

*На правах рукописи*

**Антонова Екатерина Сергеевна**

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

01.04.11 – Физика магнитных явлений

**АВТОРЕФЕРАТ**  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Тверь - 2018

Работа выполнена на кафедре физики конденсированного состояния федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тверской государственный университет»

Научный руководитель доктор физико-математических наук, профессор  
**Пастушенков Юрий Григорьевич**

Официальные оппоненты: **Кудреватых Николай Владимирович**  
доктор физико-математических наук, профессор, ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», заведующий отделом магнетизма твёрдых тел НИИ ФПМ ИЕНоМ, профессор кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов

**Афанасьева Людмила Евгеньевна**  
кандидат физико-математических наук, доцент, ФГБОУ ВО «Тверской государственный технический университет», доцент кафедры технологии металлов и материаловедения

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт радиотехники и электроники имени В.А. Котельникова Российской академии наук»

Защита состоится «22» февраля 2019 г. в 12 час. 30 мин. на заседании диссертационного совета Д 212.263.09 при ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» по адресу: 170002, г. Тверь, Садовый переулок, 35, ауд. 226.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Тверского государственного университета по адресу: 170100, г. Тверь, ул. Трехсвятская, д. 16/31 и в сети Интернет на сайте Тверского государственного университета <http://dissertations.tversu.ru/>

Автореферат разослан \_\_\_\_\_ 20\_\_\_\_ г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета Д 212.263.09

Е.В. Барабанова

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы исследования.** 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 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, 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 RCo<sub>5</sub> и R<sub>2</sub>Co<sub>17</sub> достаточно хорошо исследована, ДС соединений типа R<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> исследована недостаточно [4-6]. При этом исследования ДС соединений R<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> выполнены, как правило, 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 большей трудоемкостью получения однофазных монокристаллических образцов соединений R<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> и отсутствием в прошлом практического интереса к этим соединениям вследствие их относительно низких температур Кюри (T<sub>C</sub>) и магнитокристаллической анизотропии (МКА) типа ПОЛН во всем температурном интервале магнитного упорядочения у всех соединений R<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>, за исключением Lu<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>. В настоящее время интерметаллические соединения R<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> привлекают внимание также в связи с обнаружением возможности повышения их T<sub>C</sub> 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 окрестности 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 научный 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  $R_2Fe_{17}$  ( $R = Tb, Dy, Ho, Er$ ) 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  $R_2Fe_{17}$  ( $R = Tb, Dy, Ho, Er$ ).
2. Ориентация поверхностей наблюдения монокристаллов и специальная подготовка металлографических шлифов, позволяющая выявить основную ДС плоскостных магнетиков методами оптической (эффекты Керра) 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 азимометра.
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** связана с тем, что в ней 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 поиска 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  $R = Tb, Dy, Ho, Er$ . 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 состояние, 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 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, - 2012 г.

**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 интерметаллических соединений  $R_2Fe_{17}$  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, список цитируемой литературы включает 145 наименований.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи работы, методология и методы исследования, аргументирована научная новизна, показана практическая значимость полученных результатов, представлены апробация работы и выносимые на защиту научные положения, раскрыты структура и объем диссертации по главам.

**Первая глава** содержит обзор научной литературы по кристаллической структуре и магнитным свойствам интерметаллических соединений  $R_2Fe_{17}$ , в частности, по температурному поведению констант МКА и магнитострикции. Особое внимание уделено анализу данных по

магнитной доменной структуре гексагональных магнетиков с различными типами МКА. Приведены сведения о первых исследованиях ДС в монокристаллах Gd, Tb и Dy в области сверхнизких температур. Показано, что примененный метод сухих порошковых осадков имеет ограниченную разрешающую способность и не позволяет изучать перестройку ДС в магнитном поле в динамике. Выполнен анализ работ по ДС магнетиков с ориентационными фазовыми переходами. Значительное место уделено работам, посвященным ДС материалов с МКА типа ПОЛН. Показано, что ДС гексагональных магнетиков с плоскостным типом анизотропии исследована только методом порошковых фигур Акулова-Биттера, за исключением единственной работы [5], где исследования выполнены магнитооптическим методом Керра. Как известно, метод порошковых фигур не позволяет провести как температурные исследования ДС, так и исследования перестройки ДС в магнитном поле, что подтверждает актуальность выбора темы данной диссертации.

В заключительной части главы приведены сведения по существующим моделям ДС магнетика с типом анизотропии плоскость осей легкого намагничивания, сделаны выводы по обзору, обоснован выбор объектов исследования и уточнены цель и задачи работы.

**Вторая глава** посвящена описанию экспериментальных методов, использованных для решения задач работы. Образцы для исследований получались методом индукционной плавки в алюндовых тиглях. Монокристаллические образцы препарировались из поликристаллических слитков. Режим получения крупнозернистых слитков детально описан в работе. Аттестация образцов проводилась методами рентгеноструктурного, термического магнитного, энергодисперсионного и металлографического анализов. Измерения полевых и температурных зависимостей намагченности в магнитных полях до 50 кЭ и в интервале температур от 5 К до 350 К проведены на SQUID-магнитометре Quantum Design MPMS 5-S в Институте физики твердого тела и исследования материалов г. Дрезден (Германия).

