

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Тверской государственный университет»

на правах рукописи

Дунаева Галина Григорьевна

**ВЗАИМОСВЯЗЬ ПРОЦЕССОВ ПЕРЕМАГНИЧИВАНИЯ И
ТРАНСФОРМАЦИИ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ НА ПОВЕРХНОСТИ И В
ОБЪЁМЕ МАГНИТООДНООСНЫХ МАГНЕТИКОВ**

1.3.12. – Физика магнитных явлений

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
кандидат физ.-мат. наук,
доцент, Карпенков А.Ю.

Тверь – 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
1. КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА МАГНИТООДНООСНЫХ МАГНЕТИКОВ.....	13
1.1. Соединение SmCo_5 : кристаллическая структура, магнитные свойства	13
1.2. Соединение $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$: кристаллическая структура, магнитные свойства	14
1.3. Доменная структура ферромагнетиков: понятие, причина образования в магнетиках.....	16
1.4. Процесс перемагничивания магнетиков.....	23
1.5. Особенности процессов перемагничивания высокоанизотропных магнитоодноосных магнетиков.....	26
1.6. Заключение по обзору литературы и постановка задач исследования.....	36
2. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА .	38
2.1. Объекты исследования	38
2.1.1. Монокристаллы соединений SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ с одноосной магнитной анизотропией	38
2.1.2. Пленка феррит-гранатов с одноосной магнитной анизотропией	39
2.2. Рентгенофазовый анализ	40
2.3. Структурные исследования.....	41
2.3.1. Подготовка металлографических шлифов	41
2.3.1. Растровая электронная микроскопия.....	42
2.3.2. Атомно-силовая микроскопия.....	45
2.4. Магнитные измерения	46
2.5. Методика компьютерного моделирование в среде COMSOL Multiphysics.....	50
2.6. Методика автоматической регистрации изображений доменной структуры во внешнем магнитном поле	52
2.6.1. Постоянное поле	52

2.6.2. Переменное поле.....	59
2.6.3. Импульсное поле	59
2.7. Компьютерная программа для автоматической регистрации изображений процесса перестройки доменной структуры.....	62
2.8. Алгоритм построения полевых зависимостей намагниченности на основе анализа изображений трансформации доменной структуры магнетиков	65
3. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ПЕРЕМАГНИЧИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОДНООСНЫХ МАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ: ЭКСПЕРИМЕНТ И ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ	68
3.1. Исследование процессов намагничивания и доменной структуры монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ в изменяющемся магнитном поле.....	68
3.1.1. Экспериментальные исследования полевых зависимостей намагниченности	68
3.1.2. Компьютерное моделирование кривых намагничивания изотропных и высокоанизотропных магнитоодноосных магнетиков.....	73
3.1.3. Исследование процессов перемагничивания монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ на основе данных анализа изображений трансформации доменной структуры во внешнем изменяющемся магнитном поле	96
3.2. Особенности конфигурации доменной структуры монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ при перемагничивании в квазистатических и динамических условиях.....	118
3.4. Зависимость конфигурации ДС от толщины монокристалла SmCo_5 . Расчет микромагнитных параметров, фрактальная размерность.	134
3.4. Применение методов магнитной силовой микроскопии и численного моделирования для исследования конфигурации дополнительных доменов на поверхности монокристаллов.....	139
3.5. Исследование трансформации доменной структуры монокристалла SmCo_5 методом индикаторной пленки: границы применимости.	151
ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ	155
СПИСОК ЦИТИРОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....	158

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

ВМ- вибрационный магнитометр

Вс-МПФГ – Vi-содержащие монокристаллические пленки феррит-гранатов

ДГ – доменная граница

ДС – доменная структура

МО – магнитооптический

МОМ – магнитооптический магнитометр

МСМ – магнитная силовая микроскопия

ПО – программное обеспечение

РЭМ – растровая электронная микроскопия

ФГ – феррит-гранат

ФР – фрактальная размерность

э.д.с. – электродвижущая сила.

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования и степень ее разработанности. В современном приборостроении одними из главных конструктивных элементов в технических средствах являются компоненты, принцип работы которых основан на нелинейном характере процессов намагничивания/перемагничивания магнитных материалов. Широкое распространение в устройствах различных областей промышленности и техники получили постоянные магниты, поскольку они обладают рядом преимуществ: автономность, компактность, экономичность, высокая надежность и долгий эксплуатационный срок [1-3].

В настоящее время существуют два типа перспективных магнитных материалов для постоянных магнитов на основе сплавов редкоземельных (РЗМ) элементов и 3d-переходных металлов: *Sm-Co*-магниты (соединения SmCo_5 , $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$), *Nd-Fe-B*-магниты (соединение $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$). К требованиям, предъявляемым к материалам для постоянных магнитов, относятся: высокие значения коэрцитивной силы H_C , остаточной магнитной индукции B_r , максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$, оптимальные параметры пластичности и прочности, высокие значения температурной и временной стабильности приведенных параметров.

Физическая природа высококоэрцитивного состояния в различных материалах связана с одним из возможных механизмов: 1) задержкой смещения доменных границ на структурных неоднородностях кристалла; 2) необратимого вращения вектора намагниченности \vec{I}_S домена; 3) задержкой зародышеобразования и роста домена обратного знака [4-5]. Механизм коэрцитивной силы зародышеобразования отвечает за улучшенные магнитотвердые свойства наиболее мощных современных спеченных постоянных магнитов *Nd-Fe-B*. Кроме того, известно, что «классические» спеченные магниты SmCo_5 и твердые ферриты имеют одинаковый механизм коэрцитивной силы. В таких магнитах размагничивание зерен матричной фазы размером 2–20 мкм инициируется внутри примыкающего к поверхности небольшого зародышевого объема v , где происходит перемагничивание за счет тепловых флуктуаций или под действием внутреннего магнитного поля противоположного направления. Если этот объем зародышеобразования v превышает некоторое критическое значение $v_{зарод}$, этот новообразованный магнитный домен будет в дальнейшем расширяться и

распространяться от поверхности зерна по всему объёму, что приведет к размагничиванию всего зерна. Этот критический объём $V_{\text{зарод}}$ размером в несколько нанометров соответствует ситуации, когда «выигрыш» в объёмной части свободной энергии зародыша равен «потере» межфазной энергии за счет образования доменной стенки.

Таким образом, коэрцитивная сила этих важных классов функциональных магнитных материалов во многом определяется магнитным состоянием тонкого поверхностного слоя отдельного зерна, и более глубокое понимание процессов, происходящих на наноуровне внутри тонкого поверхностного слоя, могло бы помочь дальнейшему совершенствованию передовых магнитотвердых материалов.

Процессы перемагничивания магнитных материалов во многом зависят от свойств их доменной структуры (ДС). Наиболее распространенный способ измерения кривых намагничивания, петель магнитного гистерезиса и температурных зависимостей намагниченности - метод вибрационного магнитометра. В случае если измеряемый образец обладает сложной микроструктурой, то интерпретация результатов может быть значительно затруднена. Для поликристаллических, гетероструктурных объектов исследования оценка вклада в процессы перемагничивания от зерен с различной ориентацией результирующих магнитных моментов или других структурных составляющих осуществляется на основе анализа магнитной доменной структуры, эффективного инструмента локального микромагнитного анализа магнитных материалов, путем прямых наблюдений трансформации доменной структуры по внешнем магнитном поле [6, А6].

Ввиду выше сказанного, **целью** исследования стало установление взаимосвязи между процессами перемагничивания и трансформации магнитной доменной структуры на поверхности и в объёме магнитоодноосных магнетиков на основе данных магнитных измерений, систематических исследований методами оптической и магнитно-силовой микроскопии, а также компьютерного моделирования.

Для достижения поставленной цели были сформулированы и решены следующие **задачи**:

1. Синтезировать и аттестовать монокристаллы интерметаллических соединений SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

2. Разработать и создать автоматизированные методики исследования трансформаций ДС при перемагничивании в квазистатических и динамических условиях, а также программное обеспечение для анализа изображений ДС с целью исследований процессов перемагничивания поверхности магнитных материалов.

3. Провести исследования процессов перемагничивания магнитоодноосных монокристаллов разной толщины и пленочных образцов методами вибрационного магнитометра и анализа изображений трансформации поверхностной доменной структуры в магнитном поле, выявленной методами оптической (полярный эффект Керра, индикаторной пленки) и магнитно-силовой микроскопий.

4. С помощью численного моделирования методом конечных элементов исследовать процессы перемагничивания объёма и приповерхностных слоев изотропных и высокоанизотропных магнетиков.

5. Провести сравнительный анализ результатов исследований полей рассеяния поверхностной доменной структуры магнитоодноосных монокристаллов, полученных методами магнитно-силовой микроскопии и численного моделирования, с целью определения геометрических размеров элементов поверхностной доменной структуры.

Теоретическая и практическая значимость результатов диссертации заключается в расширении представлений о влиянии тонкого поверхностного слоя на процессы перемагничивания магнитоодноосных высокоанизотропных материалов для создания постоянных магнитов.

В работе разработан ряд уникальных экспериментальных методик по наблюдению трансформации доменной структуры магнетиков в статических и динамических магнитных полях, усовершенствована установка измерения намагниченности методом вибрационного магнитометра, позволяющая проводить эксперименты в квазистатических и/или переменных полях.

Все представленные результаты были достигнуты в процессе выполнения следующих научно-исследовательских работ: в рамках Государственного задания Минобрнауки РФ в сфере научной деятельности на 2020 - 2022 гг: "Экспериментально-теоретическое исследование металлических и полупроводниковых наночастиц, процессов их взаимодействия, микро- и наноструктуры кристаллов, поверхностных слоев твердых тел, влияния рельефа поверхности на отражение и пропускание света

оптическими элементами" (проект № 0817-2020-0007), Государственного задания Минобрнауки РФ в сфере научной деятельности на 2023 - 2025 гг: "Разработка научных основ получения стабильных металлических наночастиц и наносистем, управления микро- и наноструктурой объёмных фаз и поверхностных слоев металлических сплавов, диэлектрических и полупроводниковых монокристаллов: эксперимент, атомистическое и термодинамическое моделирование" (проект № 0817-2023-0006). Результаты исследований могут быть востребованы в курсах лекций по магнитным материалам в ТвГУ, МГУ им. В.М. Ломоносова, НИТУ МИСИС, УрФУ и других университетах.

Методология и методы исследования. В работе использовались современные методы исследования и анализа экспериментальных результатов: индукционный метод исследования удельной намагниченности на автоматизированном вибрационном магнитометре, атомно- и магнитно-силовая микроскопия, сканирующая электронная микроскопия, оптическая микроскопия, моделирование при помощи пакета COMSOL Multiphysics. При выполнении работы были разработаны и усовершенствованы методы наблюдения доменной структуры в широком интервале полей, изменяющихся в квазистационарных и динамических условиях. В качестве объектов исследования были выбраны монокристаллы соединений SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и эпитаксиальная Bi-содержащая монокристаллическая пленка феррит-гранатов (Bc-МПФГ) состава $(\text{Fe,Ga})_5\text{O}_{12}(\text{Gd,Bi,Lu})_3$.

Научная новизна диссертационного исследования заключается в следующем:

1. В результате исследования доменной структуры на поверхности монокристаллов SmCo_5 в микросекундном импульсном магнитном поле в широком диапазоне амплитуд впервые обнаружена и выделена как отдельный тип разветвлённая дендритная структура радиально расположенных от центра зарождения доменов.

2. Проведены исследования процессов перемагничивания магнитоодноосных монокристаллов разной толщины и пленочных образцов методами вибрационного магнитометра и анализа трансформации поверхностной доменной структуры в квазистатических и динамических магнитных полях. Экспериментально установлена взаимосвязь трансформации микромагнитной структуры в объёме и на поверхности исследуемых объектов с процессами их перемагничивания.

3. Впервые в ходе численного моделирования методом конечных элементов для изотропных и высокоанизотропных магнетиков с помощью разработанной модели индукционного принципа измерения намагниченности (вибрационный магнитометр) для образцов различной формы построены кривые намагничивания, пространственные распределения намагниченности, индукции и напряженности полей внутри и снаружи моделируемых объектов. На основе рассчитанных закономерностей распределения намагниченности в объеме построены зависимости фактора размагничивания от приведенной к значению при насыщении намагниченности.

4. Впервые в результате сопоставления профилей полей рассеяния поверхностной доменной структуры магнитоодноосных монокристаллов, полученных методами магнитно-силовой микроскопии и численного моделирования, определены линейные размеры минимальных элементов поверхностной ДС.

Основные положения, выносимые на защиту.

1. Процесс перемагничивания магнитоодноосных монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ начинается с образования зародышей новой магнитной фазы, вид и распределение которых определяется структурным состоянием образца и особенно его поверхности. Изменение конфигурации доменной структуры массивных монокристаллов в процессе намагничивания зависит от геометрических параметров образцов и условий приложения магнитного поля. Для получения равновесной доменной структуры, соответствующей заданному значению постоянного поля, к образцам магнитоодноосных монокристаллов, в которых имеет место задержка смещения доменных границ на структурных неоднородностях, необходимо прикладывать переменное поле постоянной амплитуды в диапазоне 30-60 мТл с частотой 50 Гц, соосное оси легкого намагничивания.

2. Отношение площадей, занимаемых на поверхности образца магнитными доменами с противоположной ориентацией вектора намагниченности, соответствует локальной намагниченности, теоретически рассчитанной для материала с учетом размагничивающих полей вблизи поверхности образца заданной формы. Как следствие, ход кривых намагничивания, полученных из анализа ДС на поверхности магнитоодноосных массивных кристаллов, отличается от результатов измерений методами, регистрирующими интегральные значения намагниченности образца. Для тонкопленочных образцов, в которых наблюдаются только основные домены,

магнитооптические исследования позволяют изучать процессы перемагничивания во всём объёме образца.

3. При намагничивании монокристалла SmCo_5 микросекундным импульсным полем (с длительностью спада импульсного сигнала до 15 мкс и амплитудой более 1 Тл), сонаправленным с осью легкого намагничивания образца, на базисной плоскости образуется неравновесная разветвленная дендритная структура доменов - «морозный узор», а в объёме формируется нерегулярная беспорядочная ДС. Это связано с процессами задержки смещения доменных границ на структурных неоднородностях образца.

4. Форма и линейные размеры элементов ДС однозначно определяют профили полей рассеяния поверхностной доменной структуры, полученных методами магнитно-силовой микроскопии и численного моделирования. Минимальными элементами поверхностной доменной структуры на базисной плоскости массивных монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ являются дополнительные конусообразные домены с диаметром основания 2,0 мкм и высотой 2,0 мкм, а также 0,6 мкм и высотой 0,6 мкм, соответственно.

Степень достоверности полученных результатов. Результаты, представленные в диссертации, получены на основе экспериментов, проведенных на современном научном оборудовании, с использованием статистических методов обработки экспериментальных данных. Достоверность полученных результатов обеспечивалась набором взаимодополняющих экспериментальных методик, воспроизводимостью получаемых результатов и согласованием получаемых результатов с имеющимися в литературе данными других научных групп. Полученные результаты исследований опубликованы в индексируемых журналах и апробированы на тематических международных конференциях.

Личный вклад автора.

В диссертации изложены результаты прямых экспериментов и компьютерного моделирования, полученные и обработанные лично автором или при его непосредственном участии. Автором лично проведены работы, связанные с разработкой и созданием используемых уникальных экспериментальных методик. Синтез монокристаллических образцов исследования, постановка цели и ключевых задач,

обсуждение результатов экспериментов и численного моделирования, формулировка выводов выполнялись автором совместно с научным руководителем. Подготовка публикаций и научных докладов по результатам научных исследований в рамках диссертационной работы осуществлялась совместно с соавторами.

Апробация результатов исследования.

Результаты работы были неоднократно представлены автором в форме устных докладов на научных конференциях и семинарах: XXIII Всероссийская конференция по физике сегнетоэлектриков. Тверь, 03-06 октября 2023, XXIII Международная конференция по постоянным магнитам. Суздаль, 27–30 сентября 2022 года, XXVIII Каргинские чтения: Всероссийская научно-техническая конференция молодых учёных «Физика, химия и новые технологии». Тверь, 31 марта–01 апреля 2022 года, Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов-2022». Москва, 11-22 апреля 2022 года, XXVII Каргинские чтения: Всероссийская научно-техническая конференция молодых учёных «Физика, химия и новые технологии». Тверь, 01-02 апреля 2021 года, Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов-2021». Москва, 12-23 апреля 2021 года, Одиннадцатая Международная научная конференция химическая термодинамика и кинетика. Великий Новгород, 17–21 мая 2021 года, XXIV Международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах». Москва, 1-8 июля 2021 года., Десятая Международная научная конференция химическая термодинамика и кинетика. Великий Новгород, 25–29 мая 2020 года, XXV Каргинские чтения Всероссийская научно-техническая конференция молодых учёных «Физика, химия и новые технологии». Тверь, 28 марта 2019 года, Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов-2019». Москва, 8-12 апреля 2019 года, Международная научно-техническая конференция INTERMATIC – 2018, Москва, Россия, 19–23 ноября 2018.

По материалам диссертации опубликовано 7 печатных работ, из них 6 статей в журналах, индексируемых в международных базах данных, приравниваемых к журналам перечня ВАК, и 1 статья в других рецензируемых изданиях.

Соответствие диссертации паспорту специальности.

Диссертационная работа Дунаевой Г.Г. «Взаимосвязь процессов перемагничивания и трансформации доменной структуры на поверхности и в объёме магнитоодносных магнетиков» соответствует паспорту научной специальности 1.3.12 «Физика магнитных явлений»: областям исследования паспорта специальности, в частности: «3. Экспериментальные исследования магнитных свойств и состояний веществ различными методами, установление взаимосвязи этих свойств и состояний с химическим составом и структурным состоянием, выявление закономерностей их изменения под влиянием различных внешних воздействий» и «6. Моделирование свойств и физических явлений в материалах с различными видами магнитного упорядочения, а также в композитных структурах на их основе».

Структура и объём диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, трех глав, основных выводов и списка использованной литературы, состоящего из 110 источников. Материал изложен на 166 страницах, включает 3 таблицы и 101 рисунок.

1. КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА МАГНИТООДНООСНЫХ МАГНЕТИКОВ

1.1. Соединение SmCo_5 : кристаллическая структура, магнитные свойства

Получение в 60-х годах прошлого века спеченных постоянных магнитов на основе соединения SmCo_5 стало технологическим скачком в развитии магнитотвердых материалов [7].

Интерметаллическое соединение SmCo_5 имеет гексагональную кристаллическую решетку типа CaCu_5 , пространственная группа симметрии $R\bar{6}/mmm$ ($L_6\bar{6}L_2\bar{6}P\parallel P_1C$), точечная группа симметрии D_{2d} ($\bar{4}L_2L_2P$). Элементарная ячейка с параметрами: $a = b = 4,99\text{\AA}$, $c = 3,98\text{\AA}$, $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$ представлена на рисунке 1.1. Кристаллографические позиции данной пространственной группы симметрии для атомов Sm (позиции Вайкоффа) – $1a$ (0,0,0) для атомов Co – $2c$ ($\frac{1}{3}, \frac{2}{3}, 0$), $3g$ ($\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}$) [8].

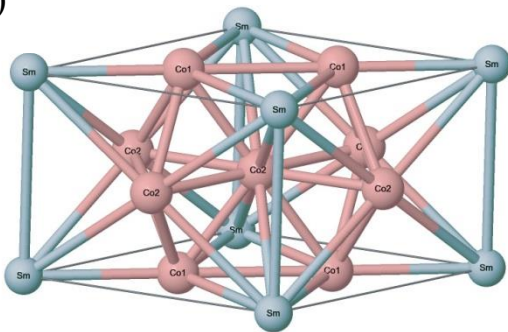
С точки зрения магнитной структуры, соединение SmCo_5 состоит из двух магнитных подрешеток: атомов редкоземельного элемента Sm и атомов переходного металла Co, поэтому имеет типичное ферромагнитное поведение. Несмотря на то, что обменное взаимодействие между спинами атомов Sm и Co отрицательно, результирующий магнитный момент атома Sm, по правилу Хунда, сонаправлен со спиновым магнитным моментом Co, поэтому результирующая намагниченность складывается из соответствующих значений намагниченности подрешеток атомов Sm и Co [9-13]. Величина намагниченности насыщения для интерметаллида SmCo_5 составляет $\sigma_s = 100 \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{кг}^{-1}$ ($I_s = 0,86 \text{ MA} \cdot \text{м}^{-1}$). Температура Кюри данного соединения $T_c = 1020 \text{ K}$, что связано с доминирующим влиянием обменного взаимодействия между атомами Co. SmCo_5 – высокоанизотропное соединение с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая ось» ($\vec{I}_s \parallel$ оси c), константа анизотропии $K_1 = 17,2 \text{ МДж} \cdot \text{м}^{-3}$ ($K_1^{Co} = 6,5 \text{ МДж} \cdot \text{м}^{-3}$, $K_1^{Sm} = 10,7 \text{ МДж} \cdot \text{м}^{-3}$); величина поля анизотропии, внешнего магнитного поля, необходимого для намагничивания до насыщения образца из материала SmCo_5 вдоль трудной оси ($\vec{I}_s \perp$ оси c), $\mu_0 H_a = 44 \text{ Тл}$.

Применение сплавов Sm-Co в качестве материалов для производства постоянных магнитов обусловлено тем, что готовый постоянный магнит имеет небольшие геометрические размеры, но достаточно большие значения максимального

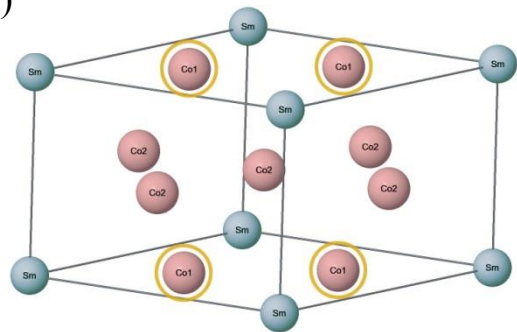
энергетического произведения $(BH)_{\text{макс}} = 100 \div 200 \text{ кДж} \cdot \text{м}^{-3}$, остаточной индукции $B_r = 0,8 \div 1 \text{ Тл}$, коэрцитивной силы по намагниченности $H_{CI} = 1200 \div 1800 \text{ кА} \cdot \text{м}^{-1}$, по индукции $H_{CB} = 620 \div 770 \text{ кА} \cdot \text{м}^{-1}$, температуры Кюри $T_C = 750 \text{ К}$.

Также к достоинствам данного типа магнитов можно отнести наилучшую термическую стабильность при рабочих температурах 250-350°C, устойчивость к коррозии. Однако область использования Sm-Co-магнитов достаточно низкая в виду высокой стоимости РЗМ-составляющих.

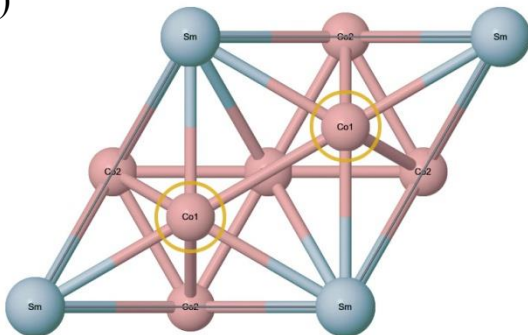
A1)



A2)



Б1)



Б2)

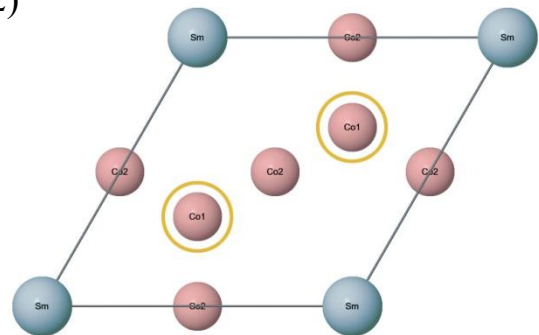


Рисунок 1.1 – Элементарная ячейка интерметаллического соединения SmCo_5 (A1-A2), вид снизу (Б1-Б2). Обозначения: ● - атомы Sm, ● - атомы Co, ○ - атомы Co в позиции 2с.

1.2. Соединение $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$: кристаллическая структура, магнитные свойства

Высокая стоимость производства постоянных магнитов на основе соединений Sm-Co стала причиной поиска новых магнитных материалов. Критерием отбора служило такое же значение максимального энергетического произведения, как и в Sm-Co-системах, и относительно низкая стоимость.

Интерметаллическое соединение $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ имеет тетрагональную кристаллическую решетку, пространственная группа симметрии $P42/mnm$ ($L_44L_24P_1P_1C$). Элементарная ячейка с параметрами: $a = b = 8,79\text{\AA}$, $c = 12,18\text{\AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ представлена на рисунке 1.2. Кристаллографические позиции данной пространственной группы симметрии для атомов Nd (позиции Вайкоффа) – $4f$ (0.357, 0.357, 0), $4g$ (0.770, 0.230, 0); для атомов Fe – $4c$ ($0, \frac{1}{2}, 0$), $8j_1$ (0.098, 0.098, 0.294), $16k_1$ (0.567, 0.225, 0.374), $4e$ (0, 0, 0.116), $8j_2$ (0.318, 0.318, 0.225), $16k_2$ (0.124, 0.124, 0); для атомов B – $4f$ (0.124, 0.124, 0) [8].

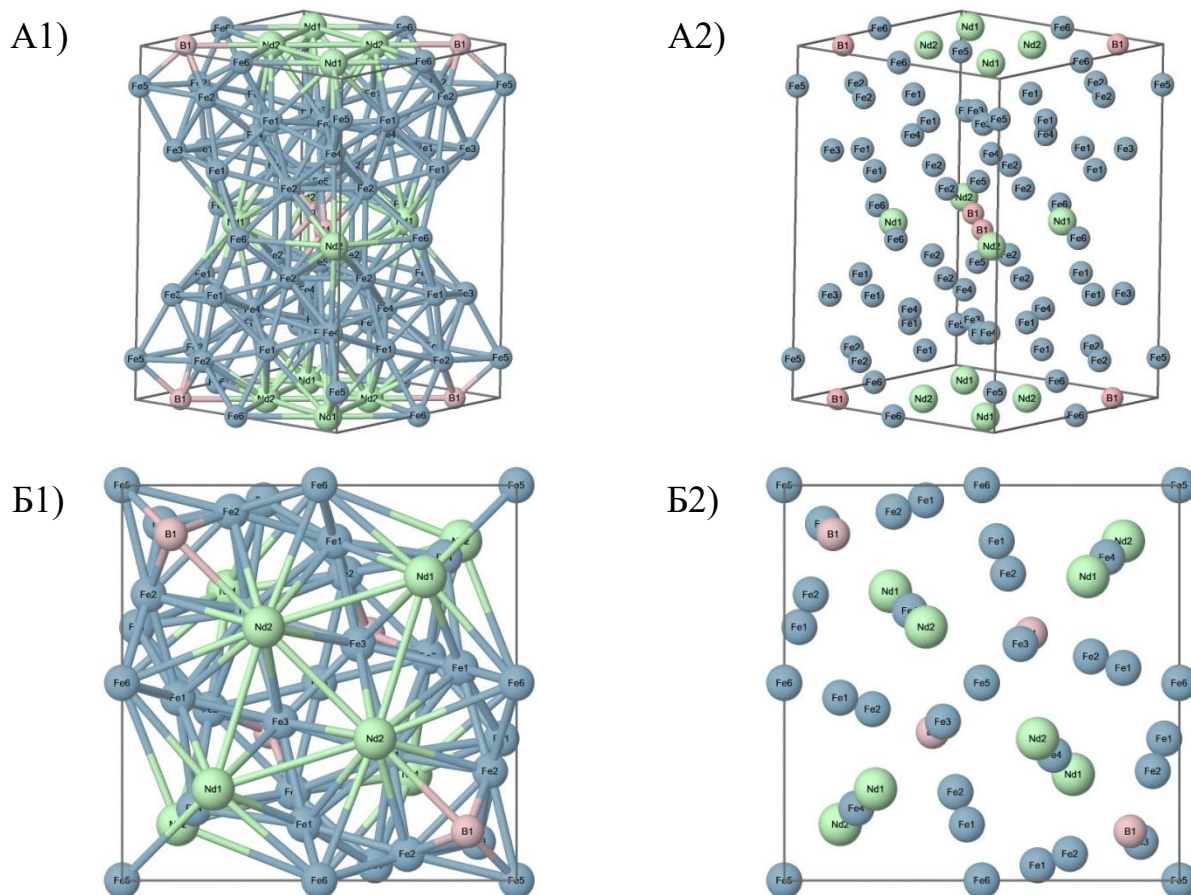


Рисунок 1.2 – Элементарная ячейка интерметаллического соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (A1-A2), вид снизу (B1-B2).

Обозначения: ● - атомы Nd, ● - атомы Fe, ● - атомы B.

Магнитная структура соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ представлена наличием двух магнитных подрешеток: подрешетки атомов Nd и подрешетки атомов Fe. Аналогично Sm-Co , ориентация спиновых моментов атомов Nd и Fe антипараллельна, поэтому результирующее значение намагниченности складывается из соответствующих значений каждой из подрешеток. Намагниченность насыщения соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ $\sigma_s = 165 \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{кг}^{-1}$ ($I_s = 1,28 \text{ MA} \cdot \text{м}^{-1}$). Температура Кюри $T_c = 588 \text{ K}$. Интерметаллическое

соединение $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ характеризуется магнитокристаллической анизотропией типа «легкая ось» ($\vec{I}_S \parallel$ оси c), константа анизотропии $K_1 = 4,9 \text{ МДж} \cdot \text{м}^{-3}$ ($K_1^{Fe} = 1,1 \text{ МДж} \cdot \text{м}^{-3}$, $K_1^{Nd} = 3,8 \text{ МДж} \cdot \text{м}^{-3}$); величина поля анизотропии, внешнего магнитного поля, необходимого для намагничивания до насыщения образца из материала $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ вдоль трудной оси ($\vec{I}_S \perp$ оси c), $\mu_0 H_a = 7,7 \text{ Тл}$ [14-18].

Впервые значение максимального энергетического произведения $(BH)_{\text{макс}} = 440 \text{ кДж} \cdot \text{м}^{-3}$ было достигнуто в магнитах Nd-Fe-B. Однако, данное значение может быть увеличено, согласно теоретическим оценкам, до $(BH)_{\text{макс}} = 512 \text{ кДж} \cdot \text{м}^{-3}$.

Технические параметры постоянных магнитов на основе Nd-Fe-B: остаточная индукция $B_r = 0,8 \div 1,2 \text{ Тл}$, коэрцитивная сила по намагниченности $H_{cl} = 400 \div 1500 \text{ кА} \cdot \text{м}^{-1}$, по индукции $H_{cb} = 400 \div 1300 \text{ кА} \cdot \text{м}^{-1}$, температуры Кюри $T_c = 420 \text{ К}$. К недостаткам Nd-Fe-B-магнитов можно отнести относительно невысокую рабочую температуру (до 150°C), неустойчивость к агрессивным разрушающим средам, поэтому поверхность готовых магнитов покрывается цинком, медью, никелем.

1.3. Доменная структура ферромагнетиков: понятие, причина образования в магнетиках

Общепринято под термином магнитная доменная структура понимать микромагнитную структуру с пространственным распределением магнитных моментов в объёме образца. Форма доменов, их размер, взаимное расположение доменов и доменных границ (стенок) — все это входит в понятие «доменная структура» (ДС) магнетика [19]. Ферромагнитный домен — небольшая, но макроскопическая область спонтанной намагниченности, внутри которой магнитные моменты атомов направлены параллельно друг другу, благодаря наличию особой формы кулоновского взаимодействия — обменного взаимодействия. Доменная граница (стенка) — слой с непараллельными магнитными моментами, которые разделяют домены с различной ориентацией намагниченности.

Впервые идея о существовании внутри ферромагнитного тела особого «молекулярного поля» была высказана в 1892 г. русским физиком Б. Л. Розингом, который называл это поле «частичной магнитной силой», вызываемой «магнитным движением» [20]. Первая количественная теория, описывавшая свойства ферромагнетиков, была разработана Вейссом в 1907 году [21]. Он выдвинул две гипотезы:

- 1) в ферромагнетиках существует внутреннее магнитно-молекулярное поле, которое упорядочивает элементарные магнитные моменты в интервале температур $0 < T < T_c$, в результате чего, в отсутствие внешнего магнитного поля в ферромагнетиках возникает спонтанная намагниченность \vec{I}_S , обусловленная обменным взаимодействием;
- 2) всякий ферромагнетик в интервале температур $0 < T < T_c$ разбивается на макроскопические области (магнитные домены), в каждой из которых существует ненулевая спонтанная намагниченность \vec{I}_S в отсутствие внешнего магнитного поля, но направление векторов \vec{I}_S в различных доменах различно.

Позднее в 1919 г. Г.Баркгаузен [22] обнаружил, что намагничивание ферромагнетика сопровождается многочисленными скачками намагниченности - эффект, получивший название эффекта Баркгаузена [23]. В работе [24] Сикстусу и Тонксу удалось получить крупные магнитные домены, прикладывая растягивающее напряжение к образцу в виде проволоки из пермаллоя (железоникелевого сплава). Эксперименты, выполненные по их методике, подтвердили существование магнитных доменов. Реализовать попытку увидеть доменную структуру с помощью микроскопа попробовали первыми, независимо друг от друга, в 1932 г. Ф. Биттер и тандем Хамоса и Тиссена. В своих экспериментах [25], [26] они наносили на поверхность ферромагнетика суспензию с содержанием мелких взвешенных ферромагнитных частиц, а с помощью микроскопа рассматривали полученное изображение доменов. Теоретическое описание доменной структуры, причин её возникновения в магнитном материале впервые представили в 1935 году советские ученые Л. Д. Ландау и Е. М. Лифшиц [27].

Первые расчёты доменной структуры с учётом магнитостатической энергии были проведены Неелем в 1944 г. [28], которые были подтверждены экспериментами Уильямса, Бозорта и Шокли [29]. Из-за недостатка математического аппарата, невозможности решения теоретической задачи о доменной структуре в общем виде высокими темпами развивались технологии и методики исследования ДС магнетиков.

В настоящее время к основным методам наблюдения доменной структуры можно отнести:

1. Метод Акулова-Биттера (метод порошковых фигур), техника которого заключается в нанесении тонкого слоя коллоида на поверхность шлифа. Ферромагнитные частицы

собираются над доменными границами, потому что именно там наблюдается наибольший градиент магнитного поля. Данный метод является достаточно распространенным, поскольку можно исследовать любые образцы независимо от ориентации поверхности шлифа, его качества и типа анизотропии. Однако существенным недостатком является то, что нельзя прямо определить направление вектора спонтанной намагниченности \vec{I}_S в домене.

2. Магнитооптический метод наблюдения доменной структуры, основанный на эффекте Керра. Он используется в данной работе для выявления изображений ДС. Его суть заключается в том, что, если линейно поляризованный луч света падает на ферромагнетик, обладающий некой намагниченностью, плоскость поляризации отраженного луча поворачивается на угол, зависящий от направления и пропорциональный величине намагниченности \vec{I} домена.

3. Оптический метод на основе эффекта Фарадея. Этот метод некий аналог предыдущего, поскольку также связан с поворотом плоскости поляризации света, но при прохождении света через ферромагнитную среду. Угол поворота зависит от величины и направления вектора намагниченности \vec{I} , оптической длины пути и длины волны падающего света. Но исследования таким способом могут быть проведены только для прозрачных магнетиков. Чаще всего он применяется для экспериментов с плёнками ферритов-гранатов – $R_3Fe_5O_{12}$.

4. Нейтронография относится к дифракционным методам исследования структуры кристаллического вещества. По картинам дифракции тепловых нейтронов (нейтрон имеет магнитный момент) на кристаллах ферромагнетиков можно определить распределение магнитных моментов, а также исследовать доменную структуру.

