement of NiMnGa magnetic shape memory crystals // Advanced Engineering Materials. –2012. –14(8). –P601–613.

Nikitin S.A., Skokov K.P., Koshkid’ko Y.S., Pastushenkov Y.G. and Ivanova T.I., Giant rotating magnetocaloric effect in the region of spin-reorientation transition in the NdCo₅ single crystal // Physical review letters. –2010. –105(13). –P.137205.

Novikov A., Ganshina E.A., Granovsky A., Zhukov A., Chernenko V. Magneto-Optical Spectroscopy of Heusler Alloys: Bulk Samples, Thin Films and Microwires // Solid State Phenomena. –2012. –V.190. –P.335–338.

O’Handley R.C. Modern Magnetic Materials: Principles and Applications. Wiley-Interscience, 1999. –740 p.

O’Handley R.C. Modern Magnetic Materials: Principles and Applications. Wiley, New York, 2000. –768 p.

O'Handley R.C., Paul D. I., Allen S.M., Richard M., Feuchtwanger J., Peterson B., & Lázpita P. Model for temperature dependence of field-induced strain in ferromagnetic shape memory alloys // Materials Science and Engineering. – 2006. –A438. –P.445–449.

O'Handley, Robert C., et al. Phenomenology of giant magnetic-field-induced strain in ferromagnetic shape-memory materials // Journal of Applied Physics. – 2000. –87.9. –P.4712–4717.

O'Handley R. C., and Samuel M. Allen. Shape-Memory Alloys, Magnetically Activated Ferromagnetic Shape-Memory Materials. Encyclopedia of Smart Materials, 2002.

Ohkoshi M., Kobayashi H. Rotational-type spin reorientation in $\text{Nd}_{1-x}\text{Dy}_x\text{Co}_5$ and its application to thermomagnetic generator. // IEEE Trans. Magn. –1977. –MAG-13. –P.1158–1162.

Oikawa K., Ota T., Gejima F. et al. Phase equilibria and phase transformations in new B2-type shape memory alloys of Co-Ni-Ga and Co-Ni-Al systems // Mat. Tr. –2001. –Vol.42. –No.11. –P.2472–2475.

Pan Q., Dong J.W., Palmstrom C.J. et.al. Magnetic domain observations of freestanding single crystal patterned Ni_2MnGa films // J. Appl. Phys. –2002. – V.91. –N.10. –P.7812–7814.

Pan Q., James R. Micromagnetic study of Ni_2MnGa under applied field (invited) // J. Appl. Phys. –2000. –Vol.87. –No.9. –P.4702–4706.

Paranjape M., Ristic L. Multidimensional detection of magnetic fields using CMOS integrated sensors // IEEE Trans. Magn. –1991. –V.27. –P.4843–4845.

Parker R.J. Advances in Permanent Magnetism. Wiley- Interseince Publ., New York, 1990. 360 p.

Pastushenkov Y.G., et al. The magnetic domain structure of DyFe₁₁Ti single crystals // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. –2006. –300.1. –P.514–517.

Pastushenkov Yu G. Some features of magnetic domain structure reorganization during spin-reorientation phase transitions of the first and second order // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. –2010. –74.10. –P.1423–1425.

Pons J., Chernenko VA, Santamarta R et al. Crystal structure of martensitic phases in Ni-Mn-Ga shape memory alloys // Acta Mater. –2000. –48. –P.3027–3038.

Pushin V.G. Kourov N.I., Korolev A.V., Kazantsev V.A., Yurchenko I.I., Koledov V.V., Khovailo V.V. Effect of rapid quenching on the physical properties of the Ni₅₄Mn₂₁Ga₂₅ alloy // Physics of Metals and Metallography. –2005.–V.99. –P.401–410.

Rave W., Hubert A. Refinement of the quantitative magnetooptic domain observation technique // IEEE Trans. Magn. –1990.– V.26. –P.2813–2815.

Sagawa M., Yamagishi W., Henmi Z. Temperature-sensitive Nd-Co compounds produced by powder metallurgy // J. Appl. Phys. 1981. V. 52. P. 2520 – 2522.

Sawatsky E., Horne D.E. Modified magneto-optic hysteresisgraph // Rev. Sci. Instr. –1972. –V.43. –№12. –P.1842–1844.

Schmidt F., Rave W., Hubert A. Enhancement of magneto-optical domain observation by digital image processing // IEEE Trans. Magn. –1985. –V. MAG-21. –No 5. –P.1596–1598.

Schonhuber P., Pfutzner H. A Hall-sensor for automatic detection of domains in coated silicon iron // Phys. Scr. –1989. –V.40. –P.558–560.