Подготовка образцов для наблюдений ДС проводилась следующим образом. Вначале монокристаллическим зернам придавалась сферическая форма. Полученные образцы диаметром 3-5 мм заливались эпоксидной смолой и в несколько стадий ориентировались в магнитном поле для получения поверхностей шлифов, соответствующих базисной и призматической плоскостям гексагональной кристаллической решетки. На заключительной стадии ориентация поверхностей шлифов уточнялась методом Лауз на установке ИРИС. Повторно ориентация поверхностей шлифов и ОЛН проверялась в Макс-Планк-Институте физики твердого тела, г. Штутгарт (Германия).

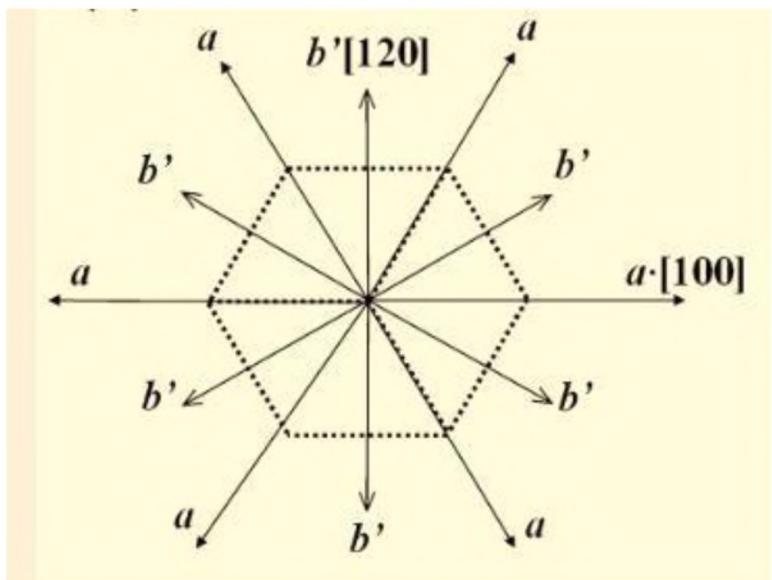


Рис.1. Расположение осей легкого намагничивания (оси  $b'$  для соединений с Tb, Ho, Er и оси  $a$  – для соединения с Dy) в базисной плоскости гексагональной элементарной ячейки кристаллической решетки соединений  $R_2Fe_{17}$ .

Ломоносова. Исследования магнитной восприимчивости выполнены в Университете г. Сарагоса (Испания).

**Третья глава** работы содержит результаты исследований температурной трансформации ДС соединений  $R_2Fe_{17}$  на базисной плоскости монокристаллов в виде пластин диаметром  $2,5 \div 3,5$  мм и толщиной  $1,5 \div 1,6$  мм. Такая ориентация поверхности наблюдения выбрана в связи с тем, что 180-, 120- и 60-градусные доменные границы, расположенные в данной плоскости, имеют минимальную поверхностную плотность энергии из всех границ, возможных в рассматриваемых соединениях [11]. Три оси легкого намагничивания расположены в этой плоскости под углом 120 градусов друг к другу (рис.1). 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. 2 - 5 показаны типичные картины ДС соединений  $Ho_2Fe_{17}$ ,  $Er_2Fe_{17}$ ,  $Dy_2Fe_{17}$  и  $Tb_2Fe_{17}$ , выявленные методом меридионального эффекта Керра.

Для выявления ДС использовались полярный и меридиональный магнитооптические эффекты Керра и метод магнитной силовой микроскопии. Ориентация поверхности наблюдения, на которой исследовалась ДС монокристалла  $Ho_2Fe_{17}$ , с целью анализа температурного поведения третьей магнитной фазы в двухфазной доменной структуре, на заключительной стадии исследований дополнительно уточнена на химическом факультете МГУ им. М.В.

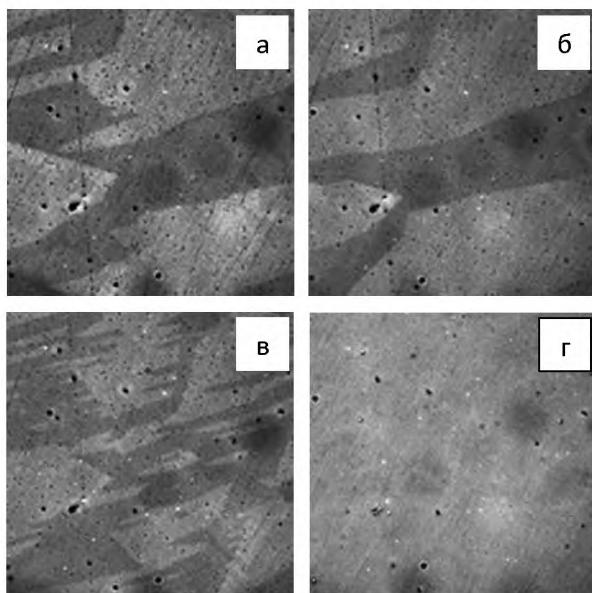


Рис.2. Доменная структура на базисной плоскости образца монокристалла  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ .  $T= 15 \text{ K}$  (а),  $20 \text{ K}$  (б),  $100 \text{ K}$  (в),  $250 \text{ K}$  (г).