5. Метод лоренцевской электронной микроскопии. Данный метод позволяет наблюдать ДС тонких магнитных плёнок с помощью электронного микроскопа. Электронный пучок, проходя через плёнку, под влиянием силы Лоренца отклоняется в разных доменах на различные углы. В фокальной плоскости проекционной электронной линзы появляется изображение доменных стенок в виде чёрных или светлых линий [23]. Ограничением метода является то, что исследуемые образцы должны иметь небольшую толщину, чтобы сквозь них мог проходить электронный пучок.

На рисунке 1.3 представлены изображения, полученные различными методами наблюдения доменной структуры.

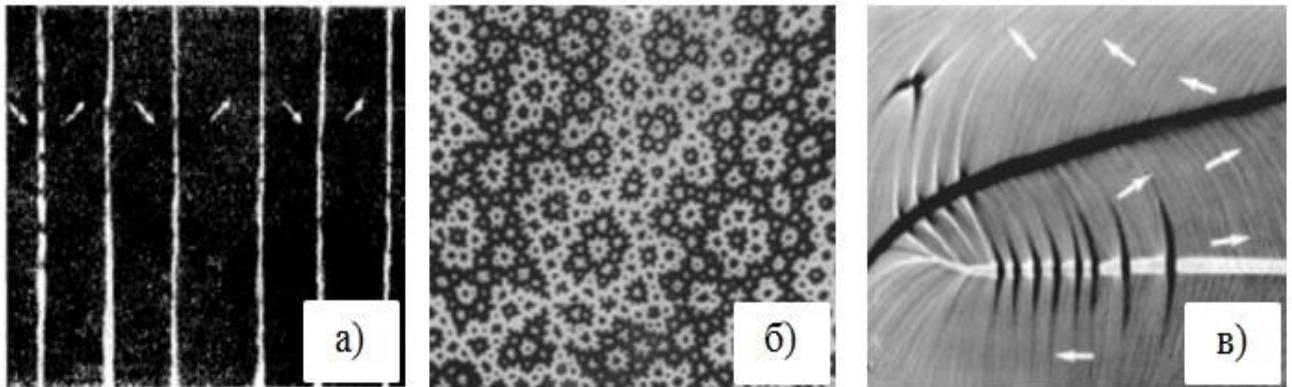


Рисунок 1.3 - а) Простая доменная структура в монокристалле Si-Fe. Изображение получено с помощью метода магнитных порошковых структур. б) Доменная структура массивного магнитоодноосного кристалла на плоскости, перпендикулярной ОЛН, выявленной с помощью эффекта Керра [19]. в) доменные границы различного типа, выявляемые с помощью Лоренцевской микроскопии [30].

Высокий темп развития технологий и методик исследования ДС магнетиков (метод порошковых фигур, магнитооптические методы на основе эффектов Керра и Фарадея, нейтронография, метод лоренцевской электронной микроскопии) позволил получить большое количество экспериментальных данных, подтверждающих гипотезы Вейсса. Однако из-за недостатка математического аппарата найти аналитическое выражение для распределения векторов спонтанной намагниченности \vec{I}_S в общем виде на данный момент невозможно.

В связи с этим, теоретические задачи о размерах и форме доменов, о структуре доменных границ, о влиянии магнитного поля, температуры и других факторов на доменную структуру можно решить чисто термодинамически, основываясь на энергиях, связанных с различными взаимодействиями в ферромагнетике. В 1935 году Л.Д. Ландау и Е.М. Лифшиц показали, что конкуренция между вкладами в полную энергию ферромагнитного образца приводит к образованию доменной структуры [27]. Для равновесной магнитной структуры выполняется условие минимума полной энергии образца в целом, учитывая также его форму и размеры.

Полная энергия E исследуемого ферромагнетика складывается из:

1. Обменной энергии $E_{\text{обм}}$ – энергии квантового взаимодействия между спиновыми магнитными моментами соседних атомов, являющейся причиной образования спонтанной намагниченности \vec{I}_S .

Выражение для нахождения обменной энергии:

$$E_{\text{обм}} = -2J_{ij} \sum_{ij} (\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j) \quad (1)$$

J_{ij} – обменный интеграл, величина которого зависит от расстояния между атомами i и j , \vec{S}_i, \vec{S}_j – спиновые магнитные моменты атомов i и j . Для оценки плотности обменной энергии соседних спиновых моментов S в решётке, когда угол φ между ними достаточно мал:

$$\varepsilon_{\text{обм}} = -2JS^2 \cos\varphi \quad (2)$$

Для примера: объёмная плотность энергии кубического кристалла при условии равенства спинов будет равна:

$$E_{\text{обм}} = A \left[(\nabla\alpha_x)^2 + (\nabla\alpha_y)^2 + (\nabla\alpha_z)^2 \right], \quad (3)$$

где ∇ – градиент, α – направляющий косинус спина S , A – обменный параметр, зависящий от типа кристаллической решётки.

В ферромагнетиках эта энергия минимальна, когда все магнитные моменты атомов параллельны друг другу.

2. Энергии магнитокристаллической анизотропии (МКА) E_A – энергия, зависящая от направления намагниченности относительно оси легкого намагничивания. В кристаллических образцах существуют оси легкого и трудного намагничивания (ОЛН и ОТН соответственно). Вектор намагниченности \vec{I} стремится сориентироваться вдоль кристаллографического направления, соответствующего ОЛН, поскольку для намагничивания кристалла вдоль других направлений потребуется приложить более сильные магнитные поля. На рисунке 1.4 приведены элементарные ячейки для Fe, Ni и Co с указанием кристаллографических направлений и кривые намагничивания монокристаллов вдоль этих направлений.

Энергия МКА – это работа внешнего поля, которую необходимо затратить для поворота вектора спонтанной намагниченности \vec{I}_S из положения, соответствующего ОЛН, в положение, параллельное направлению внешнего магнитного поля. В общем виде выражение для этой энергии записывается в виде:

$$E_A = K_{n_x, n_y, n_z} \alpha_x^{n_x} \alpha_y^{n_y} \alpha_z^{n_z} \quad (4)$$

где K_{n_x, n_y, n_z} - константы МКА, $\alpha_x^{n_x}, \alpha_y^{n_y}, \alpha_z^{n_z}$ - направляющие косинусы вектора спонтанной намагниченности \vec{I}_S относительно осей декартовой системы координат.

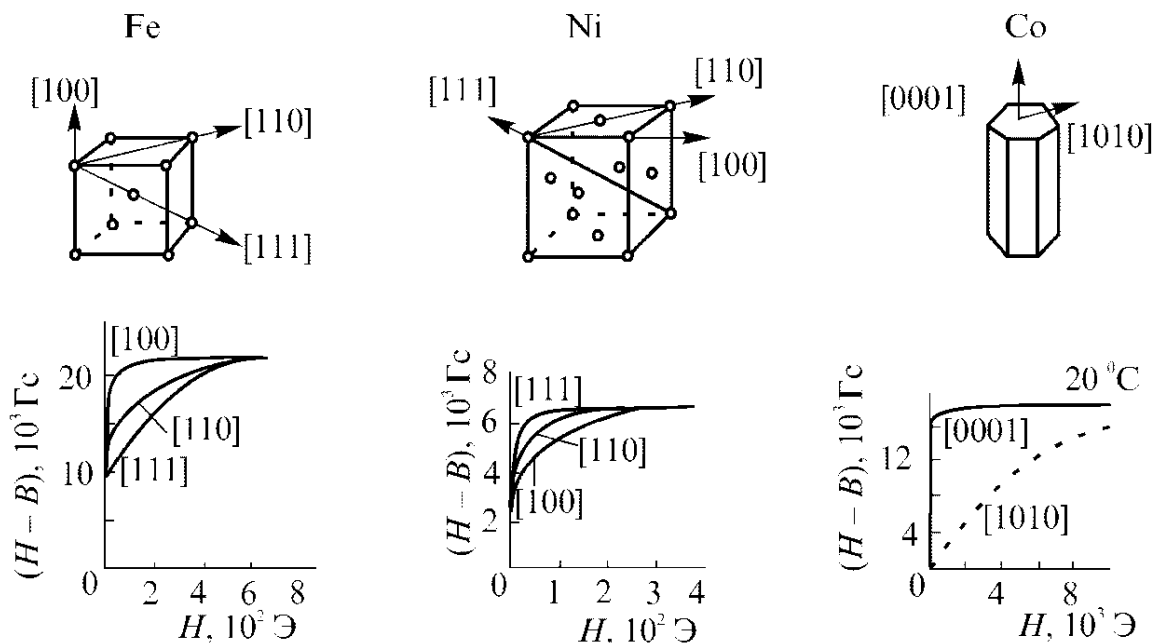


Рисунок 1.4 - Кривые намагничивания монокристаллов железа (Fe), никеля (Ni), кобальта (Co) вдоль главных кристаллографических направлений [31].

Вернемся к примеру про кубический кристалл, в этом случае энергия МКА может быть записана в виде:

$$E_A = K_0 + K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + K_3(\alpha_1^4 \alpha_2^4 + \alpha_2^4 \alpha_3^4 + \alpha_1^4 \alpha_3^4) + \dots \quad (5)$$

K_0, K_1, K_2, K_3 - константы МКА, $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ - направляющие косинусы вектора спонтанной намагниченности \vec{I}_S , сумма квадратов которых равна единице:

$$\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + \alpha_3^2 = 1 \quad (6)$$

Минимальное значение энергии магнитокристаллической анизотропии достигается при ориентации вектора намагниченности вдоль оси легкого намагничивания.

3. Магнитостатической энергии $E_{\text{мст}}$ - энергии полей рассеяния. Объёмная плотность энергии взаимодействия ферромагнетика с собственным размагничивающим полем равна:

$$E_{\text{мст}} = -\frac{1}{2}(\vec{H}_0 \cdot \vec{I}) \quad (7)$$

\vec{H}_0 – напряженность собственного размагничивающего поля, \vec{I} – вектор намагниченности ферромагнетика. Состояние однородной намагниченности может быть реализовано только для образцов в форме эллипсоида. Напряженность собственного поля размагничивания связана с вектором намагниченности \vec{I} коэффициентом пропорциональности N , который носит название – размагничивающий фактор (фактор формы) ферромагнетика.

$$\vec{H}_0 = -N\vec{I} \quad (8)$$

Причина возникновения доменной структуры – уменьшение магнитостатической энергии образца за счёт возникающих полей рассеяния.

Разделение на домены (рисунок 1.5) сопровождается возникновением большого числа доменных границ. Разбиение заканчивается тогда, когда затраты энергии на создание переходной области могут компенсироваться соответствующим уменьшением магнитостатической энергии. Магнитостатическая энергия наиболее проста с точки зрения физики и, напротив, очень трудна в плане математического аппарата.

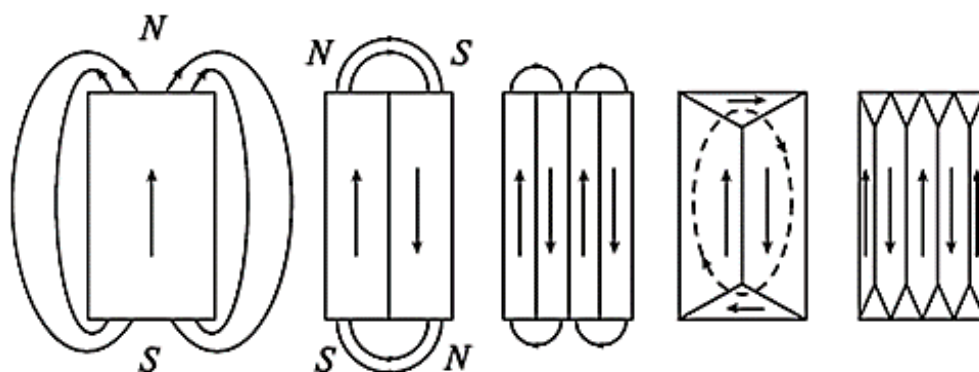


Рисунок 1.5 - Схема процесса разбиения ферромагнетика на домены. Крайняя конфигурация ДС носит название структуры Ландау и Лифшица.

4. Упругой E_y и магнитоупругой энергии E_λ . Вторая связана с явлением магнитоупругости, т.е. изменением при намагничивании образца его формы и размеров. Однако увеличению магнитоупругой деформации препятствует возрастание упругой энергии E_y . Её объёмная плотность равна:

$$E_y = 1/2 C_{ijkl} e_{kl} e_{ij} \quad (9)$$

C_{ijkl} – тензор упругих констант 4 ранга (81 компонента), e_{kl}, e_{ij} – деформации. Магнитоупругая энергия определяет вид дополнительных доменов. Для кубического

кристалла с учётом первых трех членов разложения в ряд выражение для магнитоупругой энергии принимает вид:

$$E_{\text{му}} = b_0(e_{11} + e_{22} + e_{33}) + b_1 \left[\left(\alpha_1^2 - \frac{1}{3} \right) e_{11} + \left(\alpha_2^2 - \frac{1}{3} \right) e_{22} + \left(\alpha_3^2 - \frac{1}{3} \right) e_{33} \right] + b_2 [\alpha_1 \alpha_2 (e_{12} + e_{21}) + \alpha_1 \alpha_3 (e_{13} + e_{31}) + \alpha_2 \alpha_3 (e_{23} + e_{32})] \quad (10)$$

$\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ – направляющие косинусы вектора \vec{l}_S , $e_{i,j}$ – деформации, b_1, b_2, b_3 – константы магнитоупругой связи.

5. Энергии во внешнем магнитном поле E_H , которая определяется формулой:

$$E_H = -(\vec{H}_e \cdot \vec{I}) \quad (11)$$

\vec{H}_e – напряженность внешнего магнитного поля, \vec{I} – вектор намагниченности ферромагнетика. Условие минимума для этого вклада энергии достигается при параллельной ориентации векторов напряженности магнитного поля \vec{H}_e и намагниченности образца \vec{I} .

1.4. Процесс перемагничивания магнетиков

Доказательство того, что в магнитном материале происходит разбиение на домены, позволило определить типы процессов намагничивания в ферромагнетиках. Существуют два механизма, которые играют основную роль в этом процессе: смещение доменных границ и поворот вектора намагниченности \vec{I} .

На рисунке 1.6 представлено схематичное изображение кривой намагничивания $I(H)$ с выделенным указанием участков, характеризующих ход данной кривой.

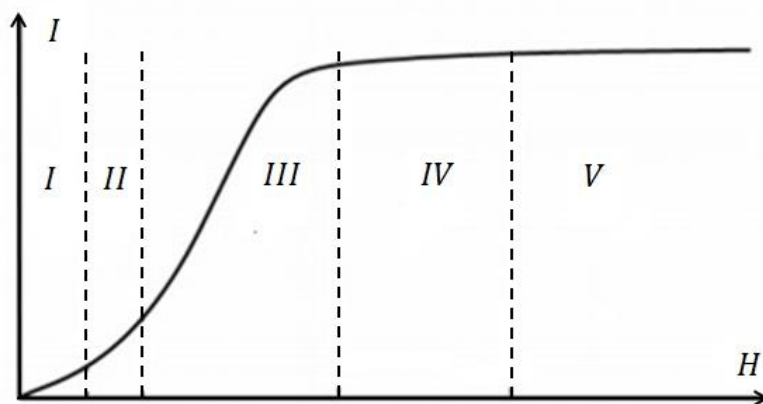


Рисунок 1.6 - Схематичное изображение кривой намагничивания. Участок I соответствует области первоначального намагничивания; II – область Рэлея; III – область наибольших проницаемостей; IV – область приближения к насыщению; V – область парапроцесса.

Для области начального намагничивания (рисунок 1.6(I)) характерна линейная зависимость намагниченности от внешнего магнитного поля. Постоянным коэффициентом пропорциональности является магнитная восприимчивость χ . Данная область соответствует участку обратимых процессов перемещения доменных границ: изменение намагниченности ΔI при возрастании или убывании напряженности магнитного поля H прямо пропорционально этому изменению ΔH . Для магнитомягких материалов на данном этапе намагничивание обусловлено процессами обратимого смещения доменных границ, но оно не наблюдается, если материал обладает сильно выраженной одноосной магнитной анизотропией. Для магнитотвёрдых материалов, наоборот, решающее значение имеют процессы вращения вектора намагниченности \vec{I} в доменах [32].

В области Рэлея (рисунок 1.6(II)) в аналитической зависимости $I(H)$ добавляется дополнительное слагаемое: намагниченность образца квадратично возрастает относительно изменения напряженности внешнего магнитного поля:

$$I = \chi_n H + R H^2 \quad (12)$$

R – постоянная Рэлея. Намагничивание на данном этапе в основном осуществляется за счёт, как обратимых, так и необратимых процессов смещения доменных границ. На участке наибольших проницаемостей (рис. 1.6(III)) можно отметить значительный рост намагниченности магнетика. Величина дифференциальной магнитной восприимчивости достигает максимума:

$$\chi_d = dI/dH \quad (13)$$

При увеличении напряженности внешнего магнитного поля на этом участке намагниченность образца будет испытывать ступенчатое изменение, так называемый «эффект Баркгаузена», который связан с необратимым смещением доменных границ в образце, то есть росте доменов «одного знака» за счёт убыли доменов «другого». Здесь наблюдается и такое явление как магнитная вязкость, связанное с запаздыванием во времени изменения намагниченности ΔI относительно изменения поля ΔH . Конечной границей данной области можно считать те значения магнитных полей, при которых магнитная восприимчивость, достигнув максимума, испытывает сильный регресс. Здесь значительную роль играют процессы вращения вектора намагниченности в домене.

При приближении намагниченности I к насыщению начинается область IV (рисунок 1.6(IV)). Изменение намагниченности ферромагнетика возможно лишь путем поворота вектора намагниченности \vec{I} вдоль направления внешнего магнитного поля \vec{H} . Нередко при достаточно больших полях можно увидеть незначительный рост намагниченности образца. Данный участок соответствует парапроцессу (рисунок 1.6(V)). Это явление связано с выстраиванием элементарных магнитных моментов, отклоняемых тепловым движением, вдоль вектора напряженности магнитного поля \vec{H} . Количественный прирост намагниченности мал.

Для процессов намагничивания ферромагнетиков в основном характерна их необратимость. Одному и тому же значению магнитного поля могут соответствовать различные значения намагниченности. Эта особенность поведения магнитного вещества называется гистерезисом (рисунок 1.7).

