

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тверской государственный университет»

На правах рукописи

Антонова Екатерина Сергеевна

**ТЕМПЕРАТУРНАЯ ТРАНСФОРМАЦИЯ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ
МОНОКРИСТАЛЛОВ ИНТЕРМЕТАЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ
 R_2Fe_{17} ($R = Gd, Tb, Dy, Ho$)**

01.04.11 – Физика магнитных явлений

диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

научный руководитель:
доктор физ.-мат. наук,
профессор Пастушенков Ю.Г.

Тверь - 2018

	Стр.
ОГЛАВЛЕНИЕ	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1 КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ R_2Fe_{17}.	11
1.1 Кристаллическая структура интерметаллических соединений R_2Fe_{17} .	11
1.2 Магнитные свойства интерметаллических соединений типа R_2Fe_{17} .	15
1.3 Магнитокристаллическая анизотропия редкоземельных соединений.	19
1.3.1 Магнитокристаллическая анизотропия соединений R_2Fe_{17} .	22
1.4 Доменная структура гексагональных магнетиков с различными типами МКА.	26
1.4.1 Основные понятия теории доменной структуры.	26
1.4.2 Доменная структура одноосных магнетиков с анизотропией типа «легкая ось».	27
1.4.2.1 Фактор качества магнитного материала и характер доменной структуры.	27
1.4.3 Доменная структура гексагональных магнетиков с неодноосной магнитной анизотропией.	34
1.4.3.1 Первые температурные исследования ДС гексагональных магнетиков.	34
1.4.3.2 ДС гексагональных магнетиков с МКА типа конус осей легкого намагничивания и плоскость осей легкого намагничивания.	37
1.4.3.3 Комплексная ДС в магнетиках с ориентационными	46

	фазовыми переходами.	
1.4.4	Поверхностная плотность энергии доменных границ в гексагональных магнетиках.	52
1.4.5	Типы доменных границ в гексагональных магнетиках.	55
1.4.6	Выводы по обзору и задачи исследования.	58
ГЛАВА 2 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА		61
2.1	Приготовление образцов для исследований.	61
2.2	Анализ фазового состава, кристаллической структуры и микроструктуры образцов.	62
2.3	Магнитные измерения.	68
2.4	Анализ магнитокристаллической анизотропии.	71
2.5	Наблюдение доменной структуры.	74
ГЛАВА 3 ТЕМПЕРАТУРНАЯ ТРАНСФОРМАЦИЯ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ НА БАЗИСНОЙ ПЛОСКОСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ ГЕКСАГОНАЛЬНЫХ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ R₂Fe₁₇ (R = Tb, Dy, Ho, Er)		79
3.1	Обоснование выбора объектов исследования и плоскости наблюдения.	79
3.2	Проблемы, возникающие при наблюдении ДС на поверхности (001).	80
3.3	Температурная трансформация ДС соединений R ₂ Fe ₁₇ (R = Tb, Dy, Ho, Er).	83
3.4	Особенности ДС, обнаруживаемые на плоскостях (001) монокристаллических образцов соединений R ₂ Fe ₁₇ .	88

ГЛАВА 4 ТЕМПЕРАТУРНАЯ И ПОЛЕВАЯ 91	
ТРАНСФОРМАЦИЯ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ	
ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКОГО СОЕДИНЕНИЯ	
Но₂Fe₁₇ НА ПОВЕРХНОСТИ (120)	
4.1 Особенности ДС интерметаллического соединения Но ₂ Fe ₁₇ , выявляемые на поверхности (120) методом магнитной силовой микроскопии.	92
4.2 Коэрцитивность доменных границ и начальная магнитная восприимчивость в интерметаллическом соединении Но ₂ Fe ₁₇ .	95
4.3 Температурная и полевая трансформация ДС на плоскости (120) монокристалла Но ₂ Fe ₁₇ .	98
4.4 Температурное поведение величины магнитного поля появления третьей магнитной фазы M_3 в ДС монокристалла Но ₂ Fe ₁₇ .	102
4.5 Модель ДС гексагонального магнетика и ее трансформация в магнитном поле.	106
4.6 Некоторые закономерности в процессах трансформации ДС при перемагничивании и изменении типа МКА многоосных магнетиков.	109
4.7 Влияние особенностей процессов температурной и полевой трансформации ДС в магнетиках с МКА типа ПОЛН на процессы перемагничивания в многокомпонентных МТМ типа Sm-Zr-Co-Cu-Fe.	113
ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ	115
ПУБЛИКАЦИИ АВТОРА ПО ТЕМЕ 117	
ДИССЕРТАЦИИ	
ЛИТЕРАТУРА	119

ВВЕДЕНИЕ

Интерметаллические соединения редкоземельных металлов (R) с железом и кобальтом стехиометрии 2:17 являются основой для синтеза спеченных многофазных магнитов типа Sm-Zr-Co-Cu-Fe, высококоэрцитивное состояние которых обусловлено их наногетерогенной структурой [1-3]. В последние годы интерес к этим материалам вырос в связи с тем, что новые магнитотвердые материалы (МТМ) с магнитными характеристиками, превышающими получаемые в МТМ на основе соединения Nd₂Fe₁₄B, более тридцати лет найти не удается. Поэтому внимание исследователей наряду с активным поиском новых высокоанизотропных фаз акцентируется на оптимизации свойств известных МТМ. Необходимым элементом таких работ является анализ микромагнитной (доменной) структуры (ДС) фазовых составляющих образцов МТМ в размагниченном состоянии и ее трансформации при изменении температуры и магнитного поля. Наногетерогенная структура спеченных магнитов Sm-Zr-Co-Cu-Fe состоит из ромбовидных ячеек фазы стехиометрии 2:17, по границам которой находится фаза стехиометрии 1:5. Микромагнитная структура фаз RCo₅ и R₂Co₁₇ достаточно хорошо исследована, ДС соединений типа R₂Fe₁₇ исследована недостаточно [4-6]. При этом исследования ДС соединений R₂Fe₁₇ выполнены на поликристаллических образцах, что для магнетиков с типом анизотропии плоскость осей легкого намагничивания (ПОЛН), к которым относятся эти соединения, может приводить к серьезным ошибкам при выявлении их основной доменной структуры. Это связано с большой трудностью получения однофазных монокристаллических образцов соединений R₂Fe₁₇ и отсутствием в прошлом практического интереса к этим соединениям вследствие их относительно низких температур Кюри (T_C) и магнитокристаллической анизотропии (МКА) типа ПОЛН во всем

температурном интервале магнитного упорядочения у всех соединений R_2Fe_{17} за исключением Lu_2Fe_{17} . В настоящее время интерметаллические соединения R_2Fe_{17} привлекают внимание также в связи с обнаружением возможности повышения их T_c и изменения типа МКА при введении водорода, углерода и азота, и обнаружением в них значительного магнитокалорического эффекта (МКЭ) вблизи комнатных температур [7-9]. Кроме того, известно, что наиболее высокие величины МКЭ наблюдаются при фазовых переходах первого рода, в окрестностях которых часто встречается МКА типа ПОЛН. Также, недавно в работе [10] в рамках микромагнитного подхода показана возможность получения энергоемких МТМ на основе магнетиков с МКА типа ПОЛН. Отметим, что изучение ДС плоскостных магнетиков имеет и самостоятельный интерес в связи с широким внедрением в практику поиска новых функциональных магнитных материалов экспресс-методов, в основе которых лежит количественный анализ ДС новых магнитных фаз [11]. Для выполнения такого анализа необходимо уточнение моделей ДС плоскостных магнетиков, чтобы уверенно различать высокоанизотропные магнитоодноосные фазы и фазы с плоскостным типом анизотропии. В связи с вышеизложенным, были сформулированы цель и основные задачи диссертационной работы.

Целью настоящей работы стал анализ микромагнитной структуры магнетика с МКА типа ПОЛН на основе систематического исследования доменной структуры монокристаллических образцов гексагональных интерметаллических соединений R_2Fe_{17} ($R = Gd, Tb, Dy, Ho$) в широком интервале температур и магнитных полей магнитооптическими методами и методами магнитно-силовой микроскопии.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие основные задачи.

1. Синтез и аттестация монокристаллов интерметаллических соединений R_2Fe_{17} ($R = Gd, Tb, Dy, Ho$).
2. Ориентация поверхностей наблюдения монокристаллов и специальная подготовка металлографических шлифов, позволяющая выявить основную ДС плоскостных магнетиков методами оптической (эффекты Керра и Фарадея) и магнитно-силовой микроскопии.
3. Анализ магнитных и гистерезисных свойств синтезированных образцов монокристаллов с использованием вибрационного магнитометра, SQUID-магнитометра Quantum Design MPMS 5-S и магнитного аизометра.
4. Исследования ДС в термически размагниченном состоянии и в присутствии магнитного поля в широком температурном диапазоне, включающем низкотемпературную область $10\div 150$ К.
5. Уточнение модели ДС магнетика, обладающего типом анизотропии плоскость осей легкого намагничивания в термически размагниченном состоянии, в присутствии магнитного поля и под действием механических напряжений.

Научная новизна работы. В работе впервые выполнены температурные исследования ДС магнетиков с типом анизотропии плоскость осей легкого намагничивания как в термически размагниченном состоянии, так и в присутствии магнитного поля, что позволило выявить в таких магнетиках не только 180-градусные доменные границы, но и 120- и 60-градусные. На основании данных исследований уточнена модель ДС плоскостного магнетика и установлены связи между процессами трансформации ДС в многоосных магнетиках при перемагничивании в

магнитном поле и при ориентационных фазовых переходах различной природы.

Практическая значимость работы обусловлена необходимостью более глубокого понимания процессов трансформации микромагнитной структуры магнетиков с плоскостным типом анизотропии для нахождения путей совершенствования постоянных магнитов, магнитокалорических и других функциональных магнитных материалов, содержащих фазы с различными типами МКА. Кроме того, понимание особенностей распределения намагниченности в магнетиках с МКА типа ПОЛН важно в экспресс-методах нахождения магнитоодноосных высокоанизотропных фаз, что позволит отличить в поликристаллических образцах эти фазы от фаз с плоскостным типом анизотропии.

Методология и методы исследований. Основное внимание при выполнении работы уделялось синтезу и аттестации монокристаллических образцов соединений R_2Fe_{17} с минимальным количеством дефектов. Также была решена проблема специальной подготовки металлографических шлифов для наблюдений ДС, впервые позволившая выявить магнитооптическими методами основные домены в образцах магнетиков с плоскостным типом анизотропии в широкой области температур и магнитных полей. Обе задачи были решены для соединений с $R = Gd, Tb, Dy, Ho$. При выполнении работы была также усовершенствована методика низкотемпературных исследований ДС в магнитном поле.

Положения, выносимые на защиту:

1. Для перестройки ДС в монокристаллах соединений R_2Fe_{17} при изменении температуры недостаточно собственного размагничивающего поля образцов. Чтобы привести ДС в равновесное

состоение, соответствующее заданной температуре, необходимо воздействие на ДС знакопеременного магнитного поля постепенно убывающей амплитуды.

2. Температурные исследования ДС соединений в термически размагниченном состоянии и в присутствии магнитного поля позволяют выявлять наличие в микромагнитной структуре соединений R_2Fe_{17} доменные соседства не только 180-градусного типа, но и 120- и 60-градусного типа.
3. В монокристаллических образцах интерметаллических соединений R_2Fe_{17} в отсутствие внешних воздействий и локальных механических напряжений формируется двухфазная ДС, ОЛН в которой определяется формой образцов и ориентацией осей кристаллической решетки по отношению к поверхности наблюдения.

Апробация работы. Основные результаты работы докладывались на следующих российских и международных конференциях: XXIII международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах», 30 Июня – 5 Июля 2018, Москва; ВІСММ – 2018. - Magnetic materials. New technologies. Irkutsk. 24-28 August, - 2018; V Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества». Сузdalь. 6-10 октября 2014 г.; XVII Международная конференция по постоянным магнитам. Сузdalь 21–25 сентября 2011 г; Региональные Каргинские чтения. Тверь, - 2011, 2013 гг.

Личный вклад. В диссертации изложены экспериментальные результаты, полученные и обработанные лично автором или при его непосредственном участии. Постановка цели и задач работы и обсуждение

полученных результатов выполнены вместе с научным руководителем. Монокристаллы подготовлены для магнитных измерений и исследований ДС лично автором работы.

Работа выполнена в рамках Программы Министерства образования и науки Российской Федерации (проект № 3.7849.2017/8.9), а ее автор получила стипендию Президента Российской Федерации для обучения за рубежом студентов и аспирантов российских вузов в 2013/2014 гг., что позволило выполнить отдельные эксперименты в Германии.

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 6 научных статей, в том числе 3 статьи – в изданиях, рекомендованных ВАК.

Объем и структура диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и выводов, списка публикаций автора по теме диссертации и списка цитируемой литературы. Работа содержит 134 страницы, 59 рисунков, 2 таблицы и список цитируемой литературы, включающий 145 наименований.

ГЛАВА 1. КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ R_2Fe_{17} .

1.1. Кристаллическая структура интерметаллических соединений R_2Fe_{17} .

Металлы группы железа при сплавлении с РЗМ образуют однородные жидкые растворы неограниченной растворимости. В то же время в твердой фазе, из-за значительного различия атомных и ионных радиусов, их взаимная растворимость практически отсутствует. Как следствие, в этих системах формируются интерметаллические соединения различной стехиометрии и типов кристаллической структуры [1,7,13-15]. Из обилия кристаллических структур таких соединений рассмотрим те, которые характерны для бинарных соединений R_2Fe_{17} .

Основным «строительным блоком» соединений R_2T_{17} является структура соединений RM_5 , относящихся к гексагональному типу $CaCu_5$ ($P6/mmm$) (рис. 1.1). В элементарной ячейке этой структуры существует два типа плоскостей, чередующихся между собой в направлении *c*-оси. В одной из них атомы выстраиваются в гексагональную сетку (позиция *2c*), в центрах которой находятся R-атомы. В другой расположены только T-атомы (позиция *3g*), образующие менее плотную упаковку – нецентрированную сетку Кагоме.

Структура R_2T_{17} получается из структуры RT_5 путем упорядоченной замены вдоль *c*-оси каждого третьего R-атома парой («гантелью») T-атомов. Формируется две модификации структуры соединений R_2T_{17} : гексагональная типа Th_2Ni_{17} ($P6_3/mmc$) (рис. 1.2) и ромбоэдрическая типа Th_2Zn_{17} ($R\bar{3}m$) (рис. 1.3), которые отличаются характером чередования «гантелей» и T-атомов вдоль *c*-оси. В отличие от структуры $CaCu_5$, где для R-атома существует только одно положение, а для T-атомов два – (*2c*) и

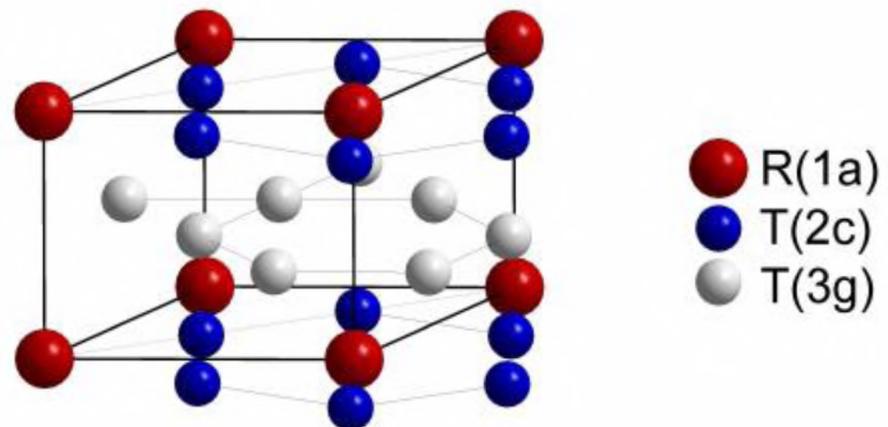


Рис.1.1. Элементарная ячейка гексагональной структуры типа CaCu_5

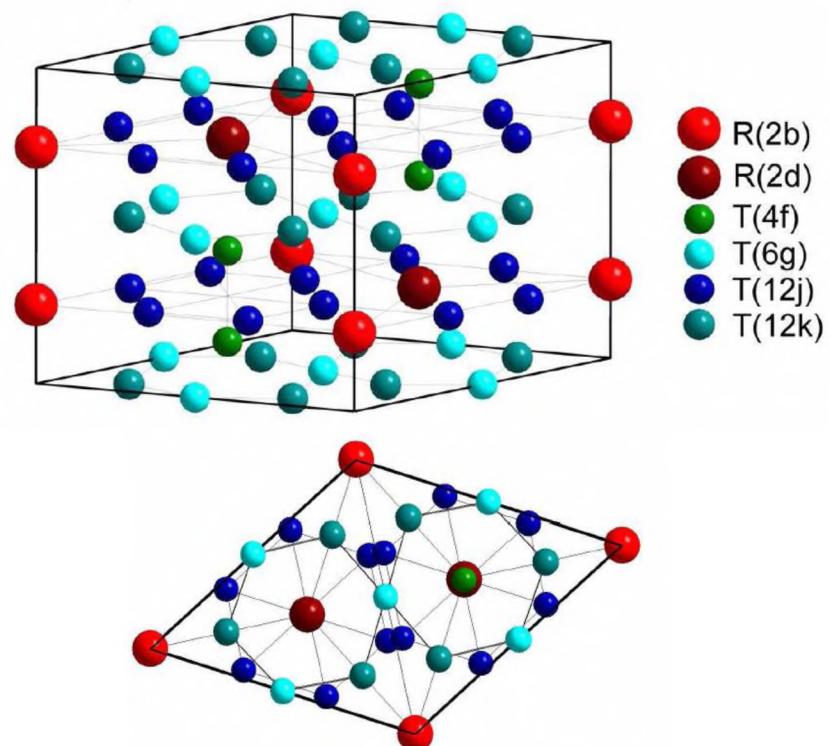


Рис.1.2. Элементарная ячейка гексагональной структуры типа $\text{Th}_2\text{Ni}_{17}$

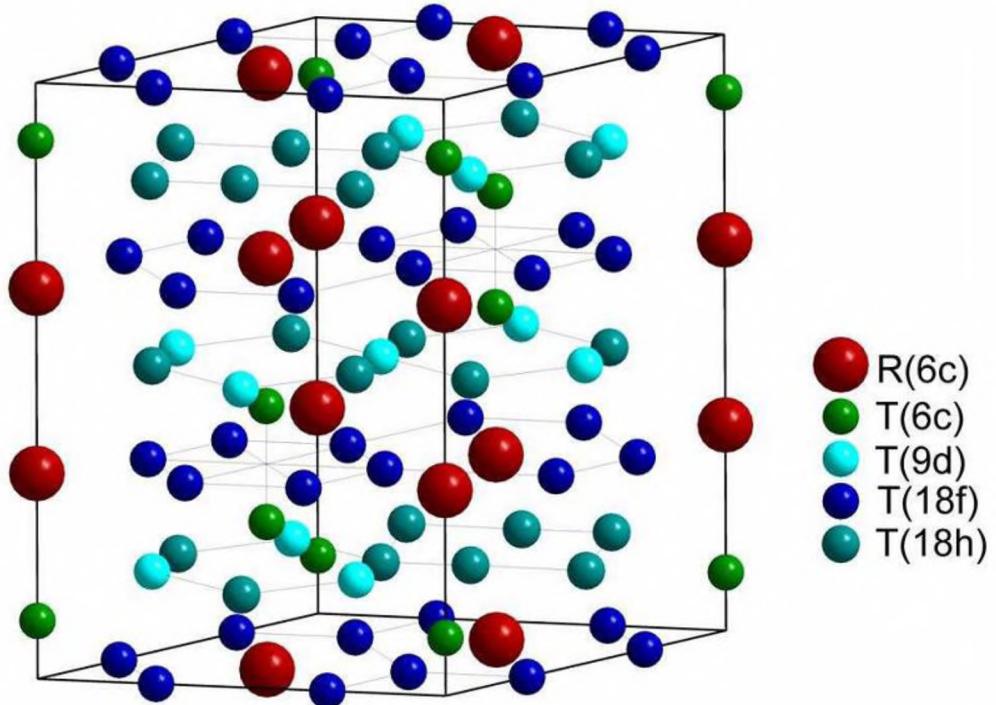


Рис.1.3. Элементарная ячейка ромбоэдрической структуры типа $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$.

($3g$), в структурах соединений R_2T_{17} , таких позиций значительно больше. Так, в ромбоэдрической решетке атомы Т-элемента занимают четыре неэквивалентные позиции – $6c$, $9d$, $18h$ и $18f$, а для R-иона имеется одна позиция – $6c$; в гексагональной структуре Т атомы занимают также четыре позиции – $4f$, $6g$, $12k$, $12j$, но для R-атомов существует две позиции – $2b$ и $2d$. Характерной чертой кристаллической структуры R_2T_{17} -соединений типа R_2Fe_{17} является то, что они существуют со всеми редкоземельными металлами, начиная с церия, за исключением европия и прометия [1]. Соединения R_2Fe_{17} с легкими РЗМ кристаллизуются в ромбоэдрическую структуру типа $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$, с тяжелыми РЗМ и иттрием – в гексагональную структуру типа $\text{Th}_2\text{Ni}_{17}$. Также необходимо отметить, что для гексагональной модификации данного типа структуры могут наблюдаться отклонения от стехиометрии 2:17. В соединениях R_2Fe_{17} , где R – редкоземельный атом малого радиуса (прежде всего Lu), часть R ($2b$)

атомов замещается дополнительными атомами Fe с соответствующим сдвигом стехиометрического соотношения в сторону 2:19 [12].

Кристаллические структуры большинства соединений R-T хорошо аттестованы [13-15]. Параметры решеток для одного и того же типа соединений уменьшаются по мере увеличения номера РЗМ вследствие уменьшения при этом ионного радиуса РЗМ из-за лантаноидного сжатия (таблица 1.1).

Таблица 1.1. Структурные характеристики соединений R_2Fe_{17} при комнатной температуре [13,14].

R	Тип структуры	Параметры решетки		Плотность, $10^3 \text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$,
		$a, \text{ Å}$	$c, \text{ Å}$	
Y	гексагональная	8,49	8,28	7,35
Ce	ромбоэдрическая	8,49	12,31	-
Pr	ромбоэдрическая	8,55	12,46	-
Nd	ромбоэдрическая	8,57	12,46	-
Sm	ромбоэдрическая	8,54	12,43	-
Gd	ромбоэдрическая	8,50	12,45	7,91
Tb	гексагональная	8,47	8,35	8,07
Dy	гексагональная	8,46	8,34	8,15
No	гексагональная	8,44	8,31	8,20
Er	гексагональная	8,44	8,32	8,35
Tm	гексагональная	8,42	8,31	-
Lu	гексагональная	8,40	8,26	8,53

Интерметаллические соединения R_2Fe_{17} , как правило, обладают коллинеарной ферромагнитной структурой, если R - редкая земля цериевой подгруппы, или ферримагнитной, если R - редкая земля иттриевой подгруппы. Исключениями являются соединения с R = Ce, Tm, Yb, и Lu, которые демонстрируют сложные неколлинеарные магнитные структуры при низких температурах [18-24]. В соединении Ce_2Fe_{17} при магнитном упорядочении возникает геликоидальная магнитная структура,

а у соединения $\text{Lu}_2\text{Fe}_{17}$ обнаружен переход от ферромагнитной коллинеарной структуры к антиферромагнитной геликоидальной.

1.2. Магнитные свойства интерметаллических соединений R_2Fe_{17} .

Магнитные свойства соединений определяются электронной структурой входящих в их состав атомов. В РЗ-соединениях можно провести достаточно четкое деление электронной системы на электроны, обладающие локализованным магнитным моментом, и электроны проводимости, а в магнитной подсистеме выделить две магнитные подрешетки: редкоземельную и $3d$ подрешетку [24-25]. Магнитоактивная $4f$ – подоболочка ионов редких земель экранирована вышележащими электронами $5s^25p^6$ оболочек, что обеспечивает отсутствие перекрытия волновых функций $4f$ электронов с волновыми функциями $4f$ - и $3d$ -электронов соседних атомов. В интерметаллических РЗ-соединениях и $3d$ -металлах (в том числе и в R_2Fe_{17}) $3d$ – электроны атомов железа, ответственные за магнетизм $3d$ -подрешетки, также в основном локализованы на атомах железа, на что указывают данные изучения магнитных свойств и сверхтонких полей [26].

Для анализа взаимосвязи структурных и магнитных свойств может быть использована модель локализованных моментов, при этом используется теория молекулярного поля, в которой рассматриваются две магнитные подрешетки (редкой земли и железа), связанные друг с другом $3d - 4f$ взаимодействием [27-29].

В соединениях R_2Fe_{17} выделяется три типа обменных взаимодействий: взаимодействие между атомами редкоземельных элементов R-R, взаимодействие между атомами железа Fe-Fe и взаимодействие между подрешетками редкой земли и железа R-Fe. Самым сильным из этих взаимодействий является взаимодействие Fe-Fe, ввиду большой пространственной протяженности волновой функции $3d$ -электронов [30].

Взаимодействие между атомами железа – РККИ взаимодействие (взаимодействие Рудермана-Киттеля-Касуя-Иосиды), - является наиболее слабым. Взаимодействие между подрешетками играет важную роль в формировании магнитной структуры соединений R_2Fe_{17} и имеет промежуточное значения между двумя вышеперечисленными.

Локализованная модель для магнитных подрешеток достаточно успешно описывает основные магнитные свойства этих соединений, в этой модели атомы Fe взаимодействуют ферромагнитно или антиферромагнитно, если расстояние между ними больше или меньше критического – 2,45 Å. В соединениях R_2Fe_{17} межатомные расстояния между ближайшими атомами железа близки к этой величине, поэтому в них реализуются оба состояния.

Соединения R_2Fe_{17} имеют средние значения намагниченности насыщения, но низкие величины температур Кюри, несмотря на высокое содержание железа [31]. Основные магнитные характеристики соединений приведены в таблице 1.2.

Таблица 1.2. Плотность ρ и магнитные характеристики (температура Кюри T_C , удельная намагниченность насыщения σ_S при $T = 4,2$ К и поле анизотропии μH_A при $T = 300$ К) соединений R_2Fe_{17} .

	$\rho, 10^3 \text{ кг/м}^3$	$T_C, \text{ К}$		$\sigma_S, \text{ А}\cdot\text{м}^2/\text{кг}$ ($T = 4,2$ К)		$\mu H_A, \text{ Тл}$ ($T = 300$ К)
Источник	[31]	[2]	[16]	[2]	[2]	[2]
Tb_2Fe_{17}	8,07	408	410	82	70,8	3,05
Dy_2Fe_{17}	8,15	363	370	73	67,0	4,83
Ho_2Fe_{17}	8,25	325	335	–	64,8	2,48
Er_2Fe_{17}	8,35	310	310	75	71,3	0,65

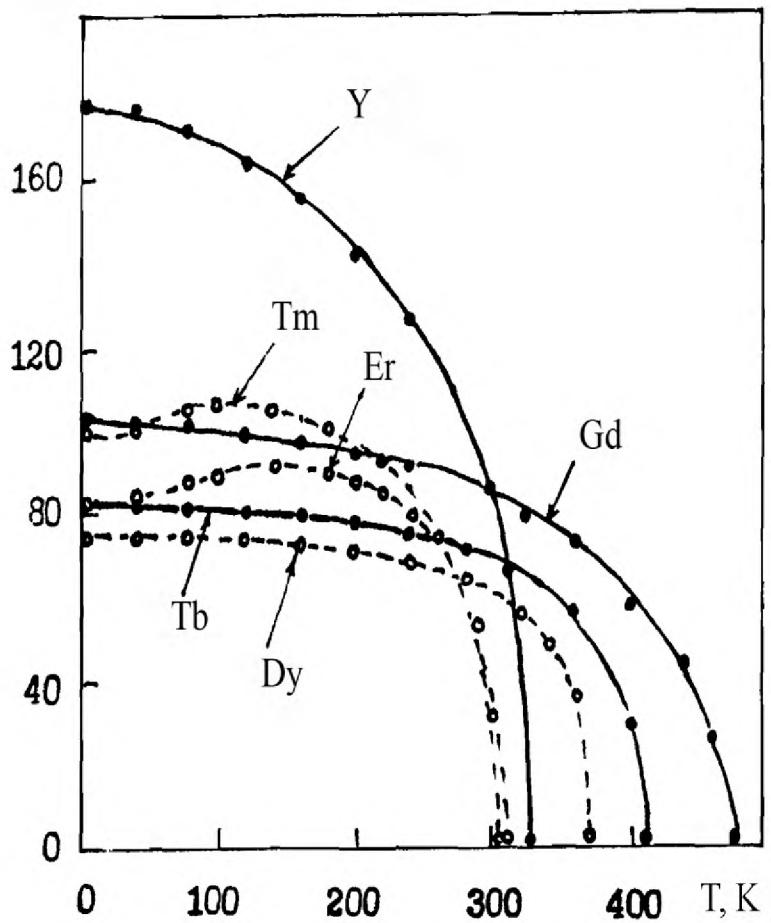


Рис.1.4. Температурные зависимости удельной намагниченности насыщения монокристаллов R_2Fe_{17} [2]

В работах [2,20] исследованы температурные зависимости намагниченности насыщения соединений R_2Fe_{17} с $R = Tb$, Dy , Ho и Er в интервале температур от 4,2 К до точки Кюри. На рис. 1.4, в качестве примера, представлены зависимости $\sigma_s(T)$, полученные в работе [20] для монокристаллов R_2Fe_{17} с тяжелыми РЗМ. Для монокристаллов Er_2Fe_{17} и Tm_2Fe_{17} кривые $\sigma_s(T)$ имеют максимум при температуре ~ 150 К, а температуры Кюри являются минимальными в данной группе соединений. Монокристаллы Y_2Fe_{17} , Gd_2Fe_{17} , Tb_2Fe_{17} и Dy_2Fe_{17} характеризуются моно-

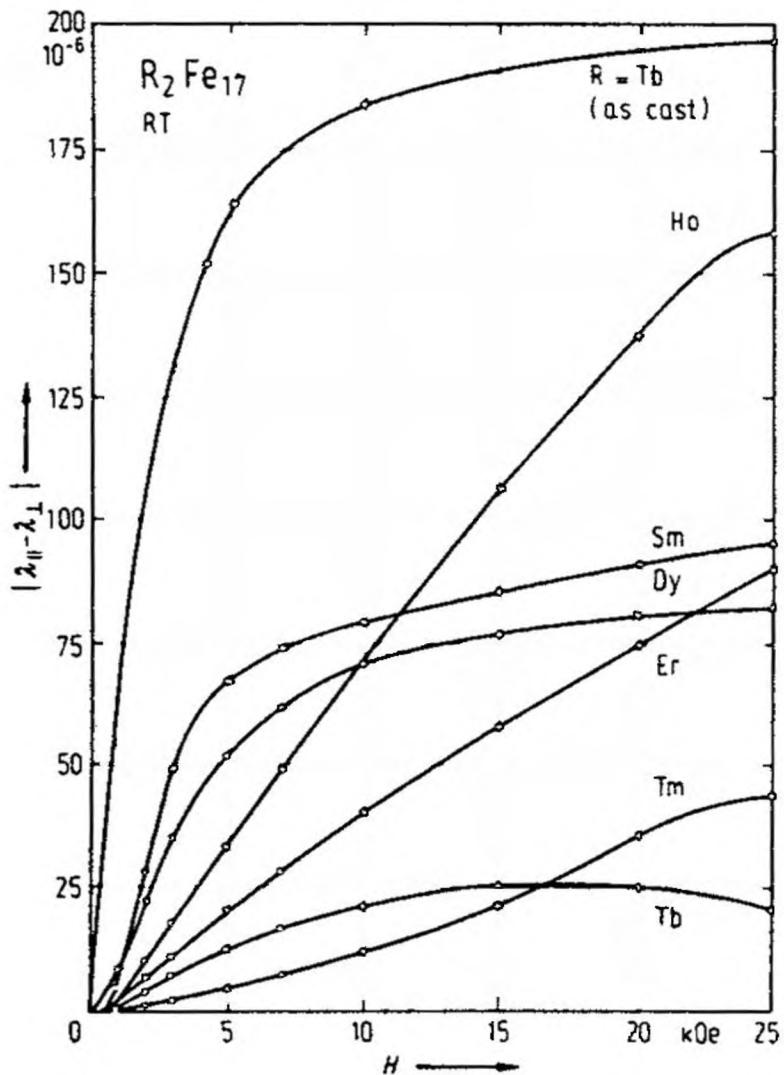


Рис.1.5. Полевые зависимости параметра магнитострикции $|\lambda_{||}-\lambda_{\perp}|$ поликристаллов R_2Fe_{17} [2]

тонно убывающими температурными зависимостями намагниченности насыщения. Максимальная температура Кюри для соединений R_2Fe_{17} с тяжелыми РЗМ обнаружена у соединения Gd_2Fe_{17} .

Результаты исследования магнитострикции соединений R_2Fe_{17} , проведенного на поликристаллических образцах в работах [2,30], показаны на рис. 1.5. На рисунке приведены зависимости параметра магнитострикции $|\lambda_{||}-\lambda_{\perp}|$ от внешнего поля для данной группы

соединений. Все образцы, за исключением образца Tb_2Fe_{17} , перед измерениями были подвергнуты гомогенизирующему отжигу при $1000^{\circ}C$. Самая высокая магнитострикция наблюдается у соединения Tb_2Fe_{17} в состоянии непосредственно после выплавки и у соединения Ho_2Fe_{17} .

1.3. Магнитокристаллическая анизотропия редкоземельных соединений

Энергия магнитной кристаллографической анизотропии E_a , то есть часть свободной энергии кристалла, зависящая от ориентации вектора намагниченности относительно кристаллографических осей, для гексагональных кристаллов записывается в виде (1.1) [33]:

$$E_a = K_1 \sin^2\theta + K_2 \sin^4\theta + K_3 \sin^6\theta + K_4 \sin^6\theta \cos 6\varphi, \quad (1.1)$$

где θ - угол между направлением вектора намагниченности и c -осью, φ - угол между компонентой вектора намагниченности в плоскости ab и осью a , K_i ($i = 1, 2, 3, 4$) – константы магнитокристаллической анизотропии (МКА).

Энергия МКА также может быть выражена через функции Бриллюэна $B_J^n(x)$ [34], в этом случае энергия МКА записывается как

$$E_a = K_n^m Y_n^m(\theta, \varphi), \quad (1.2)$$

где $K_n^m = \theta_n A_n^m J_n B_J^n(x)$ – означает коэффициенты магнитокристаллической анизотропии.

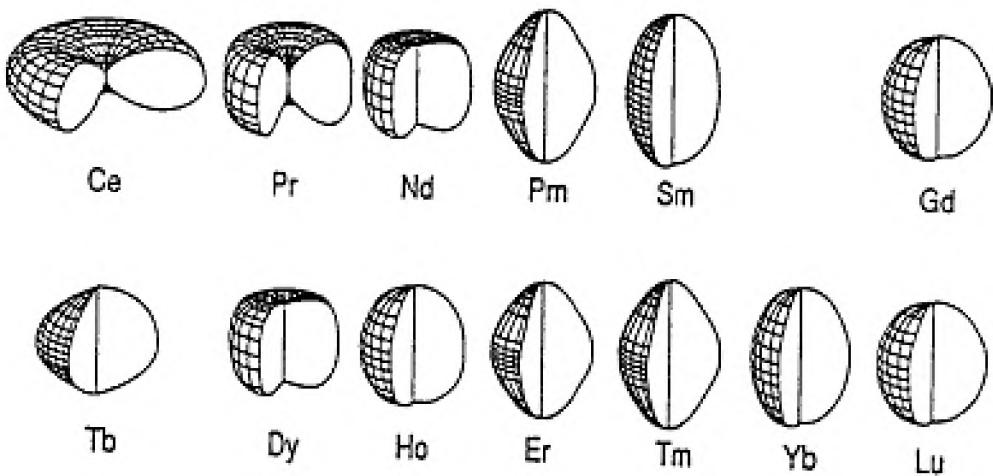


Рис.1.6. Форма 4f-электронных оболочек различных редкоземельных элементов [35].

Причиной одноионной магнитной анизотропии редкоземельных элементов является взаимодействие несферической электронной оболочки 4f-электронов с кристаллическим полем. Это приводит к возникновению предпочтительных направлений магнитных моментов 4f-электронов относительно кристаллографических осей. Различные формы 4f-электронных оболочек (рис.1.6) приводят к возникновению различных направлений легкого намагничивания среди аналогичных материалов [36]. В 3d-переходных элементах одноионный вклад в анизотропию мал, так как орбитальный момент этих элементов почти полностью заморожен.

Направления легкого намагничивания в кристалле можно определить подстановкой следующих условий в уравнение (1.1):

$$\frac{\partial E_a}{\partial \theta} = 0; \frac{\partial E_a^2}{\partial^2 \theta} > 0; \frac{\partial E_a}{\partial \varphi} = 0; \frac{\partial E_a^2}{\partial^2 \theta} > 0.$$

На рис.1.7. приведены результаты исследования уравнения (1.1) на наличие экстремумов в координатах (K_1, K_2).

