На правах рукописи

Гречишкин Ростислав Михайлович

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

01.04.11 – Физика магнитных явлений

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

доктора физико-математических наук

Тверь – 2016

Работа выполнена на кафедре прикладной физики Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тверской государственный университет»

Научные консультанты	**Малышкина Ольга Витальевна,** доктор физико-математических наук, профессор; **Шавров Владимир Григорьевич,** доктор физико-математических наук, профессор.
Официальные оппоненты:	**Ганьшина Елена Александровна**, доктор физико-математических наук, профессор, ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова», ведущий научный сотрудник кафедры магнетизма.
	Васьковский Владимир Олегович, доктор физико-математических наук, профессор, ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», зав. кафедрой магнетизма и магнитных наноматериалов Института естественных наук
	Попков Анатолий Федорович, доктор физико-математических наук, профессор, ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет «Московский институт электронной техники», главный научный сотрудник кафедры физики наноструктур
Ведущая организация	Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Челябинский государственный университет» (ФГБОУ ВО «ЧелГУ»)

Защита состоится 23 декабря 2016 г. в 12.30 час. на заседании диссертационного совета Д 212.263.09 при ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» по адресу: 170002, г. Тверь, Садовый пер., 35, ауд. 226.
С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Тверского государственного университета по адресу: 170000, г. Тверь, ул. Володарского, 44а и в сети Интернет на сайте Тверского государственного университета http://dissertations.tversu.ru/

Автореферат разослан _____ 2016 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.263.09 ,
к.ф.-м.н. Барабанова Е.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Возможность обратимого управления свойствами некоторых веществ с помощью температурных воздействий, механического напряжения, электрического и магнитного полей позволяет выделить их в отдельный класс функциональных ферроидных материалов. Особый интерес с точки зрения возможностей практического применения представляют собой ферромагнетики, обнаруживающие эффекты памяти формы и сверхупругости (сверхпластичности) и допускающие управление этими эффектами с помощью магнитного поля [1]. Уникальное сочетание целого ряда физических свойств подобных материалов позволяет получать принципиально новые материалы перспективные для использования в различных областях современной науки и техники [2–5]. Указанные особенности магнитных ферроидных материалов повлекли за собой бурный поток публикаций по исследованию базового соединения – ферромагнитного сплава Гейслера Ni_2MnGa и многочисленных вариантов композиций на его основе.

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

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

Изучение процессов формирования микро- и макроскопических свойств ферроидных материалов связано со значительными сложностями. Это в первую очередь обусловлено тем, что в магнитных ферроиках в качестве взаимодействующих факторов выступают скоррелированные ансамбли структурных и ферромагнитных доменов. В экспериментальном плане это вынуждает вести поиск альтернативных прямых и косвенных достаточно простых в реализации экспериментальных методов исследования как структурных, так и магнитных процессов фазовых превращений их взаимного влияния и взаимодействия с дефектами кристаллической решетки. Однако, до последнего времени методы исследования доменной структуры находили лишь ограниченное применение в исследовательской практике. Это связано с тем, что, несмотря на сравнительно высокое развитие известных методик наблюдения доменной структуры, единого универсального метода не существует и для достижения поставленных целей

необходимо сочетание разных методик и их адаптация к практическим задачам.

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

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

Для достижения этой цели были поставлены следующие основные задачи:

- разработать новый методологический подход для исследования микрораспределений магнитных полей рассеяния;
- получить уточненные экспериментальных данных о магнитной и мартенситной доменной структуре;
- развить представления о процессах взаимодействия скоррелированных между собой ансамблей структурных и мартенситных доменов;
- исследовать существующие мартенситные и магнитные фазовые переходы в ферромагнитных сплавах Гейслера;
- изучить особенности магнитной доменной структуры редкоземельных соединений с переходными металлами;
- провести анализ процессов перестройки доменной структуры в вблизи точки компенсации двухподрешеточных ферримагнитных интерметаллидов.

Научная новизна результатов, составляющих содержание диссертации, заключается в следующем:
создание и развитие новых подходов к реализации копмплементарных методик по выявлению и исследованию магнитной и мартенситной доменной структуры, а также анализу магнитных свойств ферромагнитных сплавов Гейслера и редкоземельных интерметаллических соединений.

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

внутренних локальных микрораспределений магнитного поля доменной структуры данных соединений.

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

– показано существование в области фазового перехода взаимодействий между мартенситными двойниками и магнитными доменами;

– выявлены условия взаимодействия границ мартенситных доменов с дефектами кристаллической структуры;

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

Теоретическая и практическая значимость

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

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

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

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

Методология и методы исследования

В работе была развита методология комплементарного применения различных методов анализа микрораспределения магнитных полей и средств наблюдения доменной структуры, включающая оптическую просвечивающую и отражательную светлопольную, тёмнопольную и дифференциальную поляризационную микроскопию; термомагнитный анализ, магнитометрию; цифровую регистрацию и обработку изображений.

Научные положения и результаты, выносимые на защиту:

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

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на: 6th European Magnetic Materials and Applications Conference EMMA’95, Austria, Wien, 1995; First International Workshop Simulation of Magnetization Processes, Wien, Austria, 1995; Magneto Optical Recording International Symposium MORIS’96; XIV Intern. Workshop on Rare-Earth Magnets and Their Applic., Sao Paolo, Brazil, 1996; XII Международная конференция по постоянным магнитам, Суздаль, 1997; XVI Международная школа-семинар "Новые магнитные материалы микроэлектроники", Москва, 1998; 7th European Magnetic Materials and Applications Conference «EMMA’98», Spain, Zaragoza, 1998; 5th International Symposium on Ferroic Domains and Mesoscopic Structures «ISDF-5», Pennsylvania, 1998; XVIII Международная школа-семинар "Новые магнитные материалы микроэлектроники", Москва, 2002; Международная конференция «Магниты и магнитные материалы» «MagMM 2006». Россия, Суздаль, 2006; Intern. Conf. on Magnetism, Italy, Roma, 2003; Intern. Conf. “Functional Materials” “ICFM – 2003”, Crimea, Partenit, 2003; 7th Intern. Workshop on New Approaches to High-Tech: NDT and Computer Simulations in Science and Engineering «NDTCS-2003», St.Petersburg, 2003; 5-th European magnetic sensors and actuators conference EMSA-2004. Cardiff University, UK, 2004; 18-th Workshop on high performance magnets and their applications. France,

2004; 3-й Московский Международный симпозиум по магнетизму «МИСМ-2005», Москва, 2005; Workshop on Magnetic Shape Memory Materials «MSMA-2005», Ascona, Switzerland; Международная конференция "Магниты и магнитные материалы", Суздаль, 2006; NATO ASI School "Magnetic Nanostructures for Microelectromechanical Systems and Spintronic Applications", Catona, Calabria, Italy, 2006; XI International Workshop "Non-destructive Testing and Computer Simulations in Science and Engineering", Bayreuth, Germany, 2007; XIX Международная конференция "Материалы с особыми физическими свойствами и магнитные системы", Суздаль, 2007; XVIII Всероссийская конференция по физике сегнетоэлектриков «ВКС-18», С.-Петербург, 2008; Совместный Международный Симпозиум по магнетизму "JEMS-2008", Дублин, Ирландия, 2008; International Conference «Functional Materials and Nanotechnologies». Riga, Latvia, (2011, 2012, 2014) Tartu. Estonia (2013); IEEE International Magnetics Conference. Dresden. Germany. 2014.

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

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

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

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

Работа по теме диссертации проводилась в соответствии с тематическими планами НИР, в рамках ведомственной исследовательской программы «Развитие научного потенциала высшей школы» (РНП 2.1.1.3674, 2006-2008 гг.); Стратегической программы развития Тверского государственного университета «Университет – региону» (2011–2015 гг.); проекта

РФФИ №14-07-00888а; проектной части государственного задания Министерства образования и науки РФ №11.1937-2014/К.

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

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении рассмотрено современное представление проблемы, представлена общая характеристика работы, обоснована актуальность темы, сформулированы цель исследований и основные задачи работы. Показана научная новизна и практическая значимость полученных результатов. Представлены основные научные положения, выносимые на защиту. Приведены сведения об апробации работы, публикациях по теме диссертации, личном вкладе автора, структуре и объеме работы.

В первой главе приведен литературный обзор по теме диссертации. Мартенситные превращения в металлических сплавах в последние десятилетия привлекают большое внимание исследователей в связи с открывшимися перспективами их использования во многих областях науки и техники. Эти перспективы основаны на характерном свойстве сплавов – обратимо пластически деформироваться и восстанавливать исходную (до деформации) форму (эффект памяти формы). С физической точки зрения интерес к сплавам с памятью формы обусловлен двумя обстоятельствами. С ними связан необычный, дополнительный к дислокационному, механизм пластической деформации и мартенситных структурных превращений, являющихся одним из видов фазовых превращений в твёрдых телах. Показано, что в магнитоупорядоченных кристаллах особенно велика роль доменной структуры. Подробно рассмотрены механизмы поведения доменной структуры при ориентационных фазовых переходах. Отмечено, что наиболее полно этот вопрос был проанализирован в работах К.П. Белова на примере ромбического магнетика. Подробные экспериментальные исследования доменной структуры редкоземельных сплавов со спин-переориентационными переходами проводились научной группой Ю.Г. Пастушенкова.

Обзор статей, связанных с исследованием магнитной доменной структуры ферромагнитных сплавов Гейслера, показал, что опубликованные по данному направлению работы немногочисленны и носят фрагментарный характер, что затрудняет построение соответствующих физических моделей и теорий. Такое положение в значительной степени обу-

словлено трудностями проведения экспериментов со сплавами с памятью формы. Для преодоления этих трудностей необходима выработка особых условий проведения экспериментов и комбинация разных взаимно дополняющих друг друга методов выявления и исследования мартенситной и магнитной доменной структуры.

Вторая глава посвящена рассмотрению методологии магнитооптических исследований доменной структуры и магнитных свойств. Особое внимание уделяется развитию разработанного автором комплементарного подхода к выявлению и анализу механизмов эволюции взаимодействующих ансамблей мартенситной и магнитной доменной структуры при температурных воздействиях.

Описаны авторские решения оптических схем для магнитооптической визуализации микро- и макрораспределений магнитных полей и поля вихревых токов. Приводится модифицированная схема магнитооптического гистериографа, собранного на базе горизонтального металлографического микроскопа МИМ-8. Осуществлена наиболее перспективная двухлучевая система регистрации магнитооптического сигнала. В качестве приемников излучения были использованы кремниевые фотодиоды.

Подробно рассмотрена созданная автором установка (рис.1) для совмещенных исследований температурной зависимости начальной магнитной восприимчивости с одновременными прямыми наблюдениями доменной структуры. В основе установки термомагнитного анализа (ТМА) лежит принцип дифференциальных измерений с двумя измерительными катушками. В результате была достигнута высокая чувствительность, надёжность и простота установки, позволявшей проводить измерения на микрообразцах массой до 1 мг.

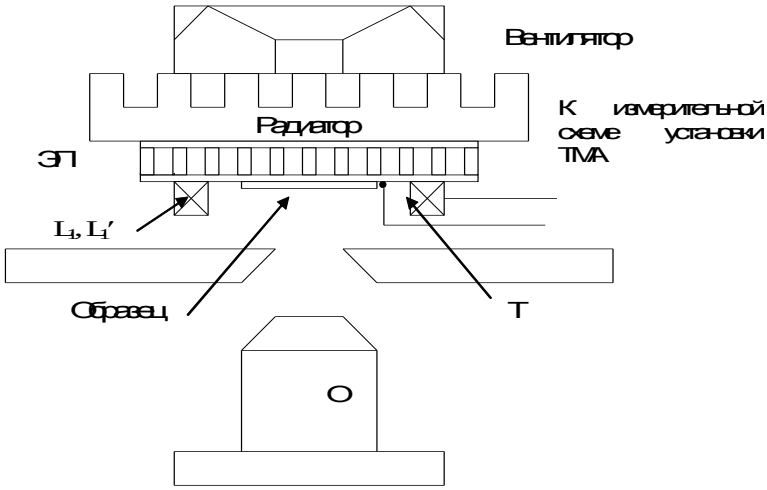

Рис. 1. Схема наблюдения мартенситной и магнитной доменных структур с одновременным ТМА. ЭП – элемент Пельтье; L_1, L_1' - намагничивающая и измерительная катушки (первая измерительная пара); Т – терморезистор, О – длиннофокусный объектив микроскопа. Вторая (компенсирующая) пара катушек L_2, L_2' отдалена от образца (на рисунке не показана).

Предложен более простой, по сравнению с имеющимися, вариант реализации методики псевдосвободного подвеса, при котором центровка образца осуществляется с помощью градиентного магнитного поля (рис.2). Достаточно высокая термостабильность и небольшие размеры магнита, используемого в качестве источника поля, позволяют размещать его вместе с образцом в температурной камере для упрощения эксперимента.