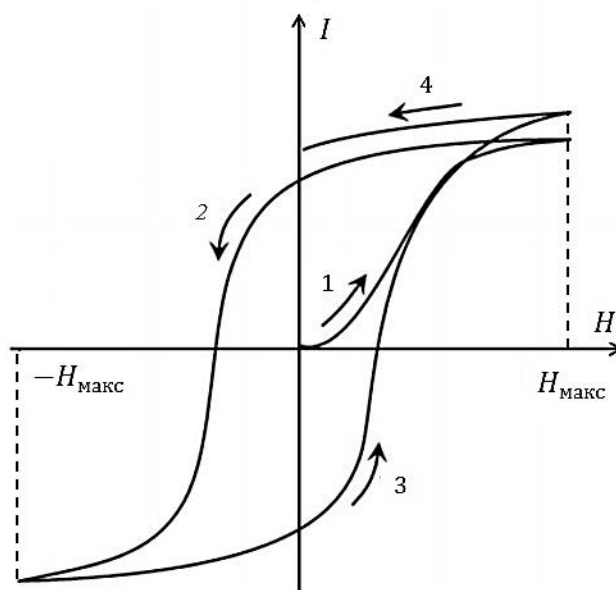


Рисунок 1.7 - Схематическое изображение петли гистерезиса. 1) первоначальное намагничивание внешним магнитным полем до значения $+H_{\text{макс}}$; 2) последующее уменьшение поля до значения, равного $-H_{\text{макс}}$; 3) следующее возрастание поля; 4) уменьшение значения напряженности магнитного поля до нуля.

Отличие в ходе кривых связано с неустановившимся циклом перемагничивания. После нескольких повторений, изменения намагниченности в каждом цикле будут повторяться.

1.5. Особенности процессов перемагничивания высокоанизотропных магнитоодноосных магнетиков

Знание механизмов процессов намагничивания и перемагничивания, понимание причин магнитного гистерезиса позволяют целенаправленно изменять свойства магнитных материалов, непрерывно повышать уровень важнейших технических параметров. [33]

Механизм коэрцитивности в коммерчески доступных микрокристаллических спеченных магнитах, например, Nd-Fe-B, SmCo₅, Sm₂Co₁₇ или ферритах, обычно делится на два семейства: зародышеобразования доменов обратного знака и задержки смещения ДГ на структурных неоднородностях [35-39].

Механизм коэрцитивной силы зародышеобразования отвечает за улучшенные магнитотвердые свойства наиболее мощных современных спеченных постоянных магнитов. В таких магнитах размагничивание зерен матричной фазы размером 2-20 мкм инициируется внутри примыкающего к поверхности небольшого зародышевого объёма, где происходит перемагничивание за счет тепловых флуктуаций или под действием внутреннего магнитного поля противоположного намагниченности направления. Таким образом, коэрцитивная сила этих важных классов функциональных магнитных материалов во многом определяется магнитным состоянием тонкого поверхностного слоя отдельного зерна, и более глубокое понимание процессов, происходящих на наноуровне внутри тонкого поверхностного слоя, могло бы помочь дальнейшему совершенствованию современных магнитотвердых материалов.

Термин "зародышеобразование" относится к явлению, в котором после образования зародыша (домена с противоположным направлением вектора намагниченности) перемагничивание осуществляется без задержек, что приводит к выводу об отсутствии в объёме образца значительного закрепления доменной границы. Что касается другого механизма, то движение доменной стенки фиксируется из-за локальных изменений внутренних магнитных свойств, а именно намагниченности, обменного взаимодействия и магнитокристаллической анизотропии, которые приводят к постепенным или резким колебаниям энергии доменной стенки и, таким образом, создают силы отталкивания или притяжения, препятствующие движению магнитной доменной стенки [34]. Ранее [40] указывалось, что можно предусмотреть множество

типов дефектов, включая различные геометрические, химические и кристаллические неровности, которые изменяют локальные магнитные свойства. Эти дефекты затем влияют на магнитное поведение всей частицы, образуя участки, в которых облегчается зарождение процесса перемагничивания.

Процессы формирования доменной стенки обычно включают в себя два критических поля: 1) поле зарождения (H_z), которое отвечает за появление домена обратного знака в образце в состоянии магнитного насыщения, и 2) поле де-пиннинга (открепления) ($H_{от}$), необходимое для высвобождения зафиксированной доменной границы от ее мест закрепления [41]. Однако следует отметить, что экспериментально иногда трудно отличить истинный процесс зародышеобразования от локального «открепления» уже существующей доменной стенки. Таким образом, зародышем может называться любая небольшая область, из которой перемагничивание распространяется на конечную величину при определенном постоянном внутреннем поле. Значение данного поля превышает коэрцитивность свободно движущейся доменной границы.

В работе [42] автор делит такие области на два вида. В предложенной модели зародыши представляют собой ядра, ни одно из которых не обладает какими-либо необычными или несимметричными свойствами. Данный подход позволяет описать большое разнообразие явлений, связанных с зависимостью коэрцитивной силы от магнитного поля в порошкообразных материалах и полем зародышеобразования H_z в отдельных частицах высокоанизотропных материалов.

Зародышем I типа называется небольшая область обратной намагниченности, окруженная локально закрепленной границей домена, считается ядром в соответствии с приведенным выше определением. Как только локальное поле закрепления H_z будет превышено, стенка будет быстро перемещаться, что приведет к скачку намагниченности. Массовое закрепление стенки, в смысле вмешательства в движение стенки практически постоянной площади из-за рассеивания множества неоднородностей, здесь не рассматривается, но учитывается в коэрцитивности стенки. Локальное закрепление может быть вызвано одним или очень небольшим количеством дефектов. Движущаяся доменная граница может оставлять после себя фрагменты в местах локального закрепления, которые, скорее всего, находятся, в основном, вблизи поверхности. Такой зародыш является ядром первого типа. Он выйдет из своего локального энергетического минимума в любом направлении в поле, достаточно большом, чтобы сместить его, в

одном случае снова изменив намагниченность, в другом случае, полностью исчезнув. В дальнейшем, величина этого локального поля считается одинаковой для обоих направлений движения. Это представляет собой простейшую физическую ситуацию и во многих случаях приводит к вполне разумным количественным прогнозам.

Дефект может привести к образованию зародыша II типа перемагничивания при его взаимодействии с локальной намагниченностью. Например, сильные локальные размагничивающие поля, которые могут присутствовать в углах [43], углублениях [44] или немагнитных включениях [45], способствуют образованию небольшой области обратной намагниченности. Неоднородности с различными константами анизотропии или намагниченности могут вызывать то же самое. Опять же, локальная дезориентация решетки может привести к частичному образованию доменной стенки. В любом случае, достаточно большое значение магнитного поля может удалить область такого типа во время намагничивания, но в какой-то момент во время его уменьшения область образуется снова, и в какой-то определенный момент будет инициировано скачкообразное изменение намагниченности при определенном значении магнитного поля. После изменения намагниченности зародыш снова будет присутствовать, но с противоположным направлением вектора намагниченности. Существенное отличие этого типа зародыша от зародыша I типа заключается в том, что зародыш II типа не может быть деактивирован. Он "срабатывает" при своем собственном значении магнитного поля, которое абсолютно не зависит от предыстории. Его поведение «симметрично» в том смысле, что он присутствует для любого направления намагничивания с одинаковой величиной магнитного поля скачка. Если в одной частице присутствует несколько таких дефектов, тот, который активируется легче всего, зафиксирует значение поля скачка, которое когда-либо может быть достигнуто в этой частице, независимо от того, насколько большое по величине магнитное поле прикладывается.

Используя понятия данных двух типов зародышей, авторы [42] определили связь между процессом движения доменной стенки и намагничивания. Если в образце присутствует свободно движущаяся стенка, кривая намагниченности M в зависимости от приложенного поля H принимается такой, как показано на рисунке 1.8. $H_{\text{разм}}$ - это собственное поле размагничивания, обусловленное геометрической формой образца; движение стенки бесконечно легкое, наклонная линия соответствует нулевому внутреннему полю $H_{\text{вн}}$ на стенке. На практике такие петли демонстрируют некоторое

отклонение от этих идеализаций, будучи слегка изогнутыми и имея малую, но ненулевую ширину.

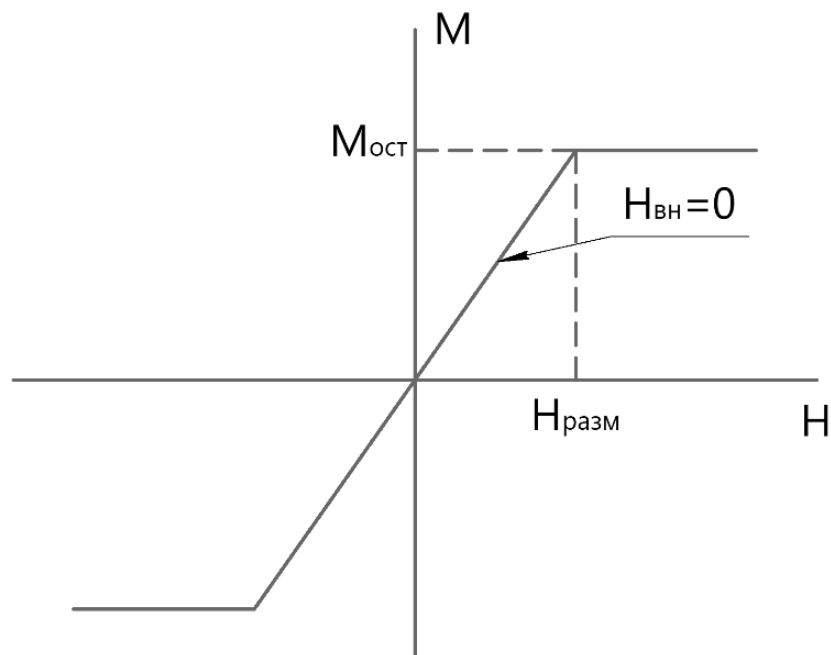


Рисунок 1.8 - Поведение намагниченности M как функции приложенного поля H для частицы, содержащей свободно движущуюся стенку.

Когда стенка движется, она оставляет после себя зародыши в областях с высокой концентрацией дефектов, в основном вблизи поверхности. Это схематически показано на рисунке 1.9. Картина, зафиксированная после движения стенки в одном направлении, обязательно отличаются от картины, полученной в результате ее движения в противоположном направлении. Такие области являются зародышами I типа. Конфигурации А и Е на рисунке 1.9 соответствуют $\pm M_{\text{ост}}$, за исключением очень малой намагниченности самих зародышей. Дальнейшее увеличение приложенного магнитного поля привело бы к перемагничиванию зародышей (их исчезновению) один за другим. С другой стороны, при уменьшении внешнего магнитного поля зародыши с противоположным направлением вектора намагниченности увеличили бы свою площадь. По мере своего движения они «уничтожили» бы оставшиеся зародыши того же знака и оставили бы после себя другую картину распределения магнитных моментов. Следует отметить, что зародыши II типа присутствуют в одном и том же месте для любого знака локальной намагниченности. Данный случай показан в состояниях А1 и Д1 на рисунке 1.9.

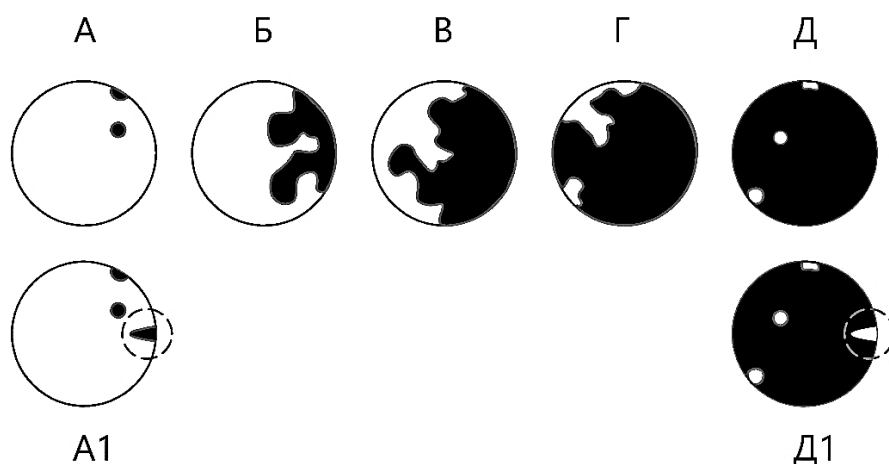


Рисунок 1.9 - Схематическое изображение конфигурации доменов, когда намагниченность M меняется с одного направления (состояние А) на противоположное (состояние Д). Зародыш II типа показан дополнительно в состояниях А1 и Д1 пунктирной линией (зародыш в форме шипа справа).

Поведение, обусловленное наличием зародышей I типа, описывается с помощью рисунка 1.10. Доменная стенка, движущаяся по образцу при увеличении внешнего магнитного поля, остановится в точке $H_{\text{разм}}$, при этом образец не будет полностью насыщен. Оставшиеся домены характеризуются локальным полем H_1 для движения в любом направлении. Если приложенное поле будет увеличиваться еще больше, доменная граница при поле, равном $H_{\text{разм}} + H_1$, покинет образец. Небольшое соответствующее увеличение $M_{\text{ост}}$ опущено для простоты. Соответствующий домен обратного знака больше не является зародышем перемагничивания.

С другой стороны, если значение внешнего магнитного поля H уменьшить от значения между $H_{\text{разм}}$ и $H_{\text{разм}} + H_1$, стенка вырвется при значении магнитного поля скачка $(H_{\text{ск}})_1 = H_{\text{разм}} - H_1$ и быстро начнет двигаться до $M = M_1$. В этой точке она остановится, поскольку локальное поле равно нулю. Дальнейшие изменения H переместят стенку, что соответствует $H_{\text{вн}} = 0$. Если бы значение магнитного поля вернулось к H между $H_{\text{разм}}$ и $H_{\text{разм}} + H_1$, а затем уменьшилось, скачок произошел бы еще раз при $(H_{\text{ск}})_1$. При $H > H_{\text{разм}} + H_1$ зародыш №1 будет перемагничен.

Предположим, что другой зародыш №2 с характерным локальным полем H_2 так же наблюдался бы на поверхности образца после процесса движения доменной границы. Тогда для значения магнитного поля H между $H_{\text{разм}} + H_1$ и $H_{\text{разм}} + H_2$ поле скачка намагниченности от $M_{\text{ост}}$ к M_2 было равно $(H_{\text{ск}})_2 = H_{\text{разм}} - H_2$. Те же соображения

применимы к серии различных конфигураций доменной структуры, наблюдаемые после смещения доменной границы, движущейся в другом направлении, пока $M = -M_{\text{ост}}$ при $H = -H_{\text{разм}}$.

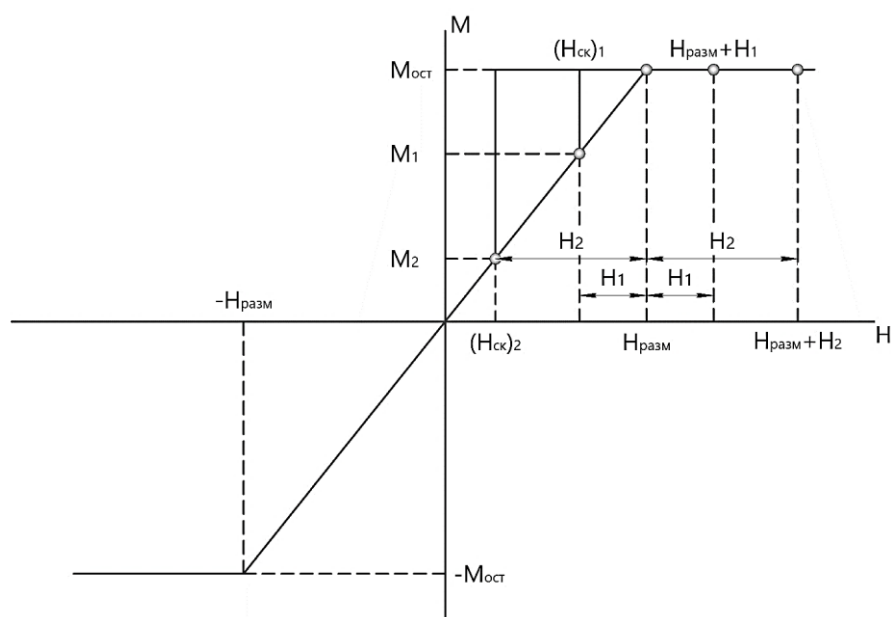


Рисунок 1.10 - Диаграмма поведения намагниченности в приложенном внешнем магнитном поле с учетом присутствия зародышей I типа

Так же можно предсказать магнитное поведение образца, в котором наблюдаются зародыши разных типов. Это показано на рисунке 1.11 для образца с четырьмя зародышами в двух направлениях намагничивания.

В процессе намагничивания-размагничивания в какой-то момент происходит внезапное падение до постоянного значения поля скачка намагниченности ($H_{\text{ск}}$), соответствующего срабатыванию наиболее активного присутствующего зародыша II типа. На рисунке 1.11 также проиллюстрированы три различных типа предельного поведения зародышей II типа. Показаны три таких возможных зародыша, имеющих характерные поля $H_{\text{разм}} - H_x$, $H_{\text{разм}} - H_y$, $H_{\text{разм}} - H_z$. В каждом случае такой зародыш устанавливает предел для поля скачка ($H_{\text{ск}}$). Скачки намагниченности не могут происходить вне определяемой им петли. Для зародыша X эти предельные скачки происходят при $H > H_{\text{разм}} + H_x$ справа и $-H < -(H_{\text{разм}} + H_x)$ слева. Для Y они наблюдаются при $H > H_{\text{разм}} + H_y$ справа и $-H < -(H_{\text{разм}} + H_y)$ слева. Для Z они возникают всякий раз, когда H равно или больше поля скачка. Эти три ядра, конечно, иллюстрируют три отдельные ограничивающие возможности.