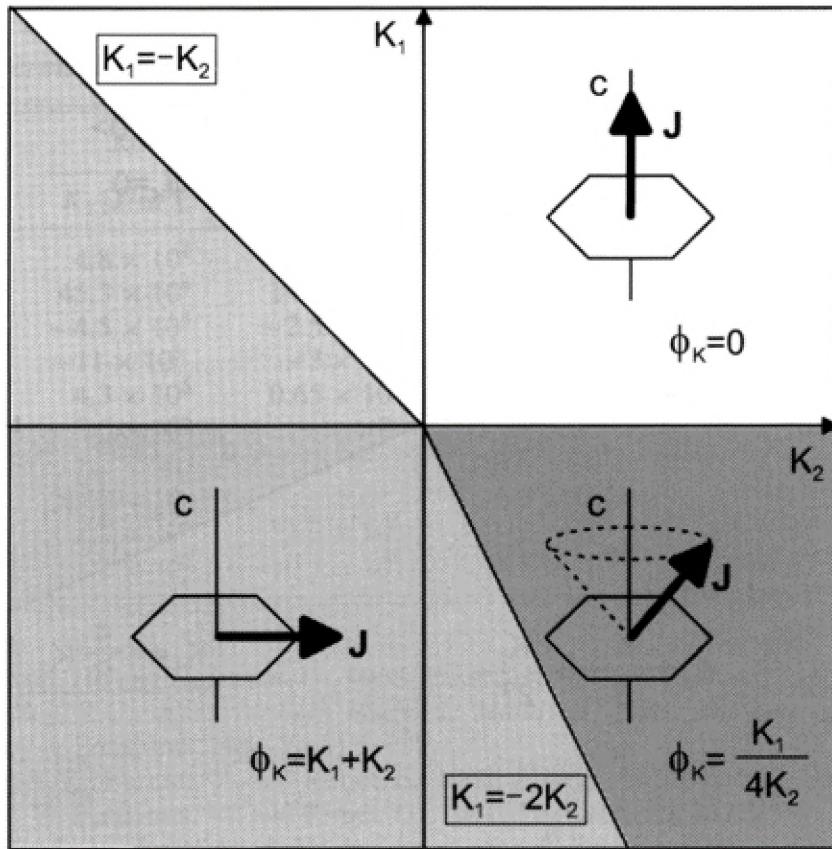


Рис.1.7. Магнитная фазовая диаграмма магнетика с одной выделенной осью симметрии. Показаны оси легкого намагничивания для случая гексагонального магнетика как функции констант K_1 и K_2 [37].

Диаграмма показывает основные типы магнитокристаллической анизотропии гексагональных магнетиков в случае, когда E_a адекватно описывается двумя первыми константами анизотропии K_1 и K_2 , так что можно пренебречь константами более высокого порядка.

В случае магнетика с гексагональной кристаллической решеткой направлениями легкого намагничивания являются:

1. Направления $<001>$ (\pm оси c): при $K_1 > 0$, $K_2 < 0$, $K_1 > -K_2$, $K_2 < 0$;
2. Все направления в базисной плоскости: $K_1 < -K_2$, $K_2 < 0$, $K_1 < -2K_2$, $K_2 < 0$;

3. Все направления на поверхности конуса с углом раскрытия $\varphi = \sqrt{-\frac{K_1}{K_2}}$: $-2K_2 < K_1 < 0$; $K_1 < 0$, $K_2 > 0$.

Первый случай соответствует кобальту при температуре $T > 520$ К, случай 2 соответствует кобальту при температуре $T > 605$ К, случай 3 соответствует температуре кобальта 520 К.

Теоретическое вычисление знаков и значений констант магнитокристаллической анизотропии является сложной проблемой. Особенно трудно объяснить температурную зависимость констант магнитокристаллической анизотропии. На величину и знак анизотропии сильно влияет геометрический коэффициент ГПУ-решетки

$$\sqrt{\frac{8}{3}} - \frac{c}{a} = 1,633 - \frac{c}{a}.$$

Для всех РЗМ $\frac{c}{a} = 1,58 - 1,61 < 1,63$ [35].

1.3.1. Магнитокристаллическая анизотропия соединений R_2Fe_{17} .

Исследования магнитокристаллической анизотропии интересны по нескольким причинам: во-первых, МКА определяет главные технические свойства ферромагнитных материалов – размер и форму магнитных доменов, процесс намагничивания во внешнем поле, коэрцитивную силу и др.; во-вторых, она отражает слабые, но важные релятивистские взаимодействия между электронами в кристалле, т. е. дает важную информацию для развития микроскопической теории [35].

На рисунке 1.8 представлены кривые намагничивания монокристаллов R_2Fe_{17} , где $R=Y, Gd, Tb, Er$, измеренные вдоль различных

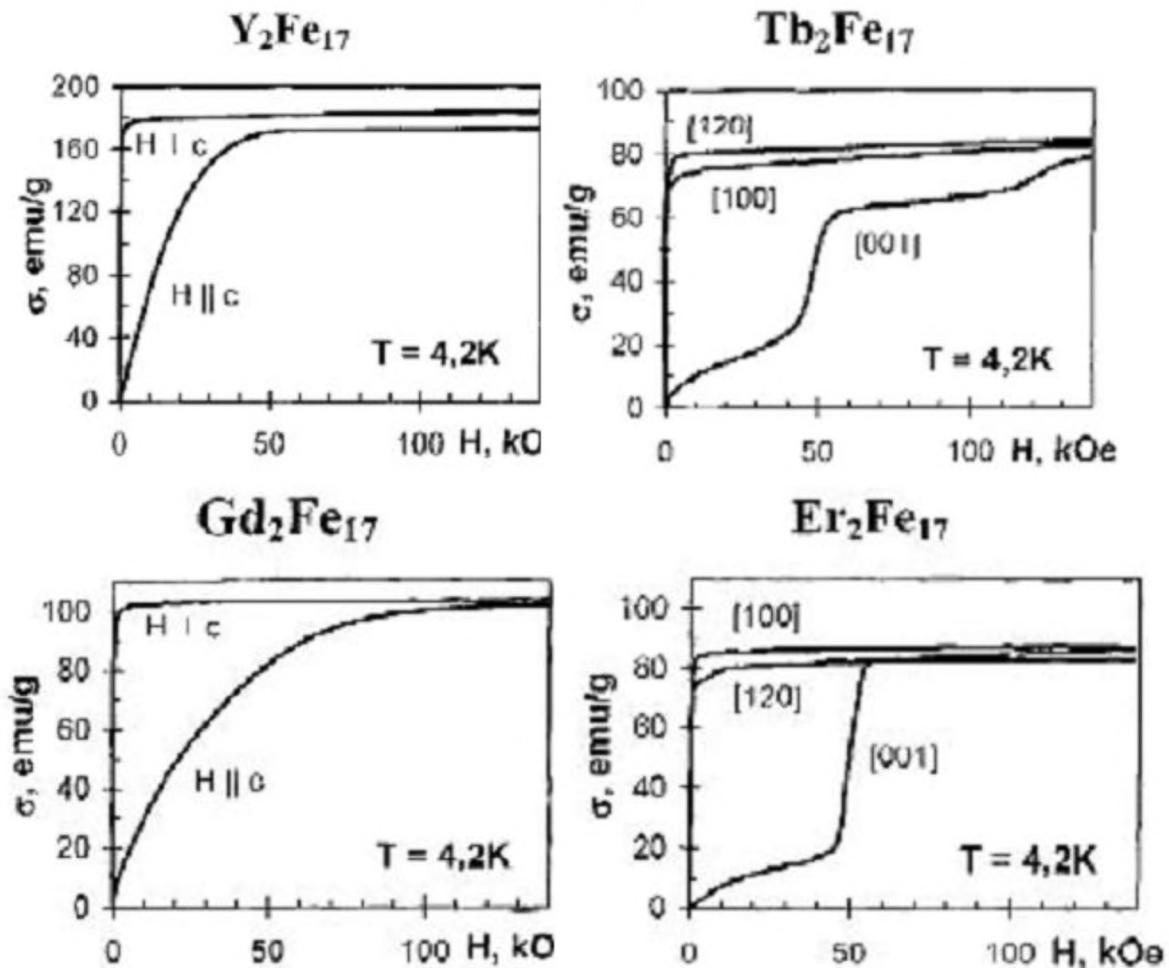


Рис.1.8. Кривые намагничивания монокристаллов Y_2Fe_{17} , $\text{Gd}_2\text{Fe}_{17}$, $\text{Tb}_2\text{Fe}_{17}$, $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}$ при температуре $T=4,2\text{ K}$ [21].

криSTALLографических направлений. Для соединений $\text{Tb}_2\text{Fe}_{17}$ и $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}$ наблюдается аномальная зависимость (типа скачка) намагниченности от внешнего поля, которая получила название FOMP (First Order Magnetization Process) [112]. Направление [001] (вдоль гексагональной оси c) является трудным направлением намагничивания.

Кривые намагничивания монокристаллов R_2Fe_{17} с $\text{R} = \text{Tb}, \text{Dy}$ и Er представлены в работах [1,33,35,39]. В основном, процессы намагничи-

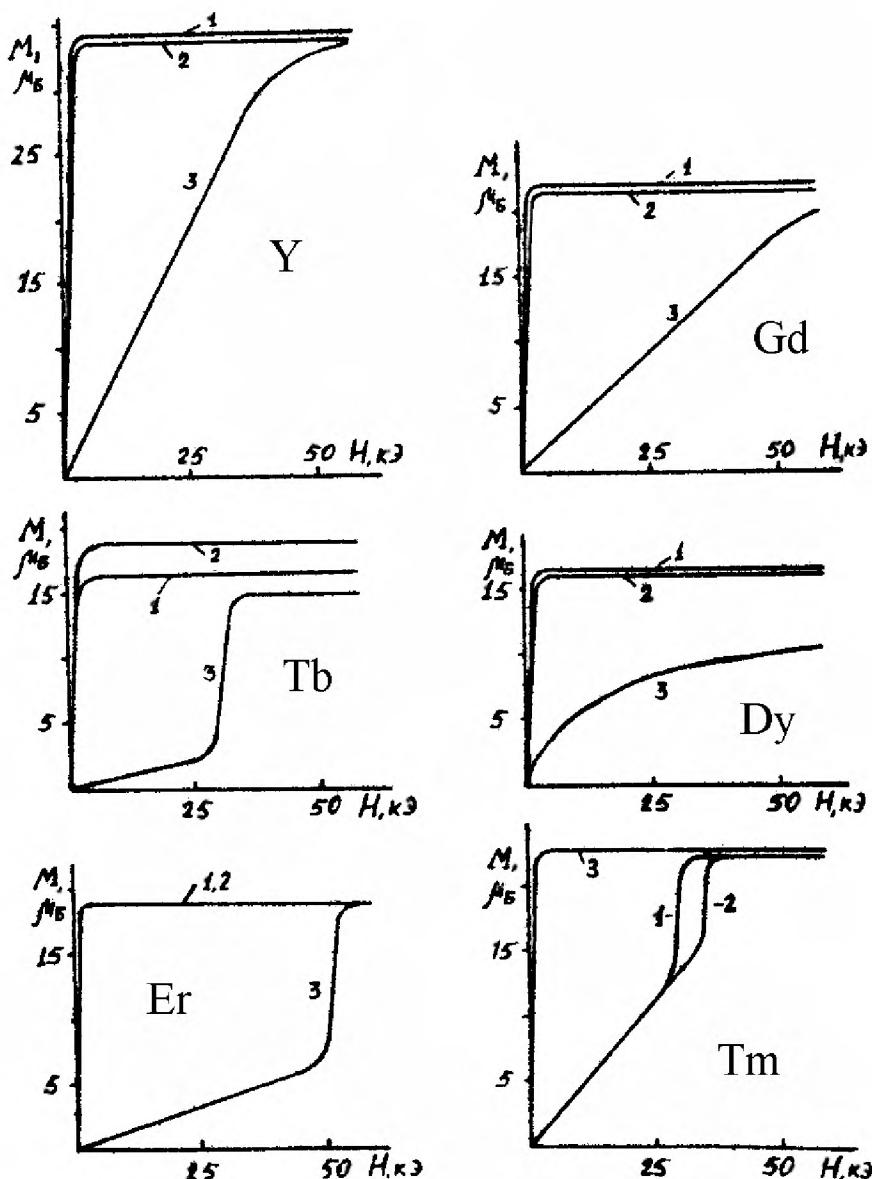


Рис.1.9. Полевые зависимости намагниченности соединений R_2Fe_{17} с $R=Y$, Gd , Tb , Dy , Er и Tm вдоль кристаллографических направлений a (кривые 1), b (кривые 2) и c (кривые 3) при температуре 4,2 К [34].

вания исследованы при низких температурах в двух направлениях: параллельно и перпендикулярно оси с монокристаллов. На рис. 1.9, в качестве примера, представлены, полученные в работе [26], кривые намагничивания в трех кристаллографических направлениях при температуре 4,2 К для монокристаллов R_2Fe_{17} с $R=Y$, Gd , Tb , Dy , Er и Tm . Хорошо видно, что разница хода кривых намагничивания в двух

криystalлографических направлениях a и b , лежащих перпендикулярно оси c , очень мала. Это означает, что даже при низких температурах магнитокристаллическая анизотропия в базисной плоскости монокристаллов практически отсутствует.

На основании данных, полученных авторами работ [17,19,20], построена диаграмма (рис 1.10), показывающая значения температур Кюри и интервалы существования разных типов анизотропии для соединений R_2Fe_{17} .

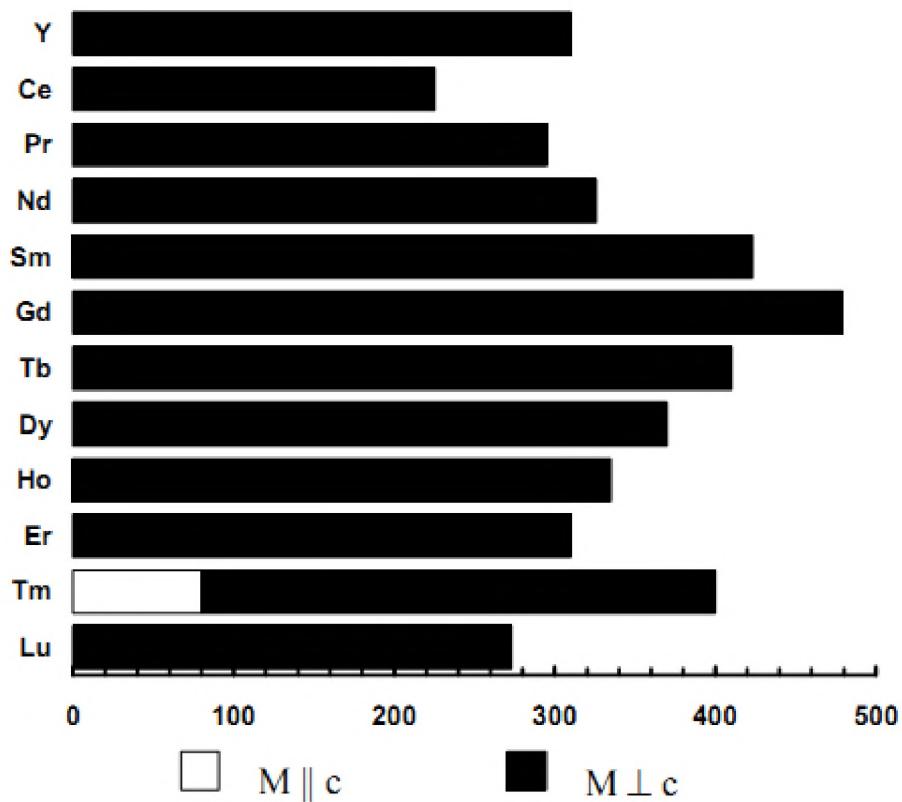


Рис.1.10. Интервалы существования различных типов анизотропии в соединениях R_2Fe_{17}

Все соединения (кроме соединения Tm_2Fe_{17} , у которого наблюдается спин-переориентационный переход от анизотропии типа «легкая ось», с осью легкого намагничивания параллельной оси с гексагональной структуры, к анизотропии типа ПОЛН при температуре $T \approx 80K$ [40]) демонстрируют наличие магнитокристаллической анизотропии типа ПОЛН во всем интервале температур магнитного упорядочения. В работе [41] были определены значения первых двух констант магнитокристаллической анизотропии соединения Y_2Fe_{17} $K_1 = -3,11$ МДж/ m^3 и $K_2 = 0,255$ МДж/ m^3 при 4,2 К.

1.4. Доменная структура гексагональных магнетиков с различными типами МКА.

1.4.1. Основные понятия теории доменной структуры.

Самопроизвольная намагченность в магнитном материале имеет сложное распределение: образец разбит на множество областей – доменов. В каждом из этих доменов самопроизвольная намагченность однородна и направлена вдоль одной из осей легкого намагничивания [4,43-47]. Домены имеют определенную форму, размеры и разделяются между собой доменными границами, которые представляют собой слои, внутри которых происходит изменение направления вектора M_s .

Все типы доменных структур классифицируются на основные домены, которые заполняют практически весь объем образца, и замыкающие домены, формирующиеся вблизи поверхности.

Форма и размеры основных доменов, то есть их конфигурация, в основном определяется типом магнитокристаллической анизотропии и величиной основных магнитных констант материала. Поверхностные замыкающие домены в одноосных кристаллах возникают для снижения

магнитостатической энергии, которое достигается и измельчением. В кубических кристаллах появление поверхностных доменов обусловлено наклоном поверхностей наблюдения относительно осей легкого намагничивания. При неизменной основной структуре поверхностные структуры сильно зависят от кристаллографической ориентации, размеров кристалла, состояния поверхности и других факторов.

Доменная структура в реальных образцах сильно зависит как от различных внешних воздействий (наличия магнитного поля, температуры и механических напряжений), так и от внутренней структуры (дефектности кристаллической решетки), размеров и формы кристалла, кристаллографической ориентации поверхности наблюдения и других факторов [4,45-47]. Этим объясняется, почему картины доменных структур столь разнообразны.

1.4.2. Доменная структура одноосных магнетиков с анизотропией типа «легкая ось».

1.4.2.1. Фактор качества магнитного материала и характер доменной структуры [48].

Как правило, процедура количественного анализа конкретной доменной структуры состоит из нескольких этапов.

1. Предполагается наличие доменных границ (ДГ), характеризующихся поверхностной плотностью граничной энергии γ .
2. Выбирается возможное для данной геометрии задачи распределение доменных границ.
3. Суммарная энергия минимизируется в соответствии с распределением доменных границ по объему.

4. Различные доменные конфигурации сопоставляются, и выбирается наиболее энергетически выгодная.

Формирование в ферро- или ферримагнетике магнитной доменной структуры в размагниченному состоянии связано с необходимостью понижения магнитостатической энергии образца.

Например, энергия поля рассеяния образца в виде пластины, намагниченной до насыщения перпендикулярно плоскости пластины, имеет величину $\frac{1}{2}\mu_0M_s^2T$, где T – толщина пластины. Благодаря появлению магнитных доменов, намагниченных параллельно и антипараллельно оси легкого намагничивания, эта энергия многократно понижается. Одновременно, появление магнитных доменов приводит к росту энергии, связанной с самими доменными границами. Равновесная ширина магнитных доменов соответствует минимуму части свободной энергии Гиббса, зависящей от магнитного состояния образца. Как правило, магнитостатическая энергия дополнительно понижается за счет формирования так называемых замыкающих доменов на поверхности образца.

Тип замыкающих доменов определяется фактором качества Q магнитного материала

$$Q = \frac{2K_1}{\mu_0 M_s^2} . \quad (1.2)$$

Если $Q > 1$, магнитный материал называют высокоанизотропным, а форма замыкающих доменов определяется энергией магнитокристаллической анизотропии.

Если $Q < 1$, магнитный материал называют низкоанизотропным, в этом случае намагченность отклоняется от направления легкого

намагничивания и энергия полей рассеяния образца определяет структуру замыкающих доменов.

На рисунке 1.11. показаны наиболее характерные доменные структуры, формирующиеся в монокристаллических пластинах магнитоодноосных магнетиков с направлением легкого намагничивания, перпендикулярным плоскости пластины [37].

В случае полосовой доменной структуры полная энергия на единицу объема записывается в виде

$$\phi_{tot} = \gamma_B \frac{T}{D} + \phi_{cl} \cdot D . \quad (1.3)$$

Первый член в правой части выражения (1.3) учитывает поверхностную плотность энергии доменных границ. Этот вклад возрастает при увеличении толщины пластины T и уменьшении ширины доменов D . Второй член в правой части выражения (1.3) обусловлен объемной плотностью энергии замыкающих доменов, формирующихся в поверхностном слое пластины.

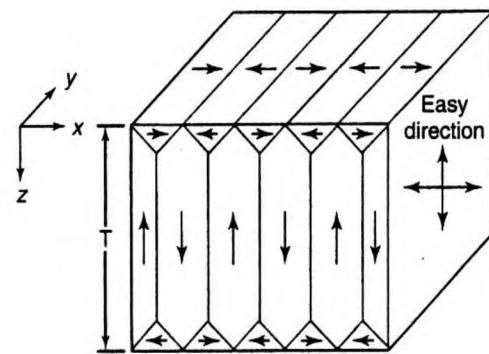
Равновесная ширина основных доменов D определяется минимизацией полной энергии по D и имеет вид

$$D = \sqrt{\frac{\gamma_B T}{\phi_{cl}}} , \quad (1.4)$$

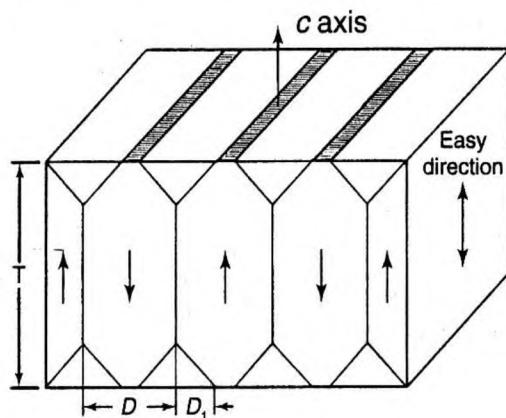
где ϕ_{cl} – объемная плотность энергии замыкающих доменов.

Опуская детали расчета ϕ_{cl} , приведем выражения для оценки D для трех, представленных на рис.1.15 доменных структур.

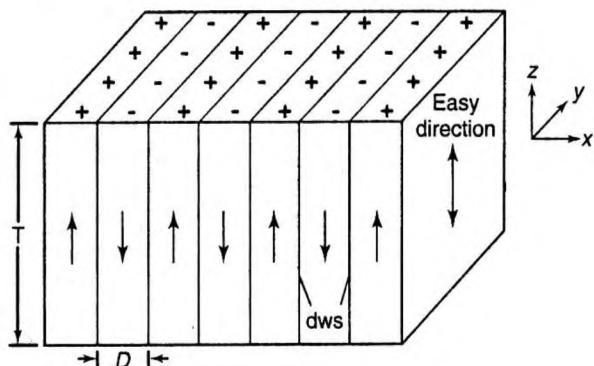
1. Структура Ландау-Лифшица в монокристалле железа, две оси легкого намагничивания которого лежат в плоскости пластины, а третья – перпендикулярно к ней. В этом случае энергия замыкающих доменов



(a) $Q \ll 1$



(b) $Q > 1$



(c) $Q \gg 1$

Рис.1.15. Характерные полосовые доменные структуры в монокристаллических пластинах для материалов с различными значениями фактора Q : (а) структура Ландау-Лифшица в монокристаллической пластине железа; (б) частично замкнутая структура, соответствующая промежуточному значению Q (Со); (с) открытая структура Кителя, характерная для высокоанизотропных магнитоодноосных магнетиков с $Q \geq 1$ [37]

определяется только магнитоупругим вкладом, что приводит к следующему выражению для равновесной ширины основных доменов

$$D = \sqrt{\frac{\gamma_B T}{\frac{9}{16} c_{11} \lambda_{100}^2}}. \quad (1.5)$$

2. Структура Ландау-Лифшица одноосного магнитного материала ($Q \leq 1$) с замыкающими доменами, намагниченными перпендикулярно оси легкого намагничивания. В этом случае

$$D = \sqrt{\frac{\gamma_B T}{\frac{1}{2} K_1}}. \quad (1.6)$$

3. Структура Кителя, характерная для одноосного высокоанизотропного магнетика ($Q \geq 1$) в виде пластины, ось легкого намагничивания которой перпендикулярна плоскости пластины, имеет доменную структуру, равновесная ширина доменов в которой определяется соотношением

$$D = \sqrt{\frac{\gamma_B T}{\left(\frac{1,7}{4\pi}\right) M_s J_s}}. \quad (1.7)$$

Выражения (1.5)-(1.7) могут быть использованы для определения соответствующих магнитных параметров. Например, из (1.5) получим

$$K_1 = 64AT/D^4; \gamma_B = 32AT/D^2; \delta_B = (\pi/8)D^2/T \quad (1.8).$$

В названных конфигурациях магнитных доменов намагниченности основных и замыкающих доменов перпендикулярны друг другу. В магнитомягких материалах переход от одного типа доменной структуры к другому может осуществляться плавно.

На призматической плоскости массивных магнитоодноосных кристаллов также выявляется простая структура полосовых доменов (рис.1.12а.). Однако, вблизи базисной плоскости доменная структура становится заметно более сложной. На плоскости перпендикулярной оси с массивных одноосных кристаллов наблюдается сложная доменная структура типа «звездочек» (рис.1.12б). В случае произвольной ориентации плоскости наблюдения относительно оси с образца, наблюдается доменная структура промежуточных конфигураций: искаженные «звездочки» и «клинья» (рисунок 1.13).

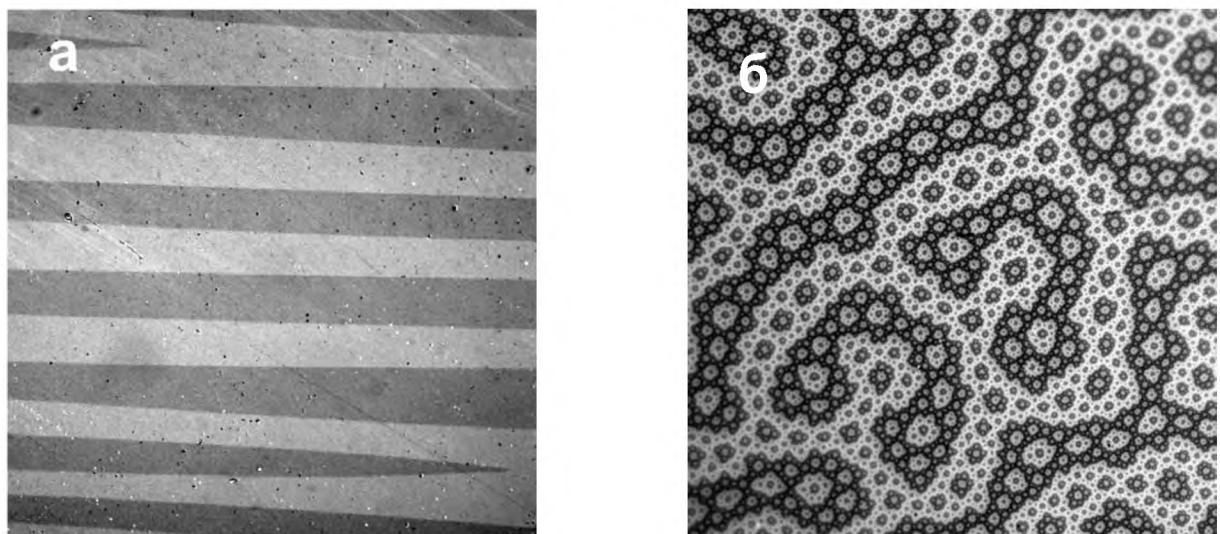


Рис.1.12. Доменная структура массивного магнитоодноосного кристалла Nd₂Fe₁₄B на плоскостях, параллельной (а) и перпендикулярной ОЛН (б). Структура выявлена с методом эффекта Керра [49].

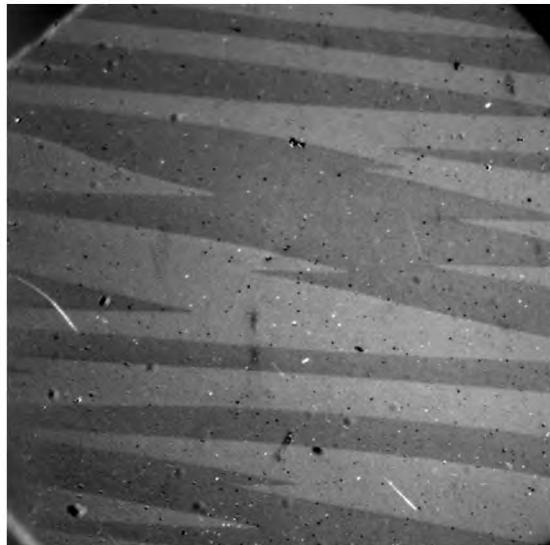


Рис.1.13. Доменная структура монокристалла Nd₂Fe₁₄B при произвольном угле отклонения плоскости наблюдения относительно ОЛН [49].

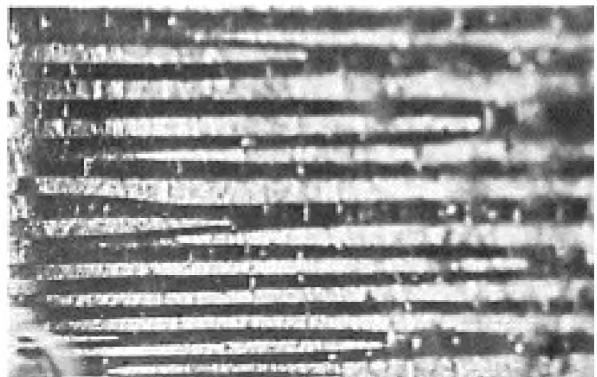
Существует некоторая критическая толщина кристалла D_k , выше которой, простая полосовая доменная структура переходит в структуру с волнистыми границами. Степень этой волнистости зависит от толщины и магнитных констант кристалла. Амплитуда волнистых границ не растет безгранично с увеличением толщины кристалла [50,59], при толщине кристалла, большей определенной толщины кристалла D_k , образуются дополнительные конусообразные домены с основанием, лежащим на поверхности образца. При дальнейшем увеличении толщины кристалла происходит многократное повторение этого процесса. Границы дополнительных доменов при этом также становятся волнистыми [56-62]. Измельчение потоков размагничивающих полей ведет к снижению магнитостатической энергии кристалла и является причиной возникновения сложных поверхностных доменных структур на базисной плоскости массивных одноосных ферромагнитных кристаллов.

1.4.3. Доменная структура гексагональных магнетиков с неодноосной магнитной анизотропией.

1.4.3.1. Первые температурные исследования ДС гексагональных магнетиков

Для наблюдения ДС в области сверхнизких и сверхвысоких температур авторами работ [63-64] разработан метод, являющийся своеобразной модернизацией метода магнитного коллоида Акулова-Биттера. В связи с тем, что частицы магнитного порошка в этом методе находятся в воде или масле, диапазон температур, в котором он может быть применен ограничен температурами кипения и замерзания используемой жидкости. Предложенный в [63-64] метод заключается в напылении на поверхность исследуемого образца частиц никеля или железа в атмосфере разреженного инертного газа. Формирующиеся в этих условиях ферромагнитные частицы оседают на поверхность образца в области максимальных магнитных полей, которые соответствуют доменным границам. Этим методом были выполнены многочисленные низкотемпературные исследования ДС [65-71]. Объектами исследования в этих работах стали редкоземельные металлы гадолиний, тербий и диспрозий, имеющие гексагональную кристаллическую решетку. Впоследствии аппаратура для таких наблюдений была усовершенствована в работе [72], что позволило расширить температурный интервал исследований ДС и выполнить отдельные эксперименты в небольшом магнитном поле.

На рис.1.14, 1.16 и 1.17 показана ДС в монокристалле Gd, выявленная в работах [71-72]. Как следует из рис.1.15, при температуре 230 К в Gd происходит спин-переориентационный фазовый переход (СПП) от МКА типа ось легкого намагничивания к МКА типа конус осей легкого намагничивания. Значительный рост угла раствора конуса ОЛН происхо-



← c axis 200 μm $(1-1 \times 10^4)$
 Δm^{-1}

Рис.1.14. Доменная структура на b-плоскости монокристалла Gd [72] при 231 К.

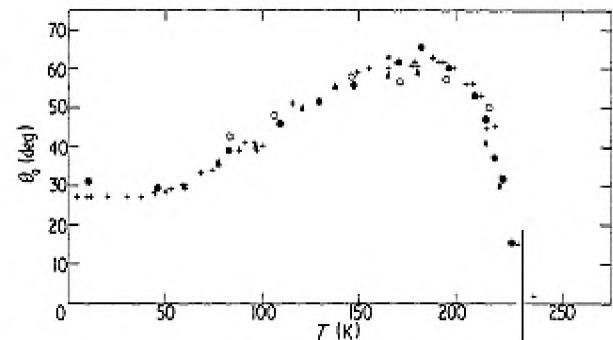


Рис.1.15. Зависимость угла между намагниченностью и осью с в Gd от температуры [72].

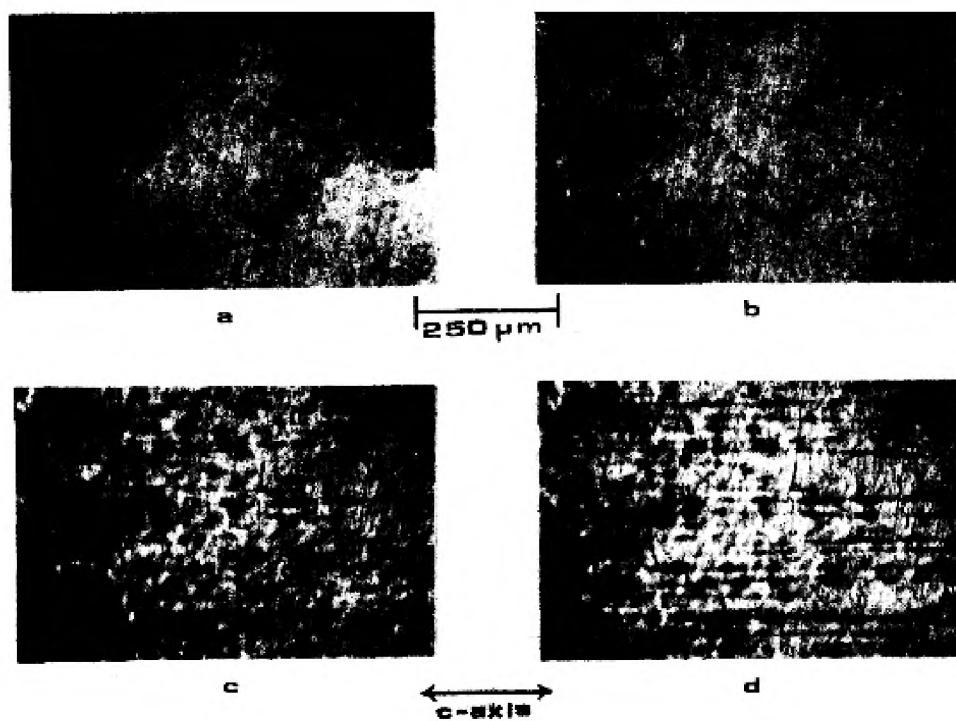


Рис.1.16. Эффект изменения температуры на ДС монокристалла Gd на b-плоскости (призматическая плоскость): (а) 251 К, (б) 241 К, (с) 234 К, (д) 225 К [71]

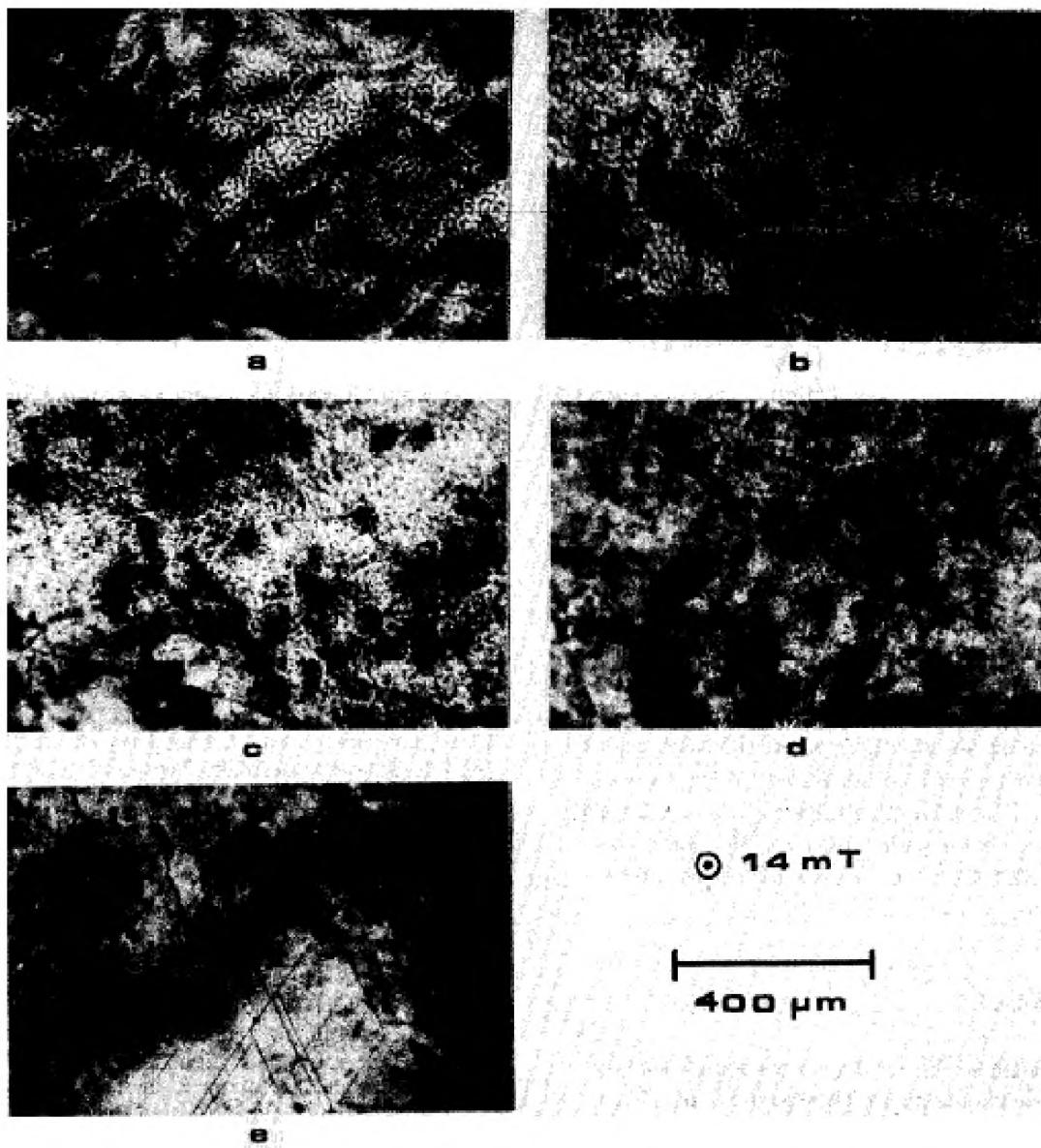


Рис.1.17. Эффект изменения температуры на ДС монокристалла Gd на базисной плоскости: (а) 248 К, (б) 238 К, (с) 233 К, (д) 218 К [71]

дит в области температур 200÷250 К. В работе [71] сделана попытка анализа перестройки ДС при изменении температуры на призматической и базисной плоскостях монокристалла Gd в этой температурной области. Приведенные в работе [71] микрофотографии ДС показаны на рис.1.16-1.17. Микрофотографии ДС позволяют заключить, что действительно в области СПП происходит серьезная трансформация ДС, однако анализ

характера этой трансформации сделать затруднительно в силу низкого качества полученных микрофотографий. Кроме того, СПП в Gd связан

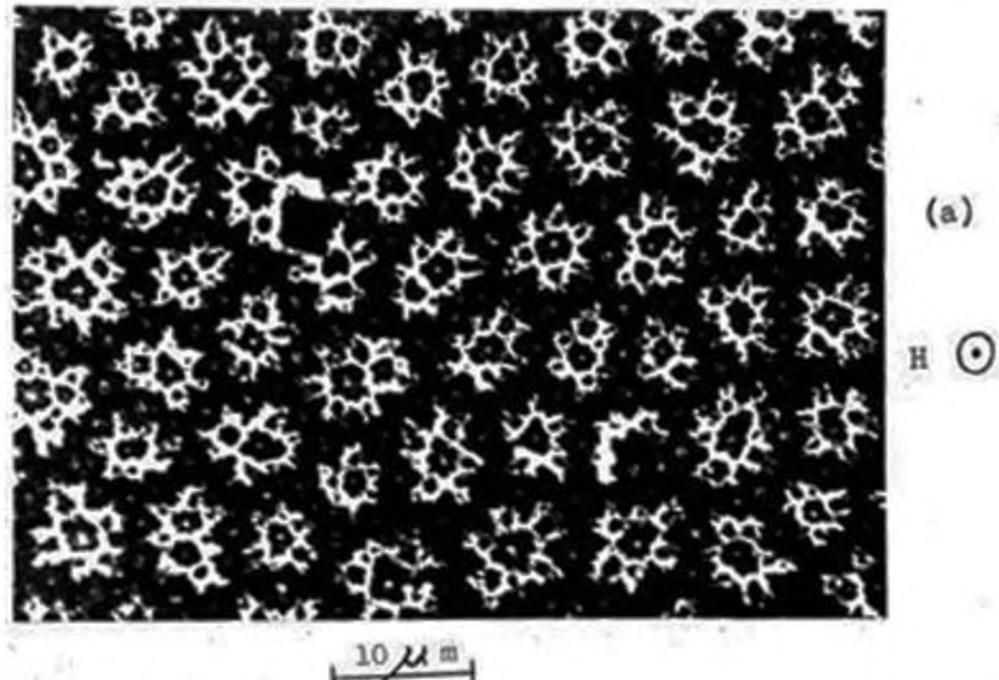


Рис.1.18. Доменная структура на базисной плоскости монокристалла Gd при 77 К в магнитном поле 30 Э [73].