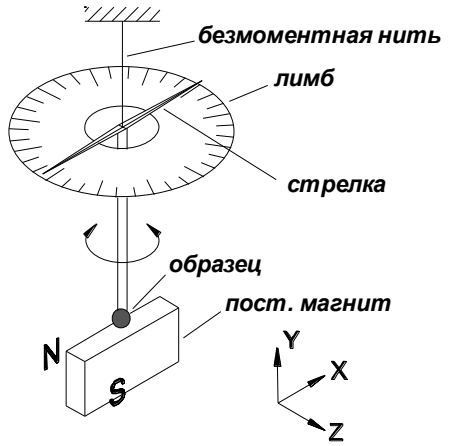

Рис. 2. Схема анизометра с самоцентровкой образца для измерений положений ОЛН и их температурной зависимости. Образец помещается в термостат, не показанный на рисунке.

Рассмотрены теоретические аспекты цифровой регистрации и дифференциального алгоритма поляризационно-оптических изображений, проведен анализ выбора оптимальных условий выявления доменной структуры с использованием поляризационно-оптических приборов. В настоящей работе широко использована разработанная автором комплементарная методика визуализации доменной и мартенситной структуры. В основу использованного подхода положены цифровая обработка изображений с различным магнитооптическим контрастом, ориентационный магнитооптический эффект и эффект двойного лучепреломления, методика сегментации изображения по степени вращения плоскости поляризации в образце.

В системе с двумя поляризационными приборами интенсивность прошедшего света определяется законом Малюса:

$$I = (H_0 - H_{90})\cos^2(\theta - \delta) + H_{90}. \qquad (1)$$

где H_0 - пропускание параллельной пары, а H_{90} - пропускание скрещенной пары поляризаторов, θ - угол скрещивания поляризационных элементов, δ - угол вращения плоскости поляризации. На рисунке 3 показаны функции контраста $C(\theta)$ для различных углов вращения плоскости поляризации и для различных характеристик поляризаторов. Таким образом, максимальный контраст достигается при некотором развороте анализатора от положения скрещивания. Анализ выражения для C показывает, что контраст должен существенно зависеть от значения H_{90}. Представленные на рисунке 3 данные являются основой для выбора оптимальных условий выявле-

ния доменной структуры, которые подбираются индивидуально для разных образцов с учётом конкретных условий наблюдения.

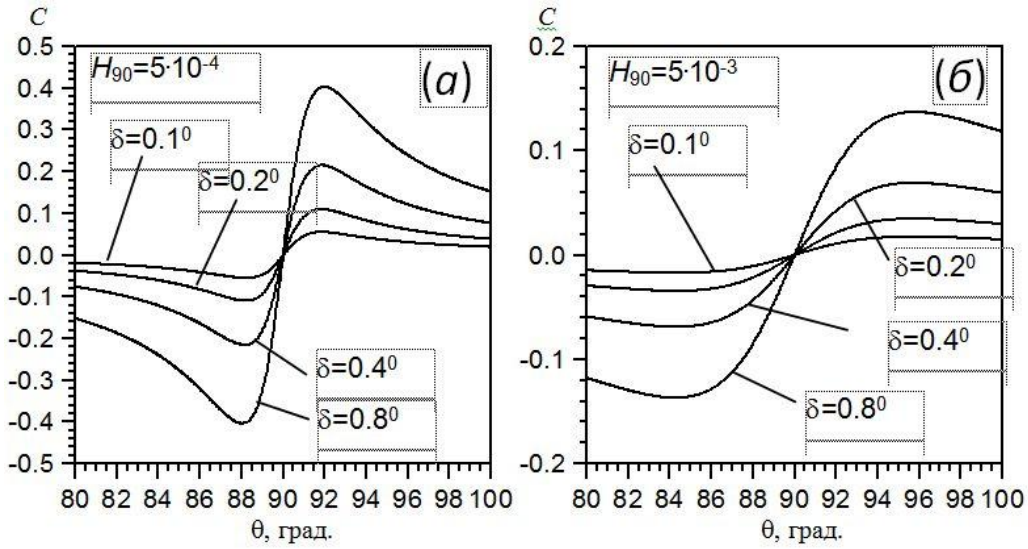

Рис. 3. Влияние ориентации поляризационных элементов θ на контраст изображения доменной структуры при различных значениях магнитного вращения плоскости поляризации δ и коэффициента качества H_{90}. (*а*) H_{90}=5·10^{-4} (*б*) H_{90}=5·10^{-3}.

Цифровая обработка изображений позволила добиться радикального улучшения качества изображений главным образом благодаря возможности реализации принципа дифференциальной поляризационной микроскопии – получения разностных изображений из двух картин одного объекта, зарегистрированных в излучении двух разных поляризаций. Благодаря этому создаётся возможность компенсации неинформативной (не влияющей на состояние поляризации света) части изображения, а также разделения вкладов разных магнитооптических эффектов и двупреломления, что обеспечивает многократное повышение контраста картин доменов и расширяет функциональные возможности методов магнитооптики.

Наряду с прямыми наблюдениями поверхности, продемонстрирована (рис.4) возможность визуализации полей рассеяния с использованием планарных магнитооптических индикаторных пленок (МОИП). Для планарных МОИП, так же как и при обычных прямых наблюдениях доменной структуры с помощью эффекта Фарадея, можно путём изменения угла раскрещивания поляризатор–анализатор создавать режим наблюдения типа "контраст доменной границы" (DW contrast) и контраст доменов (domain contrast) (рис. 5).

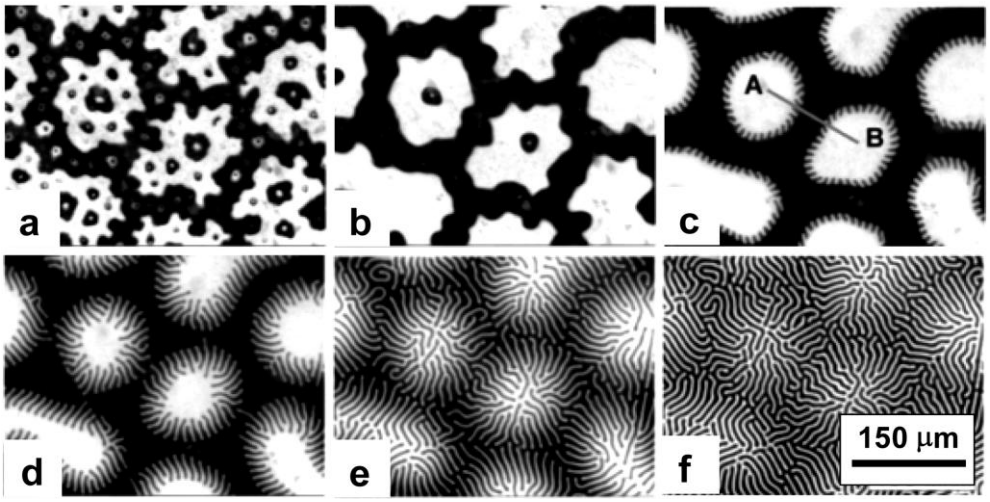

Рис. 4. Визуализация полей рассеяния 180-градусных доменов на базисной плоскости монокристалла $SmCo_5$ с помощью одноосной МОИП на расстояниях 30 (a), 60 (b), 100 (c), 120 (d), 140 (e) и 180 мкм (f) от поверхности образца.

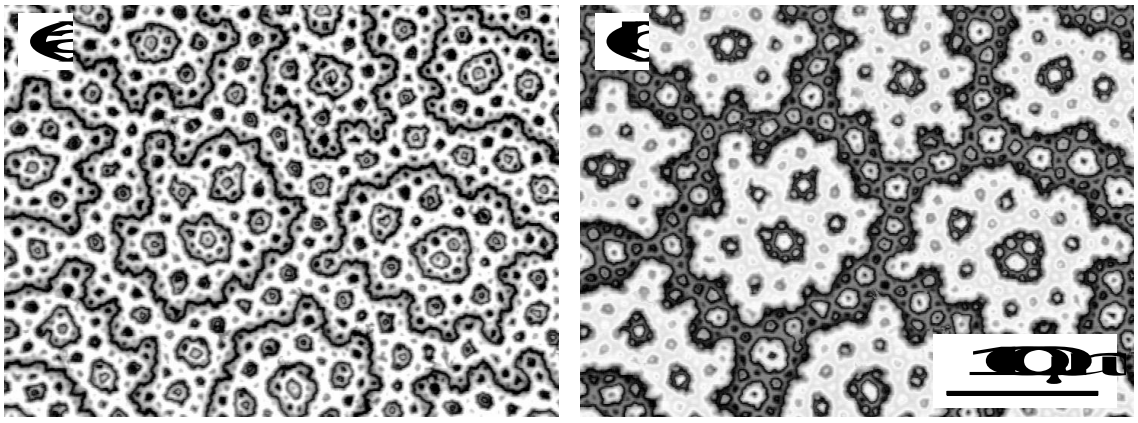

Рис. 5. Магнитная ДС на базисной плоскости монокристалла $SmCo_5$, полученная с помощью планарной МОИП и наблюдаемая в скрещенных поляризаторах (a) и раскрещенных на 4° (b) (режим контраста ДГ и контраста доменов, соответственно).

<u>В третьей главе</u> представлены впервые полученные экспериментальные результаты по исследованию доменной структуры и магнитных свойств интерметаллических соединений с анизотропией «лёгкая плоскость» $DyCo_{5,2}$, $TbCo_{5,1}$ и Sm_2Fe_{17} с плоскостной магнитной анизотропией.

С помощью разработанных автором магнитооптических методик впервые обнаружено наличие анизотропии шестого порядка в базисной плоскости гексагонального соединения $TbCo_{5.1}$ (рис.6).

Для многофазных ($n > 2$) магнетиков с анизотропией “легкая плоскость” и “легкий конус” расчеты равновесных доменных структур достаточно сложны и в литературе практически отсутствуют. При определении типа доменных границ (доменных соседств) в массивных многофазных кристаллах в данной работе используется модель плоских доменных границ, являющихся энергетически наиболее выгодными при отсутствии де-

фектов кристаллической решётки и внутренних напряжений. Из соображений симметрии очевидно, что ориентация плоскости доменной границы по отношению к осям лёгкого намагничивания должна быть такой, чтобы нормаль к доменной границе лежала в плоскости, которая делит угол между векторами намагниченности в соседних доменах пополам.

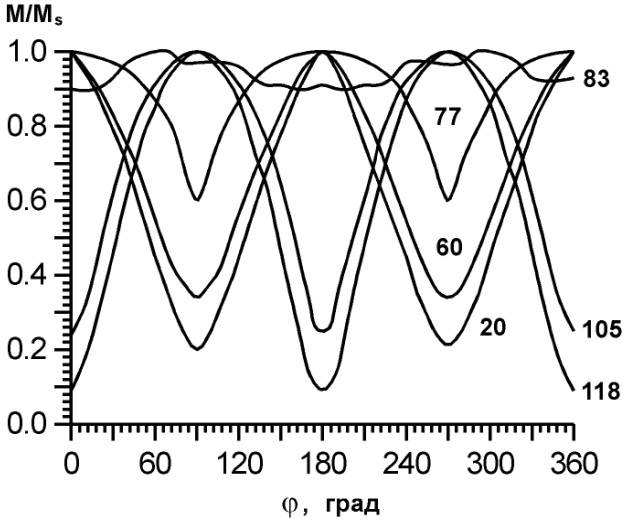

Рис. 6. Угловая зависимость намагниченности в призматической плоскости монокристалла $TbCo_{5,1}$ во внешнем поле 0,5 Тл при T = 20, 60, 77, 83 и 118 ^{o}C.

На рисунке 7 представлены примеры определённых таким образом равновесных ориентаций доменных границ для анизотропии «лёгкий конус » с четырьмя осями лёгкого намагничивания на образующей конуса, из которых ясен принцип нахождения допустимых доменных соседств. Конфигурации для случая анизотропии в лёгкой плоскости находятся аналогично. Во всех случаях обеспечивается отсутствие магнитных зарядов на поверхности доменной границы, однако для образцов конечных размеров образуются заряды на разных кристаллографических поверхностях (рис.7). Эти заряды могут быть устранены или сведены к минимуму, т.к. в многоосных кристаллах (n = 6, 8, 12), в отличие от одноосных (n = 2), существуют возможности формирования структур с замкнутым или почти замкнутым внутри образца магнитным потоком, за счет сочетания разных типов доменов. При этом число соответствующих трехмерных комбинаций может быть весьма велико.

Характеристические параметры плотности энергии уединенных доменных границ типа представленных на рисунке 7 получаются численным интегрированием при решении вариационной задачи [6] при учете двух вкладов - энергии анизотропии (с учетом константы анизотропии K_4, описывающей вклад шестого порядка) и обменной энергии.