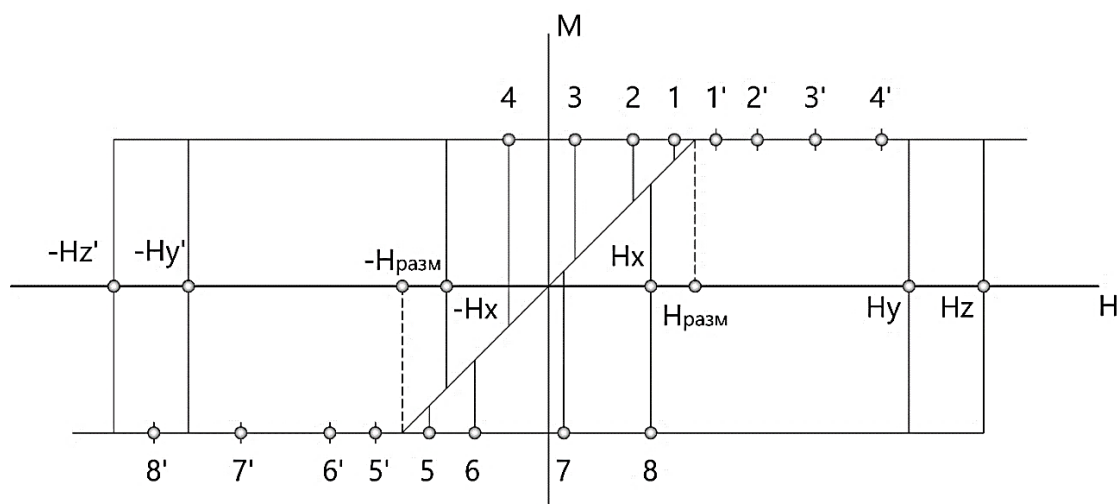


Рисунок 1.11 - Диаграмма петель гистерезиса для образца, содержащего восемь зародышей I типа, по четыре в каждом направлении намагничивания. Поля обозначены следующим образом: 1' соответствует полю $H = H_{\text{разм}} + H_1$, 1 - $H = H_{\text{разм}} - H_1$ и т. д. Также показаны три скачка намагниченности в образце с зародышами II типа в полях H_x , H_y , и H_z .

Если бы все три из них одновременно присутствовали в одной частице, то только петля, обусловленная зародышем X, когда-либо появилась бы. Если бы его удалили, например, в процессе травления, то ограничивающим полем скачка ($H_{\text{ск}}$) стал бы зародыш Y, тип поведения который наблюдался в работе [46].

Данная простая модель, включающая два типа зародышей, ни одно из которых не обладает какими-либо необычными или несимметричными свойствами, может описать большое разнообразие явлений, связанных с зависимостью коэрцитивной силы от внешнего магнитного поля в порошкообразных материалах и зародышеобразующих полей в отдельных частицах материалов с высокой анизотропией, включая ортоферриты и гексагональные оксиды, а также кобальт-редкоземельные элементы.

В спеченных магнитах типа $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ или SmCo_5 процесс перемагничивания обычно связан с зарождением доменов перемагничивания на дефекте поверхности отдельных кристаллических зерен, где локальная константа анизотропии K может быть резко снижена [47–50]. Зарождение может возникать из-за высоких локальных размагничивающих полей из-за неровностей поверхности (острые углы или ямки) или включений. Кроме того, структурные дефекты (дефект упаковки, антифазные границы и т. д.) и локальные изменения стехиометрии также могут приводить к резкому снижению локального значения константы K [51]. Следовательно, характеристики поверхности, в

частности шероховатость поверхности отдельных зерен/кристаллов, могут оказывать значительное влияние на процесс перемагничивания. Однако традиционные спеченные магниты представляют собой весьма сложные объекты, часто характеризующиеся несколькими фазами, кристаллографической текстурой, границами зерен, магнитными взаимодействиями между зернами, различными размерами и формами зерен и т. д. Следовательно, понимание влияния поверхностных дефектов на перемагничивание в случае этих объектов становится крайне сложной задачей, учитывая множество факторов, которые могут способствовать образованию центров зародышеобразования.

Для устранения этого ограничения эффективным подходом является использование простых модельных монокристаллических объектов. Более ранние исследования монокристаллических постоянных магнитов выявили, что улучшение поверхностных условий посредством химической полировки приводит к существенному повышению их коэрцитивной силы [52–66].

Монокристаллы считаются простейшими образованиями и в идеале не имеют границ зерен, представляет собой одной фазу и полностью устраняя эффект размера зерна. Однако крупные монокристаллы могут содержать внутренние структурные дефекты, такие как пустоты, субзеренные границы (малоугловые границы зерен) и т. д. Тем не менее, как было показано в предыдущих исследованиях [65,67], все процессы зародышеобразования в монокристаллических постоянных магнитах обычно происходят на поверхности. Таким образом, они служат прекрасными модельными объектами для изучения поверхностных дефектов и их влияния на коэрцитивную силу.

Так, в работе [68] были изучены свойства монокристаллов SmCo_5 . Было зафиксировано, что процесс перемагничивания данного образца был чрезвычайно чувствителен к состоянию поверхности. Также сделан вывод о том, что в процессе перемагничивания для сфер с шероховатыми поверхностями доминировал механизм смещения доменных границ, в то время как намагничивание для сфер с гладкими поверхностями осуществлялось посредством скачка из намагниченного состояния с вектором намагниченности \vec{I} , направленным условно вверх в состояние с \vec{I} , направленным в обратную сторону.

Работы Беккера [69] и Зейлстры [70] показали, что способность мелких частиц SmCo_5 реализовывать большую коэрцитивную силу зависит от размера частиц и/или состояния поверхности. Поэтому исследования магнитных свойств в данном случае

проводились для монокристаллических сфер с диаметрами в диапазоне от 0,2 см до 0,02 см. Особое внимание уделялось величине намагниченности насыщения I_s , а также влиянию на ее значение шероховатости поверхности исследуемых образцов. Для объяснения процесса перемагничивания в малых частицах в данной работе [68] были разработаны две модели: модель с доминирующим вкладом механизма зародышеобразования и модель с преобладанием пиннинга (закрепления доменных границ на структурных и химических неоднородностях). Первая модель предполагает, что плотность дефектов должна быть уменьшена, а вторая, что плотность дефектов должна быть увеличена, что, соответственно, приведет к увеличению коэрцитивной силы H_c . Очевидно, что для грамотного изготовления постоянных магнитов важно определить, какой процесс является доминирующим.

Обработка поверхностей осуществлялась методом электрополировки в смеси фосфорной кислоты и триоксида хрома. Приложенное напряжение варьировалось от 0 до 40 вольт. Магнитные свойства образцов были чрезвычайно чувствительны к состоянию поверхности. Для образцов, которые были погружены в полировальный раствор даже на долю секунды с приложенным напряжением 40 вольт, процесс перемагничивания происходил скачкообразно из полностью намагниченного состояния в состояние с меньшей энергией. Изначальная петля гистерезиса характеризовалась небольшими значениями коэрцитивной силы. В целом, отполированные поверхности с меньшим коэффициентом шероховатости были связаны с самыми маленькими сферическими образцами, поскольку они подвергались процессу полировки дольше всего. Таким образом, полученный результат не мог подтвердить, вызван ли эффект «расширения» петли гистерезиса изменением состояния поверхности или размером образца. Так же было обнаружено, что самые высокие напряжения создавали самые гладкие поверхности. Однако, чтобы отделить поверхностные эффекты от размерных, образец попеременно полировали, а затем подвергали травлению, используя высокое ($V > 30$ вольт), а затем низкое ($V < 10$ вольт) напряжение. Результатом было то, что по мере того, как образец монотонно уменьшался в размере, он оставался с попеременно гладкой или шероховатой поверхностью. Согласно полученным зависимостям, представленным на рисунке 1.12 величина поля скачка $H_{ск}$ смещалась в область отрицательных значений путем чередования непосредственно в зависимости от "степени" гладкости поверхности и размера образца. Нечетные кривые соответствуют относительно грубым протравленным

поверхностям, в то время как четные кривые соответствуют гладким полированным поверхностям.

Согласно анализу данной диаграммы, наличие $H_{ск}$ обусловлено зарождением доменных стенок или их закреплением на поверхности образца. Места зарождения/закрепления, по-видимому, возникают из-за физического наличия самой поверхности, а не появляются случайным образом по мере уменьшения размера образца. $H_{ск}$, связанное с наиболее гладкой поверхностью, ухудшается со временем (вероятно, из-за преимущественного окисления поверхности вблизи дефектов образца).

Экспериментальные результаты подтверждают модель зародышеобразования для перемагничивания данного соединения. Однако считается, что микроскопический процесс перемагничивания сложнее любой модели, предложенной до сих пор.

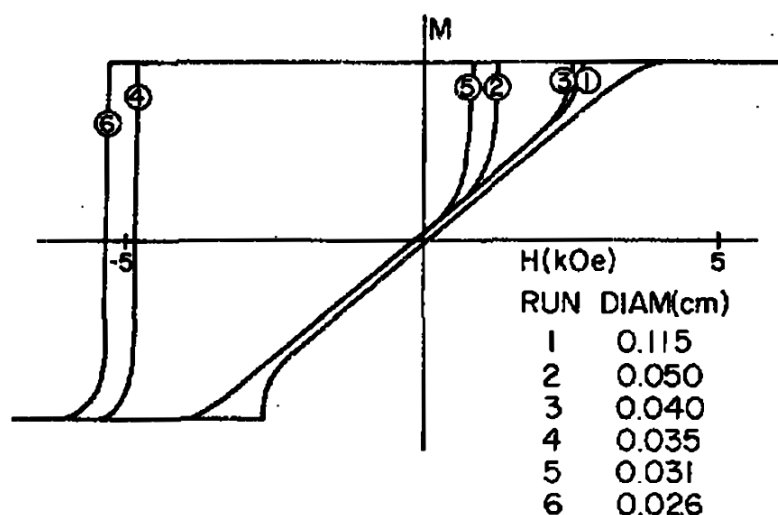


Рисунок 1.12 – Диаграмма, демонстрирующая эффект попеременного придания шероховатости и сглаживания поверхности [68].

В работе [56] также продемонстрировано сильное влияние поверхностных условий на коэрцитивную силу образцов SmCo_5 с диаметром примерно 0,5 мм. Также отмечено, что процесс электрохимической полировки, вероятно, воздействует на точечные дефекты, т. е. локализованные несовершенства в кристаллической решетке. Эти несовершенства в кристаллической структуре более подвержены коррозии или механическим повреждениям и в конечном итоге играют важную роль в образовании поверхностных ямок и выступов. Роль этих дефектов поверхности в структуре магнитных доменов была исследована путем комбинирования методов атомно-силовой (АСМ) и магнитно-силовой микроскопии (МСМ) в локализованной области. На полученных АСМ и МСМ-

изображениях были обнаружены субдоменные структуры на базисной плоскости образцов. Стоит отметить, что на доменную структуру, выявленную с помощью МСМ, могут влиять резкие изменения топографии поверхности; тем не менее, были зафиксированы субдомены в областях, где топография не показывает такого рода особенности в том же масштабе, что и домен.

Согласно мнению авторов, процесс размагничивания, вероятно, начнется в месте расположения этих субдоменов, и их можно рассматривать как зародыши для перемагничивания. Однако важно отметить, что по сравнению с «основным» состоянием эти поверхностные области с дефектами показывают относительно гладкие углы, царапины и неровности. Дефекты поверхности можно в значительной степени уменьшить путем более тщательной полировки, что приводит к гораздо более гладкой поверхности с мелкими ямками и выступами. Изображения АСМ и МСМ для этого образца показали четкую и однозначную доменную структуру без очевидной субдоменной структуры дополнительных доменов. Эта улучшенная поверхность привела к дальнейшему увеличению коэрцитивной силы. Примечательно, что в этой работе были исследованы как электролитический, так и химический методы полировки, и оба подхода дали уровни коэрцитивной силы близкой величины. Это еще раз подтверждает, что ключевым фактором, способствующим высокой коэрцитивной силе, является гладкость и качество поверхности.

1.6. Заключение по обзору литературы и постановка задач исследования

Для успешного внедрения постоянных магнитов (ПМ) в растущем секторе экологически чистой энергетики и в высокотемпературных приложениях необходимо обеспечить высокую коэрцитивную силу. Однако текущие значения коэрцитивной силы, полученные для различных ПМ, все еще значительно ниже теоретического верхнего предела и, как правило, достигают лишь 25% от их внутреннего потенциала. Это несоответствие известно как парадокс Брауна, который по-прежнему является важной темой в современных исследованиях. Чтобы преодолеть этот порог и удовлетворить растущий спрос на магниты с более высокой коэрцитивной силой в различных областях применения, крайне важно понять причину такой большой разницы.

Коэрцитивная сила магнитных материалов во многом определяется магнитным состоянием тонкого поверхностного слоя отдельного зерна, и более глубокое понимание

процессов, происходящих на наноуровне внутри тонкого поверхностного слоя, могло бы помочь дальнейшему совершенствованию передовых магнитотвердых материалов. Все это обуславливает актуальность настоящей работы, целью которой являлось установление взаимосвязи между процессами перемагничивания и трансформации магнитной доменной структуры на поверхности и в объёме магнитоодноосных магнетиков на основе данных магнитных измерений, систематических исследований методами оптической и магнитно-силовой микроскопии, а также компьютерного моделирования.

Для достижения поставленной цели сформулированы основные **задачи исследования:**

1. Синтезировать и аттестовать монокристаллы интерметаллических соединений SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

2. Разработать и создать автоматизированные методики исследования трансформаций ДС при перемагничивании в квазистатических и динамических условиях, а также программное обеспечение для анализа изображений ДС с целью исследований процессов перемагничивания поверхности магнитных материалов.

3. Провести исследования процессов перемагничивания магнитоодноосных монокристаллов разной толщины и пленочных образцов методами вибрационного магнитометра и анализа изображений трансформации поверхностной доменной структуры в магнитном поле, выявленной методами оптической (полярный эффект Керра, индикаторной пленки) и магнитно-силовой микроскопии.

4. С помощью численного моделирования методом конечных элементов исследовать процессы перемагничивания объёма и приповерхностных слоев изотропных и высокоанизотропных магнетиков.

5. Провести сравнительный анализ результатов исследований полей рассеяния поверхностной доменной структуры магнитоодноосных монокристаллов, полученных методами магнитно-силовой микроскопии и численного моделирования, с целью определения геометрических размеров элементов поверхностной доменной структуры.

2. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

2.1. Объекты исследования

В качестве объектов исследования были выбраны монокристаллические объёмные и пленочные образцы магнитных материалов, характеризующихся магнитокристаллической анизотропией типа «легкая ось», в связи с чем значение полярного эффекта Керра при исследовании их ДС максимально по сравнению с экваториальным или меридиональным типами [71, 72].

2.1.1. Монокристаллы соединений SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ с одноосной магнитной анизотропией

Исходные сплавы соединений SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ были получены из высокочистых материалов методом индукционной плавки в атмосфере аргона. Исходные металлы имели высокую степень чистоты Sm – 99,76%, Co – 99,99%, Nd – 99,82%, Fe – 99,99 %, В – 99,98%.

Для приготовления шихты исходные металлы измельчались на куски массой 1–5 г, их поверхность очищалась от окислов и обезжиривалась. Металлы, входящие в состав шихты, взвешивались с точностью до $\pm 0,1$ мг на аналитических весах ВЛ-120.

Для получения слитков применялся метод высокочастотной индукционной плавки (рисунок 2.1а). Плавка проводилась в атмосфере чистого аргона при давлении 0,7 атм, предварительно рабочая камера обезгаживалась до вакуума 10^{-3} мм рт. ст. Масса слитка составляла 100 г.

Для выращивания монокристаллов SmCo_5 стехиометрические слитки массой 50 г были завернуты в танталовую фольгу, запаяны в вакуумированной кварцевой трубке и отожжены в резистивной печи при 1323 К в течение 15 дней и окончательно закалены в воде (рисунок 2.1б). Из отожженных слитков SmCo_5 были извлечены монокристаллические зерна размером 2-3 мм.

Монокристаллы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ выращивались методом «раствор-расплав», используя избыток Nd в качестве раствора. Сплав $\text{Nd}_{25}\text{Fe}_{70}\text{B}_5$ был получен из высокочистых металлов в индукционной печи в атмосфере чистого аргона. Полученный слиток был помещён в тигель из диоксида циркония, герметизирован в вакуумированной кварцевой

трубке и отожжен в резистивной печи в течение 20 суток, с постепенным снижением температуры с 1623 К до 1173 К, и, наконец, кварцевая трубка со слитком была закалена в воде комнатной температуры. Слиток был расколот и из него извлечено несколько зерен размером 2 мм.

После механических обработок (удаление окислов с поверхности сплава, снятие механических напряжений) образцам придавалась сферическая форма.



а)



б)

Рисунок 2.1 - Фотографии индукционной печи (а), печи Carbolite TZF 15/610 и кварцевой трубкой с образцами (б).

2.1.2. Пленка феррит-гранатов с одноосной магнитной анизотропией

В качестве пленочного магнитоодноосного объекта исследования была выбрана эпитаксиальная Bi-содержащая монокристаллическая пленка феррит-гранатов (Вс-МПФГ) состава $(\text{Fe,Ga})_5\text{O}_{12}(\text{Gd,Bi,Lu})_3$, выращенная методом жидкофазной эпитаксии на одной поверхности подложки диаметром 76 мм из гадолиний-галиевого граната $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ с ориентацией (111). Пленка ФГ была получена в Крымском федеральном университете им. В.И. Вернадского. Согласно данным производителей, толщина пленки варьируется от 4 до 6 мкм, намагниченность насыщения $I_s \approx 135 \cdot 10^3$ А/м.

2.2. Рентгенофазовый анализ

Фазовый состав образцов определялся на рентгеновском аппарате «ДРОН-7» модифицированного системой быстрой регистрации на основе линейного стрипового позиционно-чувствительного детектора Mythen 1K (производитель – фирма Dectris Ltd., Швейцария) (ОАО НПЦ «Тверьгеофизика»). Данная система увеличивает быстродействие прибора на два порядка при сохранении углового разрешения. Высокое энергетическое разрешение детектора, подавляющее вторичный рентгенфлуоресцентный фон, позволяет получать значительное улучшение отношения сигнал/шум, т.е. более высокую контрастность спектра и, как следствие, более низкий предел обнаружения фазы в образце.