только с появлением МКА конус осей легкого намагничивания. МКА типа ПОЛН в Gd не реализуется. Наиболее качественные микрофотографии ДС в монокристаллах Gd получены в работе [73], в которой также решена проблема наблюдения ДС в магнитном поле (рис.1.18).

1.4.3.2. ДС гексагональных магнетиков с МКА типа конус осей легкого намагничивания и плоскость осей легкого намагничивания.

Необходимо отметить, что в связи со значительными экспериментальными трудностями данные о доменной структуре магнетиков с анизотропией типа конус осей легкого намагничивания или плоскость осей легкого намагничивания не так много. Полученные магнитооптическими методами микрофотографии ДС содержатся в

диссертационных работах [49,74-75,89] и публикациях авторов этих работ [76-83].

В случае данных типов МКА анизотропия в базисной плоскости определяет доменную структуру. При гексагональной симметрии имеется 6 магнитных фаз и 6 типов доменных стенок для МКА типа ПОЛН. Для конуса ОЛН число фаз возрастает вдвое (12), а число типов стенок (соседств доменов) — до 19.

Энергия и ширина стенок зависят от их ориентации в пространстве. Наименьшей энергией обладают стенки, лежащие в плоскости базиса, в которых переменным является азимутальный угол намагниченности φ , а тип соседств не допускает появления размагничивающих полей. Энергия и ширина таких стенок определяются константой анизотропии в базисной плоскости (K_6 в случае гексагональной и ромбоэдрической симметрии, или K_4 в случае тетрагональной симметрии).

В связи с этим можно представить доменную структуру гексагонального магнетика с доменными границами следующих типов: 60, 120, 180, 240, 300-градусные и т.д. Причем, стенки с градусностью больше 60° устойчивы только при учете магнитоупругой энергии, как это имеет место в железе.

При наблюдении доменной структуры на призматических плоскостях соединений типа $TbCo_5$ в состоянии "легкая плоскость" авторами работы [75] была обнаружена четкая устойчивая структура 180-градусных доменов, хорошо выявляемая полярным эффектом Керра и свойственная одноосным высокоанизотропным кристаллам (рис. 1.19).

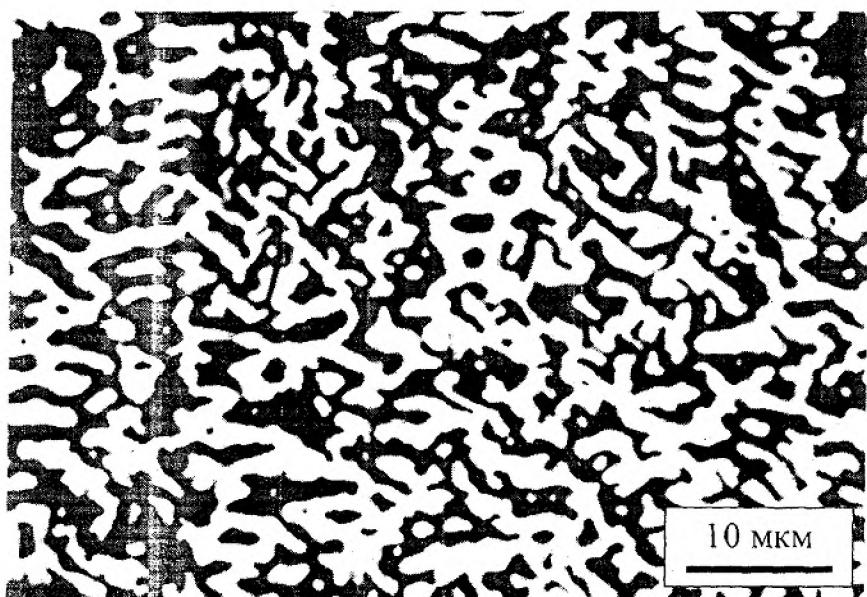


Рис.1.19. 180-градусная доменная структура на призматической плоскости монокристалла TbCo₅ при T = 300 К (макроскопически легкоплоскостное состояние). Поверхность образца подготовлена механической шлифовкой и полировкой на алмазных абразивных порошках с последовательным уменьшением размера частиц от 28 до 0,5 мкм [75].

Авторы [75] полагают, 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.

Следует также отметить, что механические воздействия не являются единственным источником напряжений в кристаллах, приводящим к качественным изменениям доменной структуры. На рис. 1.20 показана доменная структура, связанная с напряжениями на границе двух кристаллитов разной ориентации. Этот результат совпадает с данными

публикаций [5,84] (единичные опубликованные работы по данному вопросу), в которых наблюдалась развитая одноосная структура в поликристаллических образцах родственных составов $\text{Fe}_{17}\text{Tb}_2\text{B}_x$ и $\text{Dy}_2\text{Fe}_{17}$. Эти данные показывают, что для выявления основной доменной структуры легкоплоскостных магнетиков нужно изучать монокристаллы с малыми внутренними напряжениями. Эффект одноосной наведенной анизотропии исключается при бездеформационной обработке поверхности кристаллов с помощью электрополировки или ионной полировки путем бомбардировки поверхности ионами аргона.

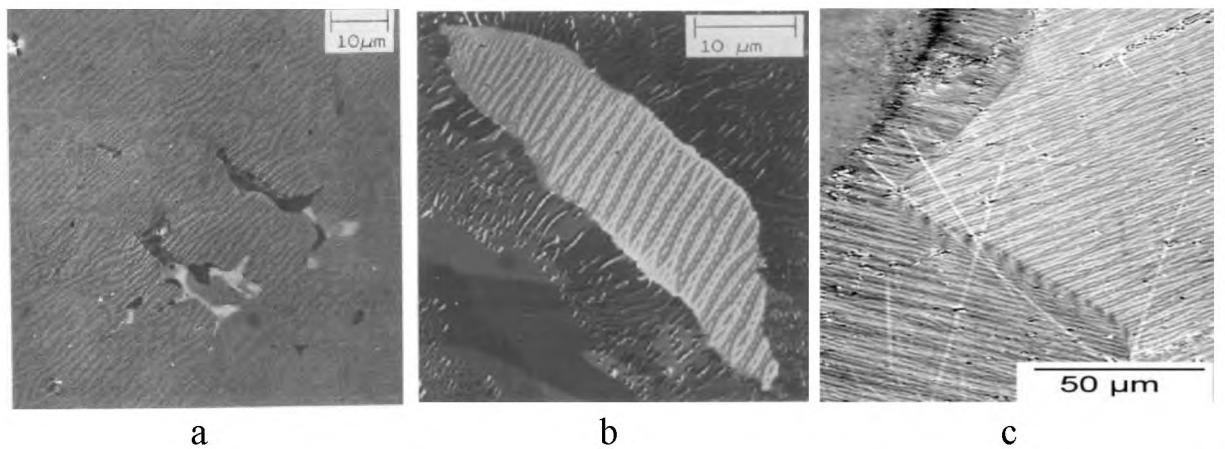


Рис.1.20. Доменная структура поликристаллических сплавов $\text{Dy}_2\text{Fe}_{17}$ (а) [5], $\text{Fe}_{17}\text{Tb}_2\text{B}_x$ (б) [5], $\text{Tb}_2\text{Fe}_{17}$ (с) [84].

Так в работе [89] в монокристаллическом образце интерметаллического соединения NdCo_5 исследована температурная трансформация доменной структуры при СПП конус осей легкого намагничивания – ПОЛН. Рис.1.21 показывает каким образом в этом случае перстраивается ДС на базисной плоскости гексагонального монокристалла NdCo_5 . При комнатной температуре наблюдается ДС типа звездочек, характерная для магнитоодноосного высокоанизотропного магнетика (рис.1.21а). В области температур 300÷240 К ДС не

наблюдается. При температуре 150 К появляется двухфазная полосовая ДС, соответствующая МКА типа ПОЛН, намагниченность в которой параллельна базисной плоскости,

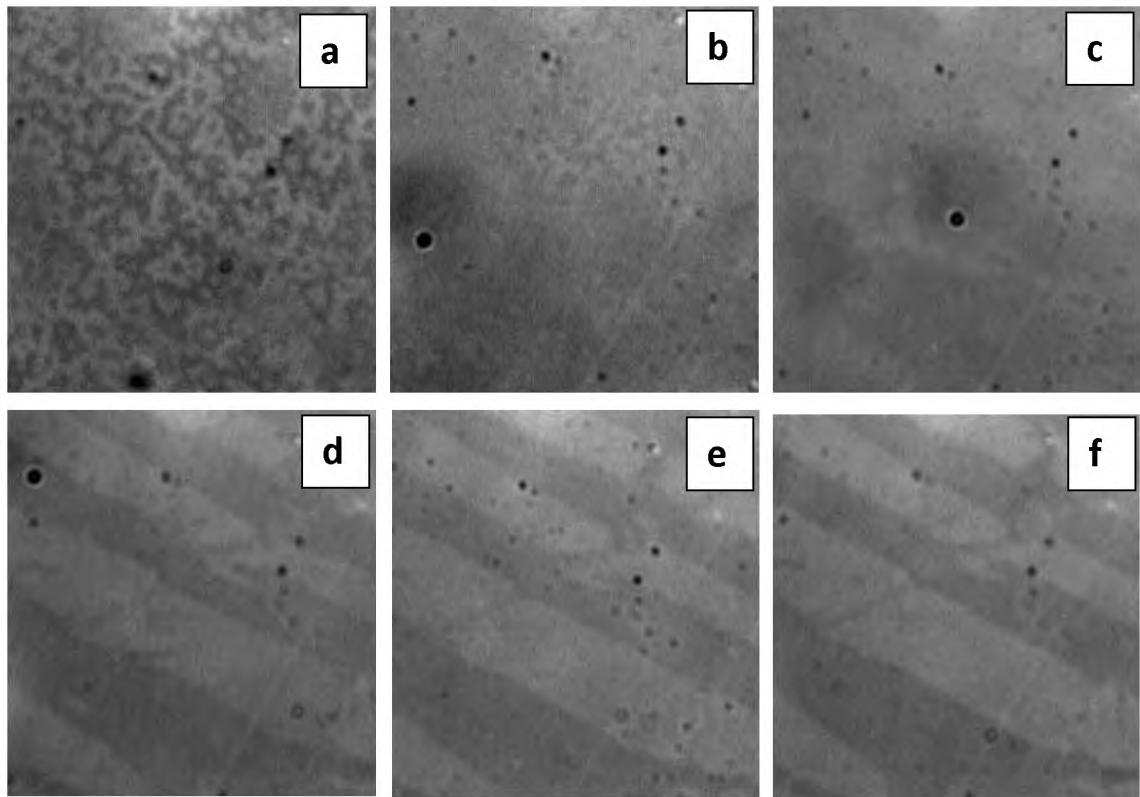


Рис.1.21. Температурная трансформация ДС на базисной плоскости монокристалла NdCo₅. T=325 K (а), 300 K (б), 240 K (в), 150 K (г), 50 K (д), 10 K (е). Размер поля зрения 120x120 мкм [89].

В работах [81-83] были проведены исследования доменной структуры соединений с тяжелыми редкоземельными металлами и иттрием (R = Y, Gd, Tb, Dy, Ho, Er). На рисунке 1.22 приведены картины порошковых осадков на произвольно ориентированных плоскостях поликристаллических образцов R₂Co₁₇ и R₂Fe₁₇ [81-83]. Можно выделить две конфигурации доменных структур, которые типичны для всех соединений. Часть зерен образцов имеет крупные полосовые или клиновидные домены

(рисунок 1.22а–в). В остальных зернах наблюдаются полосовые домены с прерывными искривленными границами. В большинстве случаев структуры промодулированы поперечными мелкими каплевидными доменами (рисунок 1.22д–е), но есть области свободные от мелких доменов (рисунок 1.22г–д).

На рисунке 1.23 показаны магнитно-силовые изображения полей рассеяния на базисной и призматической плоскости образцов R_2M_{17} . На базисной плоскости хорошо видна простая полосовая структура доменов (рисунок 1.23а). Интересные конфигурации полей рассеяния доменов обнаружены на призматических плоскостях образцов R_2M_{17} (рисунок 1.23 б–г). Основным признаком всех структур является извилистость доменных границ. Во всех случаях выявляются полосовые домены с извилистыми границами, форму которых можно условно обозначить как «зигзагообразную» (рисунок 1.23б), «елочкообразную» (рисунок 1.23в) и «пилообразную» (рисунок 1.23г).

В работах [82-83] предложена следующая модель доменной структуры одноосного магнетика с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость». В объеме магнетика формируется простая полосовая структура доменов с границами параллельными осям (рисунок 1.24а).

Вблизи призматической плоскости образцов, над которой существуют размагничивающие поля, происходит изгиб доменных границ (рисунок 1.24б). Появление такого изгиба границ энергетически выгодно, так в этом случае замыкание магнитного потока происходит не в одном направлении, как при полосовых доменах, а в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Вследствие этого можно ожидать уменьшения магнитостатической энергии образца. Формирование двух систем доменных границ во всем объеме образца, по-видимому, не оправдано, так

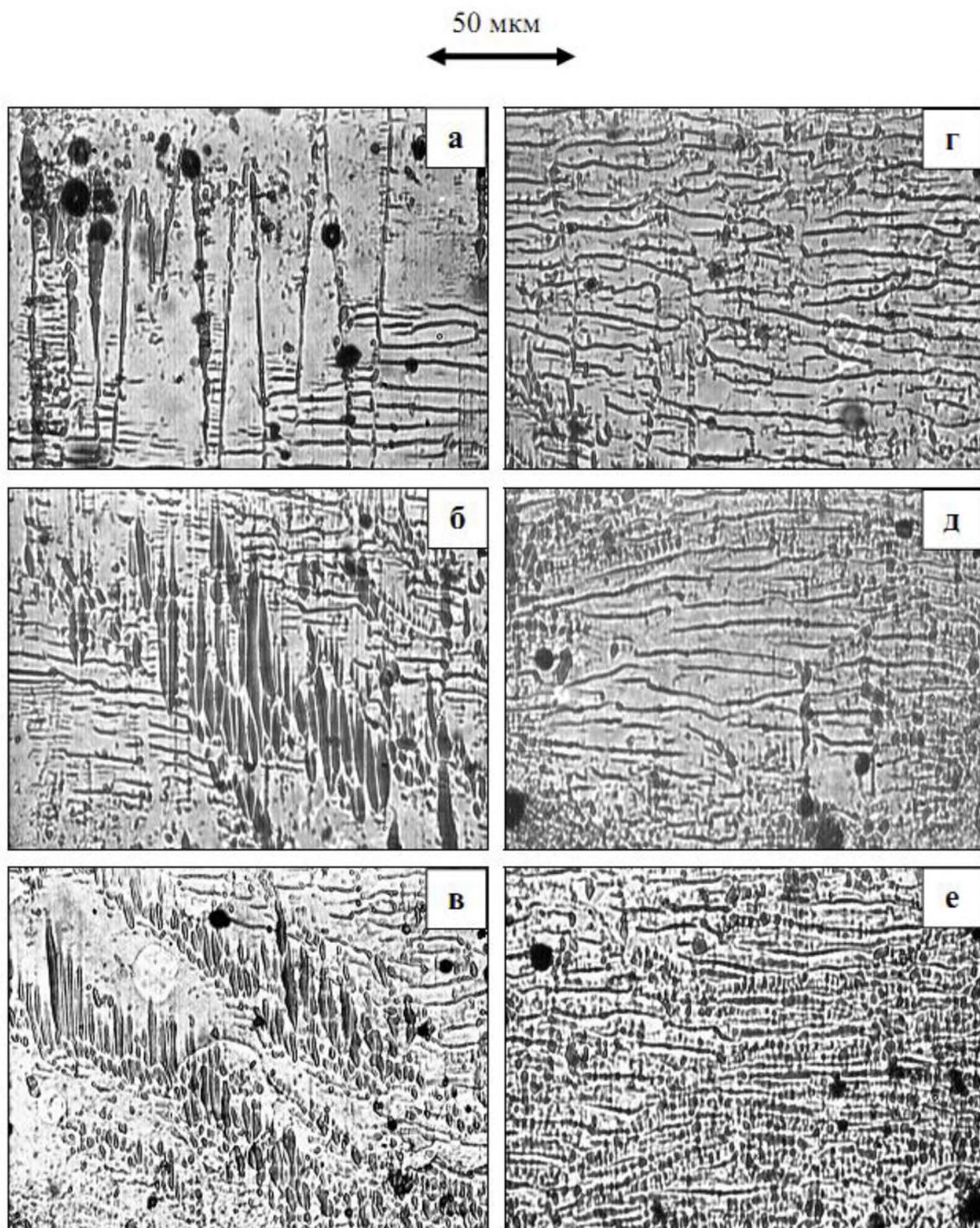


Рис.1.22. Типичные картины доменных структур поликристаллических образцов R_2M_{17} ($M = \text{Co}, \text{Fe}$), выявленные методом порошковых осадков [83].

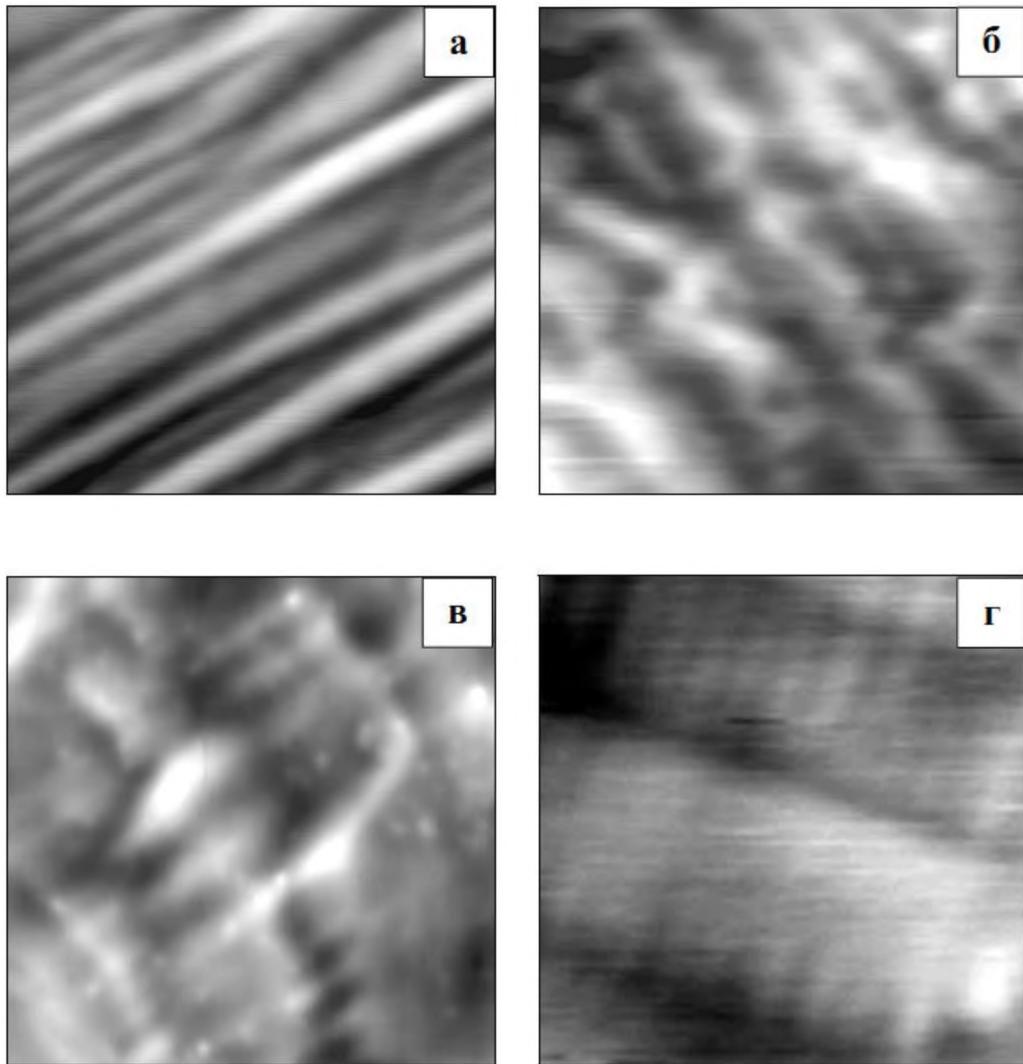


Рис.1.23. Типичные картины доменных структур на базисной (а) и призматической (б–г) плоскостях монокристаллов R_2M_{17} ($M = Co, Fe$), выявленные методом магнитно-силовой микроскопии. Размер кадров 50x50 мкм (а), 20x20 мкм (б–г) и 10x10 мкм (в–г) [83]

как в этом случае резко возрастет общая площадь границ и, следовательно, их энергия.

На рис.1.24в приведено схематическое изображение поверхностной доменной структуры на призматической плоскости образцов с магнитокристаллической анизотропией типа ПОЛН для различных случаев

изгиба доменных границ. Пунктиром обозначены границы основных полосовых доменов внутри образца.

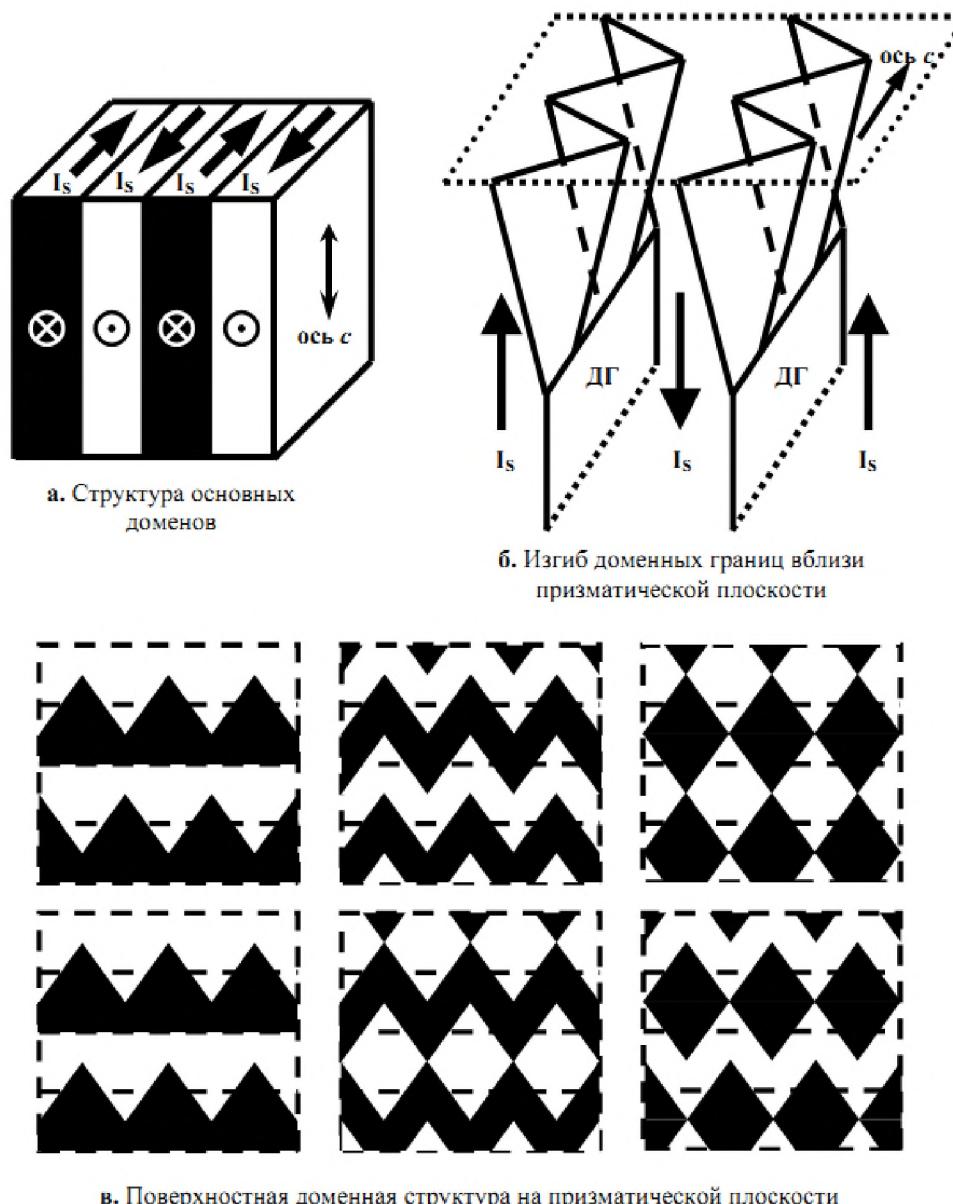


Рис.1.24. Модель доменной структуры в магнетике с МКА типа ПОЛН [82-83].

Хорошо видно, что в такой модели поверхностная доменная структура имеет «елочкообразную», «зигзагообразную» и «пилообразную»

конфигурации, которые экспериментально наблюдаются на призматической плоскости образцов R_2M_{17} [81-83].

1.4.3.3. Комплексная ДС в магнетиках с ориентационными фазовыми переходами.

Полезными для анализа ДС магнетиков с МКА типа ПОЛН являются данные о формировании ДС в магнитных материалах со спин-переориентационными фазовыми переходами (СПП). Дело в том, что в материалах с СПП напряжения в поверхностном слое образцов могут сдвигать температуру перехода и, в результате, изменять тип МКА вблизи поверхности образца. В этом случае на поверхности наблюдается комплексная ДС, в которой присутствуют как элементы, характерные для поверхностного слоя образцов, так и для его объема [49]. Как уже отмечалось, в материалах с МКА типа ПОЛН магнитная анизотропия в базисной плоскости гексагональных магнетиков, как правило, мала, поэтому магнитоупругий вклад в МКА может стать определяющим при формировании ДС в поверхностном слое образцов.

Хорошим примером магнетика с СПП является интерметаллик $DyFe_{11}Ti$, имеющий 2 СПП, один из которых лежит вблизи комнатной температуры (рис.1.25). На поверхности (110) этого образца наблюдаются две системы магнитных доменов: (1) основные домены, характерные для объема образца, и (2) замыкающие домены, формирующиеся в поверхностном напряженном слое, наличие которых обусловлено изменением типа МКА [89]. Модель ДС, формирующейся в магнетике с различным типом МКА в напряженном поверхностном слое (тип МКА «плоскость осей легкого намагничивания» и объеме образца (тип МКА «ось легкого намагничивания»). предложенная в работе [89] показана на рис.1.26.

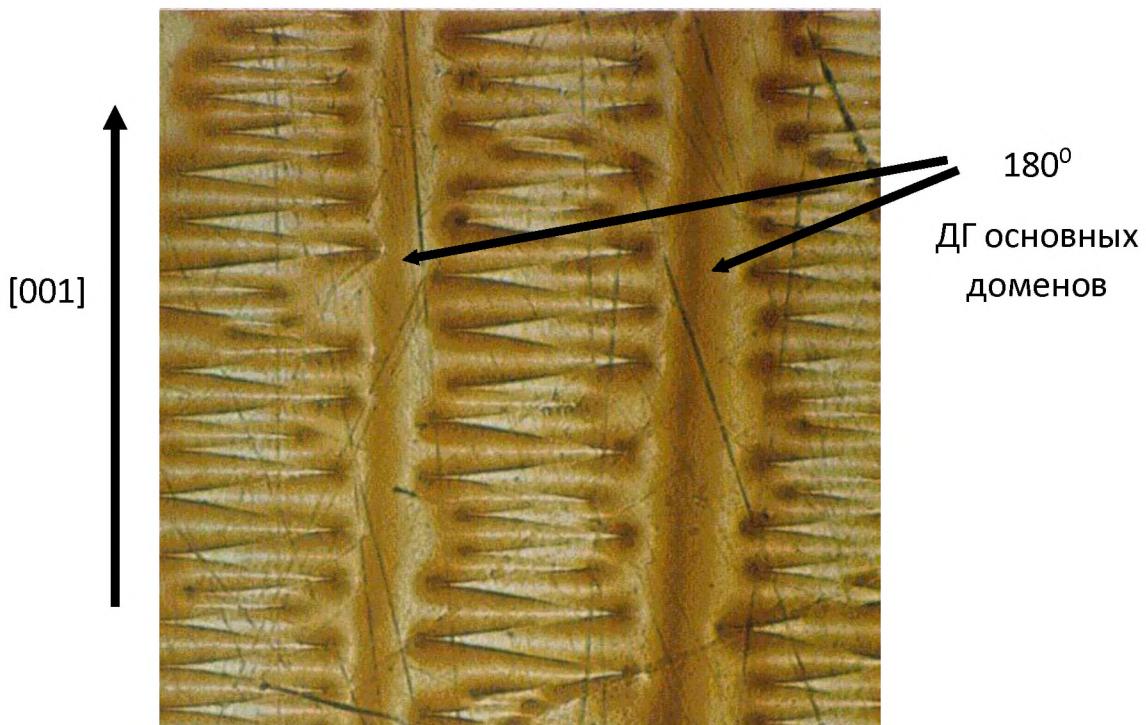


Рис.1.25. Две системы магнитных доменов на плоскости (110) монокристалла $\text{DyFe}_{11}\text{Ti}$ при комнатной температуре. $H=0$ [89].

В результате низкотемпературного СПП от МКА конус осей легкого намагничивания к ПОЛН в соединении $\text{TbFe}_{11}\text{Ti}$ формируется полосовая ДС, образованная двумя магнитными фазами, намагниченности которых антипараллельны и лежат вдоль одной из двух ОЛН в базисной плоскости (соединение $\text{TbFe}_{11}\text{Ti}$ имеет тетрагональную кристаллическую решетку). Соответственно, в такой ДС все ДГ являются 180-градусными. Таким образом, в области МКА типа ПОЛН наблюдается такая же ситуация, как и в случае гексагонального интерметаллида NdCo_5 (рис.1.27).

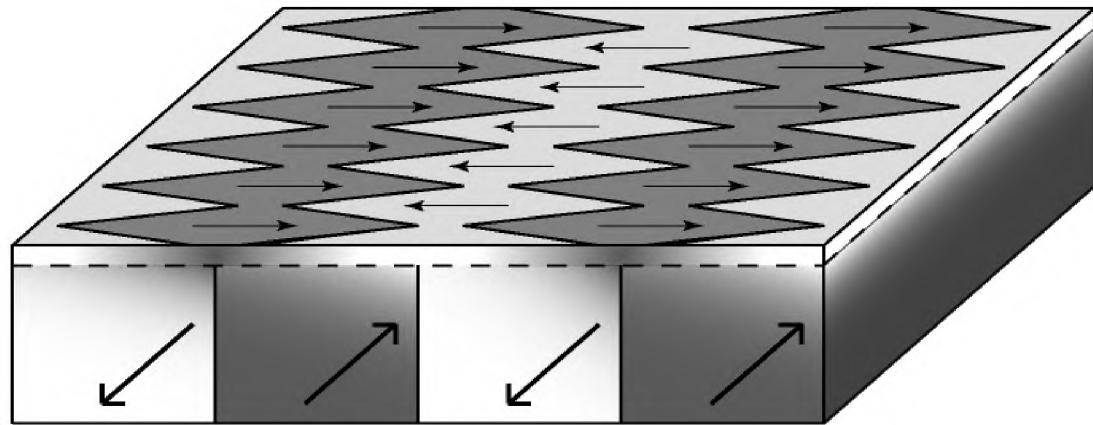


Рис. 1.26. Модель ДС, формирующейся в магнетике с различным типом МКА в напряженном поверхностном слое (тип МКА «плоскость осей легкого намагничивания» и объеме образца (тип МКА «ось легкого намагничивания). В случае соединения DyFe₁₁Ti магнитные домены в объеме намагничены в направлении [001], а магнитные домены в поверхностном слое – в направлении [110] [89].

Напряжения в поверхностном слое образцов возникают в процессе подготовки металлографических шлифов. Величину этих напряжений можно существенно снизить, используя ряд специальных методик [4]. Однако, во многих случаях полностью избавиться от напряжений данного типа не удается.

Кроме того, невозможно избавиться от напряжений, возникших в процессе роста монокристаллических образцов. Пример влияния напряжений такого типа на ДС магнетика с МКА типа ПОЛН приведен на рис. 1.28.

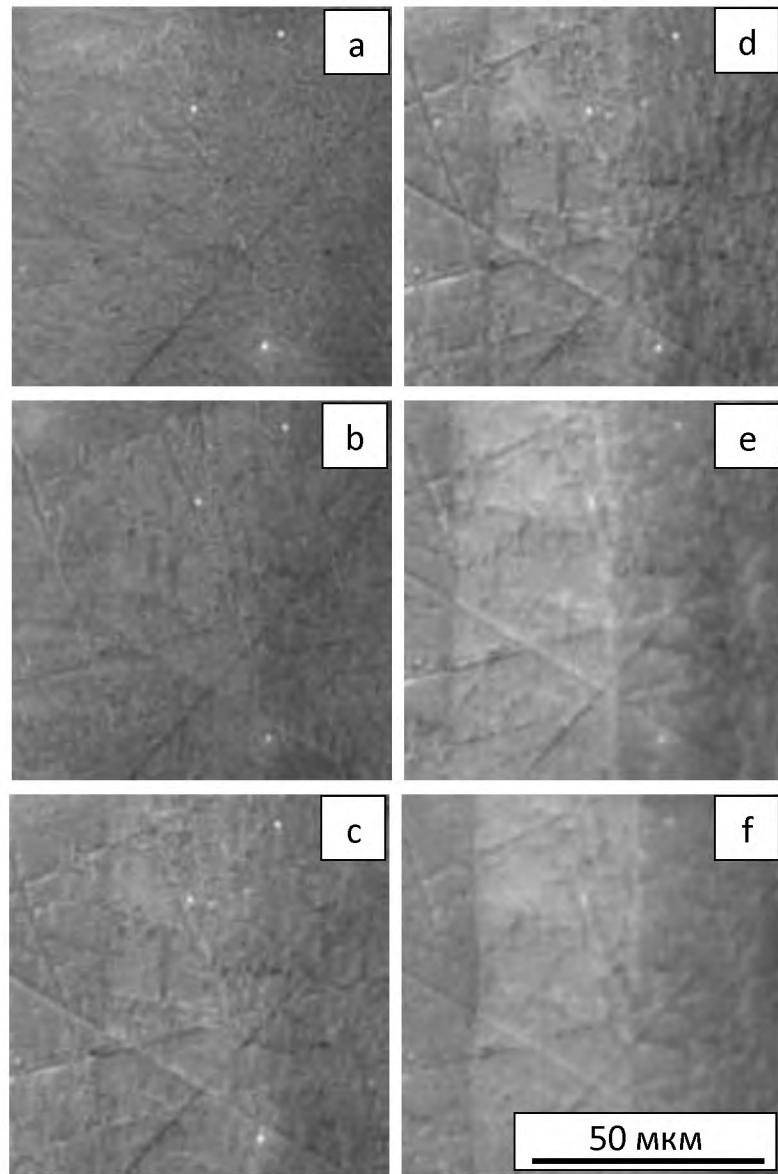


Рис.1.27. Перестройка ДС на базисной плоскости монокристалла DyFe₁₁Ti при понижении температуры. Т = 150 (а), 120 (б), 110 (с), 105 (д), 80 (е), 40 (ф). СПП «ЛК-ЛП». Границы фотографий ДС параллельны осям <110> [89].