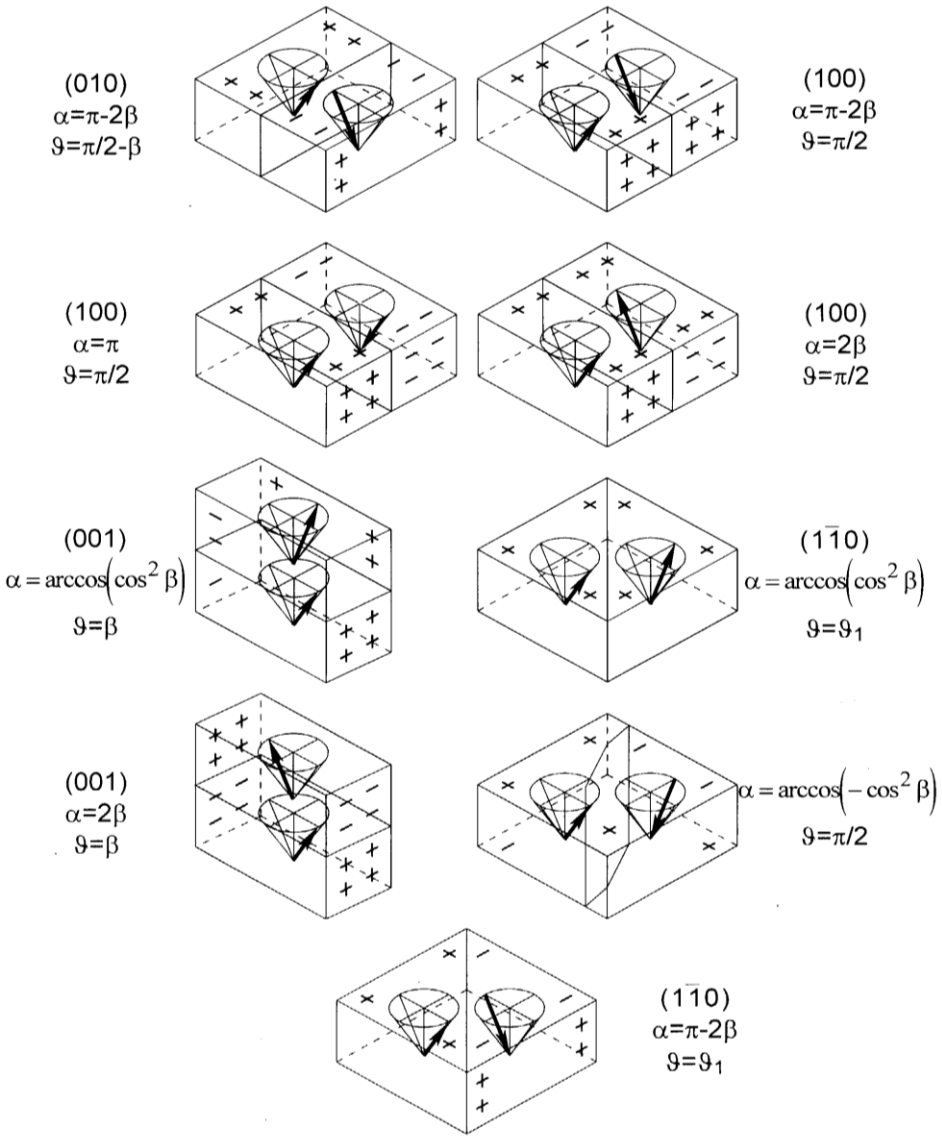

Рис. 7. Ориентации плоской доменной границы и векторов спонтанной намагниченности $\mathbf{M_s}$ соседних доменов в нулевом внешнем поле для кристалла тетрагональной сингонии в случае $K_1<0$, $K_2>0$, $|K_1|<2K_2$. Раствор угла при вершине конуса осей лёгкого намагничивания $2\beta = 2\arcsin\sqrt{-K_1/2K_2}$, ϑ - угол между $\mathbf{M_s}$ и нормалью к плоскости доменной границы (α - угол между векторами намагниченности в соседних доменах).

Следует вместе с тем подчеркнуть, что теоретическое рассмотрение моделей промежуточного состояния многофазных магнетиков (определение формы и размеров доменов) является чрезвычайно сложным ввиду большого количества действующих факторов. Для многоосных кристаллов (в отличие от одноосных магнетиков) принципиально важным становится учет в термодинамическом потенциале энергии упругих и стрикционных взаимодействий, которые приводят к качественным изменениям видов доменной структуры и ограничению разрешенных типов доменных границ. Например, в трехосном железе учет магнитострикции приводит к

запрещению 90-градусных соседств по тетрагональным кристаллографическим плоскостям (001) кристалла из-за несовместимости магнитострикционных деформаций соседних доменов (в отличие от 90-градусных границ в диагональных плоскостях (110)) [6, 7]. Для многофазных магнетиков эти важные вопросы остаются неизученными, что придает особое значение накоплению экспериментальных данных в этой области.

На рисунках 8 и 9 представлены доменные структуры на базисной плоскости $DyCo_{5.2}$ при различных температурах, соответствующих состояниям «лёгкая плоскость» и «лёгкая ось».

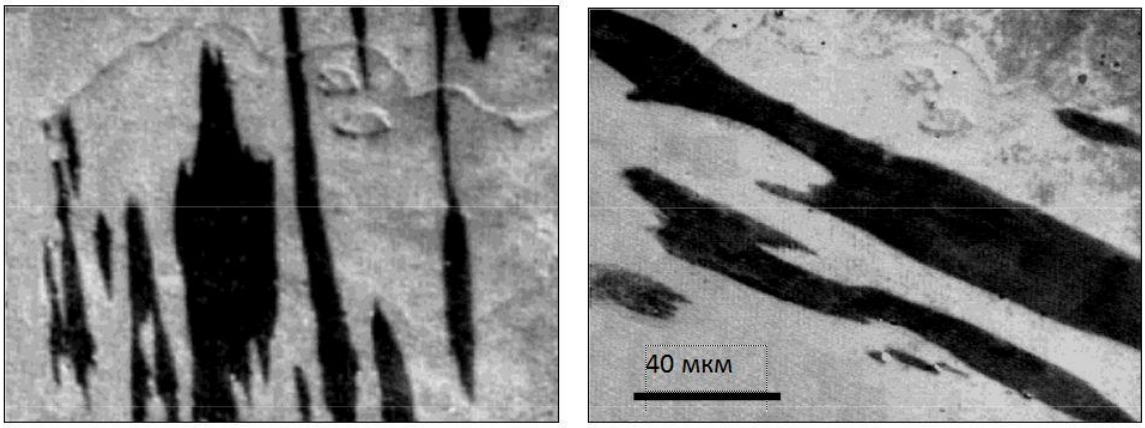

Рис.8. 60-градусная переориентация 180-градусных доменов в $DyCo_{5.2}$ с анизотропией «лёгкая плоскость» (T=293 K), вызванная вращением вектора внешнего магнитного поля $\mu_0 H_e \sim 50$ мТ в базисной плоскости образца.

Расшифровка показала, что наблюдаемые на рис. 8 домены в виде сравнительно правильных полос имеют 180-градусную ориентацию. При воздействии внешнего поля, вращающегося в плоскости образца, ось наблюдаемой двухфазной структуры дискретно переориентируется на углы, кратные 60°. При переходе в одноосное состояние возникает доменная структура (рис. 9), типичная для базисной плоскости массивных одноосных кристаллов, при этом небольшие и средние (до 0.5 Т) поля в плоскости образца не оказывают на неё заметного влияния, что указывает на высокие значения константы одноосной анизотропии. В ходе дальнейшего перехода деформация доменных границ приводит к фрагментации доменов. Завершение процесса перехода в состояние «лёгкая плоскость» сопровождается коалесценцией доменов с образованием, в зависимости от предыстории и параметров образца, шести-, четырёх- или двухфазной структуры.

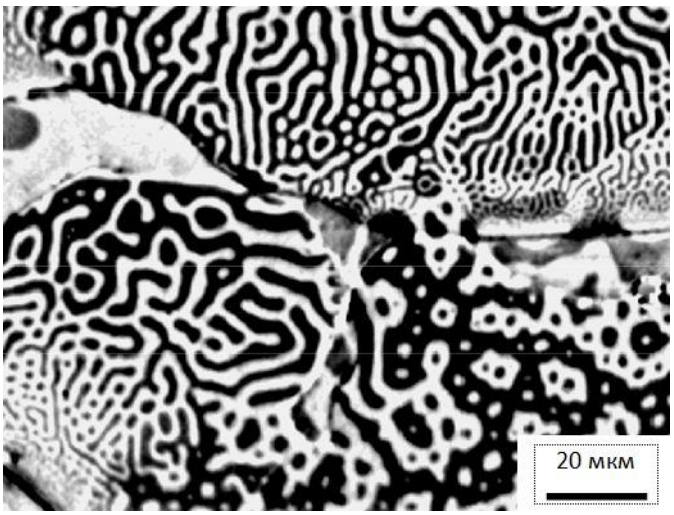

Рис. 9. Доменная структура текстурированного поликристалла $DyCo_{5.2}$ с ориентацией кристаллитов, близкой к базисной плоскости. T = 353 К (анизотропия «лёгкая ось»).

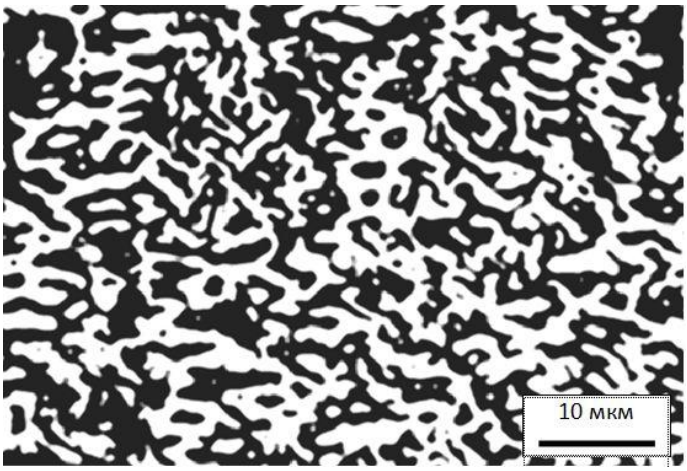

Рис. 10. 180-градусная доменная структура на призматической плоскости монокристалла $TbCo_5$ при T = 300 К (макроскопически легкоплоскостное состояние). Наблюдалась с использованием иммерсионного объектива (F=2,77 мм, A=1,25) в поляризованном свете (полярный эффект Керра). Поверхность образца подготовлена механической шлифовкой и полировкой на алмазных абразивных порошках с последовательным уменьшением размера частиц от 28 до 0,5 мкм.

При наблюдении доменной структуры на призматических плоскостях соединений типа $TbCo_5$ в состоянии «легкая плоскость», впервые обнаружена четкая устойчивая структура 180-градусных доменов, хорошо выявляемая полярным эффектом Керра и свойственная одноосным высокоанизотропным кристаллам (рис. 10). Эксперименты показали, что причиной возникновения такой структуры является наведенная одноосная магнитная анизотропия в поверхностных слоях образцов, обусловленная действием механических напряжений, возникающих в результате механической шлифовки и полировки.

В настоящей работе впервые проведены систематические исследования процессов водородного охрупчивания и реакций азотирования порошков Sm_2Fe_{17}.

На полученных картинах доменной структуры (рис.11) однозначно прослеживается единая закономерность - образование периферийной зоны толщиной порядка 50 мкм с чётко выраженной структурой 180°-ных доменов, окружающей сердцевину с вялыми изображениями отдельных магнитных неоднородностей. Эта ситуация полностью соответствует представлению о постепенном прохождении процесса азотирования от поверхности вглубь материала. По полученным данным выработаны практические рекомендации о необходимости увеличения длительности процесса азотирования или о проведении этого процесса на частицах, размер которых меньше глубины диффузионного слоя, т.е. меньше 50 мкм.