Щелевая система гониометра состоит из входного и выходного щелевых устройств, дающих возможность вырезать первичный и отражённый пучок требуемой формы и размеров. В отличие от фотографического метода дифракционная картина регистрируется последовательно по мере вращения образца и счётчика. Поэтому необходимо, чтобы интенсивность излучения рентгеновской трубки была постоянной; геометрия съёмки должна быть фокусирующей, а размеры образца сравнительно большими.

В качестве источника рентгеновского излучения использовалась рентгеновская трубка с $\text{CuK}\alpha$ -излучением ($\lambda = 0,1540598$ нм). Параметры элементарной ячейки определялись по отражениям в области углов $2\theta=15-105^\circ$.

Для приготовления образца: сплав измельчался до размеров зерен меньше 10 мкм и в виде тонкого ровного слоя наносился на плоскую поверхность кварцевой кюветы в соответствии с методиками дифрактометрических измерений.

Кювета с образцом помещалась под рентгеновский пучок дифрактометра и в координатах: угол Брэгговского отражения - интенсивность отражения записывается дифрактограмма.

Дифрактограммы анализировали с помощью полной процедуры подгонки спектра с использованием программного обеспечения Powder Cell 2.4. для определения структурных свойств. Каждая структурная модель была уточнена до сходимости, и наилучшие результаты были выбраны на основе коэффициента согласия и стабильности уточнения. Фазовый состав образца исследовался с помощью Ритвельд анализа.

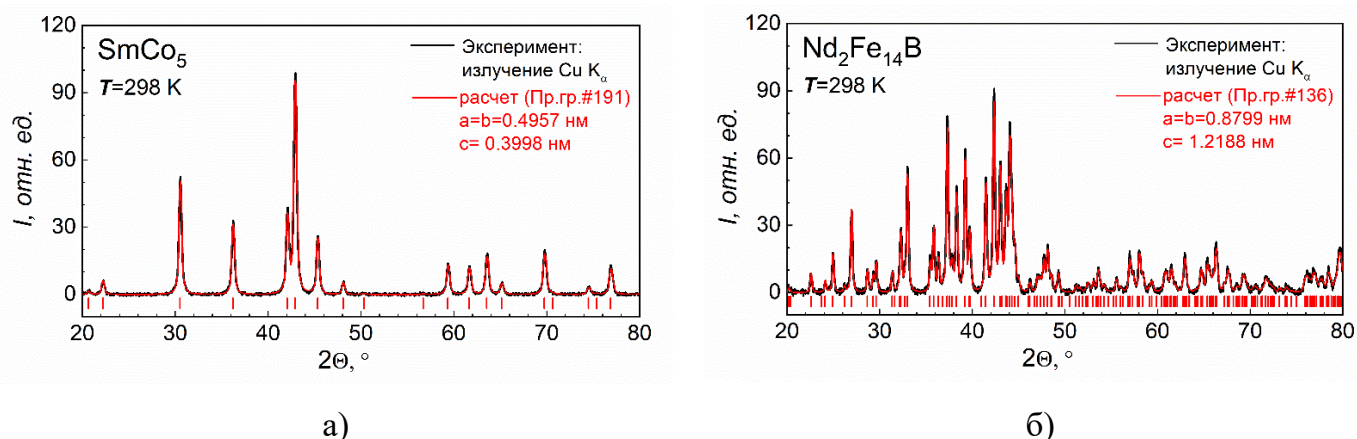


Рисунок 2.2 - Рентгеновские дифрактограммы монокристаллов SmCo_5 (а) и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (б).

На рисунках 2.2 а-б приставлены дифрактограммы монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, соответственно. Хорошо видно, что все рефлексы на рентгенографических спектрах соответствуют искомым фазам типа CaCu_5 (пространственная группа №191, гексагональная кристаллическая структура, параметры решетки $a=b=0,4957$ нм и $c=0,3998$ нм) для монокристалла SmCo_5 и типа $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (пространственная группа №136, тетрагональная кристаллическая структура, параметры решетки $a=b=0,8799$ нм и $c=1,2188$ нм) для монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

2.3. Структурные исследования

2.3.1. Подготовка металлографических шлифов

Для микроскопических исследований микроструктуры готовились металлографические шлифы на базисной плоскости образцов исследуемых сплавов.

Для получения определенной ориентации поверхности шлифа применялась следующая методика. Сферические образцы помещались в силиконовые оправки в форме цилиндров диаметром 20 мм и высотой 15 мм и заливались стоматологической пластмассой Белакрил – М. Образцы в оправке устанавливались в ориентирующее магнитное поле постоянного магнита, так чтобы ось легкого намагничивания образца совпадала с направлением намагниченности постоянного магнита, и выдерживались в поле до полного затвердевания пластмассы.

Дальнейшее шлифование и полировка образцов осуществлялась при помощи шлифовально-полировального станка Metapol 160E (рисунок 2.3). На первом этапе с



Рисунок 2.3 - Фотография шлифовально-полировального станка Metapol 160E

помощью устройства для плоскопараллельного шлифования на шлифовальной влагостойкой абразивной бумаге с зернистостью 120 выводилась плоскость шлифа. Дальнейшее шлифование образцов проводилось в две ступени с постепенным уменьшением зернистости материала шлифовальной влагостойкой абразивной бумаги (320, 600, 1200). При процессе шлифовки

использовалась проточная вода в качестве смазки и с целью обеспечения охлаждения. Полировка образца осуществлялась с использованием алмазных суспензий с размером зерна абразива 3 мкм и 1 мкм по 10 минут на каждой стадии. Чтобы избежать случайных дефектов шлифов, после каждой смены суспензии образцы очищались в этиловом спирте в ультразвуковой ванне.

Микроструктура образцов выявлялась методом электрохимического травления, проводимого методом электролиза в насыщенном растворе хромового ангидрида в ортофосфорной кислоте при плотности тока $5-10 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$ в течение нескольких секунд. Перед электрохимическим травлением образцы очищались от пластмассы.

Протравленные шлифы промывались под струей холодной воды, обезжиривались в этиловом спирте в ультразвуковой ванне и высушивались на воздухе. Поверхность шлифа не протиралась, чтобы не нарушить картину травления.

2.3.1. Растровая электронная микроскопия

Исследования фазового и химического состава сплавов проводились на полированных поверхностях образцов на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-6610LV. При работе электронного микроскопа пучок электронов выходит из источника (электронной пушки) и ускоряется высоким напряжением. При попадании на образец часть электронов рассеивается в зависимости от порядкового номера элемента (отраженные или обратно-рассеянные электроны), часть электронов эмитируется

мишенью при бомбардировке её первичным электронным пучком (вторичные электроны), часть ионизирует атомы вещества образца, вызывая при этом эмиссию характеристического излучения

Для определения топографии образца используется режим вторичных электронов (SEI), т.к. количество таких электронов зависит от угла столкновения электронного пучка с поверхностью образца, то есть от топографии, а для исследований состава образца – режим отраженных (обратно-рассеянных) электронов (BEC). Детектирование отраженных электронов позволяет различать материал образца. Композиционный контраст создается отраженными электронами и обусловлен сложным фазовым и атомным составом мишени. Коэффициент отражения электронов зависит от атомного номера и растет с ростом последнего. Поэтому на экране монитора РЭМ области, содержащие элементы с высоким атомным номером, будут иметь более светлый контраст по сравнению с элементами с меньшим атомным номером.

Рентгеновский энергодисперсионный анализ (ЭДА) основан на детектировании характеристического рентгеновского излучения, генерируемого в зоне взаимодействия первичного пучка ускоренных электронов с поверхностью образца. Энергия характеристического рентгеновского излучения зависит от атомного номера Z данного атома и от энергии квантовых уровней, участвующих в данном электронном переходе. Энергодисперсионный детектор представляет собой полупроводниковый диод (Si). Попадание кванта рентгеновского излучения на диод приводит к генерации импульса тока, амплитуда которого пропорциональна энергии кванта. Интенсивность возбужденного в объекте характеристического излучения элемента пропорциональна его весовой концентрации. ЭДА позволяет определить химический состав образца в интервале концентраций от 0,1 до 100% с точностью $\pm 1\%$.

Таблица 1.1. Концентрация химических элементов в объектах исследования

Образец	Содержание в ат. %					
	<i>O</i>	<i>Fe</i>	<i>Ga</i>	<i>Gd</i>	<i>Lu</i>	<i>Bi</i>
$(Fe, Ga)_5O_{12}(Gd, Bi, Lu)_3$	65,93	0,1	21	12,91	0,05	0,02
$SmCo_5$	<i>Sm</i>	<i>Co</i>				
	83,2	16,8				
$Nd_2Fe_{14}B$	<i>Nd</i>	<i>Fe</i>	<i>B</i>			
	14,2	81,1	5,6			

На рисунках 2.4 а-е представлены РЭМ- изображение поверхности и спектры рентгеновского энергодисперсионного анализа, соответствующих обозначенным областям на микрофотографиях, монокристаллов SmCo_5 (рисунки 2.4 а-б) и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ (рисунки 2.4 в-г), а также Вс-МПФГ $(\text{Fe,Ga})_5\text{O}_{12}(\text{Gd,Bi,Lu})_3$ (рисунки 2.4 д-е). Результаты химического анализа (атомные коэффициенты стехиометрического состава) для всех трех объектов исследования приведены в таблице 1.1.

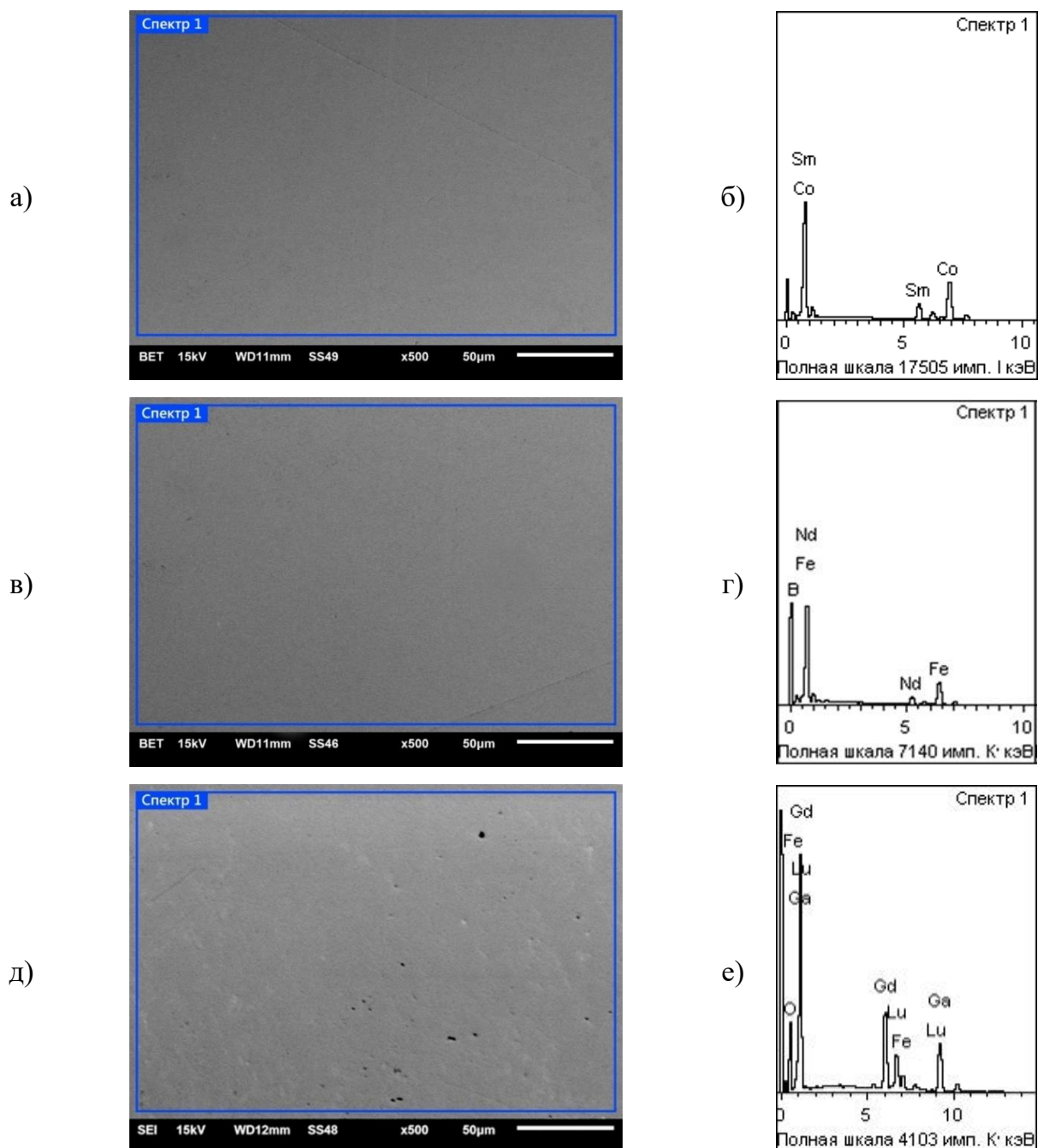


Рисунок 2.4 - РЭМ- изображение поверхности и спектры рентгеновского энергодисперсионного анализа, соответствующих обозначенным областям на микрофотографиях, монокристаллов SmCo_5 (а-б) и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ (в-г), Вс-МПФГ $(\text{Fe,Ga})_5\text{O}_{12}(\text{Gd,Bi,Lu})_3$ (д-е).

2.3.2. Атомно-силовая микроскопия

Одним из эффективных методов исследования локальных магнитных свойств магнитных материалов является магнитно-силовая микроскопия. Изображения, получаемые с помощью магнитно-силовой микроскопии, отражают пространственное распределение параметра, характеризующего магнитное взаимодействие между зондом и образцом, например, силу взаимодействия, амплитуду или фазу колебаний магнитного зонда [73-74]. Метод магнитно-силовой микроскопии реализован в сканирующем зондовом микроскопе Solver Next (NT-MDT) (рисунок 2.5).

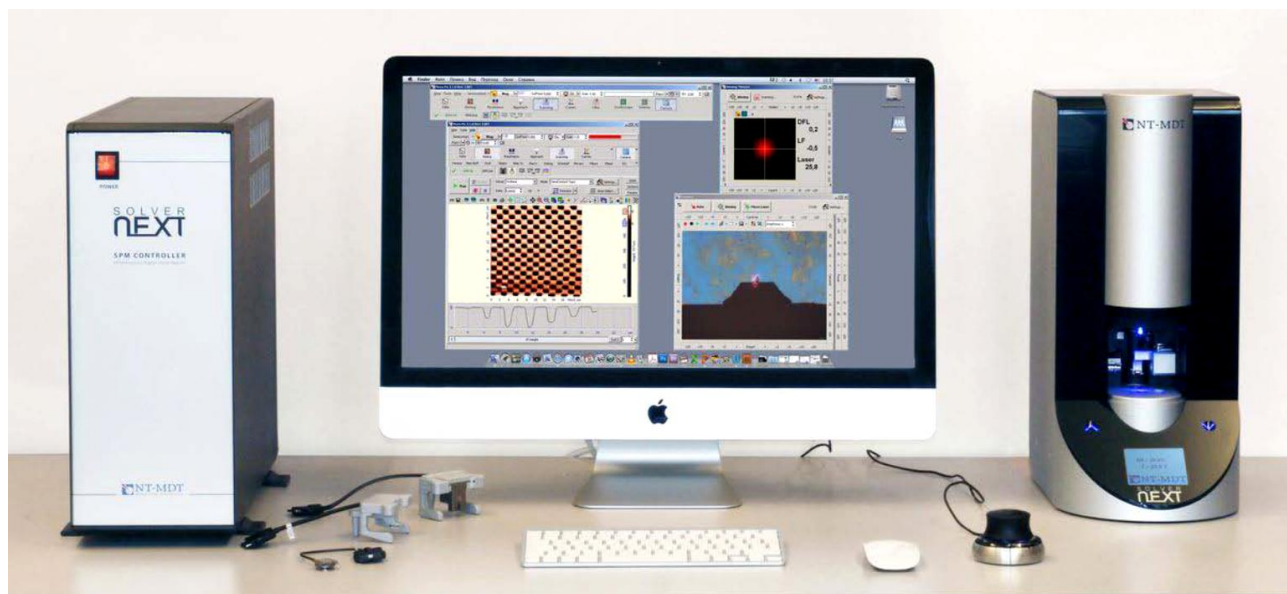


Рисунок 2.5 - Фотография сканирующего зондового микроскопа Solver Next (NT-MDT)

В качестве магнитного зондового датчика использовался кантилевер серии MFM10 (рисунок 2.6). Для данного кантилевера типичные характеристики: общая форма иглы – тетраэдр, длина 125 мкм, высота 30 мкм, толщина 2 мкм, силовая константа $5,1 \text{ Н} \cdot \text{м}^{-1}$, резонансная частота 150 кГц. Во избежание окисления и продления срока службы отражающая поверхность кантилевера покрыта Al, торцевая сторона типа CoCr.

При проведении сканирования магнитных материалов необходимо выделить изображение магнитной доменной структуры за исключением изображения рельефа выбранного участка поверхности исследуемого образца. Регистрация полей рассеяния проводится по двухпроходной методике (рисунок 2.7).

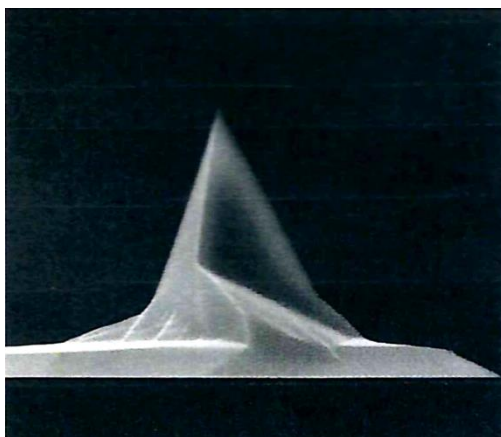


Рисунок 2.6 - Изображение кантилевера для МСМ серии MFM-10.

При первом проходе в полуконтактном режиме регистрируется рельеф поверхности. На втором проходе измерение осуществляется на задаваемой высоте, при этом расстояние между концом закрепленного кантилевера и участком исследуемой поверхности остается постоянным на каждой линии сканирования. Выбираемое значение высоты должно быть таким, чтобы силой Ван-дер-Ваальса можно было пренебречь, и на кантилевер оказывала влияние только сила его магнитного взаимодействия с магнитным материалом.