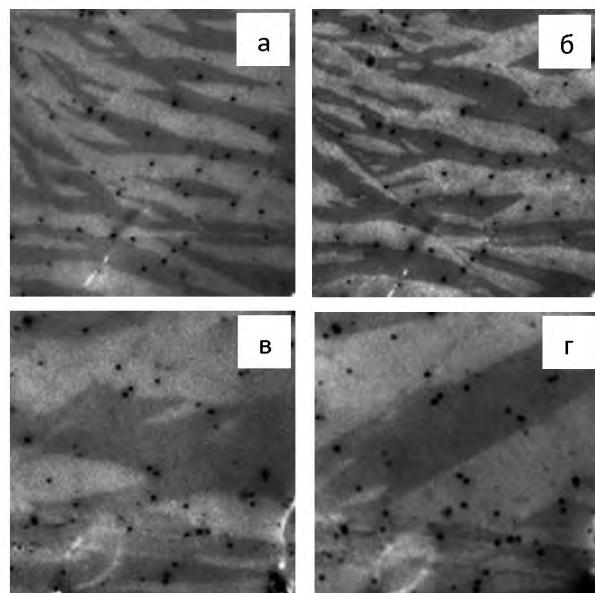


Рис.3. Доменная структура на базисной плоскости образца монокристалла  $\text{Dy}_2\text{Fe}_{17}$ .  $T= 20 \text{ K}$  (а),  $50 \text{ K}$  (б),  $100 \text{ K}$  (в-г).

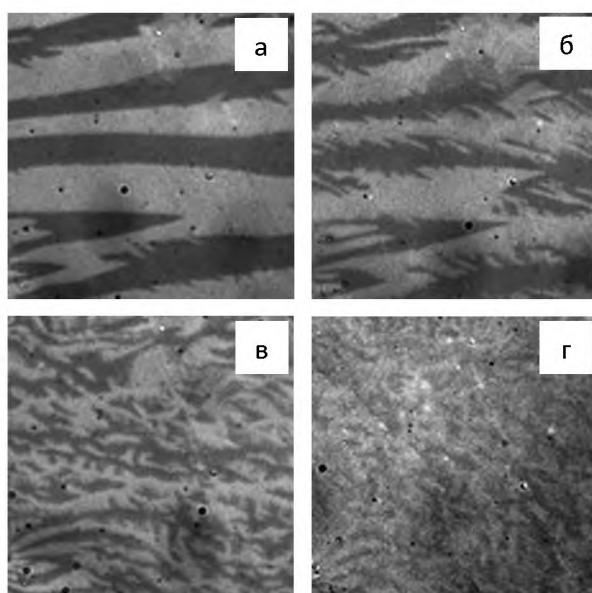


Рис.4. Доменная структура на базисной плоскости образца монокристалла  $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}$ .  $T= 20$  (а),  $80$  (б),  $150$  (в) и  $290 \text{ K}$  (г).

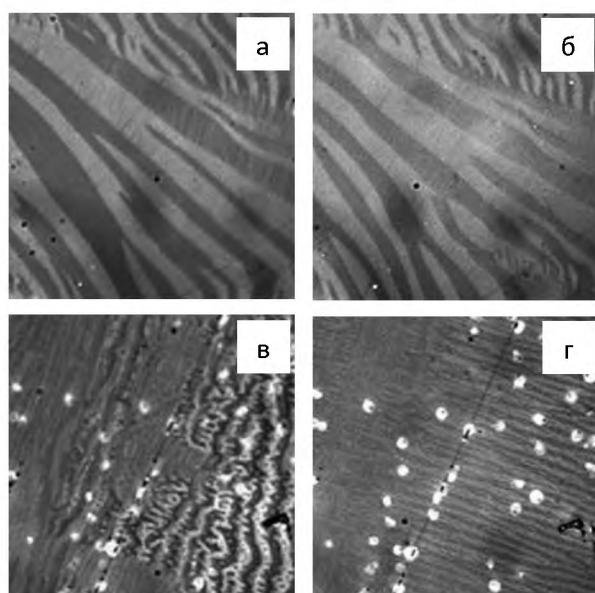


Рис.5. Доменная структура на базисной плоскости образца монокристалла  $\text{Tb}_2\text{Fe}_{17}$  при наличии напряжений в области высокой (а,б) и низкой МКА (в,г) в базисной плоскости.  $T= 15 \text{ K}$  (а,б) и  $290 \text{ K}$  (в,г).