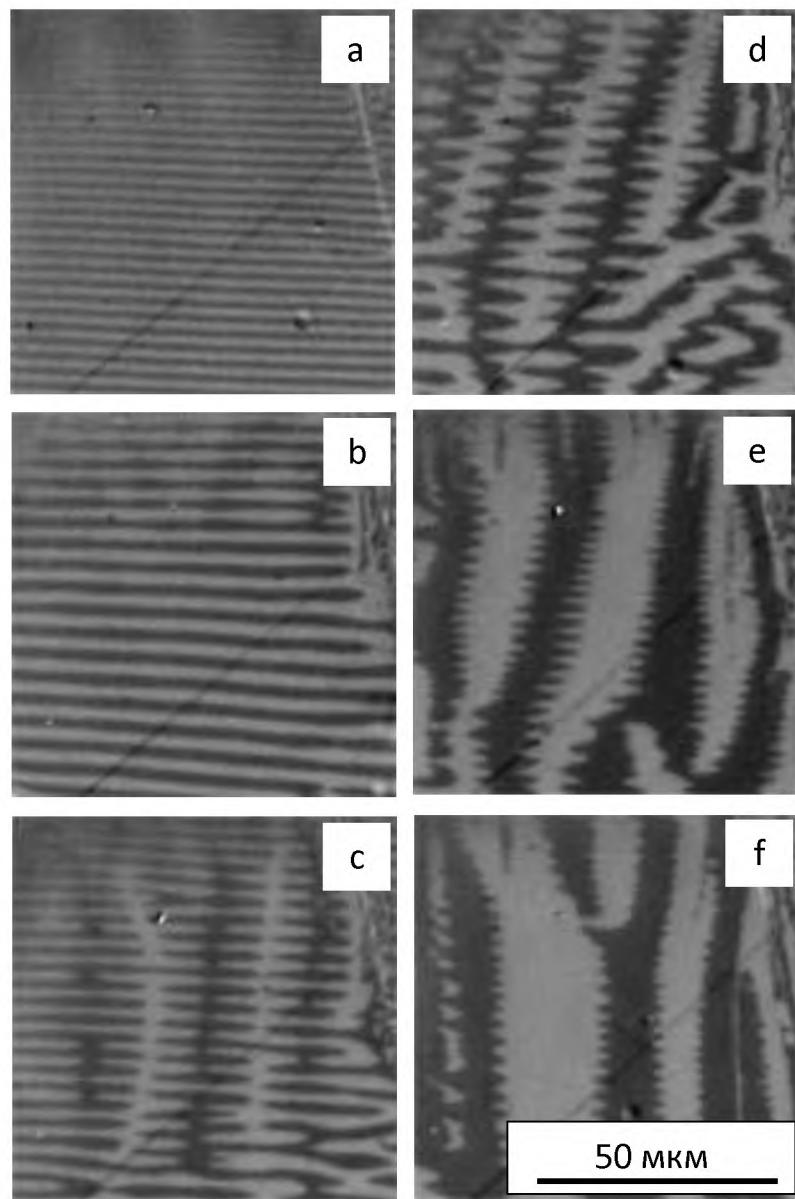


Рис. 1.28. ДС, не отражающая конфигурацию основных доменов в объеме образца вследствие напряжений в поверхностном слое монокристалла $\text{DyFe}_{11}\text{Ti}$ в области спиновой переориентации: $T=309$ (а), 195 (б), 150 (с), 135 (д), 100 (е), 68 К (ф) [74].

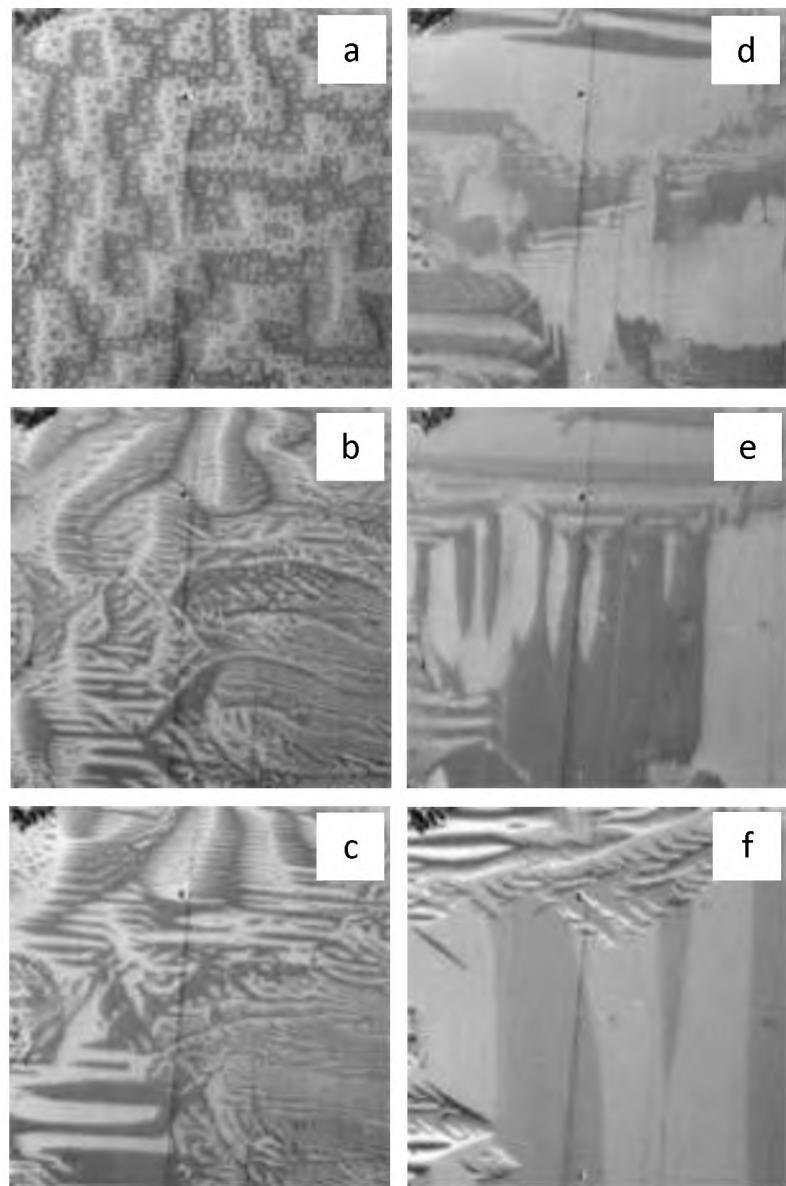


Рис. 1.29. ДС на базисной плоскости монокристалла $DyFe_{10}Ti$ в области СПП: $T=290$ (а), 260 (б), 245 (в), 218 (г), 195 (д), 9 К (е). Влияние локальных напряжений на ДС магнетика с МКА типа ПОЛН показано на микрофотографии (ф) [74].

1.4.4. Поверхностная плотность энергии доменных границ в гексагональных магнетиках

В общем случае расчет распределения спонтанной намагниченности в ферромагнитных кристаллах, то есть определение формы и размеров доменов и границ между ними, должен проводиться путем решения вариационной задачи минимизации суммарной потенциальной энергии системы. Теория микромагнетизма рассматривает пять основных типов взаимодействий между элементарными магнитными моментами и между этими моментами и внешними полями [37,44-48,50-62], которые характеризуются следующими энергиями: энергия обменного взаимодействия; энергия образца относительно внешнего магнитного поля; энергия собственного размагничивающего поля; энергия магнитной кристаллографической анизотропии; магнитоупругая энергия.

Выполнение вариационных процедур приводит к системе нелинейных дифференциальных уравнений в частных производных, решение которых представляет собой сложную задачу, аналитическое решение которой получено лишь для некоторых частных случаев, допускающих линеаризацию [37].

В работе Ландау и Лифшица [85] было показано, что общая задача о доменной структуре может быть разбита с большой степенью точности на две независимые задачи:

- распределение вектора спонтанной намагниченности в доменной границе;
- распределение граничных слоев в объеме кристалла и изменение этого распределения под действием различных факторов.

При таком подходе факт существования доменов постулируется, но в тоже время открывается возможность проведения расчетов ряда важнейших параметров доменной структуры.

В рамках микромагнитного подхода разворот вектора намагниченности внутри доменных границ (ДГ) происходит согласно модели, предложенной в работе [86]. Рассматривается плоская доменная граница, разделяющая в бесконечном кристалле два домена, однородная намагниченность которых характеризуется единичными векторами $\vec{\alpha}_I$ и $\vec{\alpha}_{II}$. Условие равновесного состояния границы имеет вид:

$$E(\vec{\alpha}_I) = E(\vec{\alpha}_{II}). \quad (1.9)$$

Векторы $\vec{\alpha}_I$ и $\vec{\alpha}_{II}$ должны совпадать с направлениями легкого намагничивания, при которых энергия магнитокристаллической анизотропии имеет минимум.

Плоская форма доменной границы всегда является более выгодной в кристаллах, не содержащих различных дефектов кристаллической решетки, так как проявление изгибов доменной границы приводит к увеличению ее энергии.

Для решения задачи в общем виде вводится сферическая система координат, связанная с доменной границей. За полярную ось принимается нормаль к плоскости доменной границы с единичным вектором \vec{n} , координата вдоль нормали обозначается как ξ , θ – полярный угол между вектором \mathbf{M}_s , ϕ – азимутальный угол, который отсчитывается от произвольно выбранного направления в плоскости границы.

На возможную ориентацию плоскости доменной границы накладывается условие отсутствия ее собственной магнитостатической энергии, то есть условие непрерывности нормальной к границе составляющей вектора намагниченности \mathbf{M}_s :

$$\vec{\alpha}_I * \vec{n} = \vec{\alpha}_{II} * \vec{n}. \quad (1.10)$$

Из условий (1.9) и (1.10) вытекает, что внутри доменной границы угол θ остается постоянным, а угол ϕ изменяется от ϕ_1 в одном домене, до

φ_2 во втором, то есть вектор намагниченности \mathbf{M}_S испытывает прецессию вокруг нормали \vec{n} .

Доменные границы, в которых выполняется условие $\theta = \text{const}$ называются блоховскими. В доменных границах Блоха отсутствует собственная магнитостатическая энергия и, как показывают теоретические выводы [37] и экспериментальные данные, границы такого типа характерны для массивных кристаллов.

Суммарная энергия единицы площади блоховской доменной границы состоит из двух слагаемых: обменной энергии $E_{\text{обм}}$, обусловленной непараллельностью магнитных моментов, и энергии магнитокристаллической анизотропии E_A , связанной с их отклонением от оси легкого намагничивания [37]:

$$\gamma = \int_{-\infty}^{\infty} (E_{\text{обм}} + E_A) d\xi. \quad (1.11)$$

В работе [57] из условия минимума интеграла (1.11), то есть из решения вариационной задачи $d\gamma = 0$, получено общее выражение для энергии блоховской доменной границы на единицу ее поверхности:

$$\gamma = 2\sqrt{A} \sin\theta \int_{\varphi_1}^{\varphi_2} \sqrt{E_A(\varphi) - E_A^0} d\varphi, \quad (1.12)$$

а также выражение, определяющее зависимость координаты (ξ) вдоль нормали к плоскости доменной границы от угла разворота вектора $\mathbf{M}_S(\varphi)$:

$$\xi = \sqrt{A} \sin\theta \int_0^\varphi \frac{d\varphi}{\sqrt{E_A(\varphi) - E_A^0}}, \quad (1.13)$$

где A – обменный параметр, $E_A(\varphi)$ – энергия магнитокристаллической анизотропии внутри доменной границы в сферической системе координат, связанной с доменной границей, E_A^0 – энергия магнитокристаллической анизотропии в домене.

1.4.5. Типы доменных границ в гексагональных магнетиках.

Угол поворота вектора \mathbf{M}_s внутри границы определяется углом между направлениями осей легкого намагничивания в соседних доменах. Согласно расчетам, выполненным в работе [80], в гексагональном магнетике с МКА типа ПОЛН при $K_4 < 0$ оси легкого намагничивания совпадают с кристаллографическими направлениями типа $\{100\}$, а при $K_4 > 0$ – с направлениями типа $\{210\}$. Таким образом, в таком магнетике возможны три типа доменных границ с углами разворота вектора \mathbf{M}_s – 60° , 120° и 180° .

Возможные ориентации плоскости доменной границы определяются выполнением условия постоянства угла θ между нормалью \vec{n} к плоскости ДГ и вектором \mathbf{M}_s внутри границы.

На рис. 1.30–1.31 показаны типичные для гексагональных магнетиков с МКА типа ПОЛН ориентации плоскостей доменных границ. Для положительной и отрицательной четвертой константы анизотропии можно выделить три типа ДГ, плоскость которых ориентирована вдоль оси c и три типа ДГ, плоскость которых перпендикулярна оси c .

Поверхностная плотность энергии γ для 60° -ных ДГ, перпендикулярных к оси c , рассчитана в работе [89]:

$$\gamma_{60^\circ} = 1,8856 \sqrt{A|K_4|}. \quad (1.14)$$

Очевидно, что для 120° -ных и 180° -ных ДГ такого типа справедливы соотношения $\gamma_{120^\circ} = 2 \gamma_{60^\circ}$ и $\gamma_{180^\circ} = 3 \gamma_{60^\circ}$.

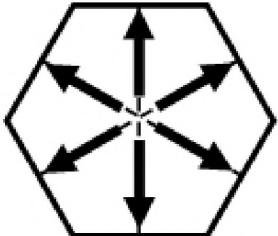
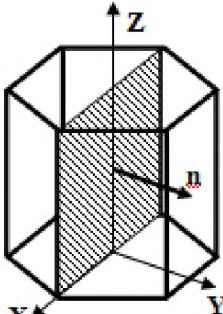
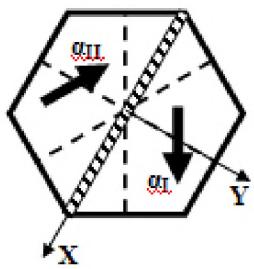
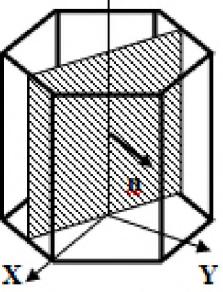
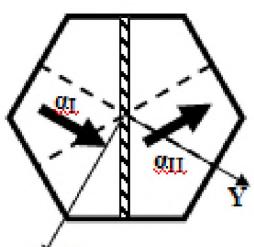
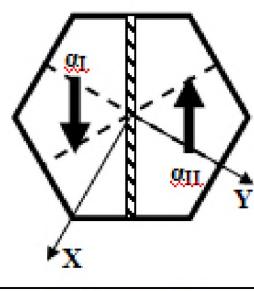
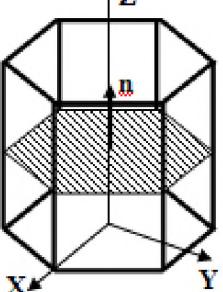
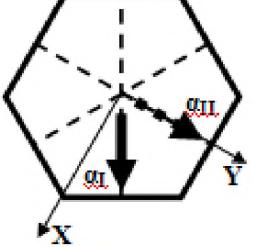
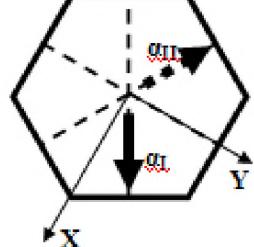
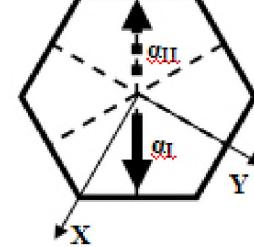
	<p>Ориентация ОЛН в гексагональном магнетике с $K_4 > 0$</p>		
Типы ДГ, плоскость которых параллельна гексагональной оси с			
 ДГ типа {100}	 120°-ная ДГ		
 ДГ типа {210}	 60°-ная ДГ		 180°-ная ДГ
Типы ДГ, плоскость которых перпендикулярна гексагональной оси с			
 ДГ типа (001)	 60°-ная ДГ	 120°-ная ДГ	 180°-ная ДГ

Рис. 1.30. Типы доменных границ в гексагональном магнетике с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость» при $K_4 > 0$ [89].

	Ориентация ОЛН в гексагональном магнетике с $K_4 < 0$		
Типы ДГ, плоскость которых параллельна гексагональной оси c			
 ДГ типа {100}	 60°-ная ДГ	 180°-ная ДГ	
 ДГ типа {210}		 120°-ная ДГ	
Типы ДГ, плоскость которых перпендикулярна гексагональной оси c			
 ДГ типа (001)	 60°-ная ДГ	 120°-ная ДГ	 180°-ная ДГ

Рис. 1.31. Типы доменных границ в гексагональном магнетике с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость» при $K_4 < 0$ [89].

Запись выражения (1.14) для γ с учетом четырех констант МКА приводит к эллиптическому интегралу, который аналитически не берется. Численный расчет такого интеграла затруднен тем, что для соединений R_2Fe_{17} экспериментальные данные о величинах констант анизотропии K_3 и K_4 отсутствуют.

Тем не менее известно, что магнитокристаллическая анизотропия соединений R_2Fe_{17} в базисной плоскости мала, то есть мало и значение K_4 . Поэтому можно предположить, что поверхностная плотность энергии γ доменных границ, перпендикулярных оси c согласно формуле (1.14) значительно меньше γ границ, параллельных оси c . Однако, экспериментально в магнетиках R_2Fe_{17} обнаруживаются и доменные границы, ориентированные вдоль оси c [81–83,89].

1.5. Выводы по обзору и задачи исследования.

Выполненный в первой главе анализ литературных данных показывает, что доменная структура гексагональных магнетиков с типом анизотропии плоскость осей легкого намагничивания исследовалась в размагниченном состоянии только при комнатной температуре, как правило, на поликристаллических образцах и, в основном, методом порошковых осадков Акулова-Биттера, не позволяющим проводить анализ трансформации магнитных доменов под действием внешних воздействий [4-6,77-83,88-89]. Поэтому полученные в данных работах экспериментальные данные не являются достаточными для анализа микромагнитной структуры магнетиков с плоскостным типом МКА.

В частности, всеми авторами работ признано, что в силу относительной слабости анизотропии в базисной плоскости у гексагональных магнетиков в поликристаллических образцах наблюдается

двуухфазная магнитная структура, в которой имеются только 180-градусные доменные границы, хотя поверхностная плотность энергии 60- и 120-градусных доменных границ существенно ниже. Однако, в поликристаллических образцах 60- и 120-градусные доменные границы не обнаружены вследствие того, что магнитоупругий вклад в анизотропию в поликристаллических образцах магнетиков с МКА типа ПОЛН является определяющим, выделяя одну из ОЛН в качестве легчайшей. Например, в работе [6] по этой причине сплав Dy_2Fe_{17} был принят авторами за магнитоодносный.

Поэтому для анализа микромагнитной структуры магнетиков с МКА типа плоскость осей легкого намагничивания обязательным является использование монокристаллических образцов. Очень удобными для этой цели являются монокристаллы интерметаллических соединений R_2Fe_{17} , где $R = Gd, Tb, Dy, Ho$. Эти соединения сохраняют во всем температурном интервале магнитного упорядочения тип МКА плоскость осей легкого намагничивания, имеют относительно небольшую анизотропию в базисной плоскости, различный характер температурного изменения констант МКА и различный уровень констант магнитострикции [2]. Важным также представляется наличие минимальных углов между имеющимися в базисной плоскости ОЛН гексагонального магнетика (60 градусов), что позволяет рассчитывать на меньший магнитоупругий вклад в объемную плотность энергии формирующийся в магнетике доменной структуры при формировании в нем более чем двух магнитных фаз. Так, в тетрагональных магнетиках с МКА плоскость осей легкого намагничивания этот угол равен 90 градусам и даже в монокристаллических образцах ДС в области плоскостной МКА образуется в виде системы 180-градусных доменов [49].

В связи с вышеизложенным, объектами исследования в настоящей работе выбраны монокристаллические образцы интерметаллических соединений R_2Fe_{17} , где $R = Gd, Tb, Dy, Ho$, а сами исследования

ориентированы на изучение особенностей температурной и полевой трансформации их микромагнитной структуры, в том числе, при наличии внешних воздействий. Целью данных исследований является уточнение микромагнитной структуры гексагонального магнетика с МКА типа плоскость осей легкого намагничивания и анализ ее эволюции в различных условиях.

ГЛАВА 2. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

2.1. Приготовление образцов для исследований.

Сплавы типа R_2Fe_{17} ($R=Tb, Dy, Ho, Er$) были получены на установке «Донец-1» методом высокочастотной индукционной плавки в среде особо чистого аргона, давление которого в рабочей камере после вакуумирования до 10^{-3} мм рт. ст. составляло 500 мм. рт. ст. В качестве исходных компонентов использованы металлы чистотой: Tb, Dy, Ho, Er - 99,76%, Fe - 99,99%. Применялась схема, использованная ранее в работах [88-89].

Известно, что редкоземельные металлы способны активно взаимодействовать с большинством тигельных материалов. Чтобы этого избежать использовались тигли из алунда, который является одним из наиболее пассивных материалов к РЗМ. Тигель помещался в специальный бандаж из шамотного кирпича, заполненный крошкой окиси алюминия.

Масса выплавляемых образцов составляла 100-200 г. Плавка проводилась по следующему режиму: быстрый нагрев до образования расплава, выдержка в расплавленном состоянии для более однородного перемешивания компонентов в течение 1-2 минут. За счет обсыпки тигля алундовым порошком скорость остывания сплава была достаточно низкой ($1-2^{\circ}C/c$), что способствовало достижению состояния, близкого к равновесному.

Термические обработки сплавов проводились в накатной вакуумной печи, изготовленной на основе печи сопротивления СУОЛ. Для выравнивания химического состава после выплавки куски сплавов массой $20\div30$ г подвергались высокотемпературной обработке. Для выравнивания химического состава сплавов R_2Fe_{17} куски сплавов массой 20–30 г

подвергались гомогенизирующему отжигу при 1000–1100°С в течение 3–6 часов.

Технологический режим, позволяющий получать монокристаллы соединений R_2Fe_{17} , начинался с предварительной механической очистки поверхностей слитков от окислов. Затем слитки дробились в порошок с размерами частиц 0,1÷1 мм и помещались в алундовый тигель. Масса одной загрузки составляла ≈ 50 г. Одновременно в печь помещалось до шести тиглей со сплавами разных составов. Все тигли плотно закрывались тиглями большего диаметра и углублялись в алундовый порошок с диаметром частиц ~0,05÷0,01 мм, который выполнял роль термостата, позволяя сплаву остывать очень медленно.

Монокристаллы выращивались из приготовленных сплавов в вакуумных печах сопротивления типа СШВЛ и СНВЭ. Для получения качественных монокристаллов был найден следующий режим: нагрев в течение часа до температуры 1250°С, что обеспечивало плавление исходных сплавов, и медленное охлаждение до 800°С в течение 10-40 часов. В результате слиток представлял собой сросток ограненных монокристаллов, разделенных порами, что позволяло легко извлекать монокристаллы из слитка. Монокристаллы имели форму вытянутых призм длиной до 5 мм.

2.2. Анализ фазового состава, кристаллической структуры и микроструктуры образцов.

Анализ фазового состава и кристаллической структуры образцов производился методами рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа на установке ДРОН-УМ1, методом термического магнитного фазового

анализа (ТМА), энергодисперсионного и металлографического анализов, а также атомно-силовой микроскопии.

Рентгеновские методы исследования структуры твердых тел основаны на дифракции рентгеновских лучей, для которых кристалл является дифракционной решеткой. В данных исследованиях применялись рентгеновские трубки с анодами из железа.

Термический магнитный фазовый анализ (ТМА) проводился на установке, собранной на кафедре магнетизма. ТМА основан на измерении температурных зависимостей начальной магнитной проницаемости $\mu(T)$. Метод позволяет по числу и положениям максимумов на полученных зависимостях $\mu(T)$ в точках магнитных фазовых переходов определять число фаз в исследуемом магнитном материале и их температуры Кюри. Этот метод весьма чувствителен и позволял различать фазы с близкими температурами Кюри.

Отдельной задачей в работе стала подготовка металлографических шлифов для проведения температурных исследований доменной структуры. В качестве поверхностей, на которых предполагалось выполнить наблюдения ДС, были выбраны (1) совпадающая с базисной плоскостью гексагональной решетки (плоскость (001)) и (2) совпадающая с призматической плоскостью, перпендикулярной одной из ОЛН образца (оси a - или b - кристаллической решетки в зависимости от сорта РЗМ). Предварительно ориентация образцов устанавливалась с помощью системы магнитов, создающей перекрестные магнитные поля. Это связано с тем, что тип анизотропии плоскость осей легкого намагничивания (отсутствие явно выраженной ОЛН) делает задачу ориентации образца более трудоемкой. Образец в виде шарика диаметром 4-5 мм при этом помещался в капсулу с быстро отвердевающей эпоксидной смолой. При первом подходе выставлялась плоскость (001), затем образец извлекался из

смолы и процедура повторялась в однородном магнитном поле для нахождения необходимой призматической плоскости.

Для всех образцов на заключительном этапе выполнялся контроль и коррекция ориентации поверхности методом Лауэ. Данный контроль выполнялся для каждого образца дважды (до и после подготовки металлографических шлифов). Первоначально правильность ориентировки поверхности шлифов проверялась на кафедре магнетизма ТвГУ (в настоящее время кафедра физики конденсированного состояния) по симметрии дифракционной картины, полученной методом Лауэ на установке ИРИС.

Повторный контроль проводился специалистами Макс-Планк-Института физики твердого тела, г. Штутгарт (Германия). Таким образом проверялось возможное влияние процесса подготовки шлифа на нарушение выбранной ориентации поверхностей. Такая возможность возникала вследствие того, что для проведения температурных исследований образцы извлекались из оправок с эпоксидной смолой, чтобы избежать влияния дополнительных напряжений на характер ДС. При этом образцы имели форму плоскопараллельных дисков диаметром $2,3 \div 3,5$ мм и высотой $1,5 \div 1,6$ мм. Для каждого из исследованных составов готовилось по 5 образцов с каждой ориентацией поверхностей наблюдения. При этом картины ДС, соответствующие основным доменам в образце, удалось получить на 2-3 образцах каждого состава для каждой ориентации поверхностей.

Как показал повторный контроль ориентации поверхностей металлографических шлифов, использованная процедура их подготовки не вызывала при полировке отклонения поверхностей от первоначальной ориентации более чем на 1-2 градуса.

Наибольшее число экспериментов было выполнено с одним из образцов состава $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ (см.главу 4) с ориентацией плоскости наблюдения (120), что потребовало его многократной переполировки. Поэтому для этого образца методом Лауз был выполнен третий дополнительный контроль ориентации поверхности шлифа специалистами химического факультета МГУ им. М.В.Ломоносова. Контроль показал, что отклонение оси легкого намагничивания b' (рис.рис.4.1) от нормали к поверхности шлифа на завершающей стадии экспериментов составило 1 градус.

Сама процедура полировки шлифа состояла из следующих операций. Сначала плоскость шлифа выводилась на шлифовальной бумаге средней зернистости. Шлифовка образцов проводилась вручную на стеклянных пластинах с применением алмазных паст с размерами частиц абразива от 10 до 3 мкм, полировка осуществлялась на пастах крупностью $2 \div 0,5$ мкм на фильтровальной бумаге или батисте. При этом образцы закреплялись в специальных держателях, обеспечивающих возможность сохранения их выбранной ориентации и получение образцов в виде плоскопараллельных пластин. Существенным элементом обработки шлифов после каждой смены пасты являлась ультразвуковая очистка образца в этиловом спирте, чтобы избежать дополнительных дефектов. Эта операция позволяла значительно улучшить качество поверхности шлифа. Поскольку в процессе механической полировки шлифа образуется напряженный поверхностный слой, для снятия этого слоя в необходимых случаях проводилась электрохимическая полировка поверхности в насыщенном растворе хромового ангидрида в ортофосфорной кислоте [4]. Иногда для достижения требуемого качества поверхности выполнялась многократная механическая и электрохимическая переполировка шлифов. Необходимо отметить, что важной операцией являлась тонкая полировка образца

непосредственно перед травлением для снятия окисленного поверхностного слоя.

В отдельных случаях для удаления остаточных напряжений дополнительно применялось ионное травление поверхности шлифа с использованием вакуумного универсального поста ВУП-3.

Для химического травления использовались травители двух составов:

- 1) концентрированная HNO_3 – 1-5 вес.%, этиловый спирт – остальное;
- 2) FeCl_3 - 5 вес.%, концентрированная HCl - 10 вес.%, этиловый спирт – 85 вес.%.

Схема установки для электрохимической полировки и травления образцов показана на рис. 2.1.

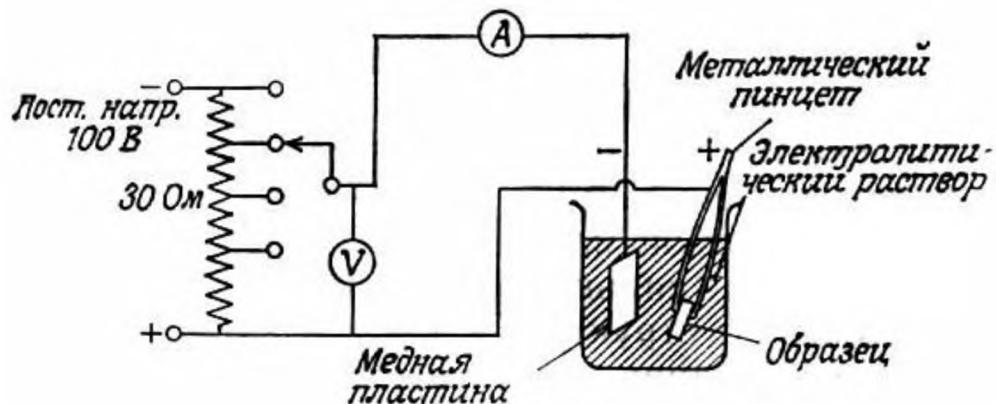


Рис. 2.1. Схема установки для электрохимической полировки и травления

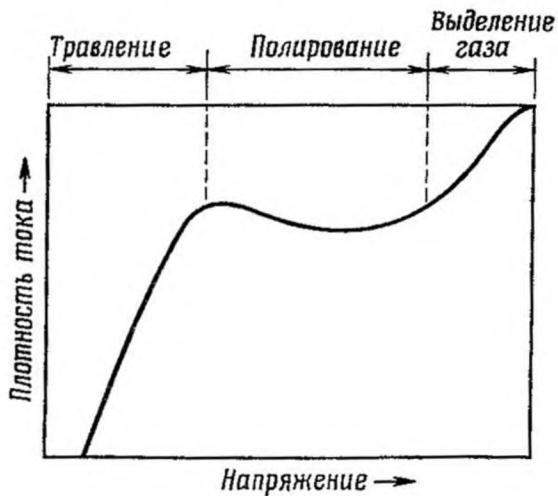


Рис. 2.2. Кривая зависимости плотности тока от напряжения и режимы электрохимической обработки поверхности.

Травление проходило в обычном и голодном режимах. При обычном режиме травления образец помещался в травитель, который перемешивался для обеспечения постоянного контакта поверхности шлифа со свежим раствором. Величина тока и время воздействия подбирались экспериментально. Плотность тока в процессе травления составляла 5–10 А·см⁻², длительность процесса – от нескольких секунд до 1 мин. Перед полировкой образцы извлекались из эпоксидной смолы. После полировки образцы промывались сначала в проточной воде, затем в спирте и высушивались под струей теплого воздуха.

Так как при малых значениях плотности тока поверхность образца подвергается травлению, а полировка происходит только при средних значениях плотности тока (рис. 2.2). Необходимая плотность тока подбиралась экспериментально индивидуально для каждого образца. При голодном режиме полировки поверхность шлифа протиралась ватным тампоном, пропитанным травителем. Процесс проводился при комнатной

температуре, время травления определялось экспериментально и составляло несколько секунд.

2.3. Магнитные измерения

Измерения полевых и температурных зависимостей намагниченности в магнитных полях до 50 кЭ и в интервале температур от 5 К до 350 К проведены на SQIUD-магнитометре Quantum Design MPMS 5-S в Институте физики твердого тела и исследования материалов г. Дрезден (Германия).

Часть измерений выполнены на вибрационном магнитометре, изготовленном на кафедре магнетизма. Образцы для измерений магнитных характеристик имели сферическую форму, для которой точно определен размагничивающий фактор $N=0,33$.

В работе вибрационного магнитометра использован индукционно-непрерывный метод, основанный на взаимодействии переменного магнитного поля колеблющегося образца с системой неподвижных катушек. Вибрационный магнитометр относится к приборам для измерения магнитных свойств в разомкнутой магнитной цепи [101], в котором зависящий от амплитуды A и частоты вибрации f измеряемый сигнал $E_i = k_i A f M_i$ делится на контрольный $E_k = k_k A f M_k$, тогда истинный сигнал равен:

$$E_{\text{ист}} = \frac{E_i}{E_k} = \frac{k_i f A M_i}{k_k f A M_k} = K M_{\text{ист}}, \quad (2.1)$$

где K - постоянная калибровки, включающая в себя k_i , k_k и M_k . Отсюда следует, что выходной сигнал $E_{\text{ист}}$ пропорционален только магнитному моменту $M_{\text{ист}}$ испытуемого образца, который в процессе исследования

меняется по амплитуде и знаку как функция магнитного поля в межполюсном пространстве электромагнита.

Блок-схема вибрационного магнитометра приведена на рис. 2.3. Для измерения перемагничивающего поля использовался холловский тесlamетр (17), сигнал с которого для прямого считывания подавался на цифровой вольтметр, а также через блок сопряжения 21 на координату "Х" самописца. Измеряемый сигнал $E_{ист}$ с блока 20 поступал на цифровой вольтметр ЦВ "Y", где производился непосредственный отсчет текущего значения величины, пропорциональной магнитному моменту единицы массы (удельной намагниченности) испытуемого образца. Одновременно через блок сопряжения 22 он подавался на координату "Y" самописца. При приближении к максимальным полям (более 14-18 кЭ) начинается насыщение полюсов, а затем и деталей ярма электромагнита. Это приводит к кажущемуся уменьшению измеряемого сигнала (магнитное изображение).

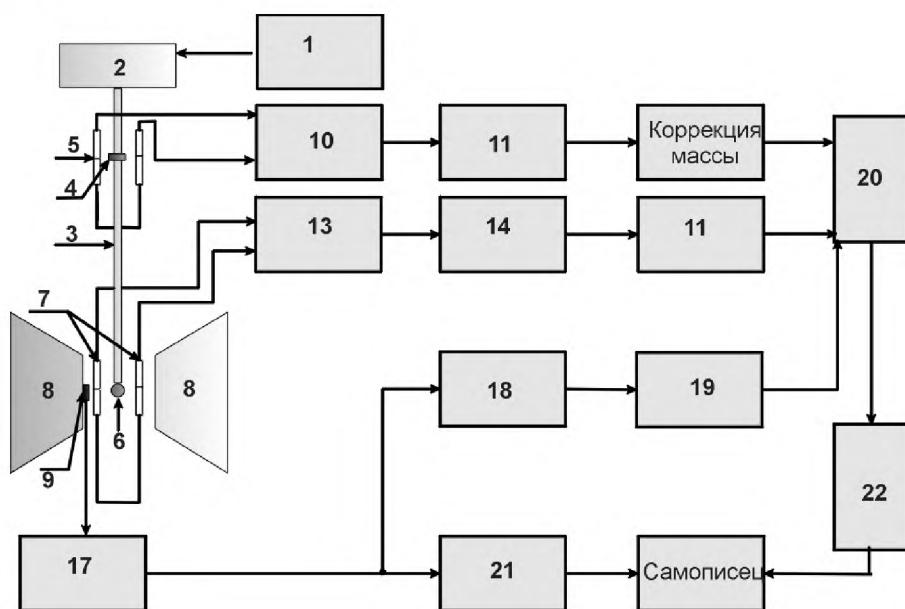


Рис.2.3. Блок-схема вибрационного магнитометра

Поэтому, начиная с некоторой величины напряженности магнитного поля, измеряемый сигнал будет выражаться как

$$U_y \sim k(H) \cdot \sigma(H), \quad (2.2)$$

где $\sigma(H)$ - удельная намагниченность, $k(H)$ - коэффициент, определяющий ложное изменение измеряемого сигнала и зависящий от модуля напряженности магнитного поля. Для того, чтобы избавиться от возникшей погрешности измерения, необходимо умножить измеряемый сигнал на величину $\frac{1}{k(H)}$, что делается в блоке 20, для чего сигнал с выхода блока 17 (сигнал пропорционален напряженности магнитного поля H_e) поступает на блок выделения модуля 18, а с его выхода подается на блок 19 (блок формирования зависимости $y \sim \frac{1}{k(H)}$) и далее на множительный вход блока 20. Зависимость $\frac{1}{k(H)}$ формируется из зависимости $k(H)$, измеренной экспериментально с помощью имитирующего образец объекта с постоянным, не зависящим от величины намагничающего поля, магнитным моментом (образцовой катушки малых размеров).

Все это в совокупности с поддержанием неизменности типа магнитной цепи (сохранением на протяжении всех исследований соотношения $\frac{D}{d} \geq 4$, где D – ширина межполюсного пространства, d – диаметр или линейный размер исследуемого образца вдоль оси поля) позволяет проводить измерения удельной намагниченности во всем доступном интервале перемагничивающих полей ± 30 кЭ (2400 кА/м).

Измерения на вибрационном магнитометре проводились методом сравнения с эталонным образцом – никелем, магнитный момент единицы массы которого известен с достаточной точностью ($55,3 \text{ Гс}\cdot\text{см}^3/\text{г}$) в поле 10

кЭ при температуре $T=21^{\circ}\text{C}$, что соответствует $4\pi I=0,618 \pm 0,0025$ Тл при тех же условиях [101].

Максимальная погрешность измерения магнитного момента единицы массы определялась как

$$\delta_M = \delta_{CO} + \delta_{IU}, \quad (2.3)$$

где δ_{CO} – погрешность аттестации эталонного образца, а δ_{IU} – погрешность измерительного устройства. Погрешность измерения по отношению к эталонному образцу не превышала 1,5%.

Точность измерения перемагничивающего поля определялась, в основном, параметрами преобразователя Холла (тип ПХЭ 605.817В) и не превышала 2,5%.

2.4. Анализ магнитокристаллической анизотропии.

Магнитокристаллическая анизотропия исследовалась методом измерения кривых механического врачающего момента на автоматизированном магнитном анизометре на кафедре физики и магнитоупорядоченных сред МГУ им. М.В.Ломоносова, г. Москва. Магнитный анизометр представлял собой установку, позволяющую производить измерения врачающих моментов в широком интервале температур (от 80 К до 600 К) в полях до 13 кЭ. Устройство основной части анизометра представлено на рис.2.4.