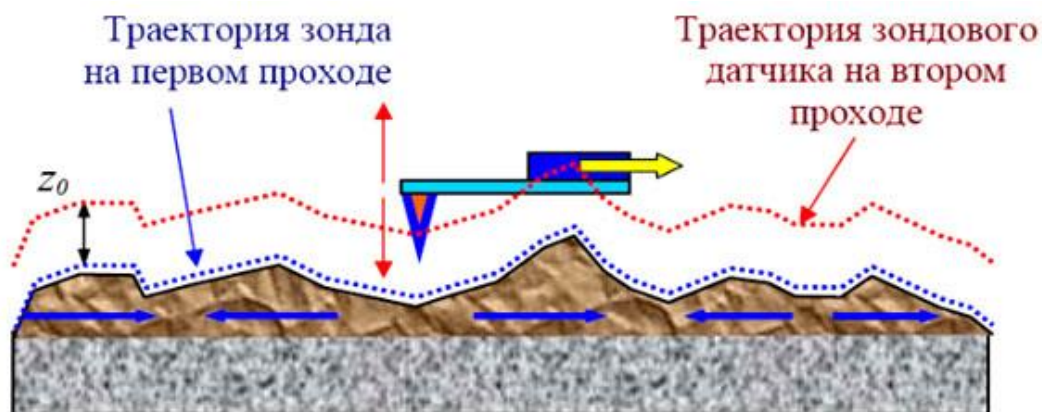


Рисунок 2.7 - Схематичное изображение двухпроводной методики магнитно-силовой микроскопии [75].

2.4. Магнитные измерения

Исследования процессов перемагничивания, а также измерение магнитных характеристик объектов исследования было проведено в открытой магнитной цепи методом вибрационного магнитометра. В основу измерительной схемы вибромагнитометра положен индукционно-непрерывный метод, который основан на

измерении ЭДС индукции, возникающей в системе специальных измерительных катушек при изменении магнитного потока, создаваемого образцом.

На рисунке 2.8 представлена принципиальная схема установки автоматизированного вибрационного магнитометра.

Основное измерение совершалось посредством колебания образца вблизи измерительных катушек и синхронному определению индуцированного напряжения. Используя компактную систему измерительных катушек, относительно больших колебаний амплитуды с частотой 37 Гц, система способна определить изменение намагниченности до $0,01 \text{ А} \cdot \text{м}^2/\text{кг}$.

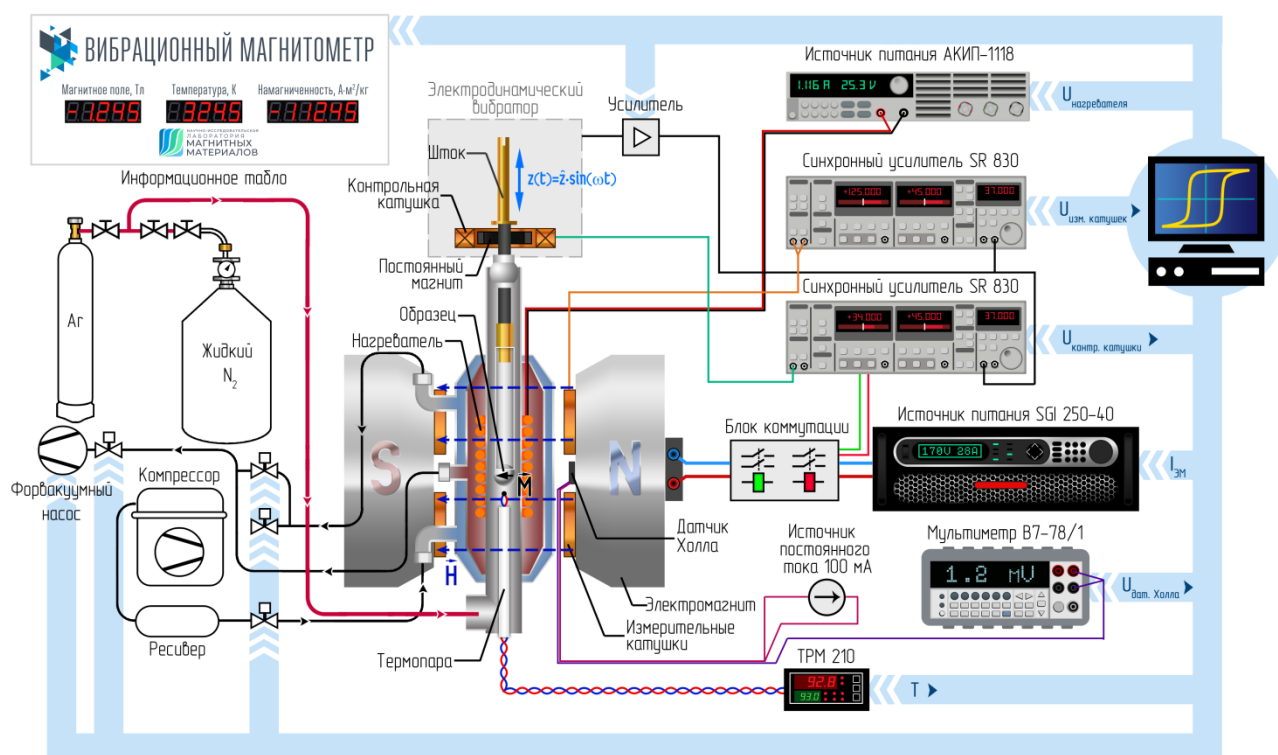


Рисунок 2.8 - Схема установки автоматизированного вибрационного магнитометра.

Измерения намагниченности исследуемого образца на магнитометре проводятся путем сравнения с намагниченностью эталонного образца отожженного никеля массой $100 \pm 1 \text{ мг}$, для которого магнитный момент единицы массы известен с достаточной точностью – $54,8 \text{ А} \cdot \text{м}^2/\text{кг}$ в поле 1 Тл при комнатной температуре.

Максимальная погрешность измерения магнитного момента единицы массы определяется как

$$\delta_M = \delta_{\text{со}} + \delta_{\text{иу}},$$

где δ_{CO} – погрешность аттестации эталонного образца, а $\delta_{иу}$ – погрешность измерительного устройства. В связи с отсутствием аттестованных стандартных образцов магнитного момента, погрешность измерения оценивается по отношению к эталонному образцу и не превышает 1,5 %.

Точность измерения перемагничивающего поля определяется в основном параметрами преобразователя Холла и не превышает 2,5 %.

Намагничивающее устройство магнитометра включает в себя электромагнит наклонного типа с максимальной величиной поля ± 2.5 Тл в рабочем зазоре 30 мм и программируемый источник тока.

Установка позволяла измерять величину удельной намагниченности, полные и частные петли гистерезиса. Температурная приставка к вибрационному магнитометру позволяет осуществлять магнитные измерения при температурах от -190°C до 750°C . Шток вибрационного магнитометра, к которому крепились исследуемые образцы, представлял собой кварцевую трубку диаметром 4,9 мм.

Измеряемые образцы имели форму как сфер, для которой известен размагничивающий фактор $N_d = 0,33$, так и шарового сегмента.

Ориентация образцов вдоль оси легкого намагничивания проводилась в два этапа. Сначала образцы устанавливали на кварцевый измерительный шток и ориентировали в магнитном поле, создаваемом двумя постоянными магнитами, повторяющими направление магнитного поля электромагнита. Фиксация образцов на штоке происходила с помощью пицеина. После того, как шток с образцом устанавливался в электродинамический вибратор, с помощью автоматической системы выполнялась ориентация образца в соответствии со значением сигнала намагниченности с точностью $0,1^{\circ}$.

Регистрация результатов измерения на установке происходила автоматически с помощью специального программного обеспечения, позволяющего проводить измерения зависимостей удельной намагниченности от напряженности внешнего магнитного поля при различных постоянных температурах и от температуры во внешнем постоянном магнитном поле.

Для измерения кривых намагничивания образцов в магнитном поле, представляющем собой суперпозицию постоянного и переменного полей, была изготовлена вставка для вибрационного магнитометра, схема которой показана на

рисунке 2.9а. Общая конструкция вставки представляет собой электромагнит с двумя сердечниками изготовленными из пермендюра, и намагничивающих катушек, по которым пропускался ток до 6 А частотой 50 Гц (ширина электромагнита 21 мм). Поскольку данная конструкция размещалась внутри измерительных катушек магнитометра, то магнитный поток от намагниченного вибрирующего образца замыкался на сердечниках. В связи с этим было принято решение изготовить отдельные измерительные катушки, которые располагались в непосредственной близости от образца на полюсах внутреннего электромагнита. Поскольку частота колебания образца составляла 37 Гц, то использование селективных нановольметров SR830, позволило качественно измерить сигнал от образца без учета магнитного потока от перемещающихся сердечников. Установка дополнительного электромагнита в межполюсное пространство магнитометра позволила увеличить магнитное поле до 3.1 Тл. На рисунке 2.8б приведена зависимость индукции переменного магнитного поля от величины тока, протекающего через обмотку намагничивающих катушек. Максимальное значение индукции переменного магнитного поля при токе 6А составило 64 мТл.

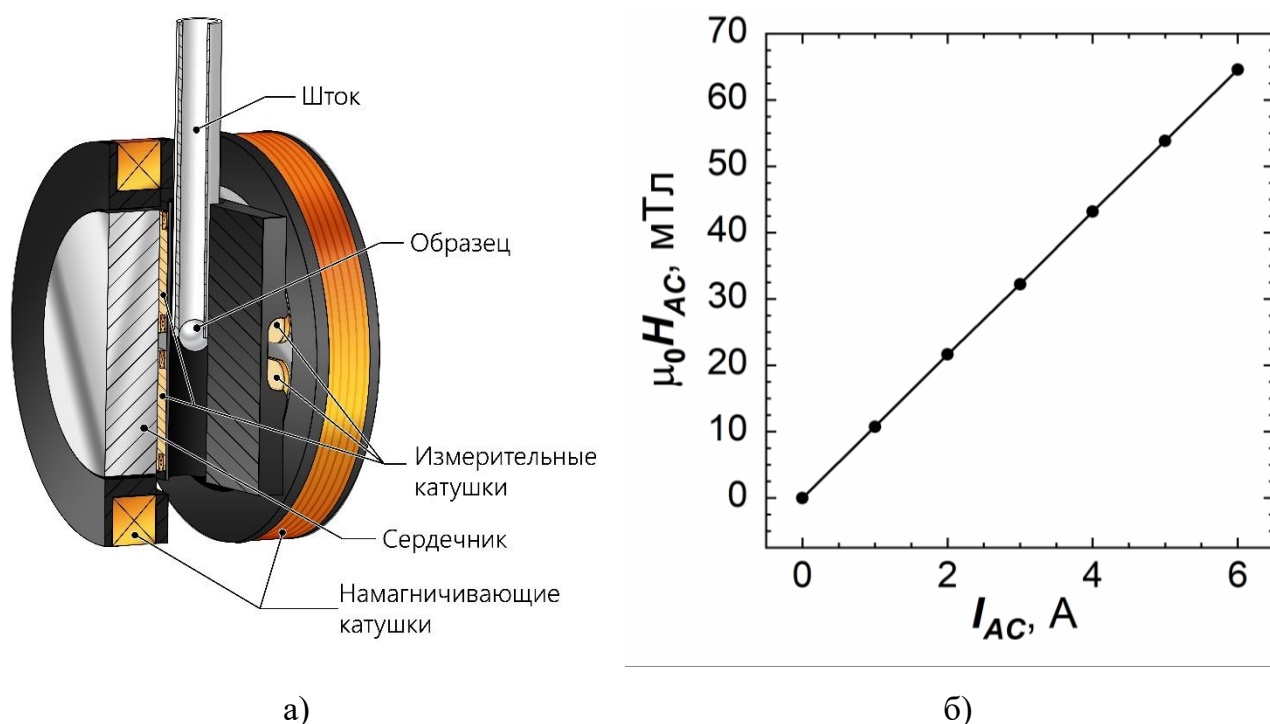


Рисунок 2.9 - а) Технический рисунок измерительной ячейки вставки по измерению намагниченности в переменном поле; б) зависимость индукции переменного поля в зазоре магнитной системы от величины тока.

2.5. Методика компьютерного моделирование в среде COMSOL Multiphysics

Все численное моделирование задач, описывающихся в данной работе, было произведено в программе COMSOL Multiphysics. Подробные описания физических интерфейсов, а также численных методов, использованных для решения конкретных физических задач, приведены в соответствующих разделах в третьей главе.

COMSOL Multiphysics – это программа для моделирования и решения всех типов научных и инженерных задач, основанных на дифференциальных уравнениях в частных производных (PDE) методом конечных элементов. Эта программа представляет собой интегрированную среду с создателем модели (Model Builder), в котором собраны все данные проекта, что позволяет управлять и добавлять новые функции, используя либо аналитическую (в виде формул в частных производных), либо численную (в виде матриц, графов, алгоритмов и методов оптимизаций) модель и дает полный обзор модели и доступ ко всем функциям.

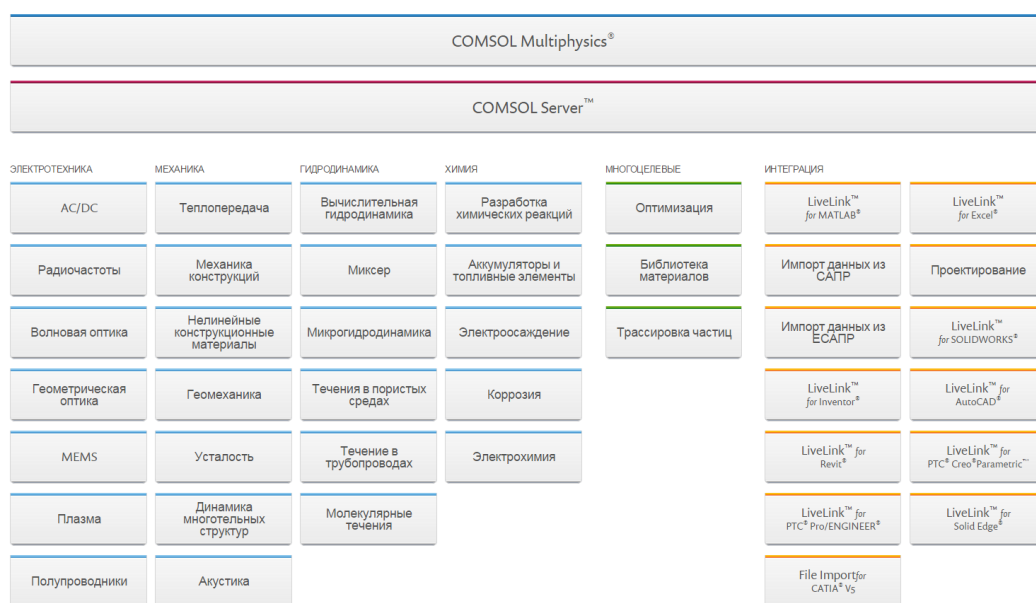


Рисунок 2.10 - Интерфейсы в COMSOL Multiphysics

С помощью встроенных физических интерфейсов (Physics Interfaces) (рисунок 2.10) и расширенной поддержки свойств материалов, можно создать модели, описываемые такими разнообразными физическими величинами, как характеристики материалов - плотность, упругость; нагрузки; граничные условия; источники тепла и тепловые потоки. Можно применить переменные, выражения или заданные константы непосредственно в областях твердых и жидких тел, на границах, ребрах и точках, независимо от сетки

разбиения. После этого Comsol компилирует систему уравнений, представляющих всю модель.

В COMSOL Multiphysics можно выполнять различные виды исследований, в том числе:

- расчет установившегося и зависящего от времени переходного процесса;
- линейные и нелинейные исследования;
- исследования собственных частот, типов волн и частотных характеристик.

Программа основана на системе дифференциальных уравнений в частных производных. Существует три математических способа задания таких систем:

- коэффициентная форма, предназначенная для линейных и близких к линейным уравнениям моделей;
- генеральная форма, используемая для нелинейных моделей;
- слабая форма (weak form), для моделей с PDE на границах, ребрах или для моделей, использующих условия со смешанными и производными по времени.

Используя эти способы, можно изменять типы анализа, включая:

- стационарный и переходный анализ;
- линейный и нелинейный анализ;
- модальный анализ и анализ собственных частот.

Для решения PDE COMSOL Multiphysics использует метод конечных элементов (FEM), который относится к численным методам решения дифференциальных уравнений с частными производными, а также интегральных уравнений, возникающих при решении задач прикладной физики. Программное обеспечение запускает конечноэлементный анализ вместе с сеткой, учитывающей геометрическую конфигурацию тел и контролем ошибок с использованием разнообразных численных решателей. Так как многие физические законы выражаются в форме PDE, становится возможным моделировать широкий спектр научных и инженерных явлений из многих областей физики таких как: акустика, химические реакции, диффузия, электромагнетизм, гидродинамика, фильтрация, тепломассоперенос, оптика, квантовая механика, полупроводниковые устройства, соплат и многих других.

Кроме вышеперечисленного, программа позволяет с помощью переменных связи (coupling variables) объединять модели с различной геометрией и размерностью.

2.6. Методика автоматической регистрации изображений доменной структуры во внешнем магнитном поле

2.6.1. Постоянное поле

Для исследования распределения вектора спонтанной намагниченности \vec{I}_S ферромагнетика на его поверхности и в объёме образца наблюдение доменной структуры является одним из ключевых инструментов микромагнитного анализа [6]. Информация, полученная в ходе исследования выявленной картины доменной структуры, очень важна для определения локальных магнитных свойств экспериментального образца. Общая схема методики для автоматической регистрации изображений трансформации доменной структуры магнетиков во внешнем магнитном поле представлена на рисунке 2.11.