Размер полей зрения на рисунках 2-5 составляет  $150 \times 150 \text{ мкм}^2$ . 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  $\approx 200 \text{ K}$ . При дальнейшем повышении температуры характер ДС в значительной степени

начинает определяться магнитоупругим вкладом в МКА, обусловленным остаточными напряжениями в поверхностном слое образцов. На рис.2 в ДС соединения  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$  в области низких температур отчетливо прослеживаются кроме 180-градусных ДГ границы 120-градусного и 60-градусного типа. ДС соединения  $\text{Er}_2\text{Fe}_{17}$  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. Особенno заметен магнитоупругий вклад в соединении  $\text{Tb}_2\text{Fe}_{17}$ , обладающем наибольшей магнитострикцией из данной группы соединений (рис.5). По результатам экспериментальных данных, приведенных в третьей главе, сделан вывод, что в области низких температур в образцах соединений  $\text{R}_2\text{Fe}_{17}$ , у которых МКА в базисной плоскости выше магнитоупрого вклада в МКА (соединения  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$  и  $\text{Dy}_2\text{Fe}_{17}$ ) на поверхностях монокристаллов с базисной ориентацией при наличии локальных напряжений выявляется ДС, содержащая как 180-градусные, так и 120- и 60-градусные доменные соседства (рис.2, рис.3). В соединениях, у которых МКА в базисной плоскости мала и не способна конкурировать с магнитоупрого вкладом в МКА (соединение  $\text{Tb}_2\text{Fe}_{17}$ ), формируется ДС, основными доменами в которой являются полосовые домены, разделенные 180-градусными доменными границами (рис.5). Если естественная МКА в базисной плоскости сопоставима по величине с магнитоупрого 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 ориентационные фазовые переходы (рис.4).

Возможные схемы появления в магнетиках с МКА типа ПОЛН доменных структур, содержащих не только 180-градусные ДГ, но и 120- и 60- градусные, обсуждаются в четвертой главе диссертации.

**Четвертая глава работы** содержит анализ ДС на призматической плоскости (120) монокристаллического образца  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ . На рис. 6 приведены микрофотографии ДС, выявленной при комнатной температуре методом магнитно-силовой микроскопии. При получении изображений ДС, представленных на рис.6, 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 рис.6), так и замыкающие домены в поверхностном слое образца (более мелкие домены, ДГ которых перпендикулярны ДГ основных доменов). Рис.7 показывает с большим увеличением поля рассеяния замыкающих доменов, формирующихся в поверхностном слое образца. Таким образом, хотя исследуемые интерметаллические соединения  $\text{R}_2\text{Fe}_{17}$  не имеют спин-пере-

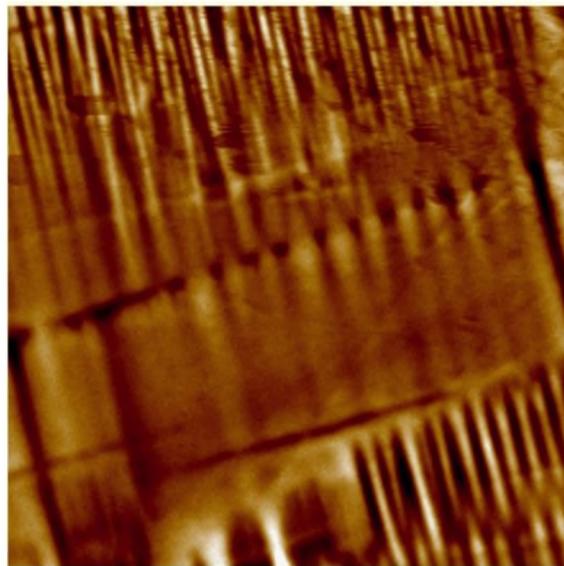


Рис.6. Изображение ДС, полученное методом магнитной силовой микроскопии на поверхности (120) образца монокристалла  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ . Размер поля зрения 50x50 мкм.

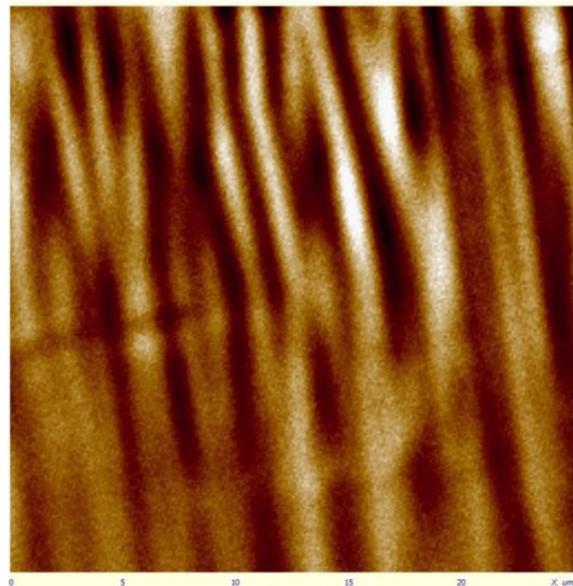


Рис.7. Поля рассеяния замыкающих доменов на поверхности (120) образца монокристалла  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ , когда в нем имеются напряжения в поверхностном слое, возникшие при подготовке шлифа. Размер поля зрения 25x25 мкм.