Semenenko K.N., Burnasheva V.V. Hydride-absorption technology - possibilities and perspectives // J. Adv. Mater. –1995. –2 (6). – P.5–11.

Shanina B.D., Konchits A.A., Kolesnik S.P., Gavrilyuk V.G., Glavatskij I.N., Glavatska N.I., Soderberg O., Lindroos V.K., Focet. J. Ferromagnetic resonance in non-stoichiometric $Ni_{1-x-y}Mn_xGa_y$ // J. Magn. Magn. Mater. –2001. –V.237. – P.309–326.

Shimizu R., Mase H., Ikuta T., Yabumoto M., Matsuo Y., Nozawa T. Application of line-sampling multiframe stroboscopy for dynamic observation of magnetic domains in Si steels // J. of Appl. Phys. – 1985. – V.58. – P. 1606.

Shirae K. and Sugiyama K. A CCD image sensor and a microcomputer make magnetic domain observation clear and convenient // J. Appl. Phys. –1982. – V.53. –P.8380–8382.

Skokov K.P., Pastushenkov Y.G., Koshkid'ko Y.S., Shütz G., Goll D., Ivanova T.I., Nikitin S.A., Semenova E.M. and Petrenko A.V. Magnetocaloric effect, magnetic domain structure and spin-reorientation transitions in HoCo 5 single crystals // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2011. –323(5). – P.447–450.

Sokolovskiy V.V., Buchelnikov V.D., and Entel P. Optimization of the magnetocaloric effect in Ni-Mn-In alloys: A theoretical study // Journal of Experimental and Theoretical Physics. –2012. –115.4. –P.662–665.

Sozinov A., Likhachev A.A., Lanska N., Ullakko K. Giant magnetic-field induced strain in NiMnGa seven-layered martensitic phase // Appl. Phys. Lett. – 2002. –V. 80. –P.1746–1748.

Stephenson A., de Sa A. A simple method for the measurement of the temperature variation of initial magnetic susceptibility between 77 and 1000 K // J. Phys.E: Sci. Instr. –1970. –V.3. –P.69–71.

Strnat K. Low Field AC Measurements. From: Contract Report to the US Air Force Materials Laboratory. Dayton, USA, –1976.

Sullivan M.R., Chopra H.D. Temperature- and field-dependent evolution of micromagnetic structure in ferromagnetic shape-memory alloys // Phys. Rev. B. –2004. –V.70. –P.094427.

Takagi T., Khovailo V., Nagatomo T. et al. Magnetostrain in $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ compounds prepared by arc-melting and SPS methods // Transact. Mat. Res. Soc. Japan. –2001. –No.26(1). –P.197–200.

Tickle R., James R. Magnetic and magnetomechanical properties of Ni_2MnGa // J. Magn. Magn. Mat. –1999. –195. –P.627–638.

Tickle R., James R.D., Shield T., Wuttig M., and Kokorin V. Ferromagnetic shape memory in the NiMnGa system // IEEE Trans. Magn. –1999. –V.35. – P.4301–4304.

Ullakko K., Huang J K, Kantner C. et all. Large magnetic-field-induced strains in Ni_2MnGa single crystals // Appl. Phys. Lett. –1966. –Vol.69. –No.13. – P.1966–1968.

Ullakko K. Magnetically Controlled Shape Memory Alloys: A New Class of Actuator Materials // J. Mat. Eng. Perform. –1996. –Vol.5. – No.3. –P.405–406.

Ullakko K., Huang J.K., Kokorin V.V., Handley R.C. Magnetically controlled shape memory effect in Ni_2MnGa intermetallics // Scr. Materialia. –1997. –V.36. –P.1133–1138.

Urs N.O., Mozooni B., Mazalski P., Kustov M., at. al. Advanced magneto-optical microscopy: Imaging from picoseconds to centimeters - Imaging spin waves and temperature distributions (invited) // AIP Advances. –2016. – V.6. – P.055605.

Vasil'ev A.N., Bozhko A.D., Khovailo V.V. et al. Structural and magnetic phase transitions in shape-memory alloys $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ // Phys. Rev. B. –1999. –Vol.59. –No.2. –P.1113–1120.

Vasil'ev A.N., Kaiper A., Kokorin V.V., Chernenko V.A., Takagi T., and Tani J. Structural phase transitions in Ni_2MnGa induced by low-temperature uniaxial stress // JETP Lett. –1993. –V.58. –P.297.

Vasil'ev A.N., Estrin E.I., Khovailo V.V., Bozhko A.D., Ischuk R.A., Matsumoto M. Dilatometric study of $\text{Ni}_{2+x}\text{Mn}_{1-x}\text{Ga}$ under magnetic field // Intern. J. Appl. Electromagn Mech. –2000. –V.12. –P.35–40.