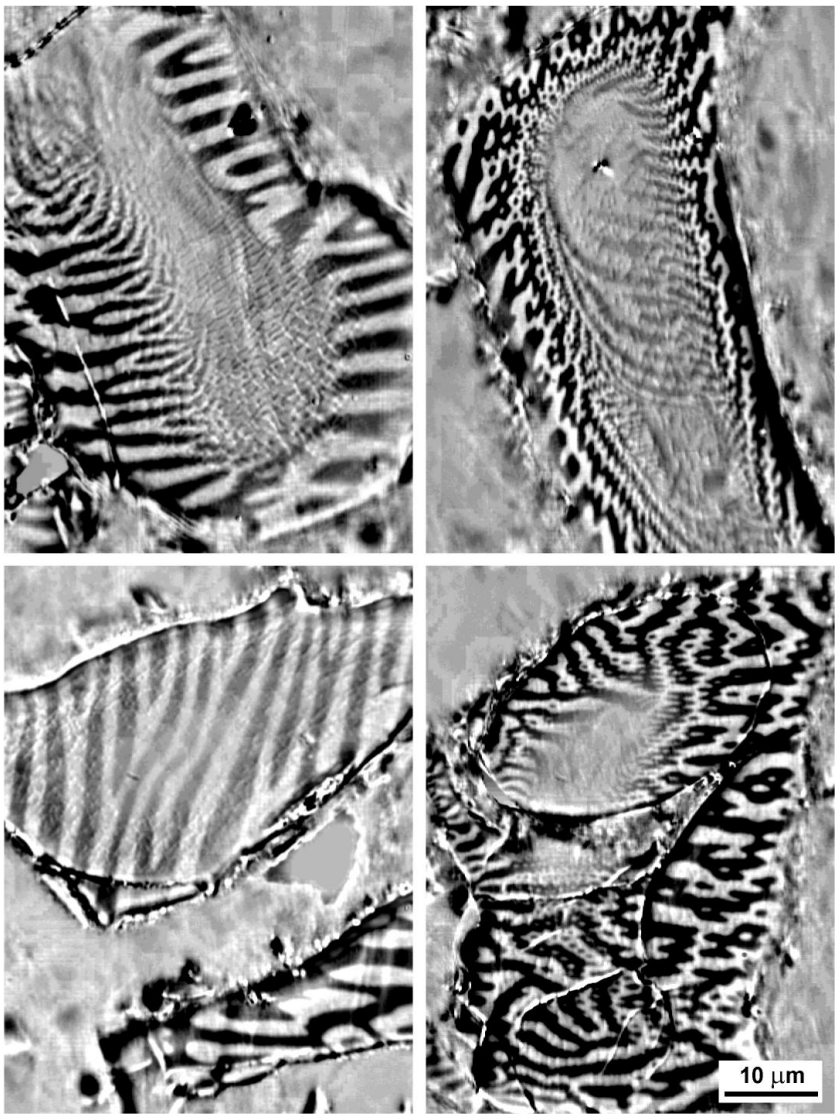

Рис. 11. Доменная структура монокристаллических частиц сплава Sm_2Fe_{17} после азотирования при 500^0C в течение 1 часа (полярный эффект Керра).

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

Четвертая глава посвящена изучению мартенситных свойств и структуры поли- и нанокристаллических сплавов Гейслера $Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga$, $Co_{2+x}Ni_{1-x}Ga$, Cu_2MnAl, $Gd_5(Ge_{1-x}Si_x)_4$ с различными значениями x от 0,12 до 0,19, полученных методом дуговой, монокристаллов $Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga$, $Co_{2+x}Ni_{1-x}Ga$ выращенных методом Бриджмена в лаборатории материаловедения и инженерии университета Айовы, и быстрозакаленных нанокристаллических лент $Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga$ и $Co_{2+x}Ni_{1-x}Ga$ получали методом сверхбыстрой закалки.

Температуры мартенситных и магнитных переходов определялись методом термомагнитного анализа (**ТМА**) по температурной зависимости начальной магнитной восприимчивости. На основе проведенных исследований показано, что при высоких скоростях нагрева (10 К/мин) в области магнитного фазового перехода гистерезис составляет около 5 К; при уменьшении скорости нагрева и охлаждения до 1 К/мин гистерезис в области T_c исчезает. В области мартенситного перехода гистерезис приобретает стабильный характер, не изменяющийся при дальнейшем уменьшении скорости изменения температуры. При проведении ТМА впервые выявились характерные особенности в магнитном поведении этих кристаллов (рис.12), не наблюдаемые на более массивных образцах. В мартенситной области наблюдаются скачкообразные изменения магнитной восприимчивости при непрерывном изменении внешнего воздействия – температуры. Параллельные прямые наблюдения мартенситной и магнитной доменной структуры показали, что скачки восприимчивости связаны со скачкообразной перестройкой мартенситных доменов, приводящей к дискретному изменению объёма мартенситной фазы.

Перестройка и изменение объёма мартенситной фазы сопровождаются изменением распределения механических напряжений в образце. Эти изменения в мартенситной фазе неизбежно сопровождаются изменениями магнитного состояния образца (направления или распределения вектора намагниченности), т.к. мартенситные домены обладают внутренней структурой ферромагнитных доменов. Наблюдаемый эффект можно классифицировать как смешанный механический и магнитный тепловой эффект Баркгаузена [8].

Проведенные исследования показали, что проявление доменной структуры определяется тем, в какой фазе (аустенитной или мартенсит-

ной) осуществлялась предварительной подготовка образца. Плоские полированные поверхности, подготовленные на образцах, находящихся в аустенитном состоянии (при температурах выше температуры мартенситно - аустенитного превращения) становятся рельефными после перехода в низкотемпературную фазу (рис. 13).

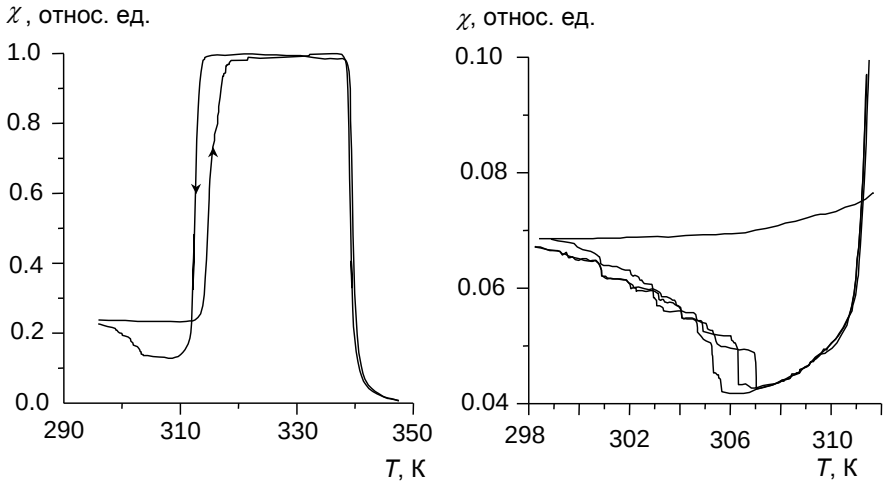

Рис. 12. Температурная зависимость начальной магнитной проницаемости микрокристалла $Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga$. Слева – полный цикл нагрева - охлаждения образца из парамагнитного состояния при $T>T_c=340$ K в ферромагнитное аустенитное состояние (горизонтальное плато) с последующим переходом в ферромагнитное мартенситное состояние, соответствующим на графике резкому уменьшению величины χ при T=312 K. Справа – более детальный график для низкотемпературной части, демонстрирующий скачки Баркгаузеновского типа для трёх последовательных измерений.

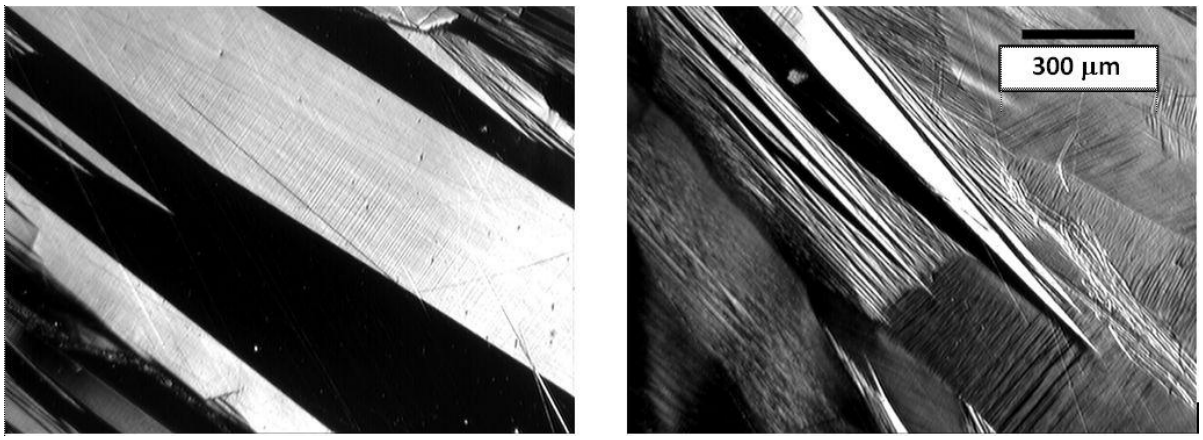

Рис. 13. Структура мартенситных доменов образца $Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga$, выявленная за счёт деформационного рельефа, возникшего после охлаждения образца, отполированного в аустенитном состоянии.

При повторных переходах в аустенитную фазу рельеф исчезает, и поверхность снова становится гладкой. Если же плоская поверхность подготовлена в мартенситном состоянии, то в аустенитной фазе возникает

деформационный рельеф, не исчезающий при повторных прямых переходах в мартенситную фазу. Большая контрастность деформационного рельефа, возникающего в аустенитной фазе, обусловлена перестройкой кристаллической структуры. Этот рельеф не исчезает при переходе в мартенситную фазу, модулируя образующийся при охлаждении отличный от начального мартенситный рельеф, и восстанавливается при последующих нагревах.

Появление деформационного рельефа позволяет проводить анализ структуры изучаемых сплавов и выявлять многие формирования и перестройки мартенситных доменов. В качестве примера на рисунке 14 представлена картина ветвления и измельчения мартенситных доменов, образовавшаяся в результате взаимодействия границ мартенситных доменов с выделениями (включениями) второй фазы. Из-за одинаковой ориентации в области наблюдения изотермической границы и различных ориентаций кристаллических осей в зёрнах межфазная граница, которая согласно теории ВЛР (WLR) [9], может быть плоской (А) или состоять из комбинации плоскостей (клиновидная форма - В) [10].

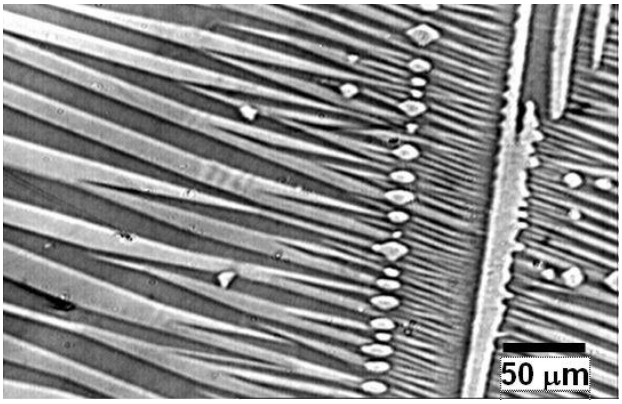

Рис. 14. Ветвление и измельчение мартенситных доменов на включениях второй фазы в образце $Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga$.

Оптические наблюдения позволяют также получать количественные оценки деформации образца при структурных фазовых переходах. На рисунке 15 представлены изображения прямоугольной сетки рисок, нанесённых с помощью алмазного резца на поверхность образца в исходном мартенситном состоянии и после его перехода в высокотемпературную аустенитную фазу. При переходе в высокотемпературную фазу исчезает контраст в изображении структурных элементов (наблюдается однородный серый фон), т.к. аустенит имеет кубическую структуру и поэтому оптически изотропен. Деформация образца оценивается по изменениям геометрии сетки, на которой возникают характерные точки излома в местах её пересечения с границами мартенситных доменов.

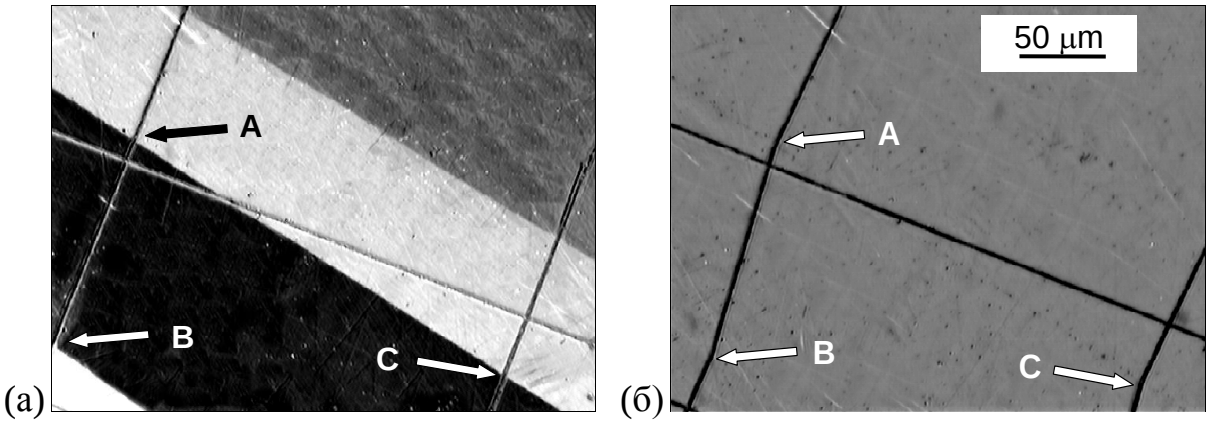

Рис. 15. Микроструктура сплава $Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga$ при комнатной температуре (мартенсит) (а) и при T = 370 К (аустенит) (б). Стрелки указывают на точки пересечения границ мартенситных двойников с прямоугольной сеткой царапин на поверхности шлифа (а) и на точки её излома в аустенитном состоянии (б).