ориентационных фазовых переходов, наличие остаточных напряжений в поверхностном слое образца, как и в случае магнетиков, имеющих СПП, 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.

После дополнительной подготовки поверхности образца на нем же был выполнен анализ температурной трансформации ДС на плоскости (120) в магнитном поле. Этот анализ показал возможность появления в двухфазной ДС соединения  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$  третьей магнитной фазы, намагниченность которой  $\mathbf{M}_3$  составляет с намагниченностью исходных фаз  $\mathbf{M}_1$  и  $\mathbf{M}_2$  углы 120 и 60 градусов. Проведен сопоставительный анализ температурных изменений коэрцитивности ДГ, начальной магнитной восприимчивости соединения и поля появления в двухфазной магнитной структуре третьей магнитной фазы. Полученные данные использованы для построения модели ДС магнетика с МКА типа плоскость осей легкого намагничивания и анализа температурного поведения ДС. Рис.8 показывает рост третьей магнитной фазы на плоскости (120) образца монокристалла  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$  в магнитном поле, приложенном перпендикулярно поверхности наблюдения в положительном и отрицательном направлениях.  $T = 10$  К.

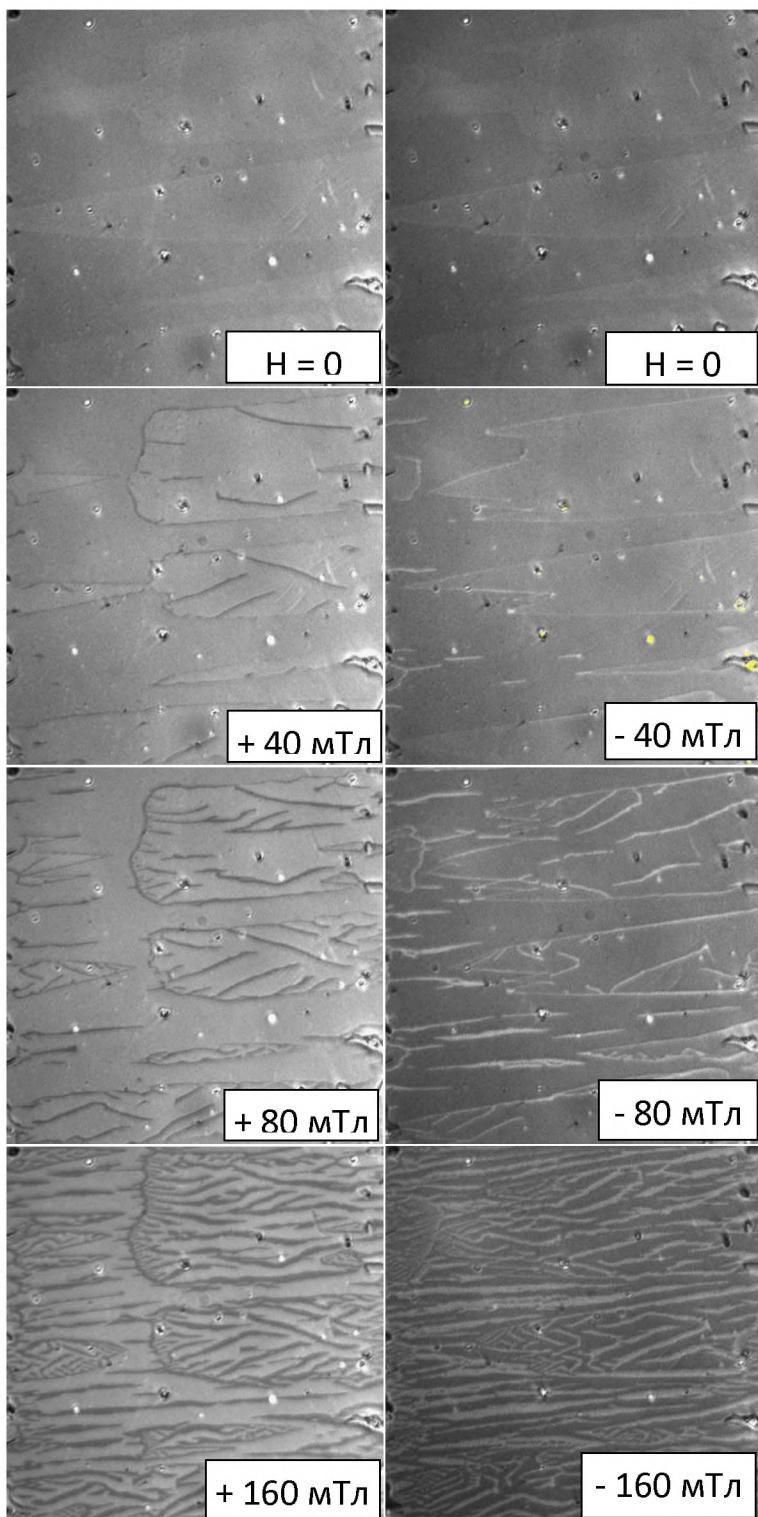


Рис.8. Рост третьей магнитной фазы  $M_3$  на плоскости (120) образца монокристалла  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$  в магнитном поле, перпендикулярном поверхности наблюдения.  $T= 10 \text{ К}$ . Полярный эффект Керра.