Исследуемый образец в форме диска помещался в держатель из меди, который прикреплялся к нижнему концу длинного тонкого стержня из двухходовой керамики. Внутри керамического стержня пропускалась термопара медь-константан, рабочий спай которой прикреплялся вплотную к образцу. Вольтметр В7-18 использовался в качестве индикатора для контроля за изменением температуры.

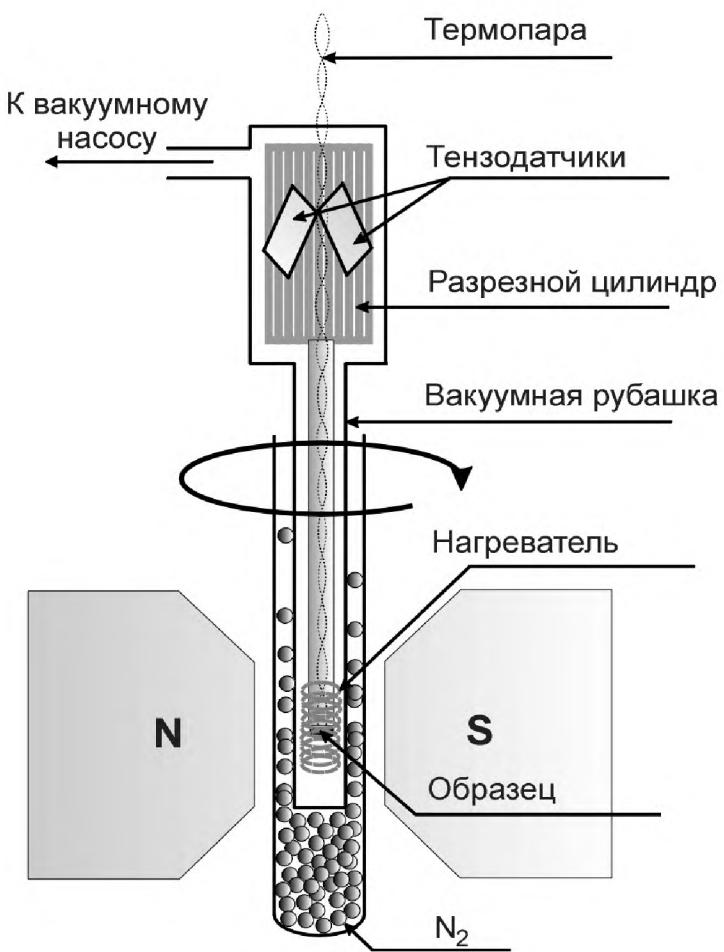


Рис.2.4. Устройство магнитного анизометра

Верхний конец стержня соединялся с полым тонкостенным цилиндром из бериллиевой бронзы с продольными разрезами, выполненными вдоль его боковой поверхности. Толщина стенок цилиндра составляла 0,2 мм. Разрезы вдоль оси цилиндра повышали его способность к закручиванию. Для улучшения стабилизации температуры измерительная часть магнитного анизометра находилась в вакууме 10^{-2} мм рт. ст. Держатель с образцом и цилиндр помещались в длинную запаянную медную трубку диаметром 24 мм. Откачка воздуха из системы осуществлялась форвакуумным насосом. Держатель вместе с образцом

помещался между полюсами электромагнита ФЛ-1, который мог вращаться вокруг вертикальной оси. Образец располагался в однородном магнитном поле, лежащем в плоскости диска. На боковую поверхность цилиндра помещались попарно и перпендикулярно друг к другу четыре тензодатчика ($R \sim 100$ Ом), которые включались в мостовую схему (рис.2.5).

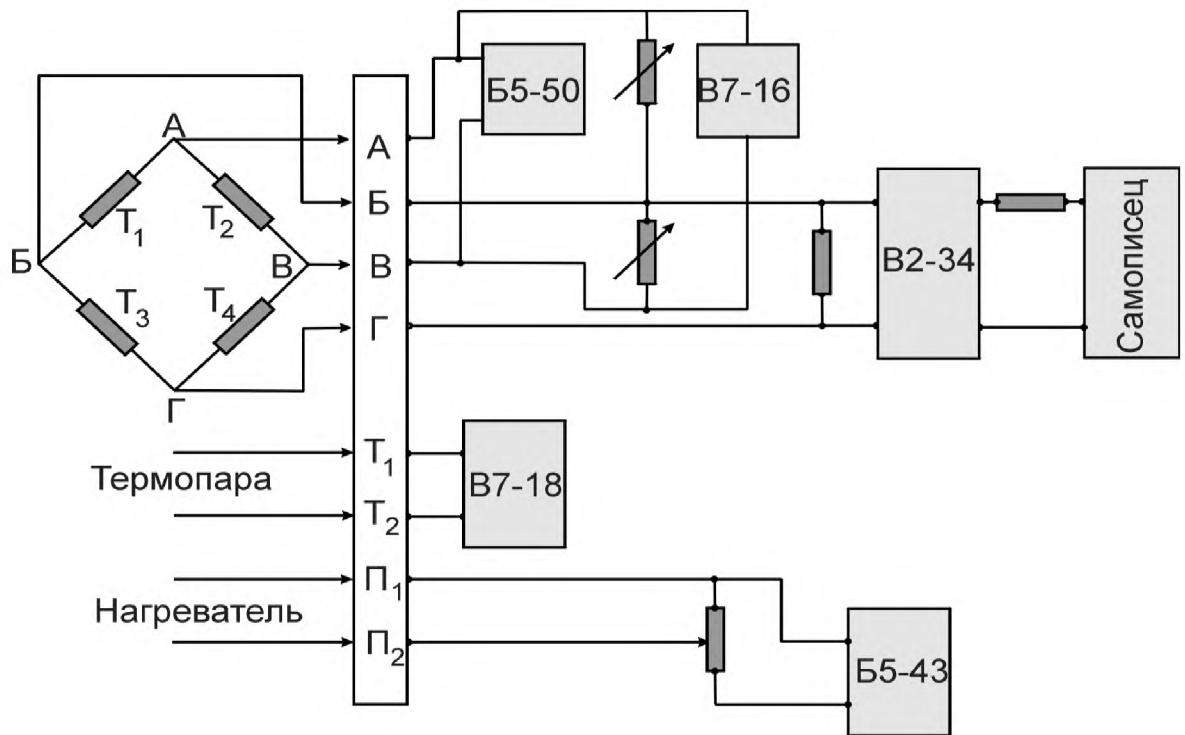


Рис.2.5. Электрическая схема экспериментальной установки

Во время измерений образец находился внутри бифилярно намотанной цилиндрической печки. Для измерений при низких температурах печка была намотана в виде спирали из немагнитной константановой проволоки диаметром 0,15 мм на корпус медного держателя образца. Ток к печке подводился через разъем от стабилизированного источника тока Б5-43. Вся система погружалась в сосуд Дьюара с жидким азотом.

В результате взаимодействия индуцированного магнитного момента образца с внешним магнитным полем возникает механический вращающий момент, вследствие чего образец поворачивается в магнитном поле, а цилиндр испытывает деформацию кручения. Это приводит к деформации тензодатчиков, вызывая изменение их сопротивления и дисбаланс моста. Напряжение на выходе мостовой схемы, пропорциональное механическому моменту, измерялось микровольтметром В2-34.

В результате измерений получались кривые механического вращающего момента $L(\phi)$, где ϕ – угол между магнитным полем и осью с кристалла.

Полученные экспериментальные кривые вращающего момента для исследуемых соединений анализировались с целью получения значений констант магнитной анизотропии, определения осей легкого и трудного намагничивания.

Относительная ошибка определения констант магнитной анизотропии складывалась из ошибки измерения магнитного поля ($\pm 0,5\%$), ошибки определения температуры ($\pm 0,5\%$), ошибки, связанной с калибровкой установки ($\pm 3\%$), ошибки измерения вращающего момента, ошибки, связанной с математической обработкой экспериментальной кривой ($\pm 3\%$). В целом относительная ошибка составляла $\pm 10\%$.

2.5. Наблюдение доменной структуры.

Для наблюдений доменной структуры в работе использовались металлографические микроскопы «Neophot-30» (K.Zeiss, Jena, Germany), Axiovert-200MAT (K.Zeiss, Jena, Germany), «Polywar Met» (Reichner-Jung, Germany), а также сканирующие зондовые микроскопы «Solver-P47» и «Solver-Next» (НТ-МДТ, Россия).

Исследования доменной структуры при комнатной температуре и в области высоких температур проводились на металлографическом микроскопе NEOPHOT-30, имеющем выход на цифровую видеокамеру, присоединенную к компьютеру. Магнитная доменная структура наблюдалась с помощью магнитооптического эффекта Керра и методом магнитной силовой микроскопии. Наблюдение и регистрация изображений производились при освещении ксеноновой лампой с применением специальных фильтров для повышения контрастности картины. Полученные картины доменной структуры сохранялись в цифровом формате. Изображение выводилось через оптический канал микроскопа на видеокамеру и подавалось на плату расширения персонального компьютера, специальная программа которого позволяла сохранять изображение непосредственно в файл. Увеличение полученных снимков определялось по фотографиям объект-микрометра.

Метод наблюдения доменной структуры с помощью эффекта Керра [5,103-109] основан на том, что величина и знак поворота плоскости поляризации отраженного от поверхности образца света зависят от величины и направления намагниченности. Соседние домены выявляются по различной интенсивности отраженного света, если они освещены линейно поляризованным светом и наблюдаются через анализатор. Для получения контрастного изображения анализатор и поляризатор скрещиваются для света, отраженного от доменов, имеющих одно направление намагниченности. Свет, отраженный от доменов с другим направлением намагниченности, проходит через анализатор и образует изображение доменной структуры.

Повышение керровского контраста достигалось напылением на поверхность образца тонкого прозрачного диэлектрического четвертьволнового покрытия ZnS [103-105].

В работе дополнительно применялся на первой стадии экспериментов метод наблюдения доменной структуры с помощью эффекта Фарадея с использованием в качестве индикатора ДС пленки феррита-граната. Применение тонкопленочного индикатора (толщина 10 мкм) позволяет выявить ДС как за счет контраста самих доменов, так при соответствующей установке положений поляризатора и анализатора и за счет контраста доменных границ.

Особенностью применения пленочного индикатора является выбор состава магнитной пленки, соответствующего ее нулевой магнитокристаллической анизотропии. Поэтому пленка имела планарное распределение намагниченности, обусловленное только анизотропией формы пленки. В данном случае собственная доменная структура пленки отсутствует и не искажает картины ДС в образце.

Исследования ДС методом магнитной силовой микроскопии в интервале температур 290-390 К проводились на сканирующих зондовых микроскопах «Solver-P47» и «Solver-Next» с использованием специальных зондов, покрытый слоем ферромагнитного материала.

В методе магнитно-силовой микроскопии микроскоп регистрирует силу взаимодействия между зондом, покрытым ферромагнитным материалом, и размагничивающими полями образца. В зависимости от высоты кантилевера над поверхностью образца, можно исследовать как низкие поля рассеяния мелких поверхностных доменов, так и высокие поля крупных основных доменов. Конtrast изображений, полученных методом МСМ, связан, в конечном итоге, с распределением намагниченности в образце.

Для низкотемпературных наблюдений доменной структуры использовалась установка, состоящая из металлографического микроскопа «Polywar Met», на котором закреплялся криостат. Схема криостата показана на рис.2.6.

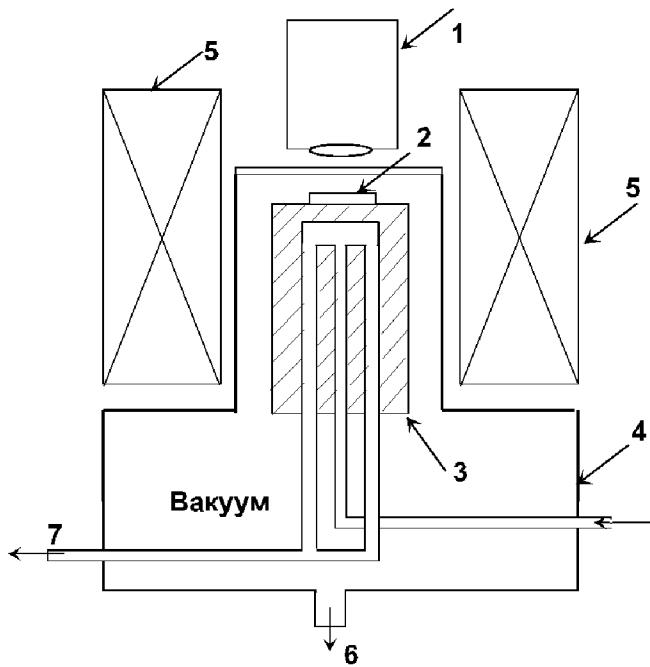


Рис.2.6. Схема криостата для температурных наблюдений ДС: 4 - корпус криостата, 2 - образец, 1 - объектив, 3 - охлаждающий (нагревающий) палец, 5 - катушка соленоида, 7 - гелиевый насос с устройством контроля потока гелия, , 6 – к вакуумному насосу

Образец закреплялся на охлаждаемом пальце с помощью специальной теплопроводящей пасты, сохраняющей свою эластичность до температуры жидкого гелия. Образец находился в вакууме $1,3 \cdot 10^{-2}$ Па для предупреждения конденсации на его поверхности. Вакуумная камера имела стеклянное окно (Suprasil толщиной 2 мм) со стороны объектива. Гелиевый насос прокачивал жидкий гелий через охлаждающий пальц, обеспечивая охлаждение поверхности пальца до температуры 4,2 К. Температура измерялась термопарой Au-Fe, закрепленной на поверхности пальца. Поток гелия регулировался специальным устройством, что позволяло стабильно менять температуру от 10 К до комнатной. Также имелась возможность нагрева пальца до температуры 600 К. Вокруг узкой части криостата помещался соленоид, создающий магнитное поле $\mu_0 H = \pm 0,3$ Тл. Изображение регистрировалось высокочувствительной цифровой видеокамерой Hamamatsu C 4880, сопряженной с компьютерной системой обработки изображения Hamamatsu DVS-3000 (Hamamatsu

Photonics, Japan) и наблюдалось на мониторе. Водоохлаждаемый детектор камеры на основе Cip TC 215 1000×1018 пикселов, связанный оптоволокном с усилителем изображения, имел при коротком времени экспозиции чувствительность $>10^{-5}$ Люкс [49]. Система позволяла оцифровывать изображение и в таком виде сохранять. Изображение исследуемого участка для каждого поля зрения запоминалось дважды с различными положениями анализатора, затем полученные изображения вычитались друг из друга с различными коэффициентами, тем самым снижался контраст, обусловленный особенностями поверхности образца, затем изображение корректировалось имеющимися программными средствами.

Во всех случаях съемка не производилась до установления постоянства температуры образца и равновесной картины ДС (для чего ДС при установившейся температуре подвергалась воздействию переменного магнитного поля частотой 50 Гц и амплитудой до 1 кЭ).

В связи с нестабильностью положения образца, возникающей при изменении температуры, перед совмещением изображений программными средствами осуществлялся их необходимый сдвиг относительно друг друга до полного совпадения.

Оцифрованные и сохраненные изображения при положении анализатора «А» и «В» использовались для оценки величины относительного сдвига этих изображений. Далее проводилось устранение относительного сдвига изображений «А» и «В». После предварительной обработки изображения складывались, и корректировалась неоднородность освещенности по полю. Завершающим этапом обработки изображения являлась окончательная установка яркости и контраста, и сохранение готового изображения ДС в памяти компьютера.

ГЛАВА 3. ТЕМПЕРАТУРНАЯ ТРАНСФОРМАЦИЯ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ НА БАЗИСНОЙ ПЛОСКОСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ ГЕКСАГОНАЛЬНЫХ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ R_2Fe_{17} ($R = Tb, Dy, Ho, Er$)

3.1. Обоснование выбора объектов исследования и плоскости наблюдения.

Как показывают наши магнитные измерения и более ранние работы [2,91--98], в монокристаллических образцах исследованных соединений R_2Fe_{17} ($R = Tb, Dy, Ho, Er$) при 4,2 К существуют три оси легкого намагничивания (ОЛН), ориентированных в направлении кристаллографических осей a или b в зависимости от знака параметра Эллиота-Стивенса γ (рис.3.1).

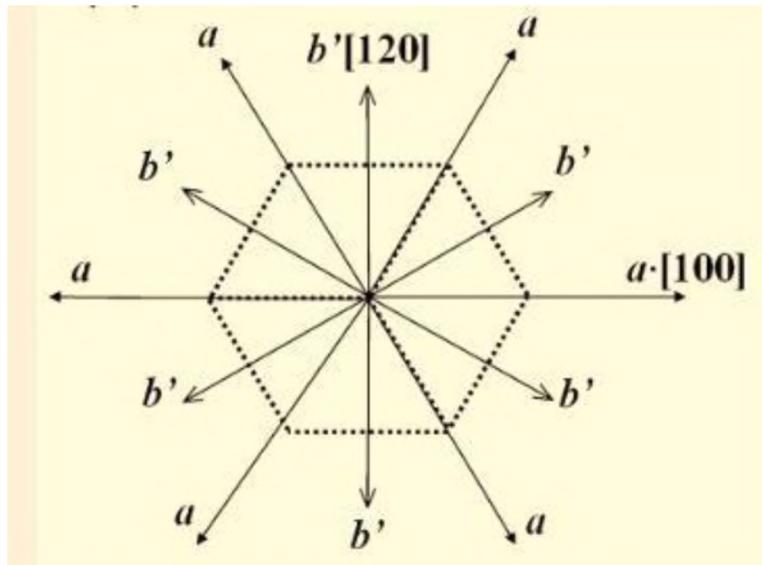


Рис.3.1. Расположение осей легкого намагничивания (оси b' для соединения с Ho , оси a – для соединений с Dy , Er и Tb) в базисной плоскости гексагональной элементарной ячейки кристаллической решетки соединения R_2Fe_{17} .

В соединениях Tb_2Fe_{17} , Ho_2Fe_{17} и Er_2Fe_{17} оси легкого намагничивания параллельны оси b , а в соединении Dy_2Fe_{17} – оси a . При температурах выше 200 К МКА в базисной плоскости практически исчезает и все эти соединения в интервале температур $200K < T < T_c$ характеризуются типом МКА «легкая плоскость». По характеру процесса намагничивания в трудном

направлении соединения можно условно разделить на две группы: а) соединения с плавным увеличением намагниченности при возрастании внешнего поля; б) соединения, у которых при достижении некоторого критического поля происходит быстрый рост намагниченности. К группе (а) относятся соединения с Dy и Ho. К группе (б) – соединения с Tb и Er. Скачкообразный рост намагниченности у некоторых соединений при низких температурах в ряде работ интерпретируется как магнитный фазовый переход 1 рода [93].

Таким образом, выбранные для исследований ДС редкоземельные интерметаллические соединения R_2Fe_{17} ($R = Tb, Dy, Ho, Er$) сохраняют во всем температурном интервале магнитного упорядочения тип МКА плоскость осей легкого намагничивания. При этом, как показано в обзоре диссертации (раздел 1.4.4), наименьшей поверхностной плотностью энергии обладают 180-, 120- и 60-градусные доменные границы, плоскости которых расположены параллельно базисной плоскости гексагональной кристаллической решетки. В связи с этим в данной главе поставлена задача анализа результатов исследования ДС на поверхностях монокристаллов, параллельных базисным плоскостям монокристаллических образцов выбранных соединений R_2Fe_{17} .

3.2. Проблемы, возникающие при наблюдении ДС на поверхности (001).

Схема эксперимента по температурному исследованию ДС на поверхностях с ориентацией (001) приведена на рис.3.2. Выше отмечалось (раздел 2.2 работы), что образцы для исследований ДС имели форму таблеток диаметром $2,5 \div 3,5$ мм высотой $1,5 \div 1,6$ мм. Размагничивающий фактор таких образцов в направлении, перпендикулярном плоскости пластин N_{\perp} (направление [001]) в системе СИ составляет $\approx 0,7$ [100]. Если учесть, что намагниченность образцов R_2Fe_{17} находится в пределах $535 \cdot 10^3 \div 595 \cdot 10^3$ А/м (в пересчете на индукцию $0,68 \div 0,83$ Тл), то для того,

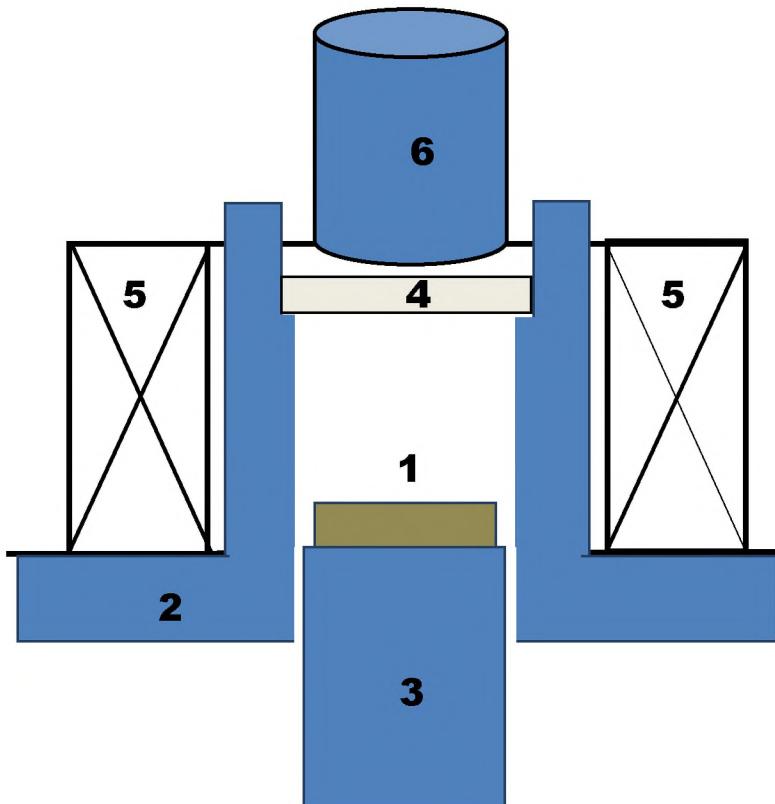


Рис.3.2. Схема наблюдений ДС на поверхностях (001) в широком диапазоне температур. 1 – образец, 2 – криостат, 3 – охлаждающий палец криостата, 4 – окно криостата, 5 – катушки соленоида, создающего вертикальное магнитное поле, 6 – объектив микроскопа.

чтобы преодолеть только размагничивающее поле образца, необходимо приложить магнитное поле с индукцией $\mu_0 H_{разм} \approx 0,6$ Тл. Максимальное поле, которое было доступно в эксперименте, равнялось 0,4 Тл. Поэтому с учетом того, что при такой ориентации образца по отношению к магнитному полю необходимо еще преодолеть МКА образца, рассчитывать на то, что поле, приложенное в данном направлении, окажет достаточное воздействие на ДС не следовало. Если ДГ в образцах, как предполагалось, расположены параллельно базисной плоскости, то намагниченности в доменах также располагаются в плоскости образца и, с учетом того, что размагничивающий фактор образцов использованной

формы в горизонтальном направлении $N_{\parallel} \approx 0,2$ [100], то даже в случае намагничивания образца в плоскости поле рассеяния, создаваемое образцом, недостаточно для того, чтобы стимулировать ДС к перестройке при изменении температуры.

Поэтому, с учетом перечисленных обстоятельств, при температурных исследованиях ДС использовалась схема эксперимента, предложенная в [49]. После того, как устанавливалась определенная температура образца, он подвергался воздействию знакопеременного магнитного поля постепенно убывающей амплитуды, чтобы привести ДС в равновесное состояние, соответствующее заданной температуре. Частота изменения поля была 50 Гц, а максимальная амплитуда поля составляла при этом 0,08 Тл. В экспериментах с образцом $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ применялся криостат фирмы Oxford Instruments, обеспечивающий постоянство температуры образца в области температур 10–20 К с точностью ± 1 К и при более высоких температурах $\pm 0,5$ К). Для остальных образцов применялся криостат, описанный в главе 2 настоящей работы. В этом случае точность стабилизации температуры составляла ± 1 К.

Другим обстоятельством, которое усложняет выявление с помощью магнитооптического эффекта Керра доменных структур на поверхностях (001), является то, что векторы намагченности в доменах параллельны поверхности наблюдения и ДС полярным эффектом Керра, который чувствителен только к нормальной компоненте намагченности, не выявляется. В этом случае необходимо использовать меридиональные эффекты Керра. В современных металлографических микроскопах такая возможность предусмотрена. Кроме того, можно использовать максимально широкие объективы, при применении которых световые лучи падают на образец под различными углами. В настоящей работе применялись обе названные схемы.

3.3. Температурная трансформация ДС соединений R_2Fe_{17} ($R = Tb, Dy, Ho, Er$)

Как отмечено ранее, в соединениях Tb_2Fe_{17} , Ho_2Fe_{17} , Er_2Fe_{17} оси легкого намагничивания параллельны оси b , а в соединении Dy_2Fe_{17} , - оси a . На рис. 3.3÷3.6 показаны типичные картины ДС соединений Ho_2Fe_{17} , Er_2Fe_{17} , Dy_2Fe_{17} и Tb_2Fe_{17} , выявленные методом меридионального эффекта Керра. Изменение МКА в базисной плоскости этих соединений с изменением температуры заметно сказывается на характере ДС.

Так, при повышении температуры ДС, характерная для плоскостных магнетиков, трансформируется при приближении к температуре около 200 К. При дальнейшем повышении температуры характер ДС в значительной степени начинает определяться магнитоупругим вкладом в МКА, обусловленным остаточными напряжениями в поверхностном слое образцов.

В ДС образца интерметаллида Ho_2Fe_{17} в области низких температур отчетливо прослеживаются кроме 180-градусных ДГ границы 120-градусного и 60-градусного типа. ДС соединения Er_2Fe_{17} более подвержена действию напряжений в поверхностном слое, поэтому в этом соединении наблюдается характерная для обнаруженной ранее в поликристаллических образцах плоскостных магнетиков полосовая ДС, образованная 180-градусными доменными границами. Особенно заметен магнитоупругий вклад в соединении Tb_2Fe_{17} , обладающем наибольшей магнитострикцией из данной группы соединений (рис.3.6). В этом соединении в области низких температур так же, как в соединении Er_2Fe_{17} и поликристаллических материалах с МКА типа ПОЛН, наблюдается полосовая ДС, в которой основные домены разделены

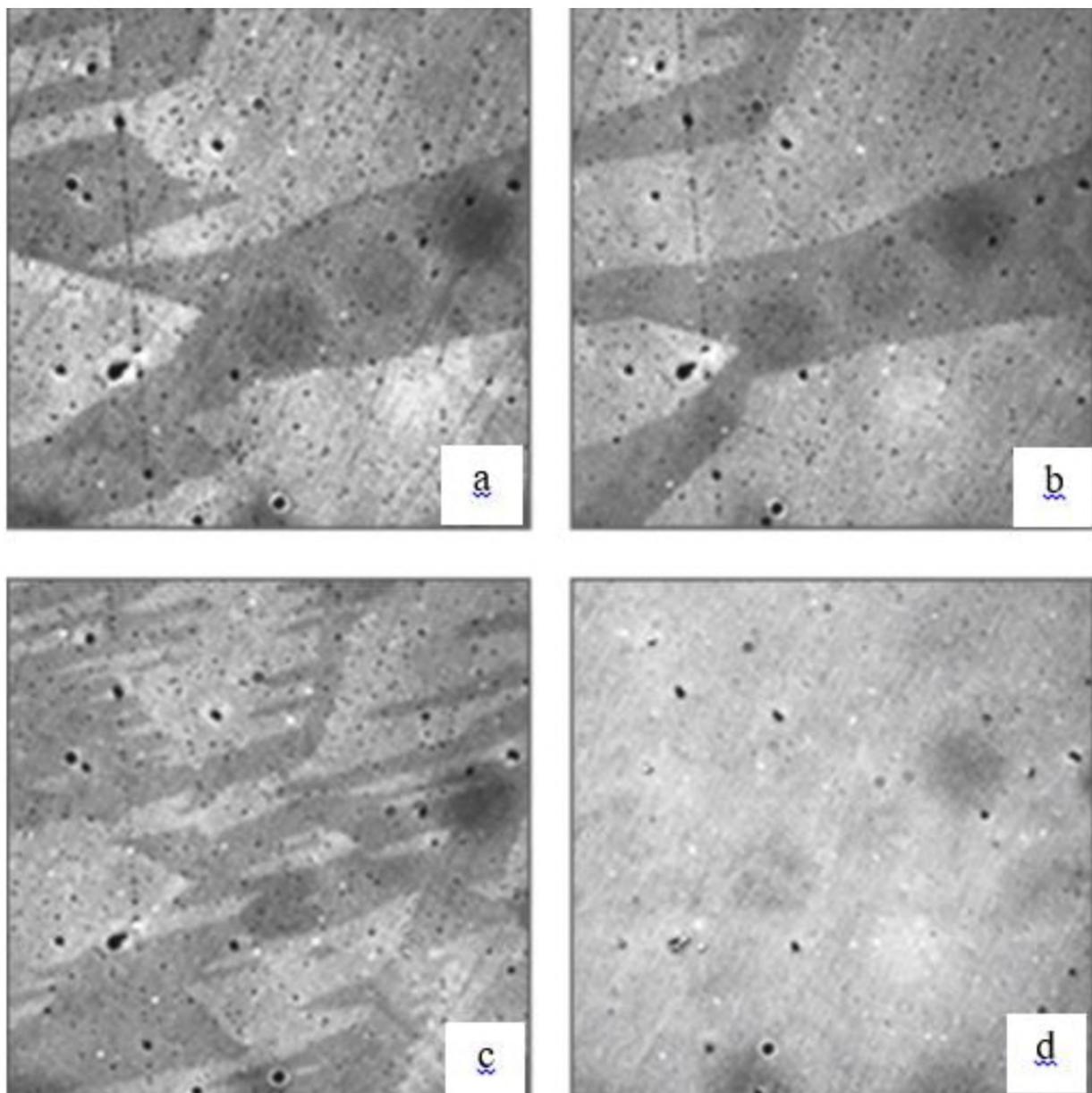


Рис.3.3. Доменная структура на базисной плоскости образца монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$. $T = 15 \text{ K}$ (а), 20 K (б), 100 K (в), 250 K (г). Размер поля зрения $150 \times 150 \text{ мкм}$.

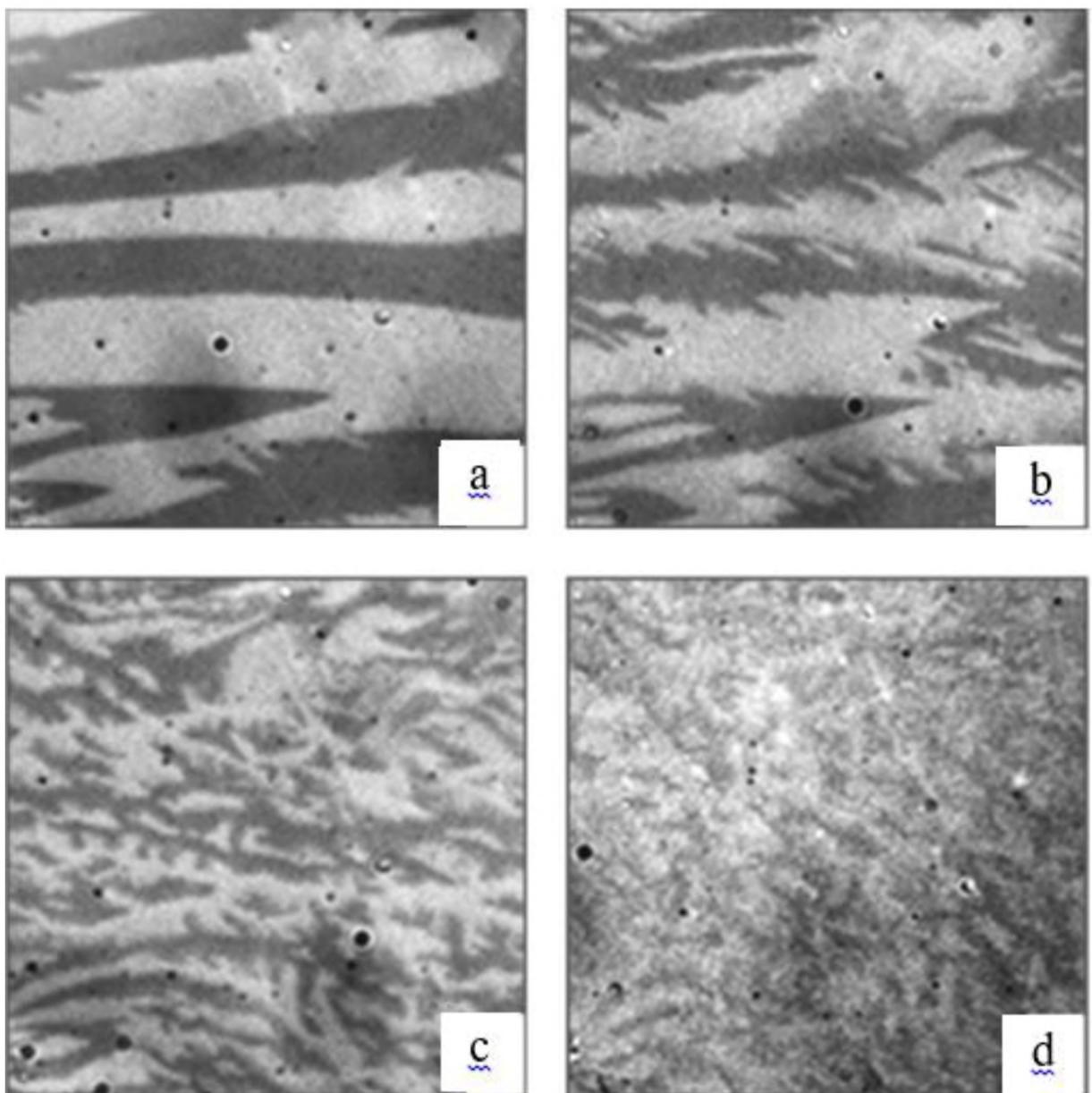


Рис.3.4. Доменная структура на базисной плоскости образца монокристалла $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}$. $T = 20 \text{ K}$ (а), 80 K (б), 150 K (в), 290 K (г). Размер поля зрения $150 \times 150 \text{ мкм}$.

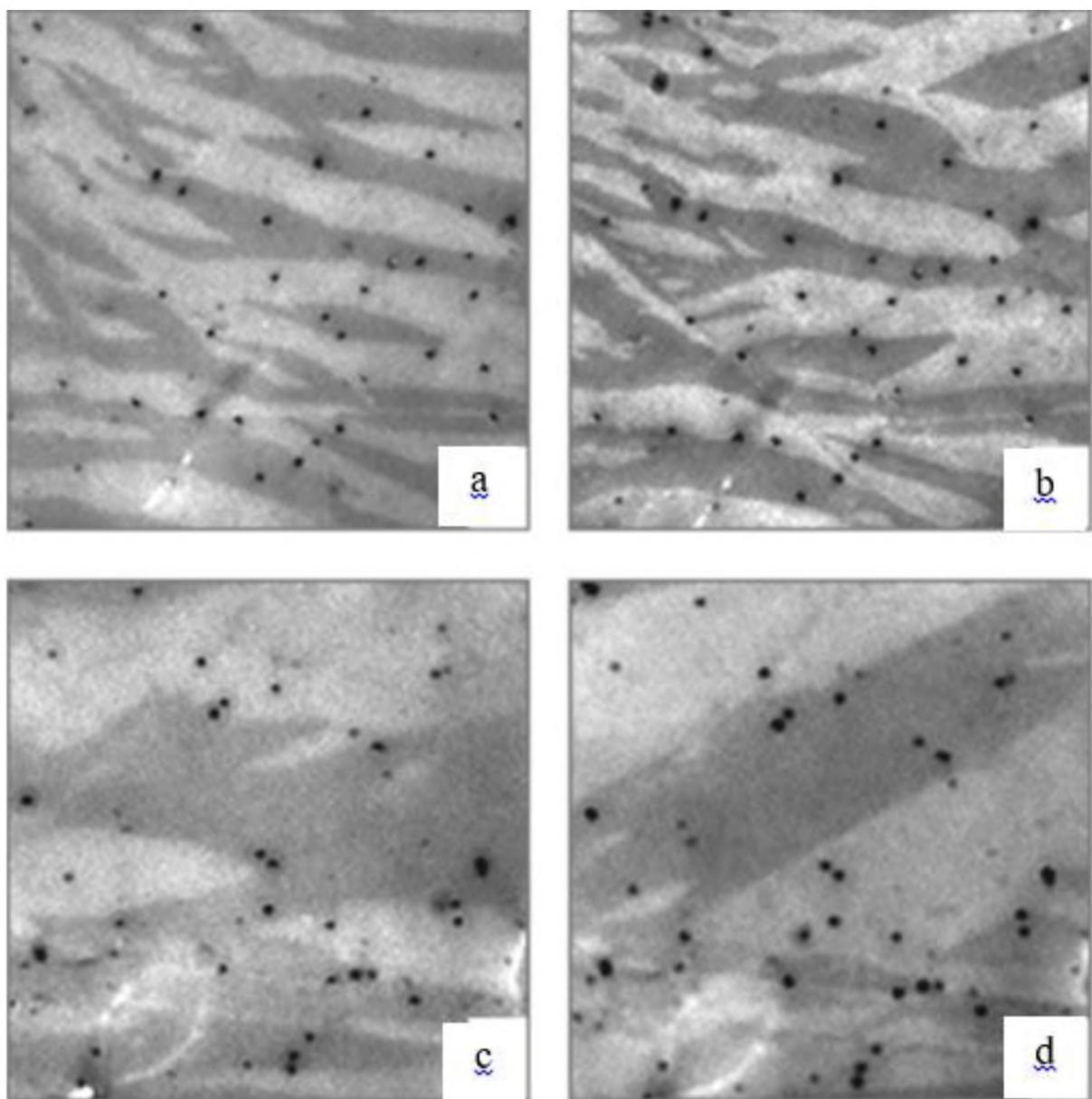


Рис.3.5. Доменная структура на базисной плоскости монокристалла Dy_2Fe_{17} . $T = 20$ К (а), 50 К (б) и 150 К (с-д). Размер поля зрения 150x150 мкм.