Vlasova N.I., Kandaurova G.S., Schegoleva N.N. Effect of the polytwinned microstructure parameters on magnetic DS and hysteresis properties of the CoPt-type alloys // J. Magn. Magn. Mater. –2000. –V.222. –P.138–158.

Von Hofe T., Urs N. O., Mozooni B., Jansen T., Kirchhof C., Bürgler D. E., & McCord J. Dual wavelength magneto-optical imaging of magnetic thin films // Applied Physics Letters. – 2013. –103(14). –P.142410.

Wang W.A., Hu F.X., Chen J.L. et al. Magnetic properties and structural phase transformations of NiMnGa alloys // IEEE Trans. Magn. –2001. –Vol.37. –No.4. –P.2715–2717.

Wang W.H., Wu G.H., Chen J.L., Yu C.H., Gao S.X., Zhan W.S., Wang Z., Gao Z.Y., Zheng Y.F., Zhao L.C. Stress-free two-way thermoelastic shape memory and field-enhanced strain in $\text{Ni}_{52}\text{Mn}_{24}\text{Ga}_{24}$ single crystals // Appl. Phys. Lett. – 2000. –V.77. –P.3245–3247.

Webster P.J., Ziebeck K.R.A., Town S.L., Peak M.S. Magnetic order and phase transformation in Ni_2MnGa // Phil. Mag. B. –1984. –Vol.49. –No.3. –P.295–310.

Wechsler M.S., Lieberman D.S., Read T.A. On the theory of the formation of martensite // Trans. AIME. –1953. –Vol.197. –P.1503–1515.

Wedel B., Suzuki M., Murakami Y., Wedel C., Suzuki T., Shindo D., Itagaki K. Low temperature crystal structure of Ni-Mn-Ga alloys // J. Alloys Comp. –1999. –V.290. –P.137–143.

Wirth S., Leithe-Jasper A., Vasil'ev A.N., Coey J.M.D. Structural and magnetic properties of Ni₂MnGa // J. Magn. Magn. Mat. –1997. –167. –L7-L11.

Wuttig M., Li J., Craciunescu C. A new ferromagnetic shape memory alloy system // Scripta Mat. –2001. –44. –P.2393–2397.

Zhdanova O.V., Lyakhova M.B., and Pastushenkov YuG. Magnetocrystalline anisotropy, magnetization curves, and domain structure of FeB single crystals // The Physics of Metals and Metallography. –2011. –112.3.–P.224–230.

Апаев Б.А. Фазовый магнитный анализ сплавов. М.: Металлургия, 1973. – 280с.

Балбашов А.М., Лисовский Ф.В., Раев В.К. и др. Элементы и устройства на ЦМД: Справочник / Под ред. Н.Н. Евтихиева, Б.Н.Наумова. М.: Радио и Связь, 1987. 488 с.

Балбашов А.М., Дикштейн И.Е., Лисовский Ф.В., Мансветова Е.Г., Филимонова Л.М., Чижик Е.С. Определение констант анизотропии плёнок ферритов-гранатов при произвольном соотношении вкладов одноосной, кубической и ромбической компонент // Микроэлектроника. –1990. –Т.19. –С.45–54.

Бейтс Р., Мак-Доннелл М. Восстановление и реконструкция изображений. М.: Мир, 1989. –336с.

Белов К.П., Звездин А.К., Кадомцева А.М., Левитин Р.З. Ориентационные переходы в редкоземельных магнетиках. М.: Наука, 1979. –317с.

Белов К.П., Звездин А.К., Левитин Р.З.Маркосян А.С., Милль Б.В., Мухин А.А., Перов А.П. Спин-переориентационные переходы в кубических

магнетиках. Магнитная фазовая диаграмма тербий-иттриевых ферритов-гранатов // ЖЭТФ. –1975. –Т.68. –С.1189–1202.

Боков В.А., Яценко В.А., Быстров М.В. Об оптическом измерении магнитной анизотропии втонких гранатовых плёнках // Письма в ЖТФ. – 1978. –Т.4. –С.696–698.

Борн М., Вольф Э. Основы оптики. М.: Наука, –1970. –856с.

Быков И.В., Ганьшина Е.А., Грановский А.Б., Гущин В.С. Магниторефрактивный эффект в гранулированных плёнках с туннельным магнитосопротивлением // ФТТ. –2000. –Т.42. –С.487–491.

Васильев А.Н. Ферромагнетики с памятью формы / А.Н. Васильев, В.Д. Бучельников, Т. Такаги и др. // УФН. 2003. Т. 173. №6. С. 577–608.

Гречишkin Р.М. Доменная структура магнетиков. Часть 1. Калинин, 1975. – 107 с.