что сопровождается резким ростом магнитной восприимчивости в этой

Намагнченности основных доменов  $M_1$  и  $M_2$  направлены вдоль оси  $b'$ , составляющей с поверхностью наблюдения угол 29 градусов (рис.1). Как следует из рис.8, третья магнитная фаза с намагнченностью  $M_3$ , перпендикулярной поверхности образца, появляется на доменных границах фаз  $M_1$  и  $M_2$  и дефектах на поверхности кристалла. Намагнченность  $M_3$  этой фазы составляет с намагнченностями  $M_1$  и  $M_2$  углы 120 и 60 градусов. Таким образом, рис.8 показывает возможную схему появления в присутствии магнитного поля трехфазной магнитной структуры в магнетике с типом анизотропии плоскость осей легкого намагничивания. Неожиданной является температурная зависимость величины магнитного поля, в котором появляется третья магнитная фаза. Как следует из рис.9, коэрцитивность ДГ в соединении  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$  с ростом температуры от 10 до 110 К падает с  $\mu_0H=15$  мТл практически до нуля,

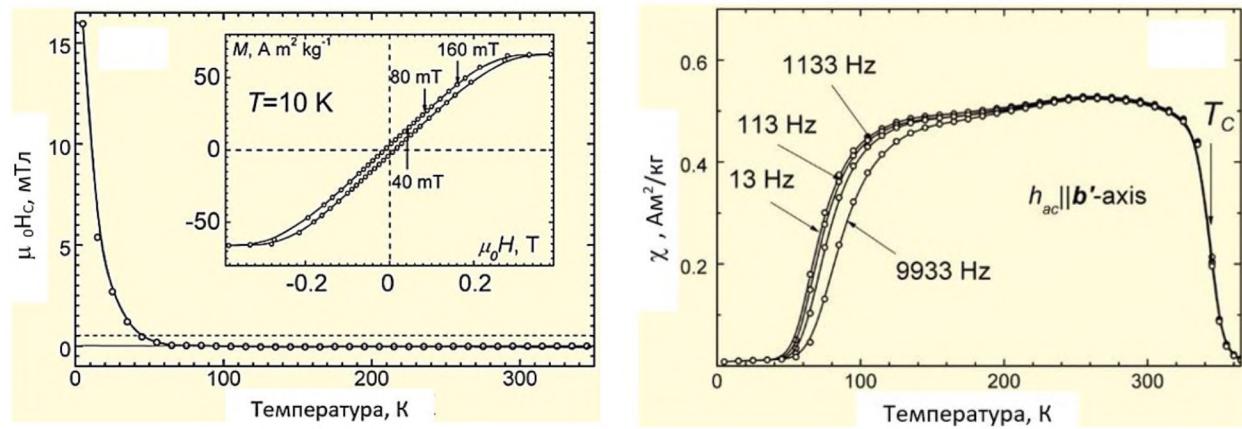


Рис.9. Коэрцитивность ДГ в образце соединения  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ .

Рис.10. Начальная восприимчивость образца соединения  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ .

области температур (рис.10). Данную ситуацию иллюстрирует рис.11. На

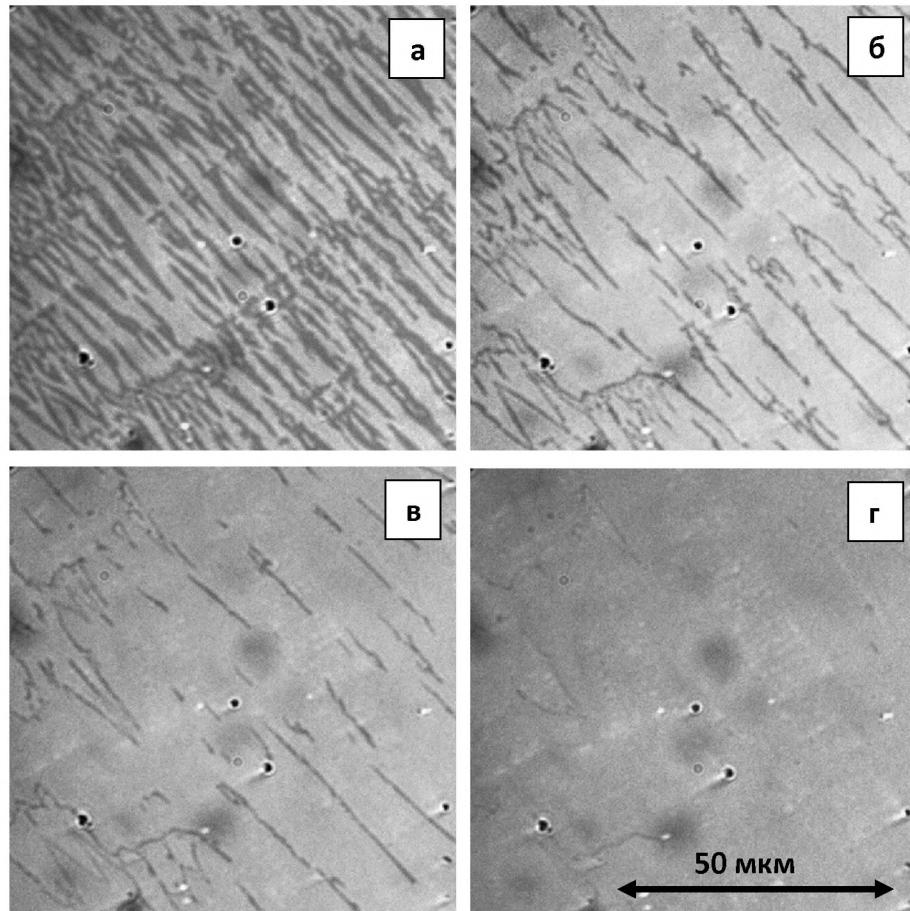


Рис.11. Температурная зависимость объема третьей магнитной фазы на поверхности (120) монокристалла  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$  в магнитном поле  $\mu_0\text{H} = 160$  мТл.  $T = 10$  К (а), 50 К (б), 75 К (в), 110 К (г). Поле направлено перпендикулярно поверхности образца.

намагниченности данных фаз расположены антипараллельно друг другу вдоль одной из осей  $b'$ , составляющей с поверхностью образца угол в 29 градусов, и разделены 180-градусными доменными границами. В

рис.11 показано изменение объема доменов третьей магнитной фазы с температурой в поле 160 мТл на поверхности (120) образца  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$ , перпендикулярной оси, обозначенной на рисунке 1 как  $b'[120]$ . Поляризатор и анализатор микроскопа настроены так, чтобы керровский контраст этой фазы был максимальным. В этом случае фазы с намагниченностями  $M_1$  и  $M_2$  не выявляются. При этом векторы

появляющейся третьей магнитной фазе спонтанная намагниченность ориентируется перпендикулярно поверхности образца и эта фаза  $M_3$  отделена от исходных магнитных фаз 60- и 120-градусными доменными границами. Геометрия данной задачи детально представлена в диссертации. Из рис.11 следует, что объем третьей магнитной фазы в поле 160 мТл по мере роста температуры резко уменьшается. То есть для появления третьей магнитной фазы с ростом температуры требуется все большее магнитное поле (рис.12).

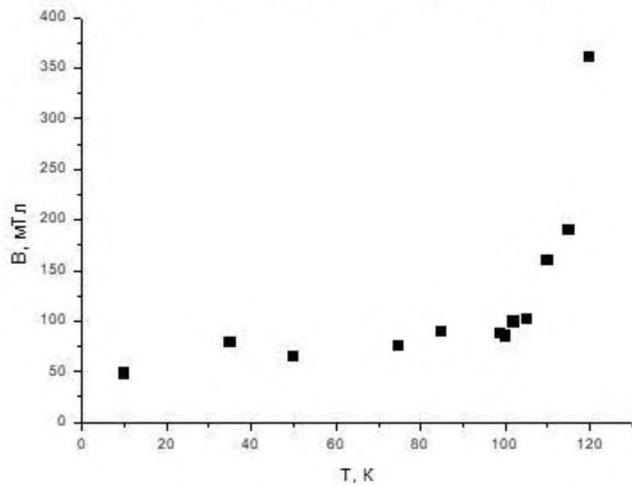


Рис.12. Температурная зависимость величины магнитного поля, в котором в двухфазной ДС в монокристалле  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$  появляется третья магнитная фаза  $M_3$ .

образования третьей магнитной фазы при изменении температуры интерметаллического соединения  $\text{Ho}_2\text{Fe}_{17}$  от 10 до 110 К. Как показано в [12], 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 образующейся ДС. 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 двухфазная ДС [5]. Появление третьей магнитной фазы, намагниченность которой  $M_3$  составляет с намагниченностями исходных магнитных фаз  $M_1$  и  $M_2$  60 и 120 градусов, приводит к образованию ДС, в которой вектор намагниченности одной из фаз составляет с векторами намагниченности исходных фаз угол, отличный от 0- и 180-градусов. В этом случае возникает дополнительный магнитоупругий вклад в энергию

На первый взгляд, этот факт не согласуется с увеличением подвижности доменных границ при повышении температуры от 10 до 110 К, которое следует из рис.9. Однако расчет энергии доменных границ, выполненный в работе [12], 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

формирующейся ДС. 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  $\mathbf{M}_2$ , 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. Основные домены в таком магнетике разделены доменными границами, плоскости которых перпендикулярны гексагональной оси кристаллической решетки (рис.12).