В то же время рельеф затрудняет наблюдения магнитной доменной структуры. С этой точки зрения при проведении комплексных исследований становятся предпочтительными более универсальные методы поляризационной микроскопии, которые также пригодны и для выявления магнитной доменной структуры с помощью эффектов Керра. Выявление структуры в данном случае становится возможным благодаря оптической анизотропии мартенсита и обусловленной ею разориентации оптических индикатрис в разных мартенситных доменах (рис. 16). Как видно из представленных данных, оптический контраст в изображении мартенситных доменов зависит от угловой ориентации образца на предметном столике микроскопа. При определённых угловых положениях образца контраст может быть нулевым. Это свойство эффекта двупреломления позволяет отличать его от других оптических эффектов, в частности, от магнитооптического полярного эффекта Керра, определяемого инвариантной к повороту образца нормальной компонентой вектора намагниченности на его поверхности. Приведённые измерения позволяют определить угол разориентации оптических индикатрис между соседними мартенситными доменами (90° для данного случая), т.е. определять их тип. На рисунке 17 представлен рельеф мартенситной структуры на различных кристаллографических поверхностях ориентированного монокристалла $Co_{48}Ni_{22}Ga_{30}$.

В поликристаллических образцах имеет место более сложное распределение внутренних напряжений, приводящее к образованию пересечений двойниковых систем разной ориентации (рис. 18).

Для выявления магнитной доменной структуры и её взаимосвязи с мартенситными двойниками эффективно использование индикаторных магнитных плёнок. На рисунке 19 показан мартенситный рельеф на плоскости (110) монокристалла $Co_{48}Ni_{22}Ga_{30}$ и его связь с магнитной доменной

структурой, выявленной с помощью полупрозрачной магнитооптической индикаторной феррит-гранатовой плёнки, а на рисунке 20 магнитная доменная структура ориентированного монокристалла $Ni_{49}Mn_{29.7}Ga_{21.3}$.

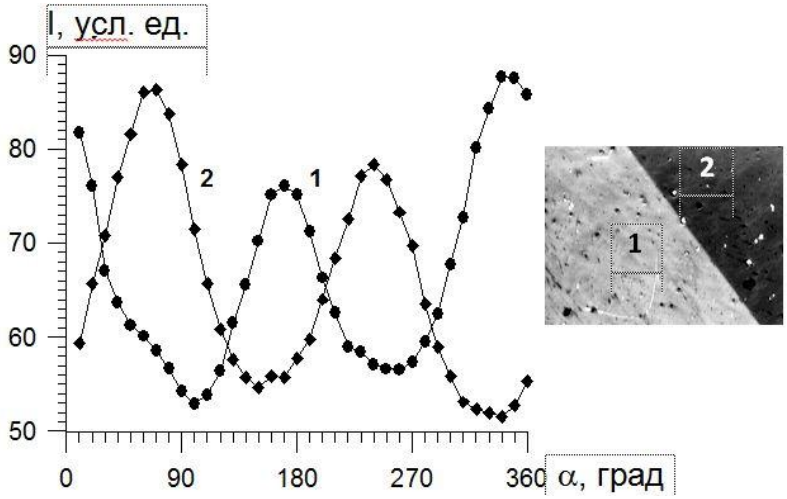

Рис. 16. Угловая зависимость интенсивности поляризованного света *I*, отражённого от двух мартенситных доменов 1 и 2 сплава $Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga$. α - угол вращения образца в плоскости наблюдения. Точки пересечения кривых 1 и 2 соответствуют нулевому оптическому контрасту между доменами. Угол разориентации оптических осей π/2.

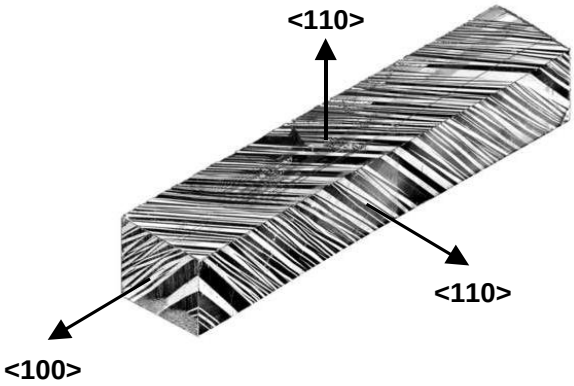

Рис. 17. Мартенситный рельеф ориентированного монокристалла $Co_{48}Ni_{22}Ga_{30}$ с размерами 3×3×6 мм.

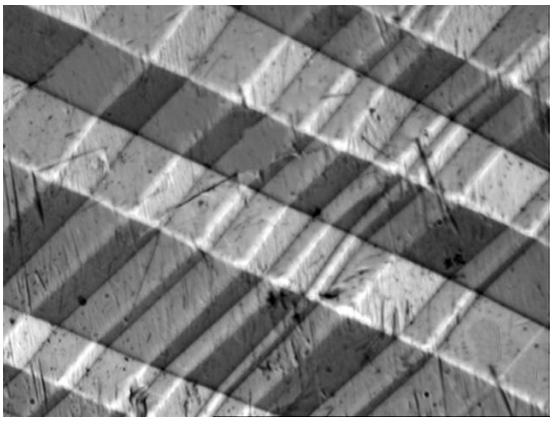

Рис. 18. Пересечение двух полидвойниковых систем разной ориентации в поликристаллическом образце $Co_2Ni_{0,85}Ga_{1,15}$.

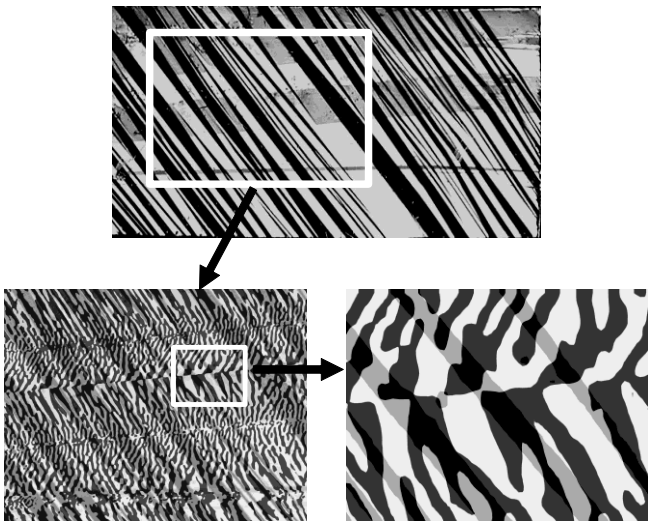

Рис. 19. Мартенситный рельеф на плоскости (110) монокристалла $Co_{48}Ni_{22}Ga_{30}$ (вверху) и его связь с магнитной доменной структурой (нижние кадры).

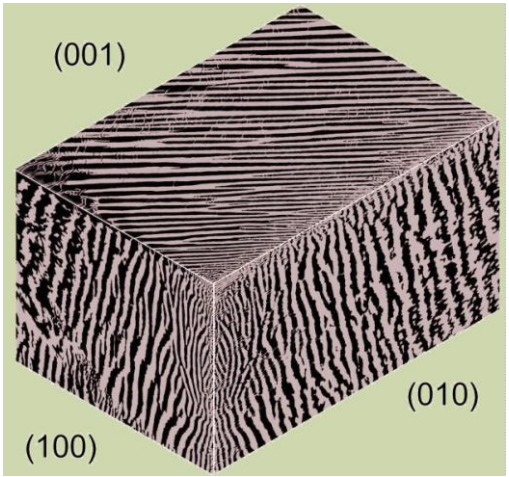

Рис. 20. Структура 180° магнитных макродоменов на плоскостях {100} ориентированного монокристалла $Ni_{49}Mn_{29.7}Ga_{21.3}$ с линейными размерами 1.2×1.5×2.5 мм.

Анализ экспериментальных результатов показал, что главной особенностью мартенситной и магнитной доменной структуры изученных материалов является их взаимосвязанный характер. 180-градусные магнитные домены непрерывны в пределах кристаллитов, при этом они пересекают плоские параллельные между собой границы мартенситных доменов. Намагниченность магнитных доменов модулирована мартенситными доменами, т.к. *c*-оси последних, являющиеся направлениями лёгкого намагничивания, находятся под углами 90° друг по отношению к другу. В результате границы между мартенситными доменами также выполняют роль 90-градусных магнитных доменных стенок без свободных зарядов (div **M**=0) (рис. 21).

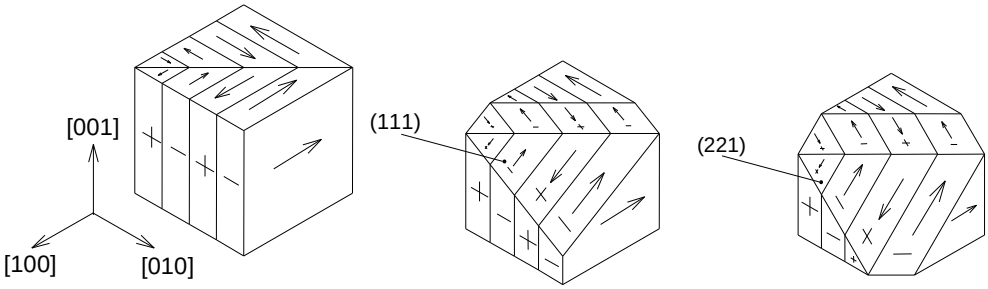

Рис. 21. Субструктура магнитных доменов, образующаяся при сечении кристалла плоскостями типа *(hh1)*. Кубический элемент объёма (слева) разделён на две части мартенситной границей, лежащей в плоскости (110). Плоскости *(hh1)* – группа плоскостей, получаемых при повороте плоскости (001) относительно оси $[\bar{1}10]$. Стрелки и знаки (+) и (-) характеризуют ориентации векторов намагниченности 180° магнитных доменов.

Конфигурации мартенситной и магнитной доменной структуры на различных поверхностях образцов зависят от их кристаллографической ориентации. Плоскость (001) свободна от зарядов, границы магнитных доменов ориентированы под углами 45° к мартенситным границам. В плоскостях типа (100) и (010) чередуются домены с намагниченностью, параллельной и нормальной к поверхности образца. Как следствие (и в отличие от однородных одноосных кристаллов), плотность магнитных зарядов на поверхности образца для соседних магнитных доменов может быть существенно различной, соответственно будут возникать различия в конфигурации дополнительных поверхностных доменов, снижающих магнитостатическую энергию образца. Иллюстрацией этого эффекта является доменная структура образца Co-Ni-Ga, представленная на рисунке 22.

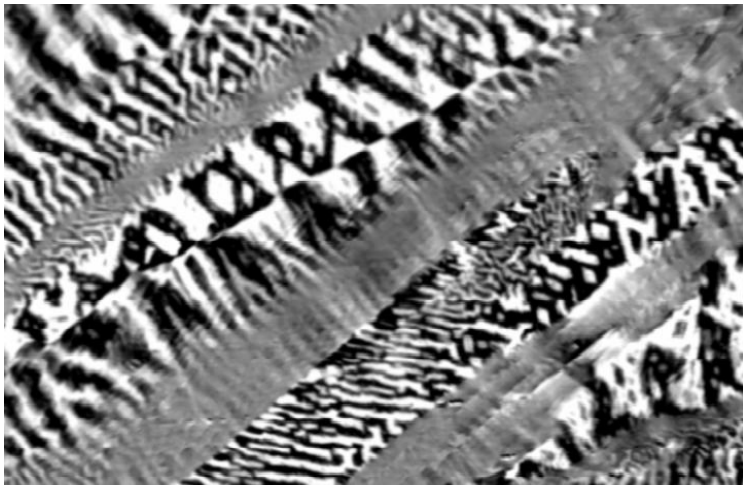

Рис. 22. Изменение конфигурации дополнительных магнитных доменов в мартенситных двойниках с чередующимися значениями нормальной компоненты намагниченности

Полученные в четвертой главе результаты показывают, что основные закономерности формирования и взаимодействия взаимосвязанных структур мартенситных и магнитных доменов моно-, поли- и нанокристаллических ферромагнитных сплавов Гейслера $Co_{2+x}Ni_{1-x}Ga$ и $Ni_{2+x}Mn_{1-x}Ga$ подобны друг другу. Следует ожидать сходства и других свойств этих сплавов, в том числе свойств, определяющих их практическое использование. Представленное рассмотрение соответствует модели, впервые разработанной Г.С. Кандауровой с соавторами для полидвойниковых сплавов типа CoPt [11].