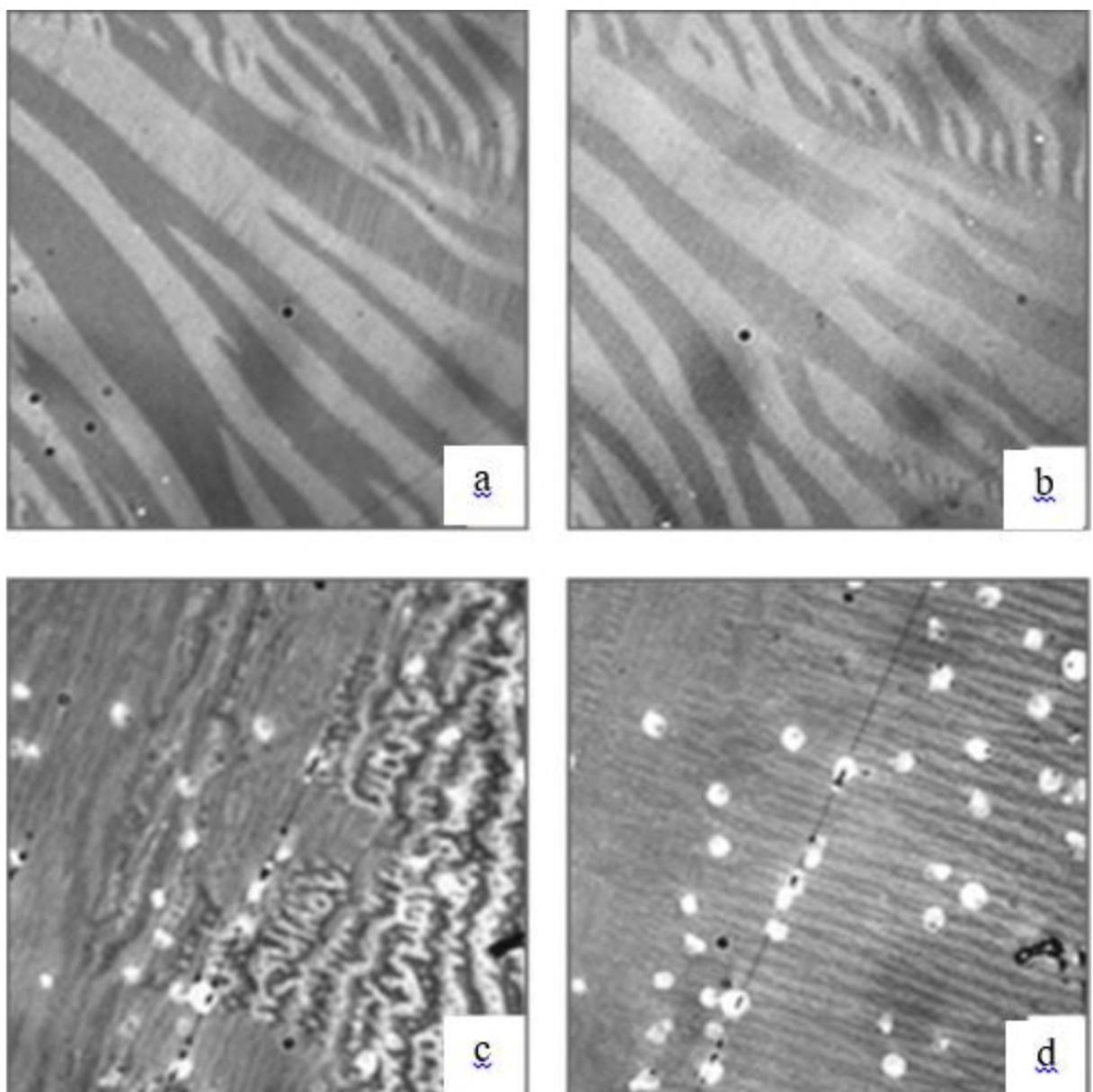


Рис.3.6. Доменная структура на плоскости (001) монокристалла $\text{Tb}_2\text{Fe}_{17}$ при наличии напряжений в области высокой (а,б) и низкой МКА в базисной плоскости. $T = 15 \text{ K}$ (а,б) и 290 K (с,д).

180-градусными ДГ (рис.3.6а-в). При более высоких температурах основные домены не наблюдаются (рис.3.6с-д). В этой области температур наблюдаются домены, формирование которых полностью определяется напряжениями в поверхностном слое образца. Хотя эти напряжения невелики, наличие самой высокой магнитострикции из рассмотренных соединений и резкое падение МКА в базисной плоскости при повышении температуры являются причиной формирования ДС, не характерной для объема образца. Другие возможные схемы появления в магнетиках с данным типом МКА доменных структур, содержащих не только 180-градусные ДГ, обсуждаются в четвертой главе диссертации.

3.4. Особенности ДС, обнаруживаемые на плоскостях (001) монокристаллических образцов соединений R_2Fe_{17} .

Исследование ДС показало, что в области низких температур в образцах соединений, у которых МКА в базисной плоскости выше магнитоупругого вклада в МКА (соединения Ho_2Fe_{17} и Dy_2Fe_{17}) на поверхностях монокристаллов с базисной ориентацией выявляется ДС, содержащая как 180-градусные, так и 120- и 60-градусные доменные соседства (рис.3.7). В соединениях, у которых МКА в базисной плоскости мала и не способна конкурировать с магнитоупругим вкладом в МКА (соединение Tb_2Fe_{17}), формируется ДС, основными доменами в которой являются полосовые домены, разделенные 180-градусными доменными границами (рис.3.8). Аналогичная ситуация реализуется во всех случаях в поликристаллических образцах, в которых вследствие наличия кристаллитов с различной ориентацией кристаллографических осей существуют значительные напряжения. В этом случае магнитоупругий вклад в МКА превышает естественную МКА в базисной плоскости,

выделяя одну из ОЛН в качестве легчайшей. Если естественная МКА в базисной плоскости сопоставима по величине с магнитоупругим вкладом в МКА (соединение $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}$), то на 180-градусных ДГ появляются разрывы или дополнительные замыкающие домены, аналогичные обнаруженным ранее в материалах, имеющих СПП (рис.3.9). Данная ситуация дополнительно обсуждается в разделе 4.1 четвертой главы.

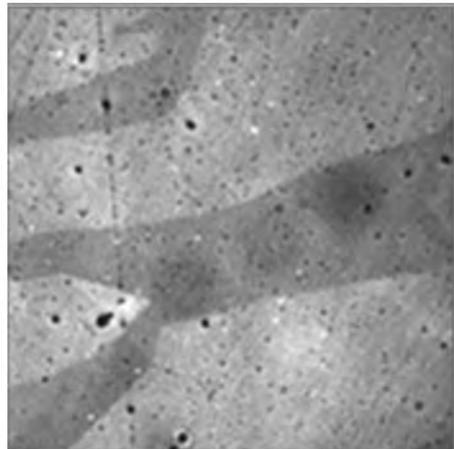


Рис.3.7. Пример ДС магнетика с МКА типа ПОЛН, в котором МКА в базисной плоскости выше магнитоупругого вклада в МКА. Соединение $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$. Размер поля зрения 150x150 мкм.

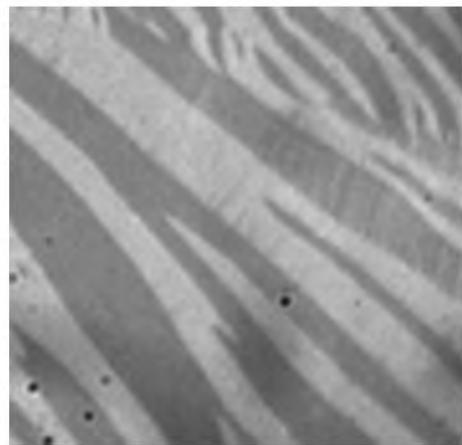


Рис.3.8. Пример ДС магнетика с МКА типа ПОЛН, в котором МКА в базисной плоскости ниже магнитоупругого вклада в МКА. Соединение $\text{Tb}_2\text{Fe}_{17}$. Размер поля зрения 140x140 мкм.

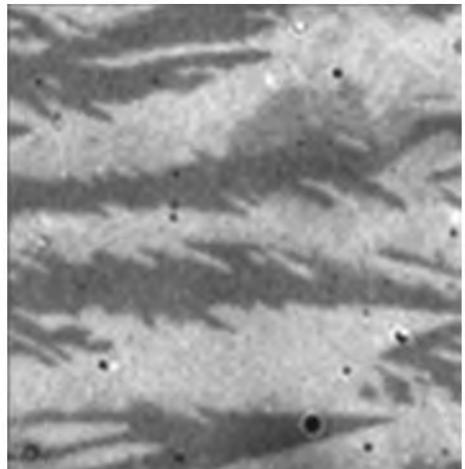


Рис.3.9. Пример ДС магнетика с МКА типа ПОЛН, в котором МКА в базисной плоскости сопоставима с магнитоупругим вкладом в МКА. Соединение Er₂Fe₁₇. Размеры поля зрения 140x140 мкм.

ГЛАВА 4. ТЕМПЕРАТУРНАЯ И ПОЛЕВАЯ ТРАНСФОРМАЦИЯ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКОГО СОЕДИНЕНИЯ $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ НА ПОВЕРХНОСТИ (120)

Глава 4 посвящена исследованию трансформации ДС в монокристаллических образцах интерметаллического соединения $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ при изменении температуры и магнитного поля. В качестве поверхности, на которой в этой главе проводятся наблюдения ДС во всех случаях выбрана поверхность (120), нормаль к которой совпадает с одной из ОЛН b' (рис.4.1). Этой ОЛН также параллельно действующее на образец постоянное магнитное поле $\mu_0H = 0 \div 400$ мТл. В этом же направлении прикладывалось знакопеременное магнитное поле, стимулирующее процесс перестройки ДС при изменении температуры.

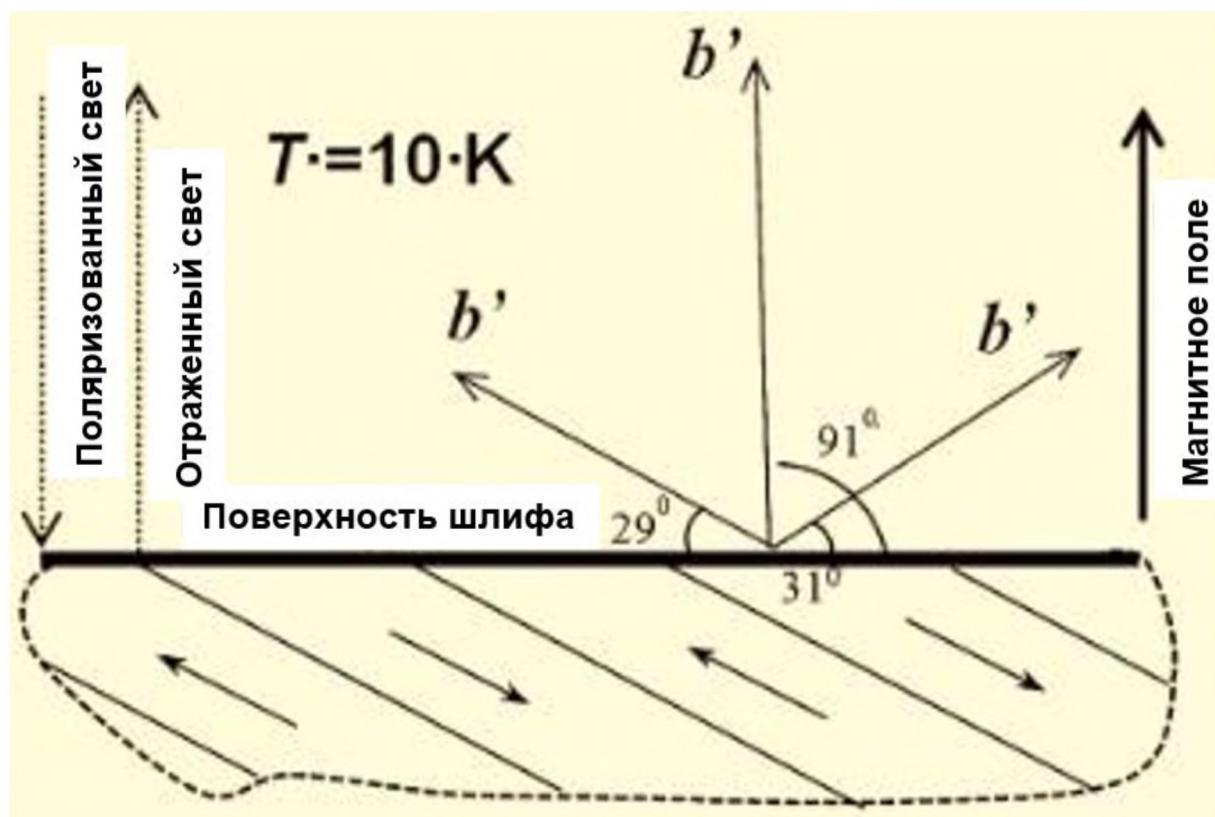


Рис.4.1. Геометрия задачи наблюдения температурной и полевой трансформации ДС на плоскости (120) монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$.

4.1. Особенности ДС интерметаллического соединения $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$, выявляемые на поверхности (120) методом магнитной силовой микроскопии.

Как отмечалось выше (см. главу 1), соединение $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ во всем интервале температур (до температуры Кюри) обладает анизотропией типа ПОЛН. При комнатной температуре ДС этого соединения на плоскости (120) в настоящей работе выявлялась как магнитооптическими методами, так и методами магнитной силовой микроскопии (МСМ).

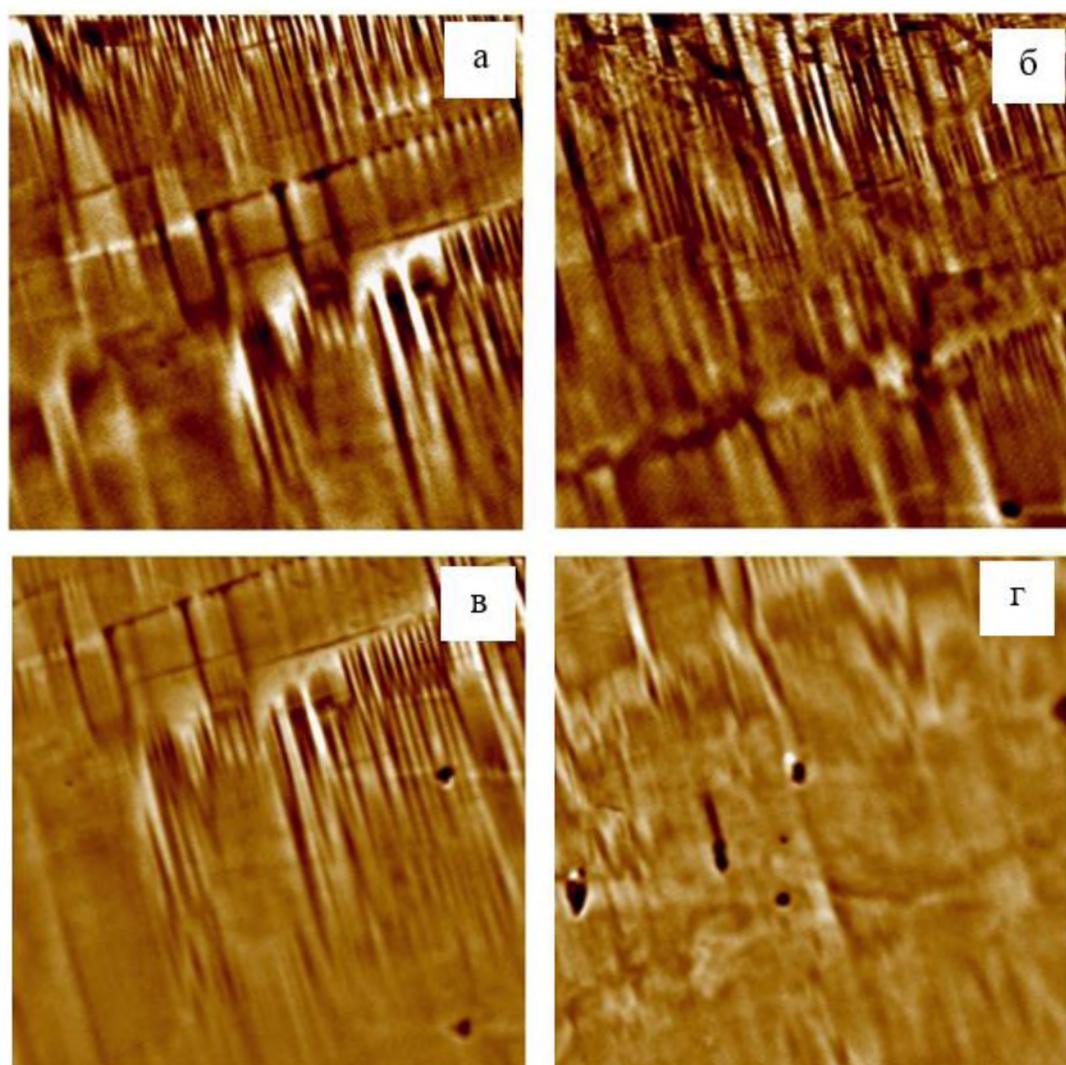


Рис.4.2. Изображение ДС, полученное методом МСМ на плоскости (120) образца монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$. $T=RT$. Размер поля зрения 100х100 мкм.

На рис.4.2. показаны изображения ДС, полученное методом магнитной силовой микроскопии на плоскости (120) монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$. Размер поля зрения 100x100 мкм. При получении изображений a-d использовалось различное расстояние между кантилевером и поверхностью образца для того, чтобы изучить распределение магнитных полей, создаваемых доменной структурой.

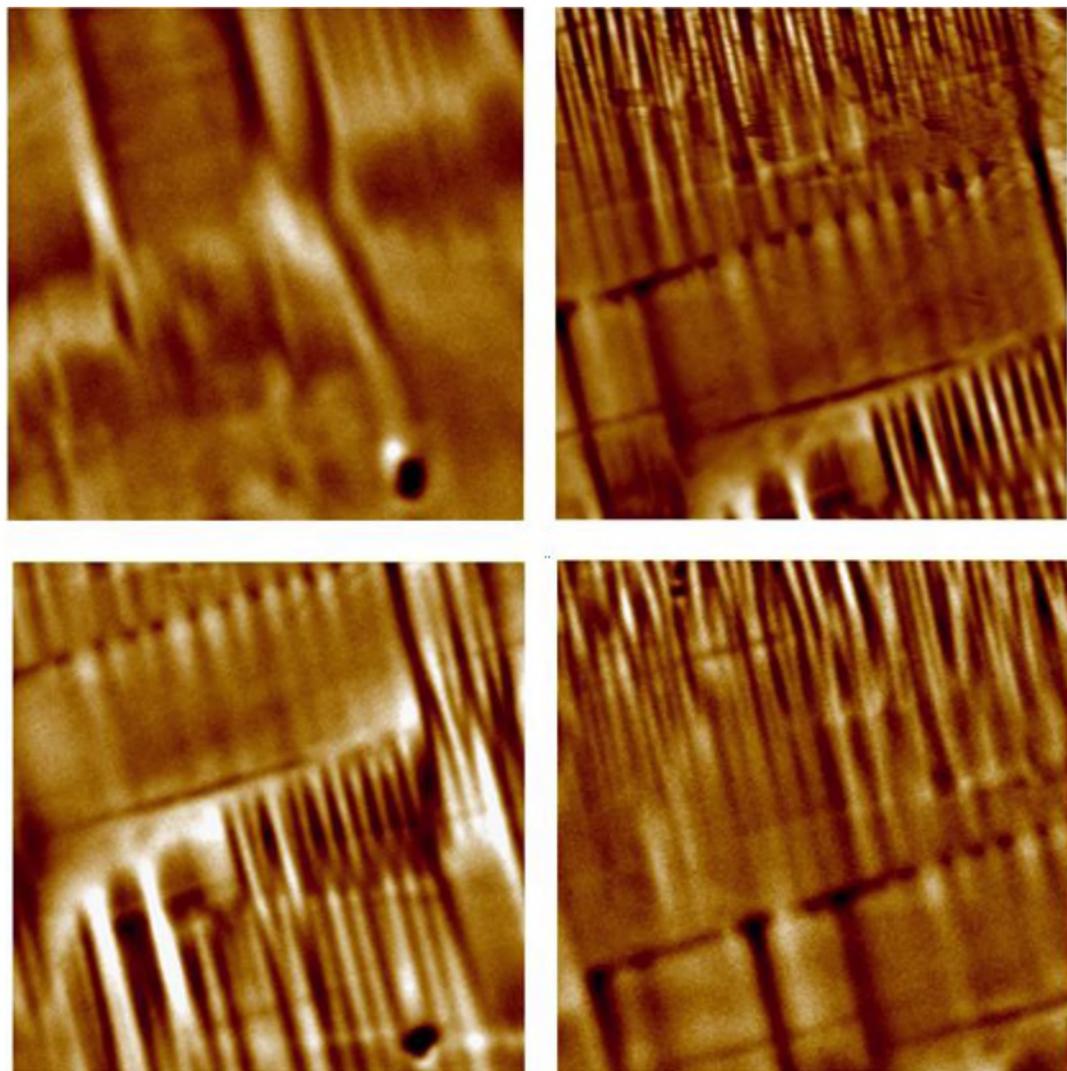


Рис.4.3. Изображение ДС, полученное методом магнитной силовой микроскопии на плоскости (120) образца монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$. Размер поля зрения 50x50 мкм.

При получении изображений ДС, представленных на рисунке 4.3, расстояние от кантилевера до образца выбиралось таким образом, чтобы выявить как основную ДС в объеме монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ (полосовые домены на рисунке 4.3), так и замыкающие домены в поверхностном слое образца (более мелкие домены, ДГ которых перпендикулярны ДГ основных доменов). Рисунок 4.4. показывает с большим увеличением поля рассеяния замыкающих доменов, формирующихся в поверхностном слое образца.

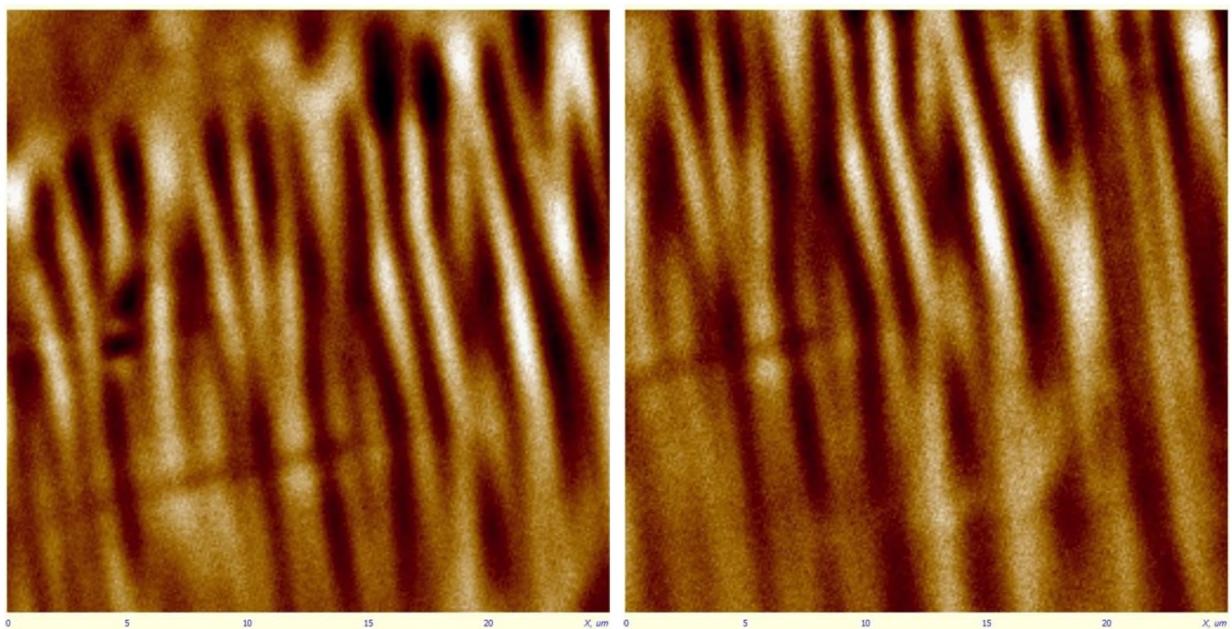


Рис.4.4. Поля рассеяния замыкающих доменов, формирующихся в поверхностном слое образца на плоскости (120) образца монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$, когда в нем существуют напряжения, созданные в процессе подготовки металлографического шлифа. Размер поля зрения 25x25 мкм.

Анализ полученных изображений ДС позволяет сделать 2 вывода:

1. Хотя исследуемые интерметаллические соединения R_2Fe_{17} не имеют спин-переориентационных фазовых переходов, наличие остаточных напряжений в поверхностном слое образца, как и в случае магнетиков,

имеющих СПП (см. раздел 1.4.3.3), приводит к формированию комплексной ДС, в которой обнаруживаются как основные домены, характерные для объема образца, так и развитая система замыкающих доменов, в значительной степени маскирующая основные домены.

- Для исследований ДС магнитооптическими методами необходима дополнительная подготовка поверхности шлифа, удаляющая остаточные напряжения в поверхностном слое образца.

4.2. Коэрцитивность доменных границ и начальная магнитная восприимчивость в интерметаллическом соединении $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$.

Как уже отмечалось, МКА в базисной плоскости в исследованных соединениях даже в области низких температур (10÷100 K) невелика и при повышении температуры до 200 K практически исчезает. Аналогичным образом ведет себя и коэрцитивность доменных границ (рис. 4.5).

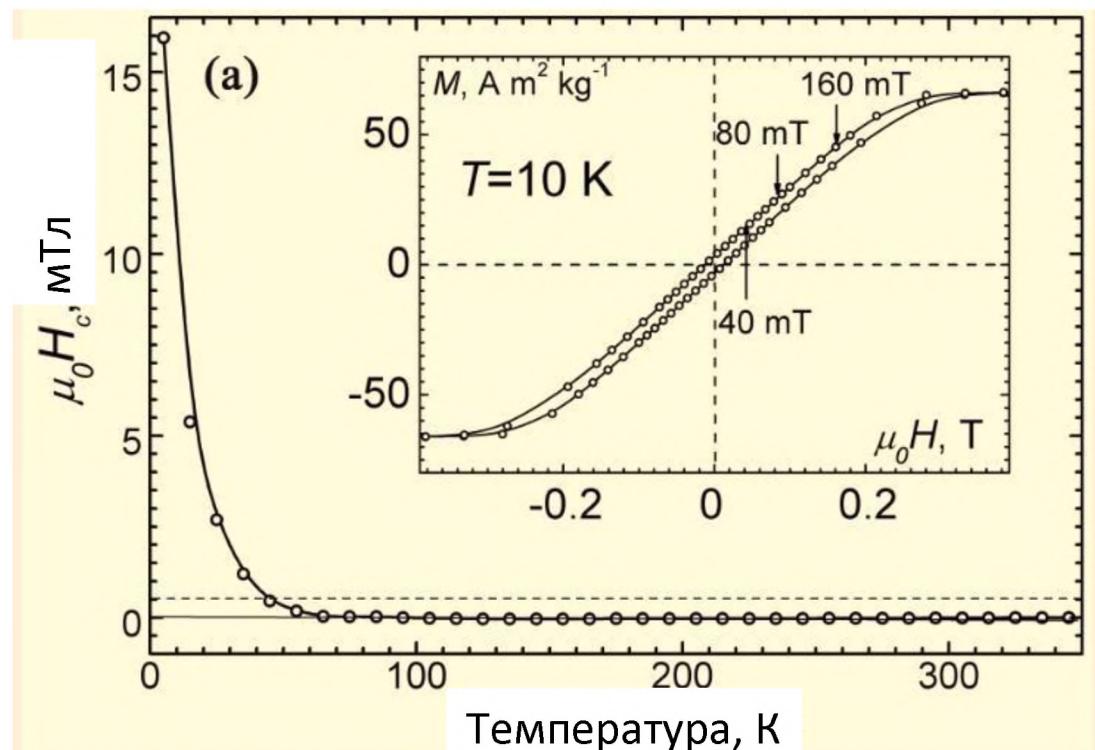
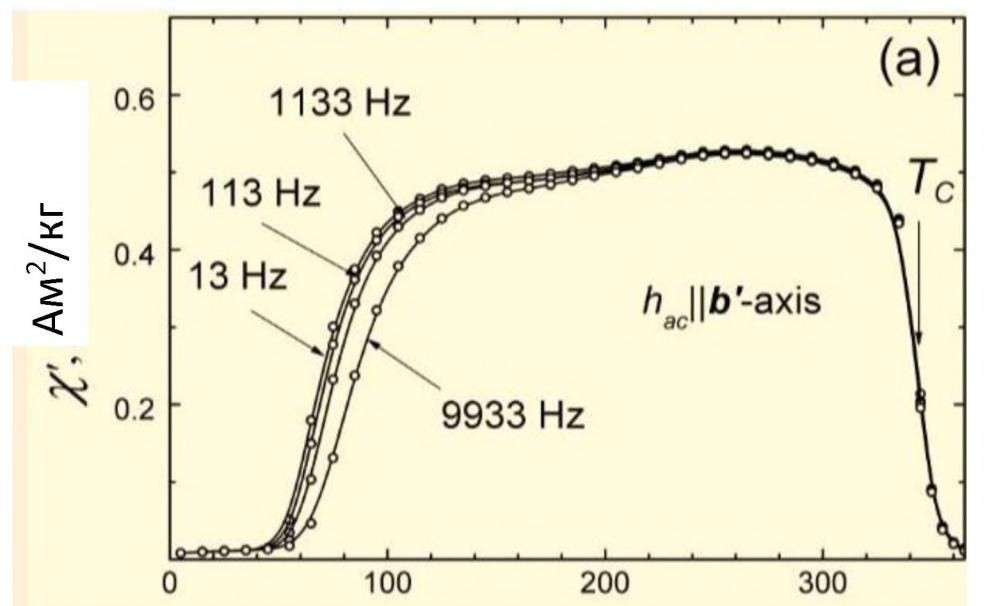
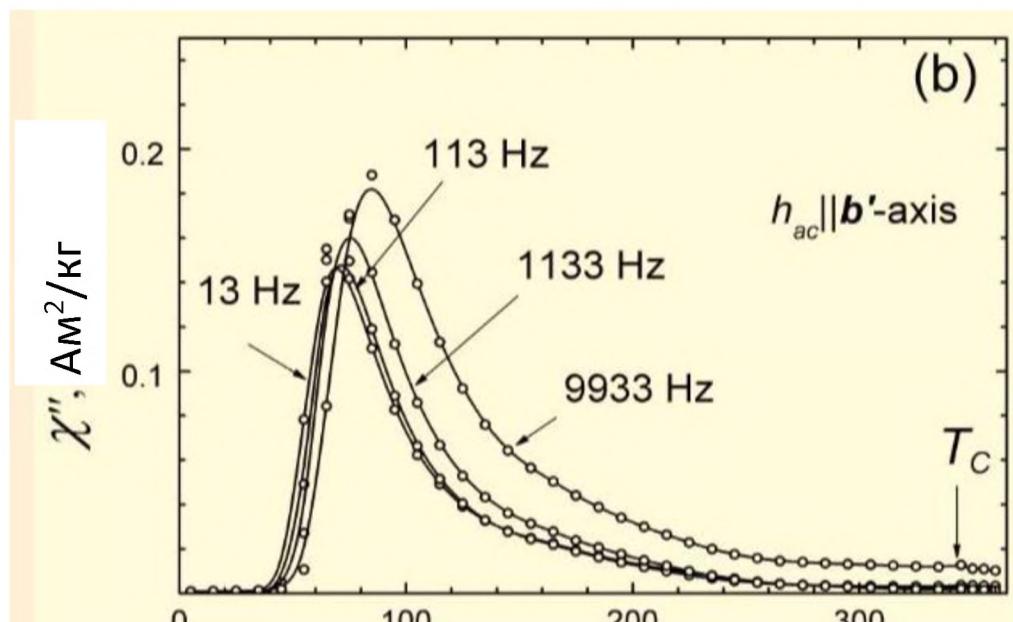


Рис.4.5. Коэрцитивность ДГ в образце соединения $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$.



Температура, К



Температура, К

Рис.4.6. Начальная восприимчивость образца соединения $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ как функция температуры.

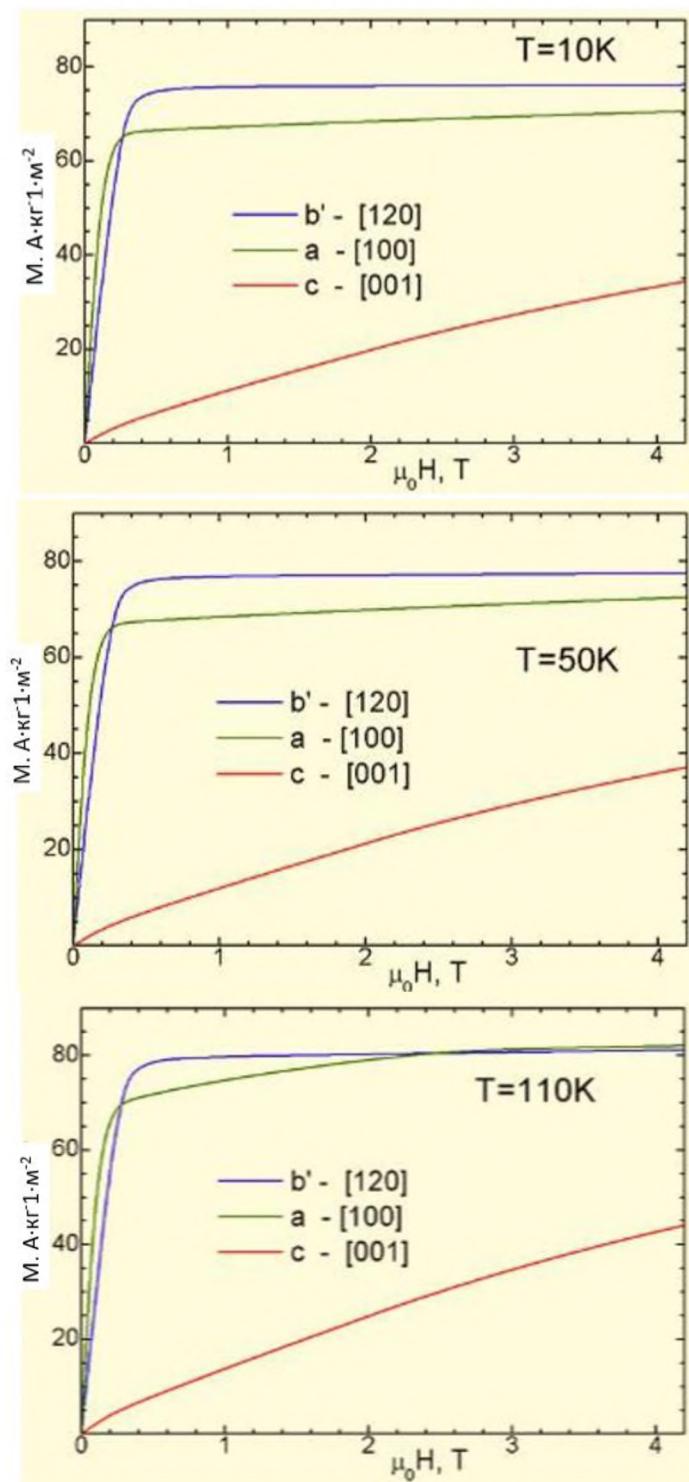


Рис.4.7. Кривые намагничивания образца монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$, измеренные вдоль различных кристаллографических направлений в области температур 10÷110 К.

Как следует из рис.4.5, коэрцитивность ДГ в соединении $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ с ростом температуры от 10 до 110 К падает с $\mu_0\text{H} = 15$ мТл до 5 мТл при 20 К и затем практически до нуля, что сопровождается резким ростом магнитной восприимчивости в этой области температур (рис.4.6).

На рис. 4.7а и 4.7б показаны действительная и мнимая компоненты магнитной восприимчивости образца $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$. Измерения были проведены в поле амплитудой $h_{\text{AC}} = 800$ А/м и частотой 33 Гц. При $T < 50$ К обе компоненты практически равны нулю, так как коэрцитивная сила выше амплитуды переменного поля и доменные стенки не смешаются под его влиянием. Коэрцитивность образца становится практически нулевой при температурах выше 50 К и доменные стенки становятся подвижными в поле амплитудой $h_{\text{AC}} = 800$ А/м. Заметное увеличение обнаружено на полевой зависимости восприимчивости в интервале полей порядка размагничивающего поля образца. Тем не менее мнимая компонента достигает максимума при 100 К и затем уменьшается практически до нуля.

Часть кривых намагничивания, измеренных вдоль различных кристаллографических направлений в области температур 10÷110 К на образце интерметаллического соединения $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$, представлены на рис.4.7.

Коэрцитивность доменных границ оценивалась по петлям магнитного гистерезиса (см. вставку на рис.4.5), измеренным при различных температурах. Шаг, с которым выбирались температуры при этих измерениях, составлял 10 К.

4.3. Температурная и полевая трансформация ДС на плоскости (120) монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$.

Интерметаллическое соединение $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ не имеет магнитных фазовых переходов, а это значит, что микромагнитная структура соединения не должна испытывать фундаментальных трансформаций при

изменениях температуры и внешнего магнитного поля [49]. Однако при исследовании ДС образца монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ в присутствии магнитного поля были обнаружены существенные изменения доменной структуры в низкотемпературной области 10÷110 К.

На рис.4.8 представлена доменная структура монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ на призматической плоскости (120) при температуре $T = 10$ К. Геометрия задачи показана на рис.4.1. Ось легкого намагничивания b' , вдоль которой прикладывается внешнее магнитное поле, направлена вертикально вверх и составляет с поверхностью образца угол 91° . Две других ОЛН b' образуют с поверхностью образца, на которой выполняются наблюдения ДС, углы 29° и 31° , соответственно (рис.4.1).