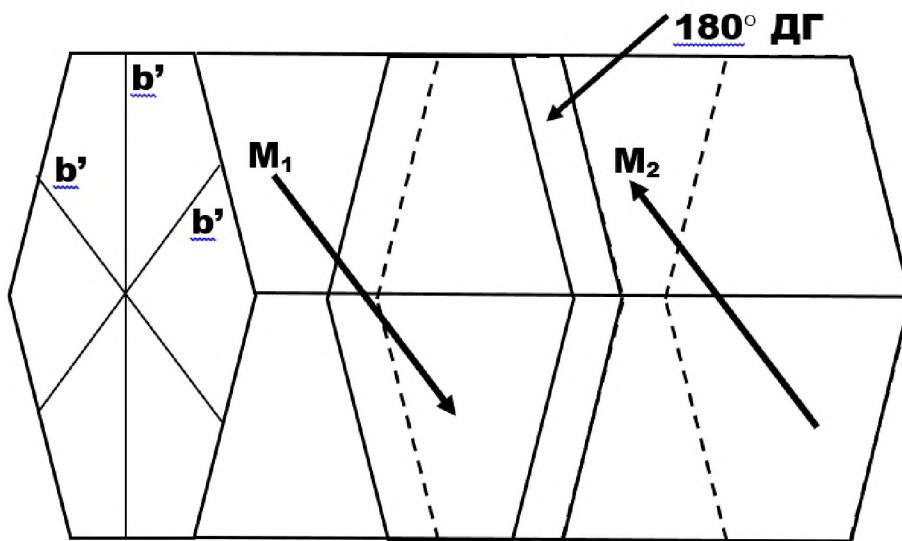


Рис.12. Модель доменной структуры гексагонального магнетика с анизотропией типа плоскость осей легкого намагничивания.

В заключительной части четвертой главы в рамках концепции фаз Нееля [13] анализируются общие 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 анизотропии в области ориентационных фазовых переходов различной природы.

Последний параграф четвертой главы посвящен анализу возможного влияния 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 типа  $\text{R}_2\text{Fe}_{17}$  могут присутствовать.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Синтезированы и аттестованы монокристаллы интерметаллических соединений  $R_2Fe_{17}$  ( $R = Tb, Dy, Ho, Er$ ) 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 МТл 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 ПОН на процессы перемагничивания в многокомпонентных МТМ типа  $Sm-Zr-Co-Cu-Fe$ , в которых фазы  $R_2Fe_{17}$  могут присутствовать.

## **ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ 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  $\text{R}_2\text{Fe}_{17}$  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,nanoструктур и наноматериалов. – 2018. – Вып. 10. – С. 13-19.

### **Другие издания**

4. Ляхова М.Б. Влияние nanoструктуры 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 (Е.С. Антонова), 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  $(\text{Gd}, \text{Zr})(\text{Co}, \text{Cu}, \text{Fe})_7$  / Е.С. Величко (Е.С. Антонова), Ю.В. Кузнецова, М.Б. Ляхова, Е.М. Семенова, Н.П. Супонев // XVII Международная конференция по постоянным магнитам. Суздаль, 21–25 сентября 2011 г.- Тезисы. - С.64.
2. Пастушенков Ю. Г. Магнитная доменная структура интерметаллических соединений  $\text{R}_2\text{Fe}_{17}$  ( $\text{R} = \text{Gd}, \text{Tb}, \text{Dy}, \text{Ho}, \text{Er}$ ) / 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». Суздаль. 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 // Abstract of 8<sup>th</sup> Baikal International Conference BICMM-2018. Irkutsk, Russia. - August 24th-28th. - 2018. - P.26.

## **СПИСОК ЦИТИРОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

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. Кольчутина // 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  $\text{Fe}_{17}\text{R}_2$  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<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> / R. Pfranger, D. Plusa, S. Szymura, B. Wyslosky // 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. Magnetic phase transitions and magnetocaloric effect in R<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> (R = Y, Tb, Er) /S.A. Nikitin, I.A. Ovchenkova, G.A. Tskhadadze, K.P. Skokov // Solid State Phenomena. - 2015. - V. 233 - 234. - P. 204 - 207.
9. 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.
10. 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.
11. Ляхова М.Б. Доменная структура монокристаллов R<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> (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. Отдельный вып. 1. Функциональные металлические материалы. Сыревая база, магнитные материалы и системы. М.: Издательство Московского государственного горного университета. – 2007. - №OB1. - С.404–413.
12. Lilley, B.A. Energies and widths of domain boundaries in ferromagnetics // Philosophical Magazine. – 1950. - V.41. – P.792-813.
13. Neel, 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.

Подписано в печать 20.12.2018. Формат 60 x 84 1/16.

Усл. печ. л. 1,2. Тираж 100 экз. Заказ № 660.

Редакционно-издательское управление

Тверского государственного университета.

Адрес: 170100, г. Тверь, Студенческий пер. 12, корпус Б.

Тел. РИУ (4822) 35-60-63.