В пятой главе рассмотрены вопросы практического применения.

Впервые предложено и реализовано на практике создание датчика температуры с использованием в качестве задающего элемента ферримагнитных высококоэрцитивных соединений на основе тройных сплавов

$GdCo_{5-x}Cu_x$. У данных сплавов (рис. 23) максимум $\mu_0 H_c$ приходится на область составов $x \approx 1.5$ вблизи точки компенсации. Абсолютные значения $\mu_0 H_c$ в интервале составов $x = 1 – 2.2$ варьируются в пределах 0.3 – 1.6 Т, что значительно выше коэрцитивной силы бинарного сплава $GdCo_5$ ($x = 0$), для которого $\mu_0 H_c \approx 30$ мТ).

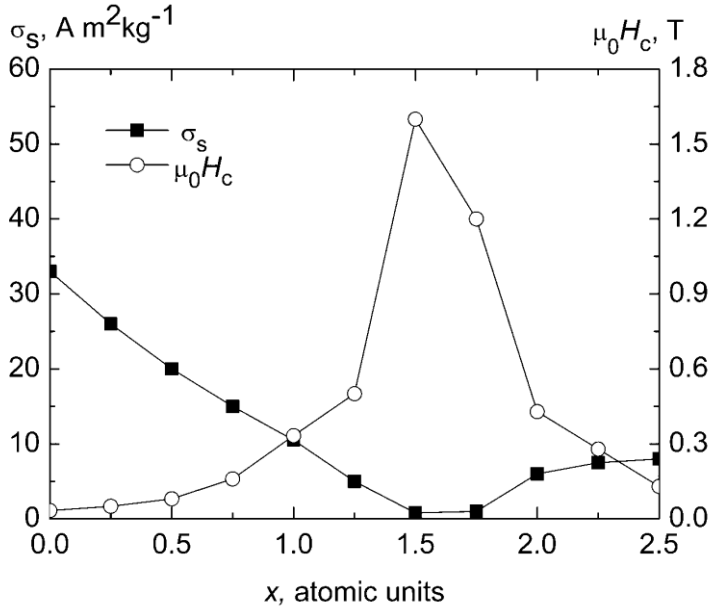

Рис. 23. Удельная намагниченность насыщения σ_s и коэрцитивная поле $\mu_0 H_c$ в зависимости от состава образцов $GdCo_{5-x}Cu_x$ ($x = 0 – 2.5$).

Для изучения поведения образцов при изменениях температуры, вызывающих переход через точку компенсации, были проведены прямые температурные наблюдения полей рассеяния образцов монокристалла $GdCo_3Cu_2$ с помощью одноосной магнитооптической индикаторной плёнки (**МОИП**) (рис. 24). Представленные на рисунке 24 изображения (a) и (b) отображают нормальную компоненту поля рассеяния образца, исходно намагниченного до насыщения, при двух разных температурах – выше и ниже температуры компенсации. Наблюдаемая на представленных снимках инверсия оптического контраста означает инверсию поля рассеяния, соответствующую изменению ориентации вектора остаточной намагниченности на 180°. На рисунке 24 (c) и (d) проиллюстрирована инверсия намагниченности для образца, находящегося в размагниченном многодоменном состоянии. Из представленных изображений видно, что при переходе через точку компенсации вектор намагниченности каждого 180-градусного домена меняет направление на противоположное. Благодаря высокой коэрцитивности доменных границ, доменная структура "заморожена" и устойчива к действию внешних магнитных полей, не превышающих коэрцитивное поле. В этом плане образец с доменной структурой можно рассматривать как периодическую систему постоянных магнитов с

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

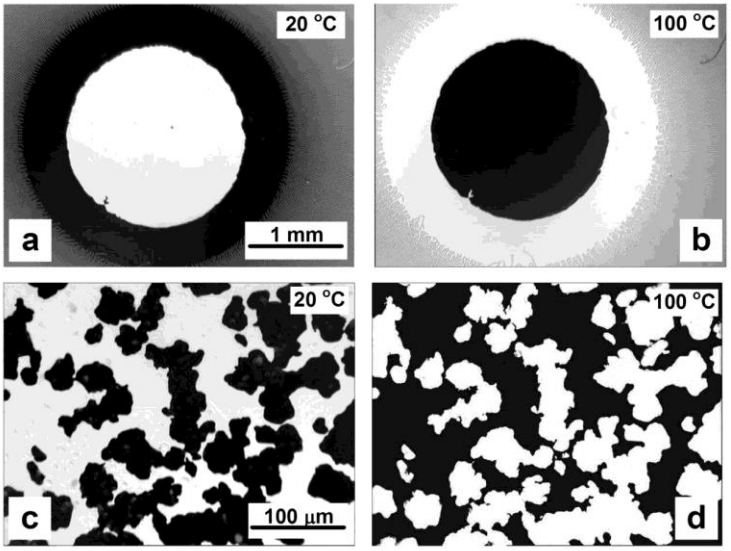

Рис. 24. Обусловленная изменением температуры инверсия намагниченности намагниченного до насыщения (a), (b) и размагниченного (c), (d) образца $GdCo_3Cu_2$, наблюдаемая с помощью МОИП при температурах ниже и выше точки компенсации T_{comp} = 90 °C.

Чувствительный элемент дистанционного датчика температуры состоит из двух элементов: сигнального (отрезка магнитомягкой нанокристаллической ленты сплава $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$ с прямоугольной петлёй гистерезиса размерами 40×5×0.02 мм), и задающего (подмагничивающего) элемента из термоуправляемого сплава $GdCo_3Cu_2$. В отсутствие постоянного подмагничивания опрашивающее переменное поле приводит к появлению в спектре эдс индукции сигнального элемента нечётных гармонических составляющих [A32, A33] (рис 25(a)). При подмагничивании зависящим от температуры постоянным полем задающего элемента в спектре появляются чётные гармоники, амплитуда которых оказывается пропорциональной температуре (рис. 25(b)). Из представленного на вставке к рисунку 25(b) графика зависимости амплитуды второй гармоники от температуры видно, что она близка к линейной. В отличие от известных термомагнитных материалов эта зависимость лишена гистерезиса, т.к. процесс из-

мерений не связан со смещением доменных границ. Кроме того, наклон кривой $M_г(T)$ не изменяется при переходе через точку компенсации, в отличие от "хвостов" намагниченности, характерных для переходов второго рода вблизи точки Кюри обычных ферромагнетиков.

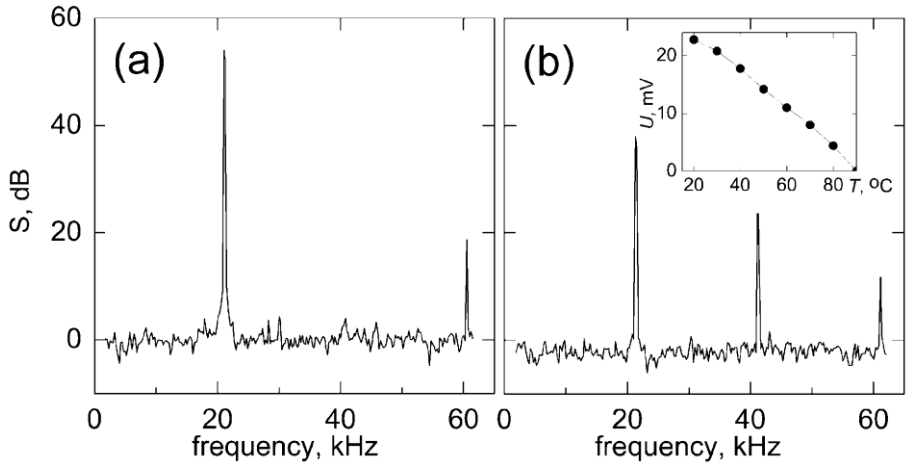

Рис. 25. Спектры выходного сигнала датчика температуры. (a) нечётные (первая и третья гармоники) при частоте опрашивающего поля 20040 Гц и нулевом поле подмагничивания; (b) появление чётных гармоник при подмагничивании постоянным полем задающего элемента. На вставке показана температурная зависимость амплитуды второй гармоники.

Проводимые в последние годы интенсивные разработки микро- и наноэлектронных технологий обусловили потребность в получении тонкоплёночных постоянных магнитов с высокими магнитными свойствами. Возможности препарирования миниатюрных образцов из массивных заготовок ограничены линейными размерами порядка сотен микрометров с отношением объём/поверхность порядка 20…35 практически невозможна, что обуславливает потребность в новых методах диагностики. Разработанная в работе методика, объединяющая оптические и магнитные измерения позволила использовать МОИП для визуализации неоднородных магнитных полей, локализованных в областях пространства с характерными размерами порядка единиц микрометров. Достоверность экспериментальных результатов подтверждается проведенными расчетами распределений магнитных полей (рис. 26).

В настоящей работе также предложен новый подход к реализации стробоскопического метода. Схема для измерений модуля и фазы H_z включает в себя модулируемый источник света, поляризационную пару поляризатор–анализатор с осями пропускания, ориентированными под углом α друг по отношению к другу; МОИП, подверженную действию синусоидального магнитного поля с частотой f ; ПЗС видеокамеру, регистрирующую световой поток, выходящий из анализатора. Для обеспечения

равномерного освещения объекта использован источник света, состоящий из скомпонованных в одном узле 24 сверхярких светодиодов. Интенсивность света (или поток), попадающие на фотодиоды видеокамеры, определяются из закона Малюса. Для получения информации об амплитуде и фазе измеряемого поля используется стробоскопический принцип (рис. 27), при котором модулятор источника излучения управляется сигналом V_{source}, синхронизированным с током возбуждения I. Фазовый сдвиг между V_{source}, и током I можно регулировать.

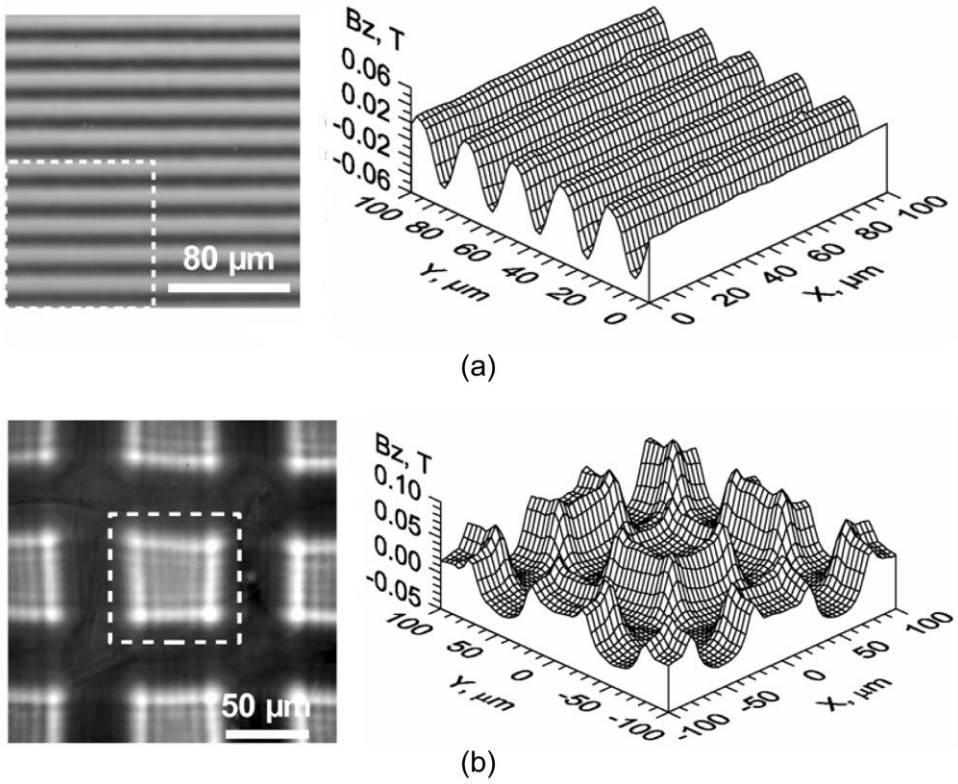

Рис. 26. Распределение нормальной компоненты поля 1D и 2D периодических плёночных структур Nd-Fe-B, выявленное после обработки полутоновых изображения на планарной МОИП. (a) плёнка напылена на профилированную (шаг 10 мкм) подложку. (b) 2D распределение, полученное термомагнитной лазерной записью на плоскую подложку.