Таким образом, в исследуем образце монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ существует три ОЛН, и шесть направлений легкого намагничивания (рис.3.1), каждому из которых, следя теории фаз, предложенной Неелем [113], можно сопоставить магнитную фазу с намагнченностями M_1 , M_2 , M_3 , M_4 , M_5 , и M_6 . Намагнченность в доменах в отсутствие поля направлена в противоположных направлениях вдоль оси b' , которая составляет с поверхностью наблюдения угол 29° . То есть, в образце существуют только 2 магнитные фазы из шести возможных. Обозначим намагнченности этих фаз как M_1 и M_2 . Эти фазы видны на рис.4.8а как светло-серая и серая. Они образуют ДС, в которой основные домены разделены только 180-градусными доменными границами блоховского типа. Рис.9. поясняет ДС, изображенную на рис.4.8.а. Как видно из рис.4.8, во внешнем поле до 0,04 мТл доменная структура образца не испытывает существенных изменений. При дальнейшем увеличении поля в образце появляется третья магнитная фаза, намагнченность которой M_3 совпадает с другой ОЛН b' (ось [120] на рис.3.1), которая перпендикулярна поверхности образца и вдоль которой направлено внешнее магнитное поле (рис.4.1). При этом местами зарождения третьей магнитной фазы с

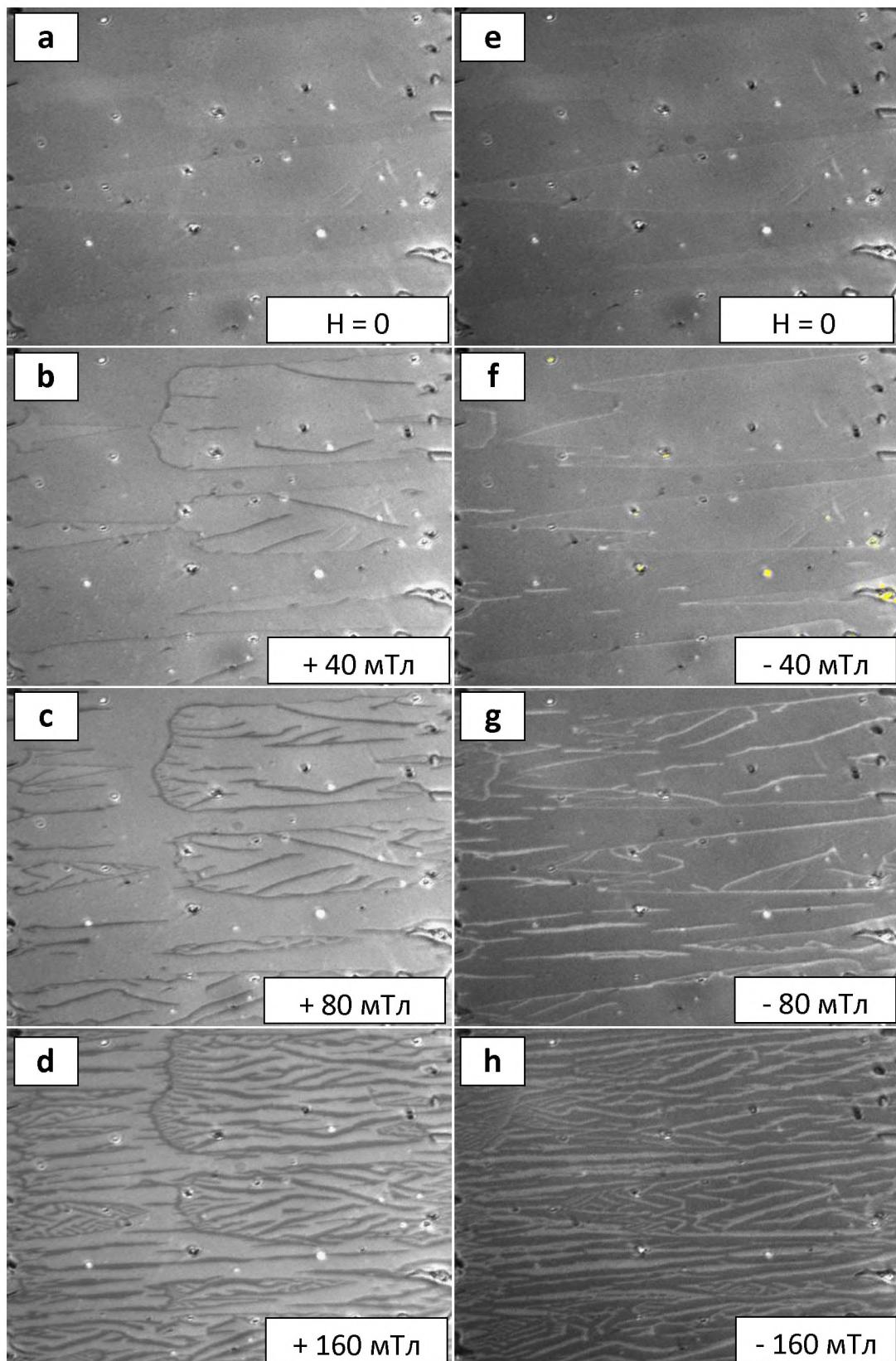


Рис. 4.8. Доменная структура монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ во внешнем магнитном поле. Размер полей зрения 200x200 мкм. $T=10$ К

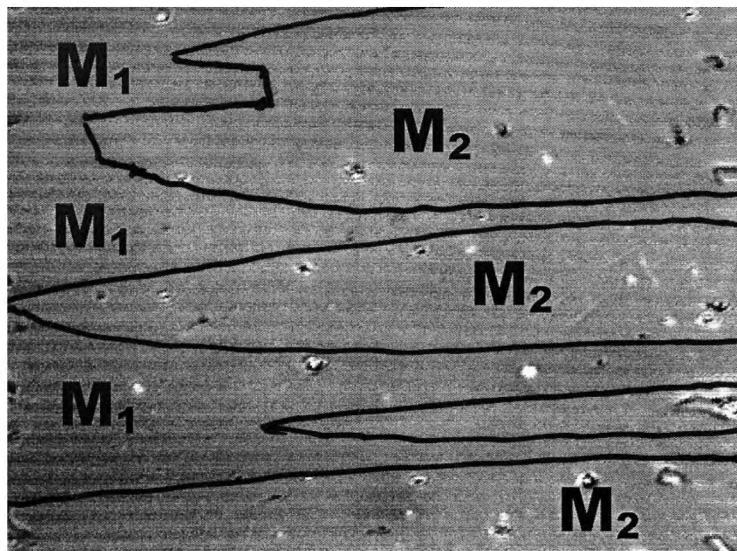


Рис.4.9. Распределение фаз в размагниченном состоянии в двухфазной магнитной структуре образца $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$, показанной на рис.4.8а.

намагнченностью M_3 служат 180-градусные доменные границы исходной двухфазной ДС и дефекты структуры образца. По мере роста поля объем третьей магнитной фазы M_3 увеличивается.

Аналогичный характер процесса перестройки ДС сохраняется до температуры $T = 110$ К. При температурах, превышающих 110 К, величина поля, в котором начинают происходить изменения доменной структуры (появляется третья магнитная фаза M_3), возрастает. При 120 К она приближается к 400 мТл (максимальное поле, доступное при проведении эксперимента).

Такое поведение поля появления третьей магнитной фазы M_3 при изменении температуры является, на первый взгляд, неожиданным (коэрцитивность образца с ростом температуры падает, а величина поля возрастает). Для выяснения причин такого поведения поля появления в образце $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ третьей магнитной фазы M_3 выполнена дополнительная серия экспериментов, данные которой приведены в следующем разделе.

4.4. Температурное поведение величины магнитного поля появления третьей магнитной фазы M_3 в ДС монокристалла Ho_2Fe_{17} .

Как показано выше, коэрцитивность доменных границ в соединении Ho_2Fe_{17} при температуре 10 К не превышает 15 мТл и резко падает с повышением температуры. Так при 20 К она составляет 5 мТл и становится практически равной нулю при 50 К. Магнитное поле, которое необходимо приложить к образцу вдоль оси b' (обозначена на рис.3.1 как $b'[120]$), чтобы в нем появилась третья магнитная фаза, намагниченность которой M_3 совпадает с направлением внешнего поля, напротив, растет при повышении температуры от 10 до 110 К. Так, если при 10 К для появления третьей магнитной фазы достаточно поля 80 мТл, то при 110 К первые зародыши третьей магнитной фазы появляются в поле 160 мТл. При 120 К для появления третьей магнитной фазы необходимо приложить поле 380 мТл. При более высоких температурах третья фаза в поле 400 мТл не появляется (максимальное поле, доступное в эксперименте).

Данная ситуация иллюстрируется рис.4.10. На рис.4.10 показано изменение объема доменов третьей магнитной фазы с температурой в поле 160 мТл на поверхности монокристалла Ho_2Fe_{17} , перпендикулярной оси, обозначенной на рис.3.1 как $b'[120]$ и b' на рис.4.1. Поляризатор и анализатор микроскопа в этом случае сориентированы так, чтобы керровский контраст фазы M_3 был максимальным. В этом случае фазы с намагниченностями M_1 и M_2 не выявляются. Эти фазы намагниченны противоположно вдоль оси b' , составляющей с поверхностью образца угол 29° и разделены 180-градусными доменными границами. В появляющейся третьей магнитной фазе спонтанная намагниченность M_3 ориентируется перпендикулярно поверхности образца. При этом фаза M_3 отделена от исходных магнитных фаз 60- и 120-градусными доменными границами.

Геометрия данной задачи представлена на рис.4.1. Из рис.4.10 также следует, что объем третьей магнитной фазы в поле 160 мТл, по мере роста температуры резко уменьшается, т.е. для появления третьей магнитной фазы с ростом температуры требуется все большее магнитное поле.

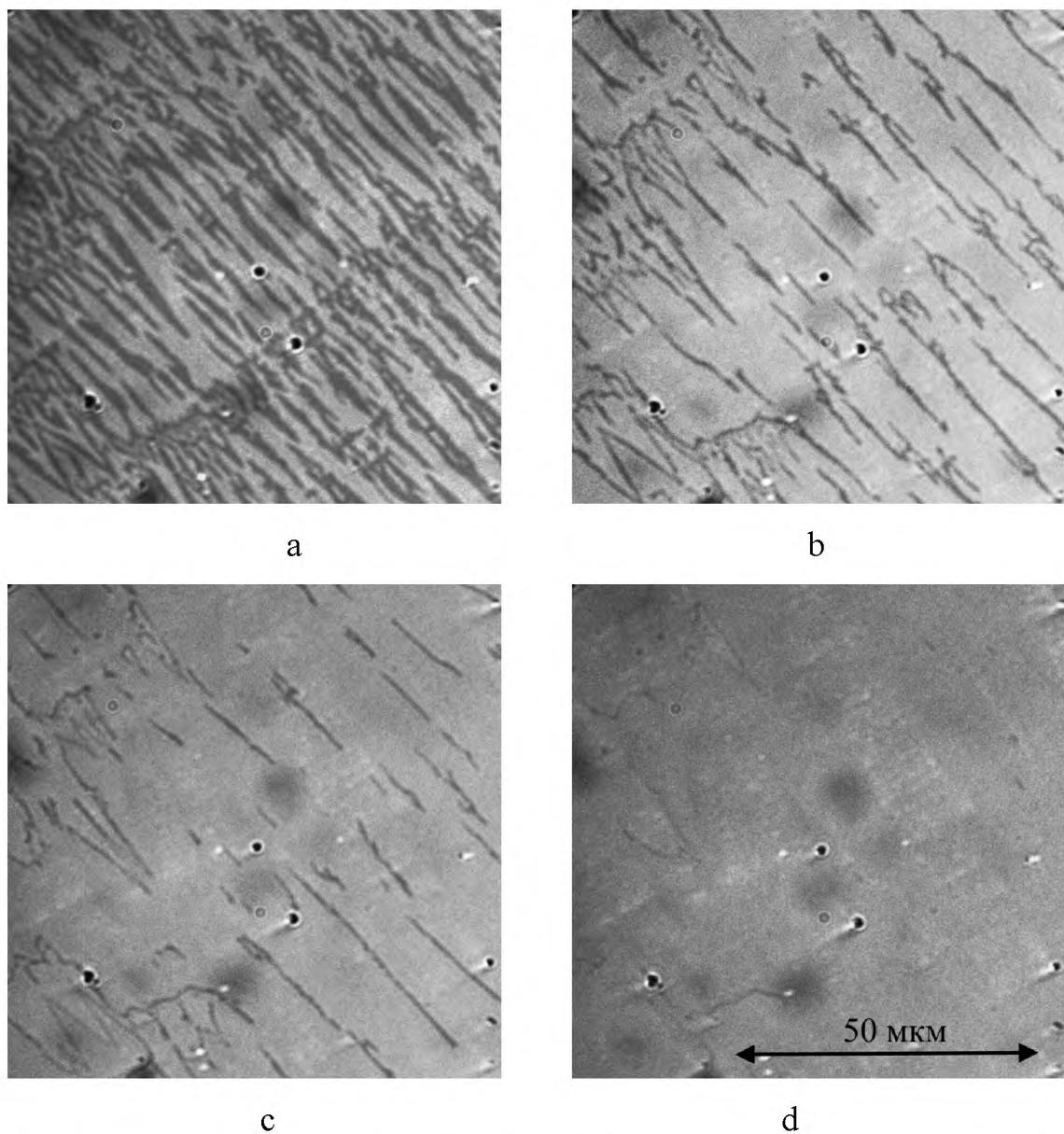


Рис.4.10. Изменение с температурой объема третьей магнитной фазы на плоскости (120) монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ в магнитном поле $\mu_0\text{H} = 160$ мТл. $T = 10$ К (а), 50 К (б), 75 К (с), 110 К (д). Поле направлено перпендикулярно поверхности образца.

В работе была изучена температурная зависимость величины магнитного поля, в котором появляется третья магнитная фаза M_3 . Величина этого поля визуально оценивалась по появлению первых доменов фазы M_3 , затем температура стабилизировалась и делалась микрофотография появившейся ДС. В связи с тем, что стабилизация температуры и запись микрофотографии ДС требуют определенного времени, погрешность в оценке величины поля составляла $\sim 10\%$.

Полученная кривая температурной зависимости индукции магнитного поля, в котором появляется магнитная фаза M_3 , показана на рис.4.11.

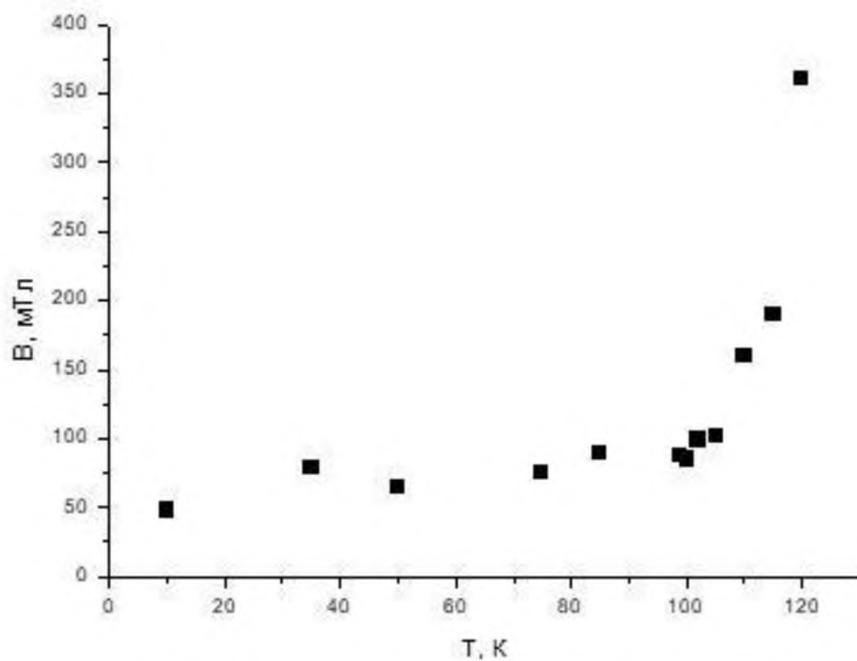


Рис.4.11. Температурная зависимость величины магнитного поля, в котором в двухфазной ДС в монокристалле $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ появляется третья магнитная фаза M_3 .

На первый взгляд, этот факт не согласуется с увеличением подвижности доменных границ при повышении температуры от 10 до 110 К, которое отмечено выше. Однако расчет энергии доменных границ,

выполненный в работе [86], объяснивший, почему в железе могут формироваться 180-градусные доменные границы II типа, хотя их поверхностная плотность энергии γ приблизительно вдвое выше чем у 90-градусных границ, позволяет понять проблему роста поля, необходимого для образования третьей магнитной фазы при изменении температуры интерметаллида $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ от 10 до 110 К. Как показано в [86], появление 180-градусных ДГ II типа в кубических кристаллах связано с тем, что разбиение таких границ на две 90-градусных приводит к росту магнитоупругого вклада в энергию формирующейся ДС при появлении в ней доменов, векторы намагниченности которых составляют между собой углы, отличные от 0- и 180-градусов. Аналогичная ситуация реализуется в магнитном поле в соединении $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ в области низких температур. Как известно, в гексагональных магнетиках с МКА типа ПОЛН естественная МКА в базисной плоскости, как правило, мала [2]. Поэтому магнитоупругий вклад в анизотропию в таких магнетиках часто играет определяющую роль при формировании ДС. Это, в частности, является причиной того, что в магнетиках с МКА типа ПОЛН ранее выявлялась только двухфазая ДС [4-6]. Появление третьей магнитной фазы, намагниченность которой \mathbf{M}_3 составляет с намагниченностями исходных магнитных фаз \mathbf{M}_1 и \mathbf{M}_2 60 и 120 градусов, приводит к образованию ДС, в которой вектор намагниченности одной из фаз составляет с векторами намагниченности исходных фаз угол, кратный 60 градусам. В этом случае возникает дополнительный магнитоупругий вклад в энергию формирующейся ДС (см. разделы 4.5 и 4.6). Если учесть, что соединение $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ имеет наряду с соединением $\text{Tb}_2\text{Fe}_{17}$ наивысшую магнитострикцию из рассмотренной группы соединений, то этот вклад является значительным даже при относительно малом угле (60 градусов) между ОЛН, вдоль которых расположены векторы \mathbf{M}_1 и \mathbf{M}_2 исходной ДС, и вектор намагниченности появляющейся в магнитном поле фазы \mathbf{M}_3 . При

повышении температуры этот вклад растет, чем и объясняется рост поля, в котором появляется третья магнитная фаза.

Полученные данные существенно уточняют модель ДС гексагонального магнетика с типом анизотропии плоскость осей легкого намагничивания (ПОЛН).

4.5. Модель ДС гексагонального магнетика с МКА типа ПОЛН и ее трансформация в магнитном поле.

Если учесть, что в низкотемпературной области константа K_6 одноосной магнитной анизотропии имеет порядок величины 10^4 Дж/м³, а магнитоупругий вклад в анизотропию, определяется соотношением

$$K_{m.y.} = \frac{1}{2} \lambda_s^2 E$$

где E - модуль Юнга, λ_s -магнитострикция насыщения, и имеет порядок величины 10^3 - 10^4 Дж/м³, то в области низких температур МКА в базисной плоскости определяет ДС интерметаллического соединения $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ (Рис.3.3). Анализ ДС на плоскости (120) показывает, что границы основных доменов лежат параллельно плоскости (001), перпендикулярной гексагональной оси c (рис.4.11). Эти границы имеют наименьшую поверхностную плотность энергии из всех типов границ, возможных в гексагональном кристалле и, что более важно, только такие границы содержат участки, в которых магнитные моменты параллельны направлению прикладываемого магнитного поля. Поэтому лишь такие границы, если рассматривать только ДГ блоховского типа, могут быть зародышами третьей магнитной фазы M_3 . С учетом всех перечисленных

обстоятельств можно предложить модель доменной структуры магнетика с МКА типа ПОЛН, изображенную на рисунке (4.12).

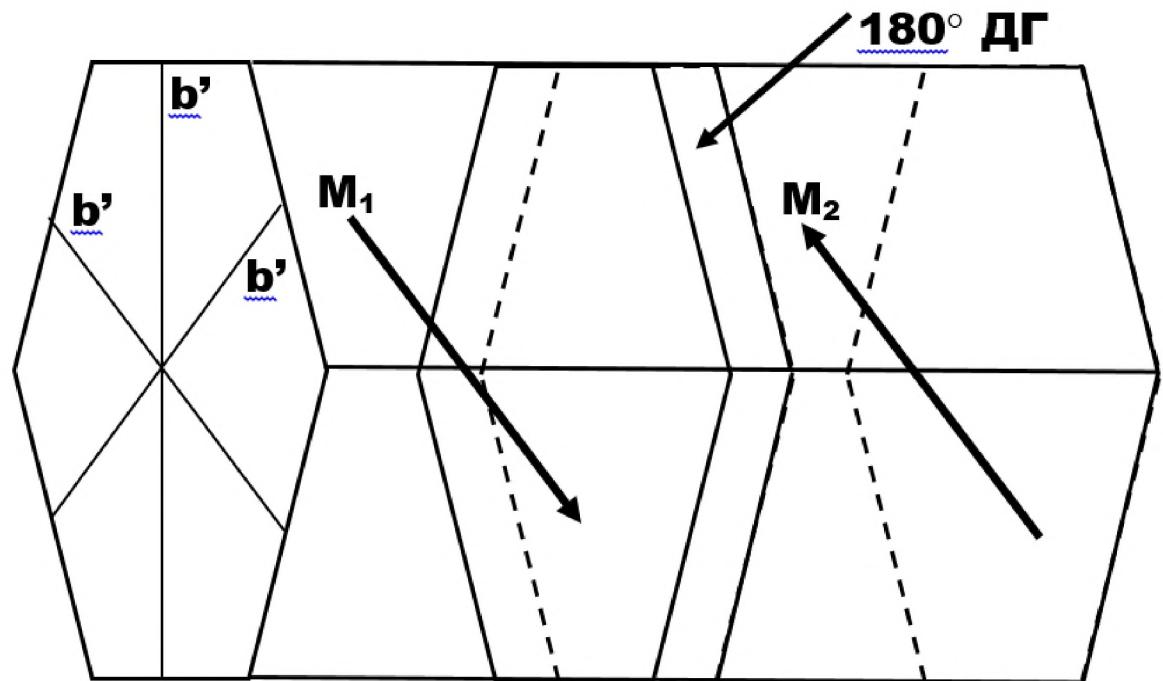


Рис.4.12. Модель доменной структуры магнетика с МКА типа плоскость осей легкого намагничивания.

Представленная на рис.4.12 модель ДС магнетика с МКА типа ПОЛН соответствует ДС, наблюдаемой в образце интерметаллического соединения $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ в виде плоско параллельной пластины, поверхности которой совпадают с плоскостями (120) гексагональной кристаллической решетки. Такая ДС отвечает минимуму энергии в случае, когда на образец не оказывается никаких внешних воздействий кроме собственного поля рассеяния, а в образце нет локальных напряжений.

Схема эволюции этой доменной структуры в присутствии внешнего магнитного поля, которая наблюдается в области температур 10÷100 К в образце $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ на плоскости (120), показана на рис.4.13.

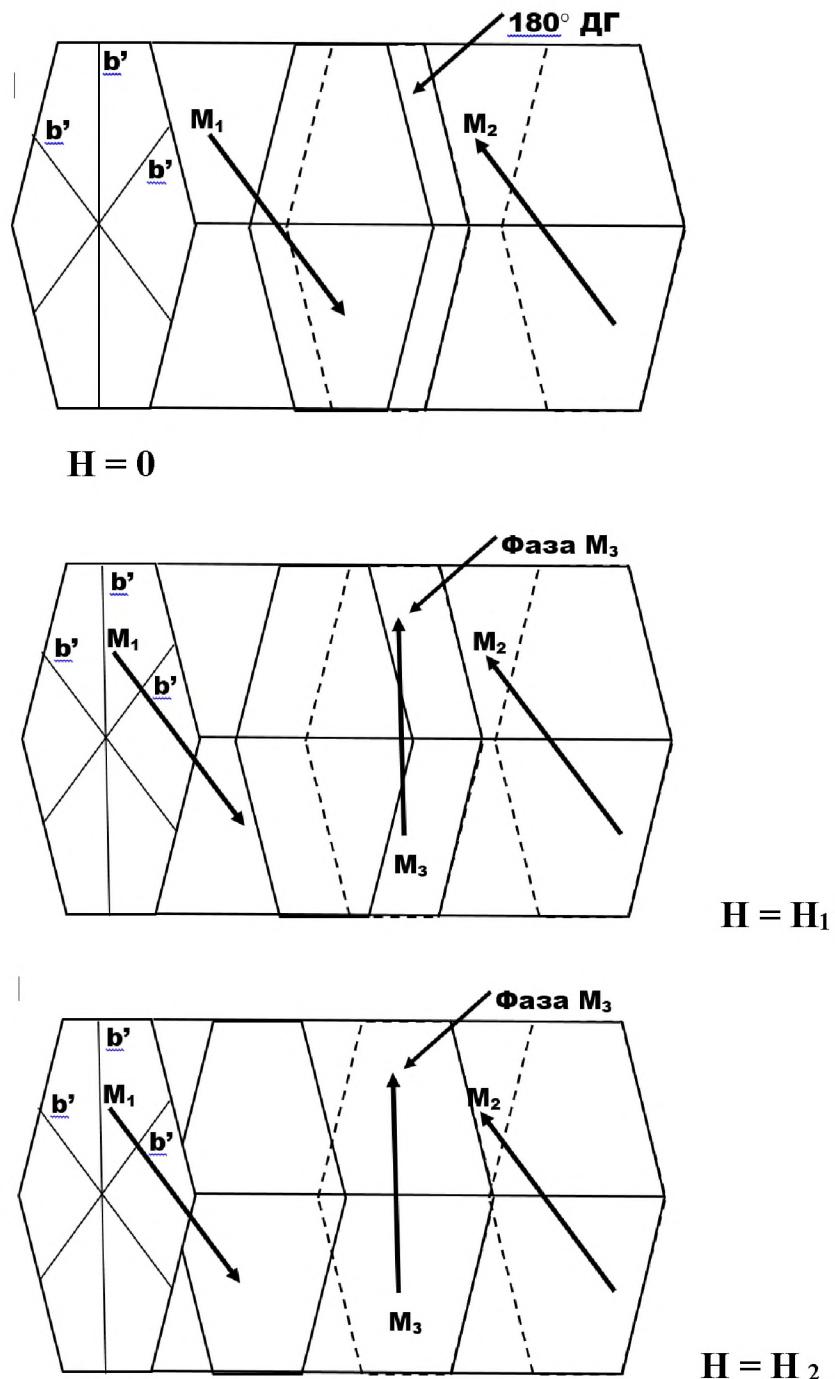


Рис.4.13. Схема эволюции ДС, показанной на рис.4.8, которая выявляется на поверхности (120) монокристалла $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ в магнитном поле при температуре 10 К. $H_2 > H_1$.

Таким образом, в равновесном состоянии в магнетике с МКА типа ПОЛН, как и в поликристаллических образцах, формируется двухфазная ДС. В рассмотренном случае монокристаллической пластины интерметаллического соединения $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ выбор легчайшего направления обусловлен геометрией образца и ориентацией имеющихся ОЛН по отношению к выбранной поверхности наблюдения.

Если же в объеме образца с МКА типа ПОЛН присутствуют локальные внутренние напряжения различной природы, то в нем могут появляться не только 180-градусные доменные границы, но и 120- и 60-градусные. Такая возможность появляется потому, что эти напряжения в различных участках образцов могут выделять в базисной плоскости различные ОЛН в качестве легчайших. Такая ситуация наблюдается в интерметаллических соединениях $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ и $\text{Dy}_2\text{Fe}_{17}$. Соответствующие ДС показаны на рис.3.3. и рис.3.5.

Напряжения в поверхностном слое образцов, возникшие в процессе приготовления металлографических шлифов, искажают ДС. В ней появляются дополнительные домены или разрывы на границах основных доменов как в соединении $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}$ (рис.3.4). В случае высокой магнитострикции магнетика и относительно слабой МКА в базисной плоскости в области высоких температур наблюдаемая ДС при температуре 290 К не соответствует ДС в объеме образца. Такой случай имеет место в соединении $\text{Tb}_2\text{Fe}_{17}$, и показан на рис.3.6c-3.6d.

4.6. Некоторые закономерности в процессах трансформации ДС при перемагничивании и изменении типа МКА многоосных магнетиков.

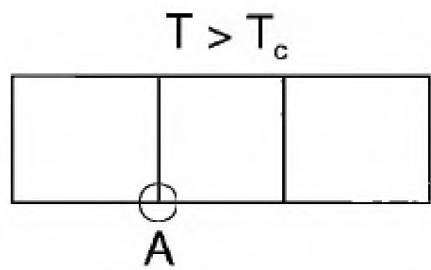
В данном разделе с использованием концепции фаз Нееля [113] на основе полученных в настоящей работе экспериментальных данных

обсуждаются некоторые закономерности и различия в процессах трансформации ДС при перемагничивании в магнитном поле многоосных магнетиков, в которых (1) уже имеются все возможные магнитные фазы, (2) имеется меньшее число фаз, чем возможных направлений легкого намагничивания, и (3) в процессе изменения типа МКА в области спонтанных и индуцированных магнитным полем ориентационных фазовых переходов.

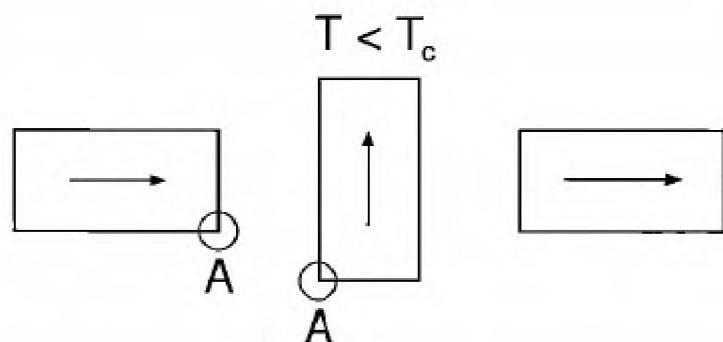
Первый из названных случаев хорошо известен и приводится в монографиях и учебниках по физике магнитных явлений в качестве примера намагничивания и перемагничивания магнетика за счет смещения доменных границ и вращения вектора самопроизвольной намагниченности [44-45, 85, 100, 123-135].

Примером второго случая является трансформация ДС в низкотемпературной области в монокристаллическом образце $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$, рассмотренная в разделах 4.3-4.5 настоящей работы. Намагниченность третьей фазы \mathbf{M}_3 составляет угол 60° с ОЛН, вдоль которой ориентированы намагниченности исходных фаз \mathbf{M}_1 и \mathbf{M}_2 , поэтому при формировании ДС в этом случае дополнительно возникает магнитоупругий вклад в энергию ДС.

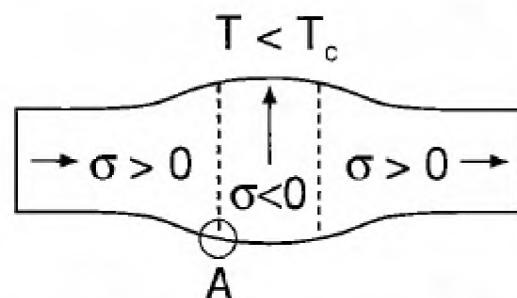
Механизм возникновения этого вклада поясняет рис.4.14 [37]. При температуре выше температуры Кюри все элементы (домены), из которых состоит система, изображенная на рис.4.14а, имеют одинаковые размеры. Если $T < T_c$, то каждый из элементов системы (доменов) в случае положительной магнитострикции удлиняется в направлении намагничивания (рис.4.14б). Если теперь объединить элементы (рис.4.14с), то в системе возникнет состояние с упругими напряжениями σ [37]. Аналогичная ситуация возникает при появлении в ДС третьей магнитной фазы, намагниченность которой \mathbf{M}_3 составляет угол 60° с ОЛН, вдоль которой располагаются намагниченности исходных фаз \mathbf{M}_1 и \mathbf{M}_2 .



(a) немагнитное состояние ($\varepsilon^0 = 0$)



(b) несовмешенное состояние ($\varepsilon^m = 0$)



(c) совмешенное состояние ($\varepsilon^m > 0$)

Рис.4.14. Схематическое представление природы упругих напряжений σ^m , приводящих к магнитострикционным деформациям ε^0 . При объединении элементов (доменов) в области температур $T < T_c$ в точке А возникает состояние с упругими напряжениями (с) [37].

Соотношение упругих констант материала и констант МКА в базисной плоскости определяет величину магнитного поля, в котором появляется третья магнитная фаза, намагниченность этой фазы M_3 располагается вдоль ОЛН b' , «свободной» в исходном состоянии от магнитных фаз. При температуре 10 К третья фаза появляется в поле 40 мТл, а основными центрами появления этой фазы являются доменные границы, плоскости которых расположены параллельно плоскости (001) гексагональной кристаллической решетки.

Похожая ситуация наблюдается в третьем из перечисленных выше случаев при трансформации ДС в области спиновой переориентации [49]. Например, в монокристалле $Nd_2Fe_{14}B$ при $T_{СПП}=135$ К происходит спонтанный спин-переориентационный фазовый переход от высокотемпературной МКА ось легкого намагничивания к низкотемпературной МКА конус осей легкого намагничивания [49]. В этом случае новые магнитные фазы по-видимому также появляются из доменных границ (это утверждение требует уточнения), однако при СПП высокотемпературные ($T>T_{СПП}$) магнитные фазы преобразуются в низкотемпературные ($T<T_{СПП}$), а низкотемпературная ДС коренным образом отличается от высокотемпературной.

Более похожая на ситуацию, описанную в разделах 4.3-4.4 настоящей работы, является ситуация в случае процесса намагничивания типа FOMP [112]. В разделе 4.4. показано, что поле появления фазы M_3 с ростом температуры образца от 10 К до 110 К растет, и при температуре 120 К фаза с намагниченностью, параллельной оси b' , вдоль которой приложено внешнее магнитное поле, появляется только в поле величиной 380 мТл. Поэтому, если измерять намагниченность образца вдоль этой оси, то кривая намагничивания будет напоминать кривую намагничивания образца, в котором наблюдается процесс типа FOMP [112,117-120]. Как следует из рис.4.11, поле, в котором начинается активный рост

намагниченности в этом случае интенсивно растет при приближении температуры образца к 120 К. Можно предположить, что при дальнейшем росте температуры образца поле появления третьей магнитной фазы может достигнуть нескольких Тл.

Данные соображения требуют дополнительной проверки, что можно сделать, подобрав образцы для исследований, у которых процессы трансформации ДС, аналогичные обнаруженным в образцах монокристаллов $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$, происходят ближе к комнатной температуре, что позволит уменьшить экспериментальные трудности и увеличить диапазон используемых магнитных полей.

Еще одним важным обстоятельством, которое необходимо отметить, является то, что даже в случае монокристаллических образцов, извлеченных из эпоксидной смолы, в которой они закреплялись для подготовки шлифов, ДС в образцах использованной формы в отсутствие магнитного поля, как правило, является двухфазной. Единственная ОЛН в этом случае выбирается исходя из формы образца и ориентации ОЛН по отношению к его поверхности. Выбор этой оси в качестве легчайшей соответствует минимуму поля рассеяния образца.

4.7. Влияние особенностей процессов температурной и полевой трансформации ДС в магнетиках с МКА типа ПОЛН на процессы перемагничивания в многокомпонентных МТМ типа Sm-Zr-Co-Cu-Fe

Как отмечалось во введении к данной работе, интерметаллические соединения редкоземельных металлов (R) с железом и кобальтом стехиометрии 2:17 являются основой для синтеза спеченных многофазных магнитов типа Sm-Zr-Co-Cu-Fe, высококоэрцитивное состояние которых обусловлено их наногетерогенной структурой [1-3, 136-142]. В последние годы интерес к этим материалам вырос в связи с тем, что новые

магнитотвердые материалы (МТМ) с более высокими магнитными характеристиками, чем получаемые на основе соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, найти не удается. Поэтому внимание исследователей, наряду с активным поиском новых МТМ, акцентируется на оптимизации свойств известных МТМ. Такая возможность появилась в последние годы в связи с серьезным усовершенствованием научного оборудования и технологий, используемых при производстве постоянных магнитов. В случае МТМ на основе соединений $\text{R}_2(\text{Fe},\text{Co})_{17}$ в настоящее время существуют противоречивые мнения относительно природы их высококоэрцитивного состояния [3,136-142]. В работах [143-144] сделана попытка оценить влияниеnanoструктуры на формирование доменной структуры и магнитную вязкость в постоянных магнитах $(\text{Sm},\text{Zr})(\text{Co},\text{Cu},\text{Fe})_z$, в которых фазы стехиометрии R_2Fe_{17} могут присутствовать. Если учесть, что, несмотря на сложный фазовый состав магнитов типа Sm-Zr-Co-Cu-Fe, гексагональные оси различных фаз коллинеарны, то данные, полученные в диссертации показывают, что при анализе процессов перемагничивания в этих магнитотвердых материалах следует учитывать два обстоятельства: (1) наличие на кривых намагничивания вдоль гексагональной оси фаз типа R_2Fe_{17} в больших полях (порядка 5÷10 Тл) аномалий типа FOMP и (2) аналогичное поведение кривых намагничивания в области относительно малых полей (0,04÷1 Тл) при измерении кривых вдоль ОЛН, связанное с изменением числа магнитных фаз в фазовых составляющих типа R_2Fe_{17} в присутствии магнитного поля.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Синтезированы и аттестованы монокристаллы интерметаллических соединений R_2Fe_{17} ($R = Gd, Tb, Dy, Ho$) с малым количеством дефектов, позволившие впервые выполнить магнитооптическими методами в динамическом режиме температурные и полевые исследования магнитной доменной структуры магнетиков с типом анизотропии плоскость осей легкого намагничивания.
2. С помощью выбора конкретных ориентаций поверхностей наблюдения у образцов монокристаллов соединений R_2Fe_{17} ($R = Tb, Dy, Ho, Er$) и специальной подготовки металлографических шлифов впервые выявлена основная ДС плоскостных магнетиков методами оптической (эффекты Керра) и магнитно-силовой микроскопии.
3. Показано, что коэрцитивная сила образца Ho_2Fe_{17} при измерениях вдоль ОЛН падает при изменении температуры от 0 до 75 К с 20 МГц практически до нуля, что сопровождается ростом начальной магнитной восприимчивости.
4. Температурные исследования ДС соединений в термически размагниченном состоянии и в присутствии магнитного поля выявили в микромагнитной структуре исследованных соединений R_2Fe_{17} доменные соседства не только 180-градусного типа, обнаруживаемые ранее в поликристаллических образцах данных соединений, но и 120- и 60-градусного типа.
5. На основании полученных картин ДС уточнена модель ДС магнетика, обладающего типом анизотропии плоскость осей легкого намагничивания в термически размагниченном состоянии и выполнен анализ ее трансформации при температурном изменении констант МКА и изменении магнитного поля.