Гущин В.С. Магнитооптическая спектроскопия ферромагнетиков на основе 3d- и 4f-элементов. Дисс... д.ф.-м.н. М.: МГУ, – 1998. – 91 с.

Джеррард А., Бёрч Дж. М. Введение в матричную оптику. М.: Мир, 1978. – 341с.

Зевске Г.В., Ионкин Т.А., Страхов С.В. Основы теории цепей. М.: Энергоатомиздат, 1989. –528с.

Кандаурова Г.С., Оноприенко Л.Г. Доменная структура магнетиков. Основные вопросы микромагнетики. Свердловск: УрГУ, 1986. –135с.

Кандаурова Г.С., Оноприенко Л.Г. Основные вопросы теории магнитной доменной структуры. Свердловск: УрГУ, –1977. –120с.

Кокорин В.В., Черненко В.А. Мартенситное превращение в ферромагнитном сплаве Гейслера // ФММ. –1989. –68. –№6. –С.111–115.

Колотов О.С., Лобачев М.И., Погожев В.А. Стробоскопическая магнитооптическая установка для изучения импульсного перемагничивания магнитных пленок // ПТЭ. – 1973. – №1. – С. 218–220.

Кондратьев В.В., Тяпкин Ю.Д. Мартенситные превращения. Киев: Наук. думка. –1977. –С.43–46.

Корзунин Г.С. Магнитные методы определения кристаллографической текстуры. Екатеринбург: УрО РАН, –1995.

Корпусов О.М., С.С. Сошин, К.П. Скоков и др. Определение положений осей лёгкого намагничивания монокристаллов при спин-переориентационных фазовых переходах // Физика кристаллизации. Тверь, 2002. –С.140–143.

Кринчик Г.С. Физика магнитных явлений. М.: МГУ, 1985. –336с.

Кринчик Г.С., Ганьшина Е.А., Гущин В.С. Ориентационный магнитооптический эффект в монокристаллах никеля и кремнистого железа // ЖЭТФ. –1971. –Т.60. –С.209–219.

Курдюмов Г.В. Мартенситные превращения // Проблемы современной физики. Л.: Наука. –1980. –С.396–407.

Лихачёв В.А. Эффект памяти формы // СОЖ. –1997. –№3. –С.107–114.

Малыгин Г.А. Размытые мартенситные переходы и пластичность кристаллов с эффектом памяти формы // УФН. –2001. –Т.171(2). –С.187–212.

Мицек А.И., Колмакова Н.П., Гайданский П.Ф. Метастабильные состояния одноосных антиферромагнетиков // ФТТ –1969. –Т.11. –С.1258–1264.

Ооцука К., Симидзу К, СузукЮ, под ред. Х. Фанакубо. Сплавы с эффектом памяти формы. М.: Металлургия, 1990. –224 с.

Пастушенков Ю.Г. Магнитная доменная структура. Количественный анализ микромагнитных параметров. Тверь, 2007. –160 с.

Пастушенков Ю.Г. Постоянные магниты. Тверь, 2015. –218 с

Пушин В.Г., Кондратьев В.В., Хачин В.Н. Предпереходные явления и мартенситные превращения. Екатеринбург. УРО РАН, 1998. –368 с.

Разорёнов Г.В., Васьковский Ф.А., Гречишкун Р.М. Малогабаритный генератор мощных импульсов // ПТЭ. –1976. –N.2. –C.96–97.

Рандошкин В.В. Новый стробоскопический метод визуализации дефектов в проводящих материалах с помощью магнитооптического магнитовизора // Дефектоскопия. – 1994. – Т.11. – С. 34–42.

Ройтбурд А.Л. Теория формирования гетерофазной структуры при фазовых превращениях в твёрдом состоянии // УФН. –1974. –Т.113. –№1. –С.105–128.

Рудяк В.М. Процессы переключения в нелинейных кристаллах. М.: Наука, 1986. – 248 с.

Соколов А.В. Оптические свойства металлов. М.: Физматгиз, 1961. – 465с.

Фесенко Е.Г., Гавриляченко В.Г., Семенчев А.Ф. Доменная структура многоосных сегнетоэлектрических кристаллов. Ростов на Дону: Изд. Ростовского университета, 1990. –192 с.

Червинский М.М., Глаголев С.Ф., Архангельский В.Б. Методы и средства измерений магнитных характеристик пленок. Л.: Энергоатомиздат, 1990. – 208с.

Шерклифф У. Поляризованный свет. М.: Мир, 1965. –264с.

Широбоков М.Я. К теории механизма намагничения ферромагнетиков // ЖЭТФ. –1945. –Т.15. –С.57–76.