В качестве примера, на рисунке 28 представлены результаты визуализации двух расположенных рядом заклёпок диаметром 4 мм. При визуальном контроле было видно, что от одного из отверстий отходит тонкая трещина (вертикально вверх). Съёмки произведены для двух направлений внешнего намагничивающего поля – вдоль и поперёк трещины. При направлении поля вихревых токов перпендикулярно трещине, её выявляемость заметно усиливается. Опыты с другими образцами с искусственными дефектами в виде щелей разной толщины подтвердили работоспособность устройства.

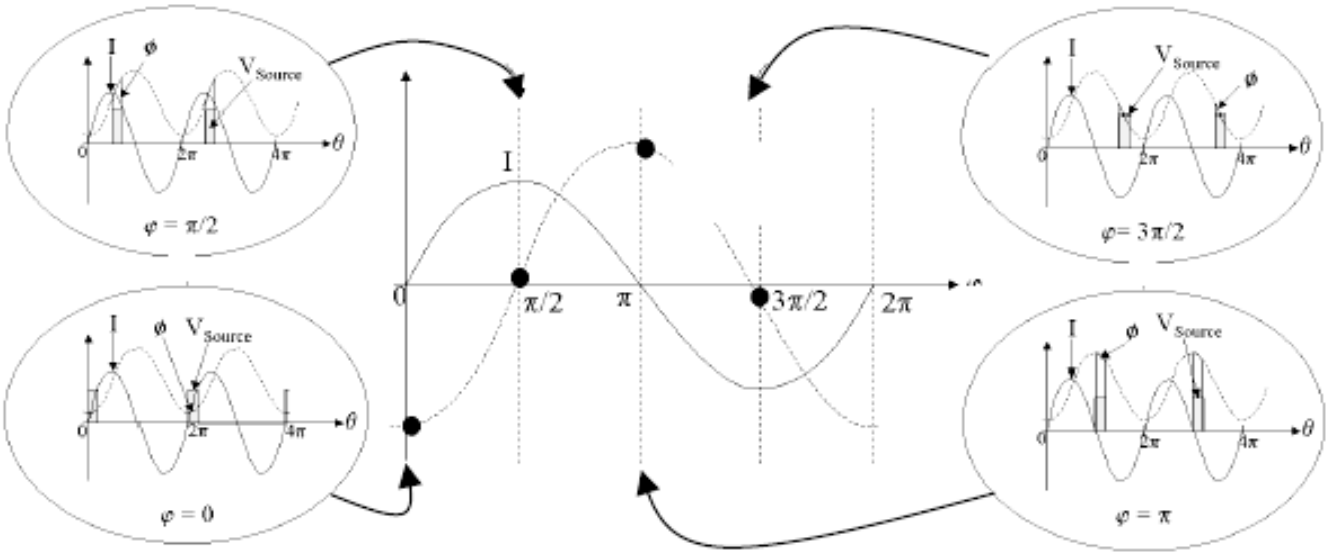

Рис. 27. Стробоскопический метод формирования изображения

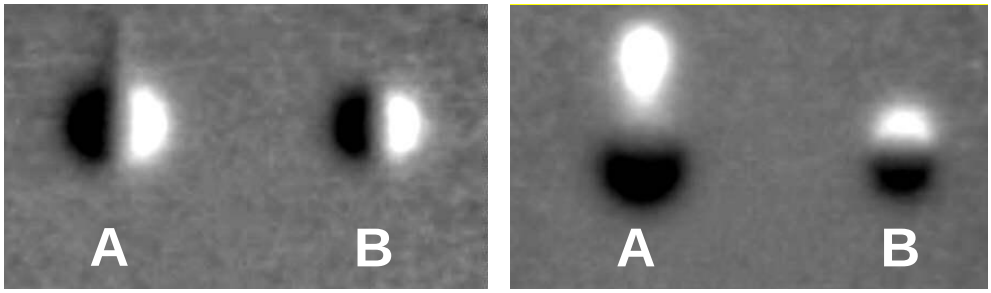

Рис. 28. Визуализация поля вихревых токов дефектного (с вертикальной трещиной, А) и нормального отверстия ∅4 мм (В) в алюминиевом листе толщиной 1 мм при внешнем возбуждении вдоль оси *y* (левый кадр) и оси *x* (правый кадр)

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

ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ВЫВОДЫ

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

Основные научные результаты диссертации:

1. Разработана новая методология качественной и количественной оценки микрораспределения магнитных полей, основанная на магнитооптической визуализации с помощью твердотельных одноосных и планарных индикаторных сред.
2. Разработан и прошел апробацию метод неразрушающего контроля качества неферромагнитных токопроводящих материалов, использующий стробоскопическую визуализацию поля вихревых токов.
3. Предложен и реализован новый подход к получению качественных оптических изображений магнитных структур базирующийся на ориентационном магнитооптическом эффекте и эффекте двойного лучепреломления. Данный подход включает в себя цифровую регистрацию и обработку изображений и новые алгоритмы обработки информации с эффективным подавлением высокочастотных и низкочастотных шумовых составляющих, что позволяет осуществлять разделение магнитооптических эффектов, различающихся по симметрии.
4. Впервые получены экспериментальные результаты по спонтанным спин-ориентационным переходам в интерметаллических соединениях с анизотропией «лёгкая плоскость» $DyCo_{5.2}$, $TbCo_{5.1}$ и Sm_2Fe_{17}.
   1) Для соединений $DyCo_{5.2}$ и $TbCo_{5.1}$ данный переход является обратимым и осуществляется по схеме: одноосная фаза – угловая фаза (посредством плавного вращения векторов намагниченности в исходных 180-градусных доменах и их деформации за счёт появления элементов гексагональной симметрии $L3$ и $L6$ без изменения топологической связности) – планарная фаза (посредством фрагментации доменов за счет деформации доменных границ и последующего перехода в состояние «лёгкая плоскость»).
   2) Для соединений Sm_2Fe_{17} азотирование в процессе нагрева приводит к необратимости спин-ориентационного фазового перехода от состояния с анизотропией «лёгкая плоскость» к анизотропии «лёгкая ось».

3) Доменная структура реальных образцов $DyCo_{5.2}$, $TbCo_{5.1}$ в состоянии с анизотропией «лёгкая плоскость» не имеет регулярной периодичности и определяется внутренними механическими напряжениями.
4) Соединения Sm_2Fe_{17} имеют слоистые магнитостатически связанные доменные структуры, при которых оболочка малых частиц имеет одноосную регулярную доменную структуру, а сердцевина с анизотропией «лёгкая плоскость» обладает нерегулярной структурой, конфигурация которой в основном определяется локальными распределениями внутреннего магнитного поля.

5. Впервые осуществлены прямые одновременные наблюдения взаимосвязанных структур мартенситных и магнитных доменов в образцах ферромагнитных сплавов Гейслера, позволившие изучить статические конфигурации мартенситных доменов (двойников) и их изменения в ходе прямых и обратных мартенситных переходов моно-, поли и нанокристаллических образцов. В результате экспериментально продемонстрировано разнообразие взаимодействий между мартенситными двойниками, протекающих в ходе структурных переходов (ветвление, крестообразные пересечения, прослойки, торможение, фрагментация и др.).
6. Установлено, что взаимодействие границ мартенситных доменов с дефектами приводит к гистерезису и необратимым механическим и магнитным скачкам Баркгаузена. Таким образом, при проектировании устройств с использованием эффекта памяти формы необходимо учитывать повышенное содержание структурных дефектов в поверхностных слоях образцов ферромагнитных сплавов Гейслера.
7. Показано, что взаимосвязь мартенситной и магнитной доменных структур обусловлена тем, что мартенситные домены обладают внутренней структурой 180-градусных магнитных доменов с направлениями лёгкого намагничивания вдоль *c*-осей тетрагональной мартенситной фазы. В результате 180-градусные магнитные домены соседних 90-градусных мартенситных доменов находятся в обменной и магнитостатической связи, образуя непрерывную кооперированную модулированную сверхструктуру, в которой границы мартенситных доменов одновременно являются 90-градусными магнитными доменными границами.
8. В результате апробации методики визуализации динамики доменной структуры на ферримагнитных редкоземельных соединениях с точкой компенсации была продемонстрирована возможность их практического применения для управления абсолютными значениями и направлением магнитного потока в разнообразных магнитных устройствах.

Основное содержание диссертации опубликовано в следующих журналах рекомендованных ВАК

А1. Шур Я.С., Ермаков А.Е., Иванов О.А., Гречишкин Р.М. Магнитные свойства монокристальных порошков никеля // Физика металлов и металловедение. –1972. –Т.33. –Вып.3.– С.558–563.

А2. Сергеев В.В., Ермолин В.И., Гречишкин Р.М., Булыгина Т.И., Сальковский Ф.М., Сёмин В.П., Башков Ю.Ф. Исследование процессов изготовления постоянных магнитов из интерметаллических соединений $РЗМСо_5$ // Электротехн. пром. Сер. Электротехн. матер. –1972. –Вып.2. –№19. –С.14–17.

А3. Гречишкин Р.М., Гогин В.П., Башков Ю.Ф. Влияние дислокаций на скорость перемагничивания магний-марганцевых ферритов // Изв. вузов. Физика. –1973. –№9. –С.155–156.

А4. Гогин В.П., Гречишкин Р.М., Марьин Г.А. К вопросу импульсного перемагничивания ферритов с ППГ // Изв.вузов. Физика. –1973. –№10. –С.134–136.

А5. Гречишкин Р.М., Э.А.Савина, Лагутин А.Е., Мишин Д.Д. Магнитное последействие в сплавах самария с кобальтом и медью // Изв. вузов. Физика. –1973. –№9. –С.125–126.

А6. Ненастьев В.П., Гречишкин Р.М., Рудяк В.М. Гистерезис перемагничивания и эффект Баркгаузена в монокристаллах ортоферритов // Физ. твёрдого тела. –1975. –Т.17. –Вып.2. –С.592–594.

А7. Сюткин П.Н., Гречишкин Р.М. Приспособление для ионного утончения образцов для электронной микроскопии // Заводская лаборатория. –1975. –Т.40.– №9. –С.1128–1129.

А8. Васьковский Ф.А., Гречишкин Р.М., Полищук А.И. Установка для определения характеристик высококоэрцитивных материалов в открытой магнитной цепи // Изв. вузов. Электромеханика. –1975. –№11. –С.1190–1193.

А9. Разорёнов Г.В., Васьковский Ф.А., Гречишкин Р.М., Лукин А.А. Малогабаритный генератор мощных импульсов // Приборы и техника эксперимента. –1976. –№2. –С.96.

А10. Гречишкин Р.М., Бирюков В.С., Ашметков А.С. Гигантские скачки Баркгаузена в кристаллах гадолиний-кобальт-медь // Изв. АН СССР. Сер.физ. –1981.– Т.45. –№9. –С.1683–1686.

А11. Sementsov D.I., Grechishkin R.M. Light diffraction by stripe domain structures in magnetic crystals // Physica status solidi (a). –1988. –V.110. –P.259–267.

А12. Grechishkin R.M., Sementsov D.I. Polarization characteristics and magneto-optic diffraction efficiency at oblique light incidence // Czech.Journ.Physics. –1989. –V.B39. –P.1413–1422.