6. В рамках концепции фаз Неля проведен анализ общих закономерностей и различий в процессах трансформации ДС при перемагничивании в магнитном поле многоосных магнетиков, в которых уже имеются все возможные магнитные фазы, имеется меньшее число фаз, чем возможных направлений легкого намагничивания, и в процессе изменения типа анизотропии в области спонтанных и индуцированных магнитным полем ориентационных фазовых переходов.
7. Показано возможное влияние обнаруженных в работе особенностей процессов температурной и полевой трансформации ДС в магнетиках с МКА типа ПОЛН на процессы перемагничивания в многокомпонентных МТМ типа Sm-Zr-Co-Cu-Fe, в которых фазы R_2Fe_{17} могут присутствовать.

ПУБЛИКАЦИИ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Издания, рекомендованные ВАК

1. Пастушенков, Ю.Г. Доменная структура интерметаллических соединений $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ с анизотропией типа легкая плоскость / Ю.Г. Пастушенков, К.П. Скоков, М.Б. Ляхова, Е.С. Антонова // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2016. – № 10. – С.17-19.
Pastushenkov, Yu.G. Domain structure of R_2Fe_{17} intermetallic compounds with planar-type anisotropy / Yu.G. Pastushenkov, K.P. Skokov, M.B. Lyakhova, E.S. Antonova // Metal Science and Heat Treatment, Vol.58, No. 8-10, January, 2017. P.914-918.
2. Pastushenkov, Yu.G. Domain structure transformation and magnetic susceptibility of $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ single crystals / Yu.G. Pastushenkov, K.P. Skokov, E.S. Antonova, T.I. Ivanova, J.S. Bartolomé // Journal of Alloys and Compounds. – 2016. – V. 689. – P. 894-898.
3. Антонова Е.С. Особенности низкотемпературной трансформации микромагнитной структуры интерметаллида $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ / Е.С. Антонова, Ю.Г. Пастушенков // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. – 2018. – Вып. 10. – С. 13-19.

Другие издания

4. Ляхова М.Б. Влияние наноструктуры на формирование доменной структуры постоянных магнитов $(\text{Sm},\text{Zr})(\text{Co},\text{Cu},\text{Fe})_Z$. / М.Б. Ляхова, Е.М. Семенова, В.И. Синекоп, Е.С. Величко (Е.С. Антонова) // Вестник Тверского государственного университета. Серия: Физика. - 2010. - Вып.9. - С.4–18.
5. Кузнецова Ю.В. Магнитная вязкость в высококоэрцитивных литых образцах $(\text{Gd},\text{Zr})(\text{Co},\text{Cu},\text{Fe})_Z$. / Ю.В.Кузнецова, Е.С. Величко, М.Б.

Ляхова, Е.М. Семенова // Вестник Тверского государственного университета. Серия: Физика. - 2011. - Вып.13. - С.17–28.

6. Пастушенков, Ю. Доменная структура редкоземельных интерметаллидов с анизотропией типа легкая плоскость и легкий конус / Ю. Пастушенков, К. Скоков, М. Ляхова, Е. Семенова, О. Жданова, Е. Антонова // XXIII международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах», 30 Июня – 5 Июля 2018, Москва: труды конференции. – М.: МИРЭА, - 2018. – С. 228-229.

Тезисы конференций

1. Величко Е.С. (Антонова Е.С.) Магнитная вязкость в сплавах $(\text{Gd}, \text{Zr})(\text{Co}, \text{Cu}, \text{Fe})_2$ / Е.С. Величко (Е.С. Антонова), Ю.В. Кузнецова, М.Б. Ляхова, Е.М. Семенова, Н.П. Супонев // XVII Международная конференция по постоянным магнитам. Сузdalь, 21–25 сентября 2011 г.- Тезисы. - С.64.
2. Пастушенков Ю. Г. Магнитная доменная структура интерметаллических соединений R_2Fe_{17} ($\text{R} = \text{Gd}, \text{Tb}, \text{Dy}, \text{Ho}, \text{Er}$) / Ю. Г. Пастушенков, М. Б. Ляхова, К. П. Скоков, Е. С. Антонова, Т. И. Иванова, С. А. Никитин // V Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества». Сузdalь. 6-10 октября 2014 г. - Сборник материалов. ISBN 978-5-4253-0758-3 – М: ИМЕТ РАН. – 2014. – С. 53.
3. Pastushenkov Yu.G. Features of Temperature Behaviour of Micromagnetic Structure of $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ Single Crystals / Yu.G. Pastushenkov, K.P. Skokov, M.B. Lakhova, E.S. Antonova // BICMM-2018. Irkutsk. - August 24-28. - 2018. - P.45.

ЛИТЕРАТУРА

1. Тейлор, К. Интерметаллические соединения редкоземельных металлов / К. Тейлор// М., Мир, 1974. – 474 с.
2. Кудреватых, Н.В. Спонтанная намагниченность, магнитокристаллическая анизотропия и анизотропная магнитострикция редкоземельных соединений на основе железа и кобальта: дисс. ... д-ра физ.-мат. наук: 01.04.11: утв. 31.01.1995 / Кудреватых Николай Владимирович. – Екатеринбург: УрГУ, 1994. – 321 с.
3. Лукин, А.А. Особенности формирования высококоэрцитивного состояния редкоземельных магнитов / А.А. Лукин, Н.Б. Кольчугина // XXIII международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах», 30 Июня – 5 Июля 2018, Москва: труды конференции. – М.: МИРЭА, 2018. – С. 155-156.
4. Hubert, A. Magnetic Domains. The analysis of magnetic microstructures. // A. Hubert, R. Schäfer. - Berlin-Heidelberg: Springer-Verlag, 1998. – 696 p.
5. Grieb, B. Magnetic domain patterns of $Fe_{17}R_2$ phases with easy-plane anisotropy / B. Grieb, H.H. Stadelmaier, E-Th. Henig // Materials Letters. – 1989. – V.8. – I. 10. – P. 396-399.
6. Pfranger, R. Domain structures and anisotropy constant in the compound Dy_2Fe_{17} / R. Pfranger, D. Plusa, S. Szymura, B. Wysłosky // Journal of Magnetism and magnetic materials. – 1980. – V. 21. – I. 1. – P. 43-46.
7. Strnat K., Hoffer C.. Ray E.E. Magnetic properties of rare-earth-iron intermetallic compounds // IEEE Trans, on Magn. 1966. - V. MAG2. P. 489 - 493.
8. Nikitin S. A, Ovchenkova I. A., Tskhadadze G. A., Skokov K. P. Magnetic phase transitions and magnetocaloric effect in R_2Fe_{17} ($R = Y, Tb, Er$) // Solid State Phenomena. 2015. -V. 233 - 234. P. 204 - 207.

9. Hu J. Investigation of the domain structure of $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{Nx}$ intermetallic nitrides / J. Hu, T. Dragon, M.-L. Sartorelli, H. Kronmueller // Phus. Stat. Sol. (a). – 1993. – V.136. – P.207-214.
- 10.J. Fischbacher Effective uniaxial anisotropy in easy-plane materials through nanostructuring / J. Fischbacher, A. Kovacs, H. Oezelt, M. Gusenbauer, D. Suess, T. Schrefl // Applied Physics Letters (2017) V.111. - 192407.
- 11.Goll, D. High-throughput search for new permanent magnet materials / D. Goll., R. Loeffler, J. Herbst, R. Karimi, G. Schneider // J. Phys. Condensed Mater. 2014. V.26. 064208.
- 12.Givord, D. Evidence of disordered substitutions in the “ $\text{Th}_2\text{Ni}_{17}$ -type” structure. Exact structure determination of the Th-Ni, Y-Ni and Er-Co compounds / D. Givord, F. Givord, R. Lemaire, W.J. James, J.S. Shah// Journal of the Less Common Metals. - Vol. 29 – 1972. – p.389.
- 13.Шуберт, К. Кристаллические структуры двухкомпонентных фаз / К. Шуберт.//М., Металлургия, 1971. – 532 с.
- 14.Тейлор, К. Физика редкоземельных соединений / К. Тейлор, М. Дарби// М., Мир, 1974. – 374 с.
- 15.Compound Between Rare Earth Elements and 3d, 4d or 5d Elements / ed. H. P.J. Wijn. – Landolt-Börnstein – Group III Condensed Matter. Springer-Berlin-Heidelberg, 1990. – V.192.
- 16.Никитин, С. А. Влияние атомов внедрения на эффективные обменные поля в феримагнитных соединениях редких земель и 3d-переходных металлов R_2Fe_{17} и RFe_{11}Ti / С. А. Никитин, И. С. Терешина // Физика твердого тела. – 2003. – Т.45. – С. 1850 – 1856.
- 17.Kou, X. C. Magnetic anisotropy and magnetic phase transitions in R_2Fe_{17} with $\text{R} = \text{Y}, \text{Ce}, \text{Pr}, \text{Nd}, \text{Sm}, \text{Gd}, \text{Tb}, \text{Dy}, \text{Ho}, \text{Er}, \text{Tm}$ and Lu / X. C. Kou, F. R. de Boer, R. Grossinger, G. Wiesinger, H. Suzuki, H. Kitazawa, T. Takamasu, G. Kido // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1998. – V. 177–181. – Pp.1002 – 1007.

- 18.Garcia-Landa, B. Magnetization measurements on RE₂Fe₁₇ single crystals/ B. Garcia-Landa, P.A. Algarabel, M.R. Ibara, F.E. Kayzel,T.H. Ahn, J.J.M. Franse // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 1995. - V. 140 – 144. – p.1085.
- 19.Илюшин, А.С. Введение в структурную физику редкоземельных интерметаллических соединений /А.С. Илюшин// М.: МГУ, - 1991. - С.176.
- 20.Андреев, А.В. Магнитные и магнитоупругие свойства монокристаллов соединений R₂Fe₁₇ (R = Y, Gd, Tb, Dy, Er, Tm) / А.В. Андреев, А.В. Дерягин, С.М. Задворкин, Н.В. Кудреватых, В.Н. Москалев, Р.З. Левитин, Ю.Ф. Попов, Р.Ю. Юмажугин // Физика магнитных материалов. Калинин - 1985. - С.21–49.
- 21.Givord, D. Magnetic transition and anomalous thermal expansion in R₂Fe₁₇ compounds/ D. Givord, R. Lemaire// IEEE Transactions on Magnetics – 1974. – v.Mag-10.N.2. – pp.109-113.
- 22.Prokhnенко, O. Neutron diffraction study of Lu₂Fe₁₇ under high pressure/ O. Prokhnенко, C. Ritter, I. Medvedeva, Z. Arnold, J. Kamarád, A. Kuchin//./ Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2003. – V.258-259. – pp. 564-566.
- 23.Prokhnенко, O. Neutron diffraction studies of the magnetic phase transitions in Ce₂Fe₁₇ compound under pressure/ O. Prokhnenko, C. Ritter, Z. Arnold, O. Isnard, J. Kamarád, A. Pirogov, A. Teplykh // Journal of Applied Physics. – 2002. – V.92. – Issue 1. – pp. 385-392.
- 24.Никитин, С.А. Магнитные свойства редкоземельных металлов и их сплавов / С.А. Никитин//М., МГУ – 1989. – 248с.
- 25.Белов, К.П. Редкоземельные магнетики и их применение/ К.П. Белов // М., Наука – 1980. – 240 с.
- 26.Никитин С.А. Сверхтонкие поля на ядрах Fe⁵⁷ в сплавах Gd_xY_{1-x}Fe₂ / С.А. Никитин, В.А. Васильковский, Н.М. Ковтун, А.К. Куприянов, В.Ф.

Островский // Журнал экспериментальной и теоретической физики – 1975 – Вып.68. – с.577-578.

27. Buschow, K.H.J. In: Handbook of Supermagnets: Hard magnetic materials / Ed. G.J. Long, F. Grandjean. V. 331 of Nato Advanced Study Institute. Ser. C. Kluwer Academic - 1991. - Ch. 4. - P.49-67.
28. Belorizky, E. Evidence in rare-earth (R)-transition metal (M) intermetallics for a systematic dependence of R-M exchange interactions on the nature of the R atom / E. Belorizky, M.A. Fremy, J.P. Gavigan, D. Givord, H.S. Li // Journal of Applied Physics – 1987. – V.61. – Issue 8. – pp. 3971 – 3974.
29. Hu, B. Intrinsic magnetic properties of the iron-rich ThMn₁₂-structure alloys R(Fe₁₁Ti); R=Y, Nd, Sm, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm and Lu/ B.-P.Hu, H.-S. Li, J.P. Gavigan, J.M.D. Coey // Journal of Physics: Condensed Matter. – 1989. – V. 1. – N2. – p. 755.
30. Buschow, K.H.J. Intermetallic compounds of rare-earth and 3d-transition metals / K.H.J. Buschow//Reports on progress in Physics. – 1977. – V.40. – Number 10 – p. 1179.
31. Терёшина, И.С. Влияние легких атомов внедрения (водорода и азота) на магнитную анизотропию и спин-переориентационные фазовые переходы в интерметаллических соединениях 4f и 3d переходных металлов/ И.С. Терёшина// Диссертация на соискание ученой степени доктора физико-математических наук. М. - 2003.
32. Strant, K. Magnetic properties of rare earth-iron intermetallic compounds/ K. Strant, G. Hoffer, A.E. Ray// IEEE Transactions on Magnetics – 1966. – V.Mag-2. – pp. 489-493.
33. Stoner, E.C. Ferromagnetism: magnetization curves/ E.C. Stoner// Reports on progress in Physics. – 1950. – V.13. – p. 83.
34. Kuz'min, M.D. Linear theory of magnetocrystalline anisotropy and magnetostriction in exchange-dominated 3d-4f intermetallics / M.D. Kuz'min// Physical Review B. – 1992. – V.46. – p.8219.

- 35.Ирхин, В. Ю. Электронная структура, физические свойства и корреляционные эффекты в d- и f- металлах и их соединениях/ В.Ю. Ирхин, Ю.П Ирхин// Екатеринбург: УрО РАН. - 2004. - 472 с.
- 36.Franse, J.J.M Magnetic properties of binary rare-earth 3d-transition-metal intermetallic compounds/ J.J.M. Franse, R. Radwanski// Handbook of Magnetic Materials. – Elsevier, Amsterdam, ed. K. H. J. Buschow. – 1993. – V.7. – pp.307-501.
- 37.H. Kronmüller, M. Fähnle Micromagnetism and the Microstructure of Ferromagnetic Solids. Cambridge University Press. UC. 2003. 432 p.
- 38.Корольков, А.Е. Влияние отклонений от стехиометрии 1:12 на спиновую переориентацию в интерметаллидах RFe₁₁Ti/ А.Е. Корольков, О.В. Маклыгина, М.А. Пастушенкова, А.В. Петренко , Е.М. Семенова , К.П. Скоков , И.А. Каплунов // Вестник Тверского государственного университета. Серия «Физика». - 2008. - Вып.4. - С. 27–31.
- 39.D. Givord, R. Lemaire// Proceedings of the International Conference on Magnetism, Moscow (Nauka, Moscow) – 1973. – V. 3 – p. 492.
- 40.S. Sinnema, in: Magnetic interactions in R₂T₁₇ and R₂T₁₄B intermetallic compounds, Ph.D. Thesis, University of Amsterdam - 1988.
- 41.Дерягин, А.В. Исследование магнитных свойств некоторых редкоземельных и урановых соединений и разработка магнитных материалов на их основе/ А.В. Дерягин// автореферат на соискание ученой степени доктора физико-математических наук – Москва. - 1982.
- 42.Ермоленко, А.С. Температурная зависимость констант магнитной кристаллической анизотропии интерметаллических соединений типа RCo₅/ А.С. Ермоленко// Труды Межд. конф. по магнетизму (изд. Наука). – 1974. - Т. 1(1) - с.231.
- 43.Weiss, P. L' hypothese de champs moleculaire et la propriete ferromagnetique/ P.Weiss // Journal de Physique et le Radium – 1907 – V.6. – pp. 661-690.

- 44.Мишин, Д.Д. Магнитные материалы / Д.Д. Мишин. – М.: Высшая школа, 1991. – 384 с.
- 45.Вонсовский, С.В. Магнетизм / С.В. Вонсовский. – М.: Наука, 1971. – 1032с.
- 46.Kittel, C. Physical Theory of Ferromagnetic Domains/ C. Kittel// Review of Modern Physics. – 1949. – v.21. – p. 541.
- 47.Кандаурова, Г.С. Доменная структура и магнитный гистерезис одноосных ферромагнетиков/ Г.С. Кандаурова// Диссертация на соискание ученой степени доктора физико-математических наук. – Свердловск. - 1973. - С.357.
- 48.Пастушенков Ю.Г., Пастушенков А.Г. Постоянные магниты. Тверь,— Тверь: Твер. гос. ун-т, 2015. – 220 с.
49. Пастушенков Ю.Г. Трансформация доменной структуры в области спин-переориентационных фазовых переходов и в процессе перемагничивания редкоземельных тетрагональных магнетиков на основе железа. Дисс. на соискание ученой степени доктора физ.-мат. наук. Тверь, - 2000, 380 с.
- 50.Пастушенков Ю.Г. Магнитная доменная структура. Количественный анализ микромагнитных параметров. Тверь, 2007. 158 с.
- 51.Goodenough, J.B. Interpretation of Domain Patterns Recently Found in BiMn and SiFe Alloys/ J.B. Goodenough// Physical Review. – 1956. – V.102. – p.356.
- 52.Киттель Ч. Физическая теория ферромагнитных областей. В. сб. Физика ферромагнитных областей п/ред. С.В.Вонсовского. М.:ИЛ (1951). С.19-116 (Kittel Ch., Rev. Mod. Phys., V.21. (1949). 541).
- 53.Kittel Ch. Theory of structure of ferromagnetic domains in films and small particles. // Phys. Rev. (1946) V.70. N.11. P.965-971.
- 54.Кандаурова, Г.С. Генезис возникновения доменной структуры и центры зародышеобразования в одноосных ферромагнетиках/ Г.С. Кандаурова,

- Я.С. Шур, А.В. Дерягин// Изв. АН СССР, серия физическая. – 1972. - т. 36. - в.7. С.1591-1596.
- 55.Кандаурова, Г.С. Основные вопросы теории магнитной доменной структуры/ Г.С. Кандаурова, Л.Г. Оноприенко // Свердловск. - 1977. - 122C.
- 56.Hubert A. Zur Theorie der Zweiphasigen Domänenstrukturen in Supraleitern und Ferromagneten. // Phys.Stat. Sol. (1967) V.24. P.669-682.
- 57.Кандаурова Г.С., Бекетов В.Н. Модель сложной доменной структуры магнитоодноосного кристалла. // ФТТ. (1974) Т.16. С.1857-1862.
- 58.Szymczak R. Teoria struktury domenowej jednoosiowych ferromagnetików: Archiwum Elektrotechniki. 15 (1966) P.477-497.
- 59.Kaczér J. On the domain structure on uniaxial ferromagnets // Sov. Phys. JETP. (1964) V.19. N.5. P.1204-1208.
- 60.Kaczér J. Gemperle R. Zelény M. et al. On domain structures and magnetization processes. J. Phys. Soc. Japan. 17 B-1 (1962) 530-534.
61. Szymczak R. Observation of internal domain structure of barium ferrite in infrared // Acta Phys. Polonica. (1973) V.A43. N4. P.571-578.
- 62.Szymczak R. Modification of the Kittel open structure. J. Appl. Phys. 39 (1968). P.875-876.
- 63.Hutchinson R.I. A new technique for the study of ferromagnetic domains boundaries / R.I. Hutchinson, P.A. Lavin, J.R. Moon // J. Sci. Instr. 1965. – V.42. – P.885-886.
- 64.Traüble H. Ein hochauflösendes Verfahren zur Untersuchung magnetischen Strukturen von Supraleitern / H. Traüble, U. Essman // Phys. Stat. Solidi. – 1966. – V.18. – P.813-828.
- 65.Herring C.P. Observations of magnetic domain patterns in terbium and dysprosium / C.P. Herring, J.P. Jakubovich // Journ. Phys. F: Metal Phys. – 1973. – V.3. – P.157-160/

- 66.Birss R.R. Magnetic domains in gadolinium / R.R. Birss, P.M. Wallis // Physics Letters. – 1963. – V.4. – P.313.
- 67.Bates L.F. Bitter figure observations on gadolinium / L.F. Bates, S. Spivey // J. Appl. Phys. – 1964. – V.15 – P.705-709.
- 68.Corner W.D. The easy directions of magnetization in gadolinium / W.D. Corner, B.K. Tanner // Journ. Phys. C: Solid State Phys. – 1975.- V.9. – P.627-633/
- 69.Smith R.L. The effect of nonmagnetic inclusions on the easy direction of gadolinium // R.L. Smith, B.K. Tanner, W.D, Corner // Journ. Phys. F: Metal Phys. – 1977. – V.7. – P.L229-L232.
- 70.Corner W.D. Magnetic domains in Gd at 77 K / W.D. Corner, F.M. Saad // Physica B. – 1977.- V86-88. – P.1331-1332.
- 71.Smith R.L. The magnetic domain structure of gadolinium between 230 and 293 K / R.I. Smith, W.D. Corner, B.K. Tanner // Journal of Magnetism and Magnetic Materials 1980. – V.20. – P.265-270.
72. Smith R.L. An apparatus for observing magnetic domains at low temperatures and in large applied fields / R.L. Smith, W.D. Corner, B.K. Tanner // Journ. Phys. E: Sci. Instrum. – 1980. – V.13. – P.620-622.
- 73.Fatlia M. Saad. Magnetic domain studies in gadolinium. Durham thesis. Durham University. E-Thesis Online: <http://ethesis.dur.ac.uk/8392/>.
- 74.Лебедева Л.В. Магнитная доменная структура и ориентационные фазовые переходы в интерметаллидах R-Fe-Co-Ti со структурой ThMn₁₂. / Л.В. Лебедева // Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук.- Тверь. – 2006.
- 75.Сошин, С.С. Влияние магнитной анизотропии на доменную структуру некоторых редкоземельных магнетиков/ С.С. Сошин// Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук.- Тверь. – 2001.

76. Skokov K.P., Pastushenkov Yu.G., Koshkid'ko Yu.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 HoCo₅ single crystals // J. Magn. Magn. Mater. (2011) V.323. Issue 5. P.447–450.
77. Пастушенков Ю.Г., Кошкідько Ю.С., Маклыгина О.В., Пастушенкова М.А., Петренко А.В., Семенова Е.М., Скоков К.П. / Температурное поведение доменной структуры интерметаллидов R₂(FeCo)₁₇, R(FeCo)₁₁Ti, R₂Fe₁₄B (R—редкоземельный металл) // Перспективные материалы. ISSN 1028-978X. Декабрь 2008. Вып. 6. С.306–309.
78. Ляхова М.Б., Семенова Е.М., Скоков К.П., Петренко А.В., Маклыгина О.В., Ершова Ю.В.. Доменная структура монокристаллов R₂Fe₁₇ (M=Fe,Co) с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость» // Горный информационно-аналитический бюллетень. Отдельный вып. 1. Функциональные металлические материалы. Сыревая база, магнитные материалы и системы. М.: Издательство Московского государственного горного университета. 2007. №OB1. С.404–413.
79. Маклыгина О.В., Петренко А.В. Доменная структура соединений R₂M₁₇ (M = Fe, Co) с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость» // Материалы Международной научно-технической конференции «Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения» (INTERMATIC-2006). Ч.1. 24–28 октября. Москва, 2006. С.197–200.
80. Петренко А.В., Маклыгина О.В. Микромагнитный анализ доменных границ соединений R₂M₁₇ (M = Co, Fe) с тяжелыми редкоземельными металлами (R = Gd, Tb, Dy, Ho, Er) // Материалы Международной научно-технической конференции «Фундаментальные проблемы

радиоэлектронного приборостроения» (INTERMATIC-2006). Ч.1. 24–28 октября. Москва, 2006. С.201–204.

- 81.Ляхова М.Б., Семенова Е.М., Петренко А.В., Маклыгина О.В. Доменная структура соединений R_2Fe_{17} и R_2Co_{17} с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость» // Вестник Тверского государственного университета. Серия «Физика». 2007. №6(34). С.30–36.
- 82.Zubkova A.V., Zeziulina P.A., Koshkid'ko Yu.S., Simonov V.V., Skokov K.P. and Pastushenkov Yu.G. Temperature Behaviour of Magnetic Domain Structure in RE-3d Intermetallics with Spin-Reorientation Transitions // Solid State Phenomena. 2011. V.168–169. P.122–125.
- 83.Ляхова, М.Б. Доменная структура монокристаллов R_2M_{17} ($M = Fe, Co$) с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость» / М.Б. Ляхова, Е.М. Семенова, К.П. Скоков, А.В. Петренко, О.В. Маклыгина, Ю.В. Ершова // Горный информационно-аналитический бюллетень. Функциональные металлические материалы. Сыревая база, магнитные материалы и системы. Отдельный выпуск 1. – 2007. – С. 404–413.
- 84.Kuz'min M. Determining anisotropy constants from a first-order magnetization process in Tb_2Fe_{17} / M.Kuz'min, Y.Skoursky, K.Skokov et al. // Phys. Rev. B 77 (2008) 132411.
- 85.Ландау, Л.Д. К теории дисперсии магнитной проницаемости ферромагнитных тел / Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц // Phys. Zs. Sowjet. – 1969. – V. 8. – P. 153–165.
- 86.Lilley, B.A. Energies and widths of domain boundaries in ferromagnetics // Philosophical Magazine. – 1950. - V.41. – P.792-813.
- 87.Ross, J. W. Magnetization of Cubic Laves Phase Compounds of Rare Earths with Cobalt/ J. W. Ross, J. Crangle // Physical Review. – 1964. – V.133. - A509 - A510.

88. Смирнов, С.С. Анализ процессов перемагничивания в магнетиках с ориентационными фазовыми переходами/ С.С. Смирнов// Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. - Тверь. - 2007 г. - 160 с.
89. Зубкова, А.В. Магнитная доменная структура интерметаллических соединений RCo_5 и R_2Fe_{17} с неодноосной магнитной анизотропией/ А.В. Зубкова// Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук.- Тверью – 2011г.
90. Мицек А. И., Колмакова Н.П., Сирота Д. И. Магнитные фазовые диаграммы и доменные структуры ферромагнитных кристаллов с осью симметрии высокого порядка // ФММ.-1974.-Т.33. - С. 35-47.
91. Clausen K. Magnetic anisotropy in single crystals of Ho_2Co_{17} and Ho_2Fe_{17} / K/ Clausen, O.V. Nielsen // Journal of Magnetism and Magnetic Materials 1981. – V.23. – P.237-240.
92. Sarkis A. Magnetic anisotropy of Ho_2Co_{17} and Ho_2Fe_{17} / A. Sarkis, E. Callen // Journ. of Applied Phys. 1982. – v.53. – P.2365-2366.
93. Sinnema S. High-field magnetization studies on the $Ho_2(CoFe)_{17}$ intermetallics // S. Sinnema, J.J. France, R.J. Radwanski, A. Menovski, F.R. Boer // Journ. Phys. F: Metal Phys. (1987). – V.17. – P.233-242.
94. Skourski Y. High-field magnetization of $Ho_2(CoFe)_{17}$ // Phys. Rev. B. – 2011. – 214420.
95. Franse J.J.M. High-field magnetic transitions in the R_2T_{17} compounds / J.J.M. Franse, R.J. Radwanski, S. Sinnema // Journal de Physique. – 1988. – N.49. – C8-505-506.
96. Gubbens P.C.M. Magnetic and electric properties of R_2Fe_{17} compounds studied by means of the Mössbauer effect / P.C.M. Gubbens, J.J. van Loef, K.H.I. Buschow // Journal de Physique. – 1974. – N.35. – C6-617-620.
97. Tereshina I.S. Magnetocrystalline anisotropy of $R_2Fe_{17}H_x$ ($x=0,3$) single crystals // Journal of Alloys and Compounds . – 2003. – V.150. – P.264-270.

98. Kumar K. RETM₅ and RE₂TM₁₇ permanent magnets development / K. Kumar // Journal of Applied Phys. 1988. – V.63. – P.R13-R57.
99. Buschow K.H.I. The crystal structures of the rare-earth compounds of the form R₂Ni₁₇, R₂Co₁₇ and R₂Fe₁₇ // Jour. Of the Less-Common Metals/ - 1966. – V.11. – P204-208.
100. Тикадзуми С. Физика ферромагнетизма. Магнитные свойства вещества. М.:Мир. – 1983.- 304 с.
101. Пастушенков Ю.Г., Пастушенков А.Г. Постоянные магниты. Часть 2. Определение магнитных характеристик. - Тверь: Твер. гос. ун-т, 2016. – 120 с.
102. Kranz J., Hubert A. Die Möglichkeiten der Kerr-Technik zur Beobachtung magnetischer Bereiche. // Z. angew. Phys. (1963). V.15. P.220-232.
103. Kranz J., Drechsel W. Über die beobachtung von Weißschen Bezirken in polikristallinem Material durch die Vergrößerte magnetooptische Kerrdrehung. //Z. Phys. (1958). V.150. P.632-639.
104. Kranz J. Die Vergrößerung der Magnetooptischen Kerrdrehung Durch Interferenz. // Optik (1961) H.4. 370-378.
105. Parker M.R. The Kerr magneto-optic effect (1876-1976). // Physica (1977). V.86-88B. P.1171-1176.
106. Носков М.М. Оптические и магнитооптические свойства металлов. Свердловск. Изд-во УНЦ АН СССР, 1983. С.356.
107. Соколов А.В. Оптические свойства металлов. М.: Физматгиз. 1961.
108. Kalvius G.M., Tebble R.S. Experimental magnetism. V.1. Jon Willey and Sons. New York, 1979.
109. Kaczer J. Domain configurations of the uniaxial infinite cylinder / Чех. Физ. Журнал. – 1962. - T.12. – C.354-360.
110. Ailin X. Magnetic microstructures of 2:17 type Sm(Co,Fe,Cu,Zr) magnets detected by magnetic force microscopy / X. Ailin, G. Zhaojun, L. Wei, H. Raoshan // Journ. of Rare Earths. – 2006. – V.24. – P.215-217.

111. Шавров В.Г., Щеглов В.Н. Ферромагнитный резонанс в условиях ориентационного перехода. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2018. – 568 с.
112. Asti G. First order magnetic processes / Handbook of Magnetic Materials. Vol. 5. Edited by K.H.J. Buschow and E.P. Wohlfart / Elsevier Science Publishers B.V., 1990. P.399-464.
113. Néel, M.L. Les lois de l'aimantation et de la subdivision en domaines élémentaires d'un monocristal de fer. // Le Journ. de Physique, 1944.- V.5.- P.241-251.
114. Birss R.R. The magnetization process in hexagonal ferromagnetic and ferromagnetic single crystals / R.R. Birs, D.J. Martin // Journ. Phys.C: Solid State Phys., - 1975. – V.8.-P.189-210.
115. Birss R.R. The magnetization process in cubic ferromagnetic crystals / R.R. Birs, G.R. Evans, D.J. Martin // Physica, - 1977. – V.86-88B. - P.1371 - 1372.
116. Martin D.J. Measurement of easy directions with the aid of the phase theory / D.J. Martin // Journal of Magnetism and Magnetic Materials 1980. – V.15-18. – P.559-560.
117. Isnard O. High magnetic field study of the Tm_2Fe_{17} and $Tm_2Fe_{17}D_{3,2}$ compounds // O. Isnard, A.V. Andreev, M.D. Kuz'min, Y. Skourski, D.I. Gorbunov, J. Wosniza, N.V. Kudrevatykh, A. Ivasa, A. Kondo, A. Matsuo, R. Kindu // Phys. Rev. B. 2013. – V.88. – 174406.
118. Kido G. High field magnetization of $R_2Fe_{14}B$ compounds measured up to 55 t // IEEE Trans. On Magnetics, - 1987. – V.Mag-23. – P.3107-3109.
119. Bolzoni F. First-order-field-induced magnetization transitions in single-crystal $Nd_2Fe_{14}B$ / F. Bolzoni, o. Moze, L. Paret / Journ. of Applied Phys. – 1987. – V.62. – P.615-620.
120. Lim D.W. High-field magnetization process and spin-reorientation in $(Nd_{1-x}Dy_x)_2Fe_{14}B$ single crystals // D.W. Lim, H. Kato, M. Yamada, G. Kido, Y. Nakagawa // Phys. Rev. B. – 1991. – V.44. – P.10014-10020.

121. Skokov K.P. Micromagnetic analysis of spin-reorientation transitions. The role of magnetic domain structure / K.P. Skokov, Yu.G. Pastushenkov, S.V. Taskaev, V. Rodionova // Physica B. – 2015. – V.478. – P.12-16.
122. Kronmüller H. Theorie der Anfangssuszeptibilität und der Magnetisierungskurve von hexagonalen Kobalt-Einkristallen / H. Kronmüller, H. Träble, A. Seeger, O. Boser // Material Science and Engineering, - 1966. – V.1. – P/91-109.
123. Handbook of Magnetism and advanced magnetic materials. Ed. by H. Kronmüller and S. Parkin. Wiley. New-York. 2007.
124. Handbook of Advanced Magnetic Materials. Ed. by Yi Liu, D.J. Sellmyer, Dasuke Shindo. Springer. 2006.
125. Advanced magnetic nanostructures. Volume I: Advanced Magnetic Materials: Nanostructural Effects. Ed. by D.J. Sellmyer, R. Skomski. Springer. 2006.
126. Concise encyclopedia of magnetic & superconducting materials. Second edition. Elsevier. Ed. by K.H.J. Buscow. 2005.
127. Introduction to magnetic materials. Ed. by B.D. Cullity, C.D. Graham. Wiley. 2009.
128. Coey J. M. D. Magnetism and Magnetic Materials. Cambridge university press. 2009. 604 p.
129. Magnetism. Materials and Applications. Ed. by Etienne du Tremolet de Lacheisserie, Damien Gignoux, Michel Schlenker, Springer – 2005, 510 p.
130. K. H. J. Buschow F. R. de Boer. Physics of Magnetism and Magnetic Materials. Kluwer academic publishers. 2003. 181 p.

131. Nanoscale Magnetic Materials and Applications. Ed. by J. Ping Liu, Eric Fullerton, Oliver Gutfleisch, David J. Sellmyer. Springer. 2009. 715 p.
132. Lewis L.H, Jimenez-Villacorta F. Perspectives on Permanent Magnetic Materials for Energy Conversion and Power Generation // Metallurgical and Materials Transactions. V44A, 2013, S2-S20.
133. Тикадзуми С. Физика ферромагнетизма. Магнитные характеристики и практические применения. М.:Мир, - 1987. – 419. с.
134. Кринчик Г.С. Физика магнитных явлений. М.:МГУ,-1976.–369 с.
135. Боровик Е.С. Лекции по магнетизму / Е.С. Боровик, В.В. Еременко, А.С. Мильнер // М.: Физматлит, 2005. – 512 с.
136. Dospial M. The MFM studies of the surface domain structure of Sm-Fe-Co-Zr-Cu thin ribbons // M. Djspial, M. Nablaleki, M. Szota, L. Michta, P. Wieszorek, K. Bloch, P. Pietruszewicz, K. Ozga, J. Michalczyk // Optica Applicata, Vol XLIII, No. 1, 2013 P.195-200.
137. Strnat K. A family of new cobalt-base permanent magnet materials / K. Strnat, G. Hoffer, J. Olson, W. Ostertag / Journ of Appl. Phys. – V.35. – P.1001-1002.
138. Popov A.G. Peculiar Kinetics of Coercivity of Sintered Sm(Co_{0,78}Fe_{0,10}Cu_{0,10}Zr_{0,02})₇ Magnet Upon Slow Cooling / A.G. Popov, A. Golovnia, A.V. Protasov, V.S. Gaviko, R. Gopalan, C. Jiang, T. Zhang // IEEE Transactions on Magnetics. - 2018 – Digital Object Identifier 10.1109/TMAG.2018.2811369
139. .Zhang Z. A nanocrystalline Sm-Co compound for high-temperature permanent magnets / Z. Zhang, X. Song, Y. Qiao, W. Xu, J. Zhang, M. Seyring, M. Rettenmayr // Electronic Supplementary Material (ESI) for Nanoscale. This journal is ©The Royal Society of Chemistry 2013.

140. Kronmüller H. Micromagnetic analysis of precipitation hardened permanent magnets / H. Kronmüller, K.-D. Durst, W. Erwens, W. Fernengel // IEEE Trans. on Magnetics, - 1984. – V. Mag-20. – P.1569-1571.
141. Tang W. Effect of Zr on the microstructure and magnetic properties of Sm(Co_{0,1}Fe_{0,086}Zr_x)_{8,5} magnets / W. Tang, Y. Zhang, G.C. Hadjipanayis // Journ jf Applied Phys, - 2000. – V.87. – P.399-403.
142. Fidler J. Coercivity of precipitation hardened cobalt rare earth 17:2 permanent magnets / J. Fidler // Journal of Magnetism and Magnetic Materials 1982. – V.30. – P.58-70.
143. Величко Е.С. (Антонова Е.С.), Кузнецова Ю.В., Ляхова М.Б., Семенова Е.М., Супонев Н.П. Магнитная вязкость в сплавах (Gd,Zr)(Co,Cu,Fe)_Z // XVII Международная конференция по постоянным магнитам. Сузdalь 21–25 сентября 2011 г. Тезисы. С.64.
144. Пастушенков Ю. Г. Магнитная доменная структура интерметаллических соединений R₂Fe₁₇ (R = Gd, Tb, Dy, Ho, Er) / Ю. Г. Пастушенков, М. Б. Ляхова, К. П. Скоков, Е. С. Антонова, Т. И. Иванова, С. А. Никитин // V Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества». Сузdalь. 6-10 октября 2014 г. Сборник материалов. ISBN 978-5-4253-0758-3 – М: ИМЕТ РАН. – 2014. – С. 53.
145. Gutfleisch O. Evolution of magnetic domain structures and coercivity in high-performance SmCo 2:17-type permanent magnets /O. Gutfleisch и, K.-H. Muller, K. Khlopkov, M. Wolf, A. Yan, R. Schafer, T. Gemming, L. Schulz // Acta materialia, - 2006. – V.54. – P.997-1008.