A13. Гречишкин Р.М., Зубков Ю.Н., Семенцов Д.И. Дифракция света на полосовой доменной структуре с волнистыми доменными границами // Письма в ЖТФ. –1989. –Т.15. –Вып.9. –С.45–50.
A14. Sementsov D.I., Grechishkin R.M., Zubkov Yu.N. Magneto-optic diffraction by a stripe domain structure with wavy walls // J.Phys.D:Appl.Phys. –1991. –V.24. –P.2210–2214.
A15. Grechishkin R.M., Y.G.Pastushenkov, Afanasieva L.E. Surface domain structure and local demagnetizing field in Nd-Fe-B permanent magnets // Physica status solidi(a). –1994. –V.142. –P.K41–K45.
A16. Grechishkin R.M., Afanasieva L.E., Pastushenkov Y.G., Maksimov N.N. Analysis of a linear position sensor with a Hall effect element // Meas. Sci. Technol. –1994. –V.5. –P.853–860.
A17. Grechishkin R.M., Pastushenkov Y.G., Shipov A.V., Afanasieva L.E. Thermal remagnetization effect in RE-Fe-B permanent magnets // Journ.Magn.Magn.Mat. –1995. –V.140–144. –P.1103–1104.
A18. Гречишкин Р.М., Пастушенков Ю.Г., Шипов А.В., Ильяшенко С.Е. Термическое намагничивание в постоянных редкоземельных магнитах // Известия РАН. Металлы. –1996. –№4. –С.117–121.
A19. Goosev M.Yu., Grechishkin R.M., Ilyashenko S.E., Neustroev N.S. High resolution sensitive magnetooptic ferrite-garnet films with planar anisotropy // J.Magn.Magn.Mater. –1996. –V.157/158. –P.305–306.
A20. Grechishkin R.M., Suponev N.P., Lyakhova M.B., Pushkar Ju.E. Angular dependence of coercive field in (SmZr)(CoCuFe) alloys // J.Magn.Magn.Mater. –1996. –V.157/158. –P.376–377.
A21. Grechishkin R.M., Malyshkina O.V., Soshin S.S. Ferroic domain structure observation in polarized light using image processing techniques // Ferroelectrics. –1999. –V.222. –P.215–220.
A22. Гречишкин Р.М., Малышкина О.В., Сошин С.С. Цифровая регистрация и обработка поляризационно-оптических изображений доменной структуры. // Измерительная техника. –1999. –Т.11. –С.26–28.
A23. Гусев М.Ю., Гречишкин Р.М., Козлов Ю.Ф., Неустроев Н.С. Магнитооптическая визуализация магнитного поля с помощью монокристаллических пленок ферритов-гранатов // Изв. Вузов. Материалы электронной техники. –2000. –№1. –С.27–37.
A24. Grechishkin R.M., Malyshkina O.V., Prokofieva N.B., Soshin S.S. Effect of domain structure realignment on the pyroelectric current temperature dependence in gadolinium molybdate crystals // Ferroelectrics. –2001. –V.251 (1-4). –P.207–212.
A25. Korpusov O.M., Grechishkin R.M., Breczko T., Goosev M.Yu., Neustroev N.S. Magnetooptic visualization of magnetic field microdistributions: Principles and applications for NDT of smart structures and materials //

Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering. – 2002. –No.5127. –P.140–142.

A26. Малышкина О.В., Гречишкин Р.М., Сошин С.С., Мишина М.А. Цифровой анализ поляризационно-оптических изображений доменной структуры двуосных кристаллов молибдата гадолиния // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2002. –№.11. –С. 99–103.

A27. Grechishkin R.M., Koledov V.V., Shavrov V.G., Dikshtein I.E., Khovailo V.V., Takagi T., Buchelnikov V.D., Taskaev S.V. Martensitic and magnetic domain structures in polycrystalline shape memory alloys Ni2+xMn1-xGa // International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics. –2004. –No.19 (1–4). –P.175–178.

A28. Korpusov O.M., Grechishkin R.M., Koledov V.V., Khovailo V.V., Takagi T., Shavrov V.G. Simultaneous magnetooptic observation and thermomagnetic analysis of phase transitions in shape-memory Ni-Mn-Ga alloys // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. –2004. –V. 272–276 (III). –P.2035–2037.

A29. Борисенко И.Д., Гречишкин Р.М., Коледов В.В., Красноперое Е.П., Ли Я., Ховайло В.В., Худавердян Т.О., Шавров В.Г., Цзян Ч. Структура, магнитные и термомеханические свойства сплава Гейслера $NI_{2.14}MN_{0.81}FE_{0.05}GA$ // Известия Российской академии наук. Серия физическая. –2005. –Т. 69. –№ 4. –С.570–572.

A30. Albertini F., Besseghini S., Bugaev A.S., Grechishkin R.M., Koledov V.V., Pareti L., Pasquale M., Shavrov V.G., Yulenkov D.S. Melt-spun ribbons of shape-memory ferromagnets: Structure, magnetic and thermomechanical behavior and prospects for application in the sensor and actuator technology // Journal of Communications Technology and Electronics. – (2005). –50 (6). –P.638–646.

A31. Weisheit M., Bonfim M., Grechishkin R., Barthem V., Fahler S., and Givord D. Magnetization Reversal of Highly Coercive FePt Examined With Pulsed Microcoils // IEEE Transactions on magnetics. –2006. –V.42. –No.10. –P. 3072–3074.

A32. Grechishkin R.M., Kustov, M.S., Cugat, O., Delamare, J., Poulin, G., Mavrudieva, D., Dempsey, N.M. Thermoreversible permanent magnets in the quasibinary GdCo 5-xCux system // Applied Physics Letters. –2006. – V.89. –No.12. art. no. 122505.

A33. Mavrudieva D., Voyant J.Y., Delamare J., Poulin G., Dempsey N.M., Grechishkin R. Contactless Harmonic Detection of Magnetic Temperature Sensor // Sensor Lett. –2007. –No.5. –P.315–318.

A34. Бречко Т., Залетов А.Б., Быков Д.С., Лебедев Г.А., Захаров Д.И., Ильяшенко С.Е., Коледов В.В., Гречишкин Р.М. Магнитные свойства

и структура моно-, поли-, и нанокристаллических сплавов Гейслера. Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). –2007. –№ ОВ 2. –С.127–137.

A35. Гречишкин Р.М., Гусев М.Ю., Чигиринский С.А., Ильяшенко С.Е., Афанасьева Л.Е., Мамкина Н.О. Магнитооптические твердотельные индикаторные среды и их технические применения. Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). –2007. –№ ОВ 2. –С.99–110.

A36. Бурханов Г.С., Афанасьева Л.Е., Быков Д.А., Гречишкин Р.М., Сошин С.С. Термоуправляемые магнитные материалы и их применение // Перспективные материалы. –2008. Спец. выпуск, март. –С. 106–111.

A37. Чигиринский С.А., C. N'dao, Кустов М.С., Сошин ЧС.С., N.M. Dempsey, Гречишкин Р.М. Топографирование магнитных полей профилированных тонкопленочных постоянных магнитов для МЭМС // Перспективные материалы. –2008. Спец. выпуск, март. –С. 112–116.

A38. .Grechishkin R, Chigirinsky S., Gusev M., Cugat N. Dempsey N.M. Magnetic Imaging Films. // In B. Azzerboni et. Al. (eds.) Magnetic Nanostructures in Modern Technology. Springer, –2008. –P. 195–224.

A39. Walther A., Marcoux C., Desloges B., Grechishkin R., Givord D., Dempsey N.M.. Micro-patterning of NdFeB and SmCo magnet films for integration into micro-electro-mechanical-systems // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. –2009. –V.321. –Issue 6. –P.590–594.

A40. Profijt H.B., Pigot C., Reyne G., Grechishkin R.M., Cugat O. Stable diamagnetic self-levitation of a micro-magnet by improvement of its magnetic gradients // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. –2009. –321 (4). –P.259–262.

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

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

A43. Гречишкин Р.М., Ильяшенко С.В., Истомин В.В., Калашников В.С., Коледов В.В., Кучин Д.С., Лега П.В., Лучинин В.В., Перов Е.П., Савенко А.Ю., Шавров В.Г., Шеляков А.В. Двусторонняя память формы в наноразмерном образце сплава $Ti_{49.5}Ni_{25.5}Cu_{25.0}$ с частично упорядоченной структурой // Известия Российской академии наук. Серия физическая. –2009. –Т.73. –№8. –С.1138–1140.

A44. Бречко Т.М., Гречишкин Р.М., Ильяшенко С.Е., Нелаев В.В., Брамович М., Корпусов О.М. Структура и свойства ферроиков семейства $Ni_{2+x+y}Mn_{1-x}Ga_{1-y}$ // Физика твердого тела. –2010. –Т.52. –№1. –С.97–99.
A45. BreczkoT.M., GrechishkinR.M., IlyashenkoS. E., NelaevV.V., DovzhikK.N., KorpusovO.M. Martensitic and Magnetic Domain Structures of Ferroics of the Ni–Mn–Ga and Co–Ni–GaFamilies // Physics of the Solid State. –2010. –52. –No.1. –P.101–104.
A46. Dumas-Bouchiat F., Zanini L.F., Kustov M., Dempsey N.M., Grechishkin R., Hasselbach K., Orlianges J.C., Champeaux C., Catherinot A., Givord D. Thermo-magnetically patterned micromagnets // Applied Physics Letters. –2010. –V 96. – P. 102511 (3)
A47. Grechishkin R.M., Kaplunov I.A , Ilyashenko S.E., Lebedev G.A., Malyshkina O.V., Mamkina N.O., Zalyotov A.B. Magnetoelectric effect in Metglas–piezoelectric macrofiber composites // Ferroelectrics. –2011. –V.424. –P.45–51.
A48. Afanas'eva L.E., Barabonova I.A., Zorenko P.O., Yakovlev I.A., Grechishkin R.M., Grezev A.N. and Grezev N.V. Laser welding in external electrical and magnetic field // Welding International –2013. –Vol.27. –No.7. –P.545–547.
A49. Golovnin V.A., Kaplunov I.A., Ivanova A.I. and Grechishkin R.M. . Engineering aspects of multilayer piezoceramic actuators // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineerin. –2013. –V.49. –12033 (1–4).
A50. Iwasieczko W., Pankratov N.Yu., Tereshina E.A., Nikitin S.A., Tereshina I.S., Skokov K.P., Karpenkov A.Yu., Grechishkin R.M., Drulis H. Changes in magnetic state of $Y_2(Fe,Mn)_{17}$-H systems: regularities and poten-tialities // Alloys and compounds. –2014.–Vol.587. –P.739–746.

Патенты на изобретения

1. Способ определения параметров тонких магнитных пленок. Афанасьева Л.Е., Гречишкин Р.М., Федичкин Г.М., Шленов Ю.В. патент на изобретение RUS 2047183
2. Способ изготовления порошкового текстурованного магнита. Афанасьева Л.Е., Гречишкин Р.М., Первухин К.И., Егоров С.М. патент на изобретение RUS 2015857
3. Способ получения постоянных магнитов на основе редкоземельных металлов. Афанасьева Л.Е., Гречишкин Р.М., Первухин К.И., Егоров С.М. патент на изобретение RUS 2015848
4. Магнитополярископ. Третьяков С.А., Гречишкин Р.М., Гасанов О.В. патент на полезную модель RU 142029 U1
5. Актюатор, система актюаторов и способ его изготовления. Гречишкин Р.М., Коледов В.В., Королев А.В., Коуров Н.И., Красноперов Е.П., Ле-

бедев Г.А., Пушин В.Г., Тулайкова А.А., Ховайло В.В., Шавров В.Г. патент на изобретение RUS 2305874
6. Электродинамический преобразователь. Афанасьева Л.Е., Гречишкин Р.М., Мухин И.А., Щербаков В.В. патент на изобретение RUS 2038679

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Васильев А.Н. Ферромагнетики с памятью формы / А.Н. Васильев, В.Д. Бучельников, Т. Такаги и др. // УФН. 2003. Т. 173. №6. С. 577–608.
2. Buchelnikov V.D., Sokolovskiy V.V. Magnetocaloric effect in Ni-Mn-X (X= Ga, In, Sn, Sb) Heusler alloys // The Physics of Metals and Metallography. –2011. –112. –7. –P.633–665.
3. McCord J. Progress in magnetic domain observation by advanced magneto-optical microscopy // J. of Phys. D: Appl. Phys. –2015. –V.48. –P.33300.
4. Kustov Mikhail, Grechishkin Rostislav,Gusev Mikhail, Gasanov Oleg, Mccord Jeffrey. A Novel Scheme of Thermographic Microimaging Using Pyro-Magneto-Optical Indicator Films // Advanced Materials. –07/2015. –27(34).
5. Urs N.O., Mozooni B., Mazalski P., Kustov M., at. al. Advanced magneto-optical microscopy: Imaging from picoseconds to centimeters - Imaging spin waves and temperature distributions (invited) // AIP Advances. –2016. – V.6. –P.055605.
6. Гречишкин Р.М. Доменная структура магнетиков. Часть 1. Калинин, 1975. –107 с.
7. Кандаурова Г.С., Оноприенко Л.Г. Основные вопросы теории магнитной доменной структуры. Свердловск: УрГУ, –1977. –120с.
8. Рудяк В.М. Процессы переключения в нелинейных кристаллах. М.: Наука, 1986. – 248 с.
9. Wechsler M.S., Lieberman D.S., Read T.A. On the theory of the formation of martensite // Trans. AIME. –1953. –Vol.197. –P.1503–1515.
10. Фесенко Е.Г., Гавриляченко В.Г., Семенчев А.Ф. Доменная структура многоосных сегнетоэлектрических кристаллов. Ростов на Дону: Изд. Ростовского университета, 1990. –192 с.
11. Vlasova N.I., Kandaurova G.S., Schegoleva N.N. Effect of the polytwinned microstructure parameters on magnetic DS and hysteresis properties of the CoPt-type alloys // J. Magn. Magn. Mater. –2000. –V.222. –P.138-158.

Технический редактор А.В. Жильцов
Подписано в печать 16.09.2016. Формат 60x84 $^{1}/_{16}$.
Усл. печ. л. 2,44. Тираж 100. Заказ № 374
Тверской государственный университет
Редакционно-издательское управление
Адрес: 170100, г. Тверь, ул. Желябова, 33.
Тел. РИУ (4822) 35-60-63.