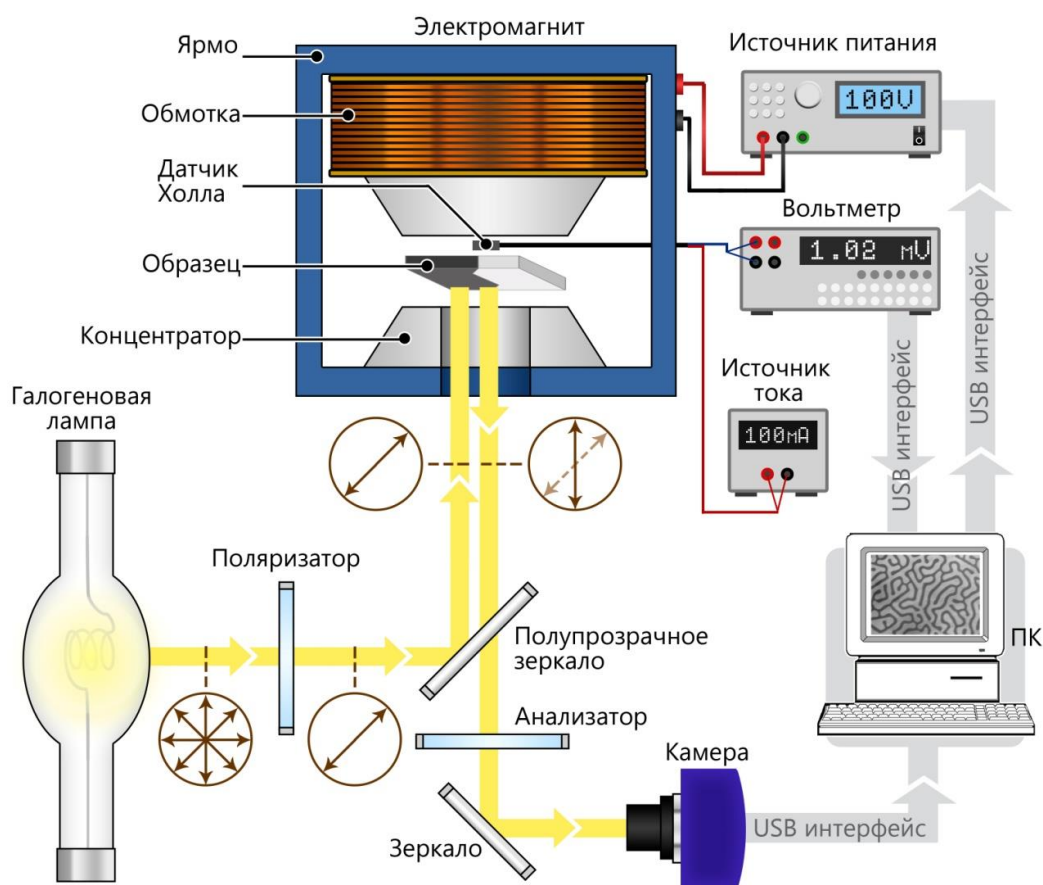


Рисунок 2.11 - Общая схема методики наблюдения и регистрации изображений трансформации доменной структуры магнетиков в магнитном поле.

Различают три типа магнитооптических эффектов Керра: полярный, меридиональный, экваториальный. Разница их заключается во взаимном расположении

вектора намагниченности \vec{I} , плоскости поверхности исследуемого образца и плоскости падения света.

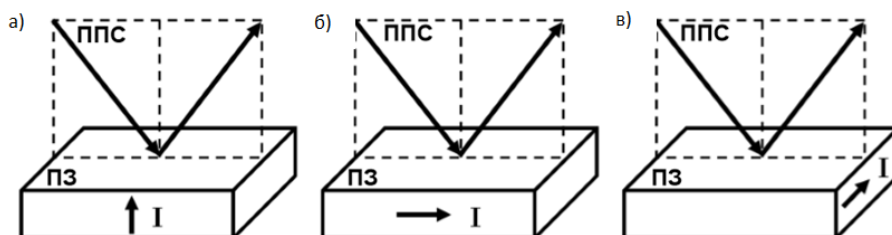


Рисунок 2.12 - Три типа магнитооптического эффекта Керра: а) полярный, б) меридиональный, в) экваториальный.

В случае полярного типа эффекта Керра вектор намагниченности \vec{I} перпендикулярен плоскости поверхности образца и параллелен плоскости падения света (рисунок 2.12а); меридионального – вектор намагниченности \vec{I} параллелен как плоскости поверхности объекта, так и плоскости падения света (рисунок 2.12б); экваториального – вектор намагниченности \vec{I} параллелен поверхности образца и перпендикулярен плоскости падения света (рисунок 2.12в). Если направление падения света перпендикулярно к плоскости поверхности образца, то полярный эффект Керра является максимальным, а меридиональный и экваториальный не наблюдаются.

Свет, испускаемый галогеновой лампой, установленной в оптическом микроскопе, считается естественным, то есть не обладает поляризацией. Для того, чтобы свет стал поляризованным, колебания вектора напряженности электрического поля \vec{E} должны совершаться вдоль выделенного направления. Средством достижения этой цели являются поляризационные фильтры в виде стеклянных пластинок с находящейся между ними плёнкой – ацетилцеллюлозой. В поляризационном оптическом микроскопе НЕОРНОТ-30 перед конденсором – зеркально-линзовой оптической системой, собирающей лучи света от источника излучения и необходимой для направления их на поверхность испытуемого образца, помещается поляризатор, за окуляром – анализатор. Поскольку конструкция микроскопа устроена так, что направление света перпендикулярно плоскости поверхности объекта исследования, для наблюдения доменной структуры можно использовать лишь полярный эффект Керра. Большим преимуществом данного метода наблюдения является возможность исследования перестройки доменов во внешнем магнитном поле.

Согласно общей схеме методики (рисунок 2.11), естественный свет при прохождении поляризатора становится линейно поляризованным, при помощи полупрозрачного зеркала падает на поверхность шлифа исследуемого образца. При падении линейно поляризованного света на поверхность ферромагнетика плоскость поляризации отраженного луча повернется на угол, зависящий от направления и величины вектора намагниченности \vec{I}_S в каждом домене. Выявленное изображение чередования «светлых» и «тёмных» участков – доменной структуры через оптический канал микроскопа выводится на цифровую камеру Levenhuk M800PLUS. Её технические характеристики: максимальное разрешение: 3624x2448, число мегапикселей: 8, формат изображений: *.jpg, *.bmp, *.png, *.tif, кадровая частота: 1,9 кадров в секунду при максимальном разрешении, 8 кадров в секунду при разрешении 1600x1200, 27 кадров в секунду при разрешении 800x600, время выдержки: 0,4-2000 мс, питание осуществляется через кабель USB 2.0. Для осуществления связи с компьютером используется программное обеспечение Levenhuk.

В данной методике в качестве источника магнитного поля используется электромагнит – устройство, которое создаёт магнитное поле при прохождении тока через него. На рисунке 2.13 представлен технический рисунок используемого электромагнита с установленным образцом и подведенным объективом.

Он представляет собой катушку, в которую помещён ферромагнитный сердечник. Поскольку вес электромагнита не позволяет непосредственно расположить его на столике оптического металлографического микроскопа, для его крепления над объективом была изготовлена станина из алюминиевого профиля, основание которой жёстко закреплено. При протекании тока по проводнику в катушке создаётся магнитное поле, силовые линии которого пронизывают сердечник. Для концентрации силовых линий магнитного поля, созданного электромагнитом, в конструкции предусмотрено ярмо с отверстием, диаметр которого равен диаметру используемого усилителя магнитного потока (концентратора).

Главной особенностью конструкции электромагнита является возможность наблюдения ДС на базисной плоскости при намагничивании образца вдоль ОЛН. Для этого в нижнем концентраторе имеется отверстие, через которое свет падает на исследуемый объект. На рисунке 2.14 представлена кривая зависимости индукции магнитного поля в зазоре электромагнита от выходного напряжения/тока, подаваемого на катушку.

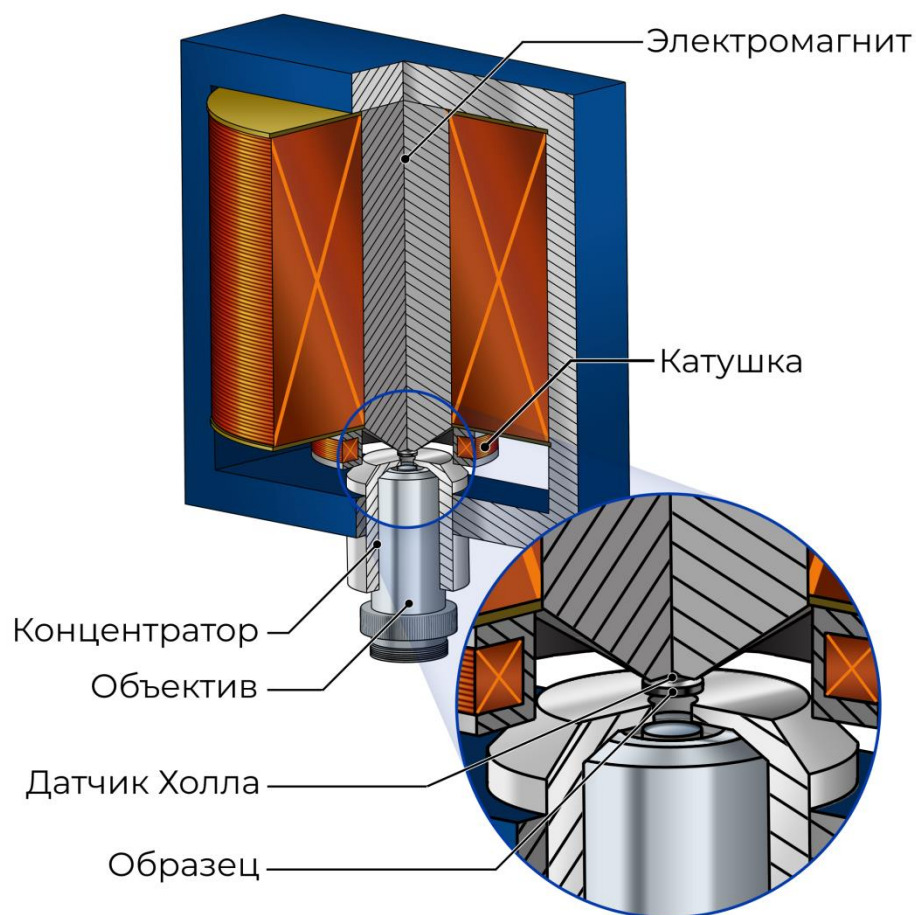


Рисунок 2.13 - Технический рисунок электромагнита для наблюдения трансформации ДС на базисной плоскости образцов.

При подаче напряжения до значения ≈ 40 В зависимость имеет линейный характер. На данном этапе рост поля объясняется процессом намагничивания сердечника. Насыщение яра, сердечника, полюсов электромагнита приводит к уменьшению роста индукции магнитного поля в зазоре при увеличении напряжения. На этом участке вольтовой характеристики основной вклад в магнитное поле вносит обмотка. Максимальное поле, которое возможно достичь при выходном напряжении 120 В в зазоре 1 мм равно 1,9 Тл.

Для того чтобы регулировать создаваемое магнитное поле электромагнитом, увеличивая напряжение/ток, используется импульсный программируемый источник питания АКПП-1143. Диапазон выходного напряжения: 0-300В, выходного тока: 0-10А. Дискретность, равная 100мВ/10мА, позволяет с достаточной точностью управлять полем. Во время проведения эксперимента величина магнитного поля измеряется при помощи

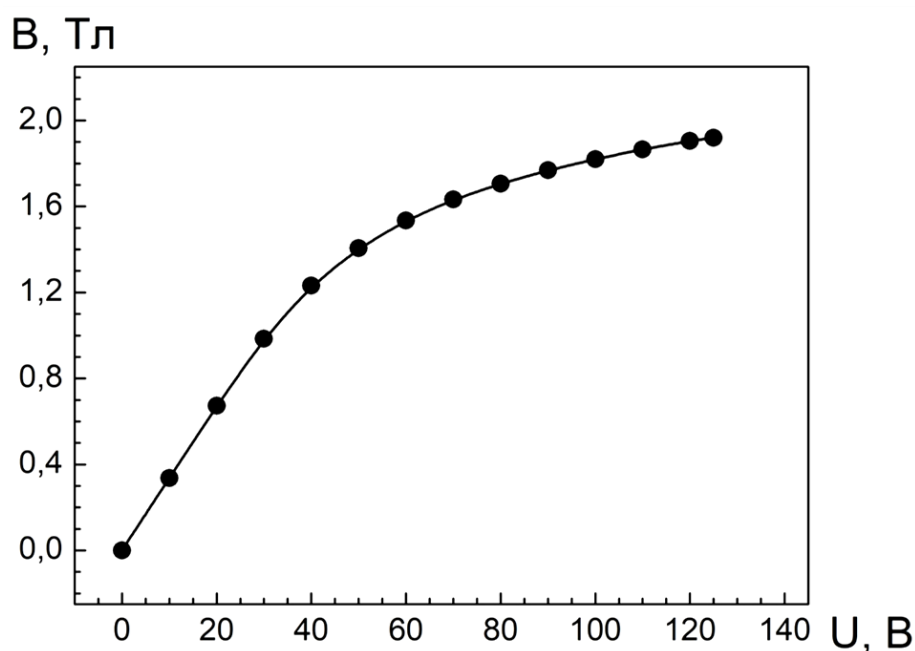


Рисунок 2.14 - Зависимость индукции магнитного поля в зазоре электромагнита от выходного напряжения/тока.

датчика Холла, закрепленного в специально изготовленном корпусе и расположенного непосредственно на полюсном наконечнике электромагнита. Датчик представляет собой полупроводниковую прямоугольную пластину с четырьмя контактами: первая пара контактов является токовой, вторая – потенциальной. Принцип работы основан на эффекте Холла. Если пропустить вдоль пластины постоянный электрический ток, а линии магнитной индукции будут направлены перпендикулярно поверхности проводника, то на боковых гранях возникнет так называемая Холловская разность потенциалов $U_{\text{хол}}$. Именно её фиксирует вольтметр В7-78/3. Величина тока, подаваемая с источника постоянного тока равна 100 мА. Важной характеристикой датчика Холла является его чувствительность γ .

Для нахождения величины индукции внешнего магнитного поля используют формулу:

$$\vec{B} = U_{\text{хол}}/\gamma \quad (14)$$

Чувствительность датчика Холла, используемого в данной методике равна 0,63 мкВ/мТл. Чтобы найти величину напряженности магнитного поля в системе СГС необходимо полученное значение индукции магнитного поля умножить на 10000.

Все измерительные устройства через различные интерфейсы имеют связь с компьютером. Это позволяет проводить исследования перестройки доменов магнитных образцов полностью в автоматическом режиме [А6-А7].

Необходимо отметить, что согласно схеме методики (рисунок 2.11) датчик Холла установлен в единственном возможном месте на электромагните возле верхнего концентратора, что позволяло наблюдать ДС. Все вышеприведенные данные по величине магнитного поля в системе приведены именно для данного случая. Несмотря на наличие замыкающего магнитный поток ярма и близость концентраторов исследуемому образцу, наличие отверстия в нижнем концентраторе для прохождения света привело к сильному градиенту магнитного поля в зазоре электромагнита, что обязательно необходимо учитывать при построении полевых зависимостей намагниченности из данных трансформации ДС. На рисунках 2.15 а—б приведены результаты компьютерного моделирования в среде COMSOL Multiphysics распределения индукции в используемом электромагните при использовании нижнего концентратора и без него, соответственно.

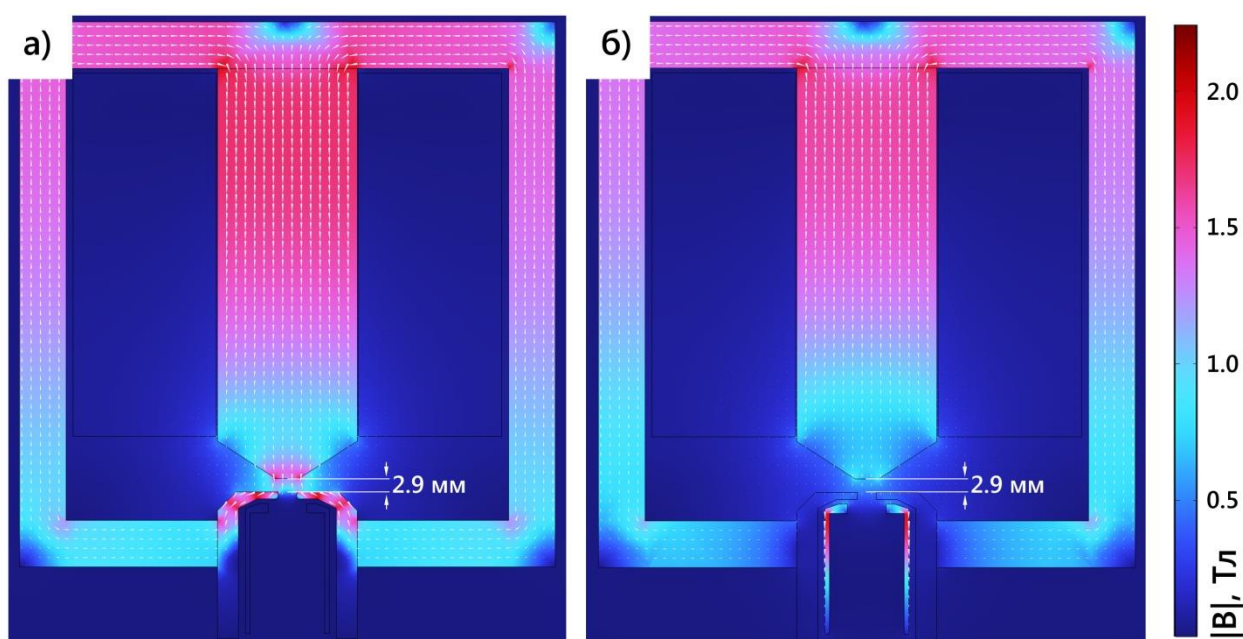


Рисунок 2.15 - Результаты компьютерного моделирования распределения магнитной индукции электромагнита с нижним концентратором (а) и без концентратора (б) при одинаковом токе в обмотке 0,68 А.

На рисунке 2.16 показана зависимость величины магнитного поля в зазоре 2,9 мм электромагнита в обоих случаях.

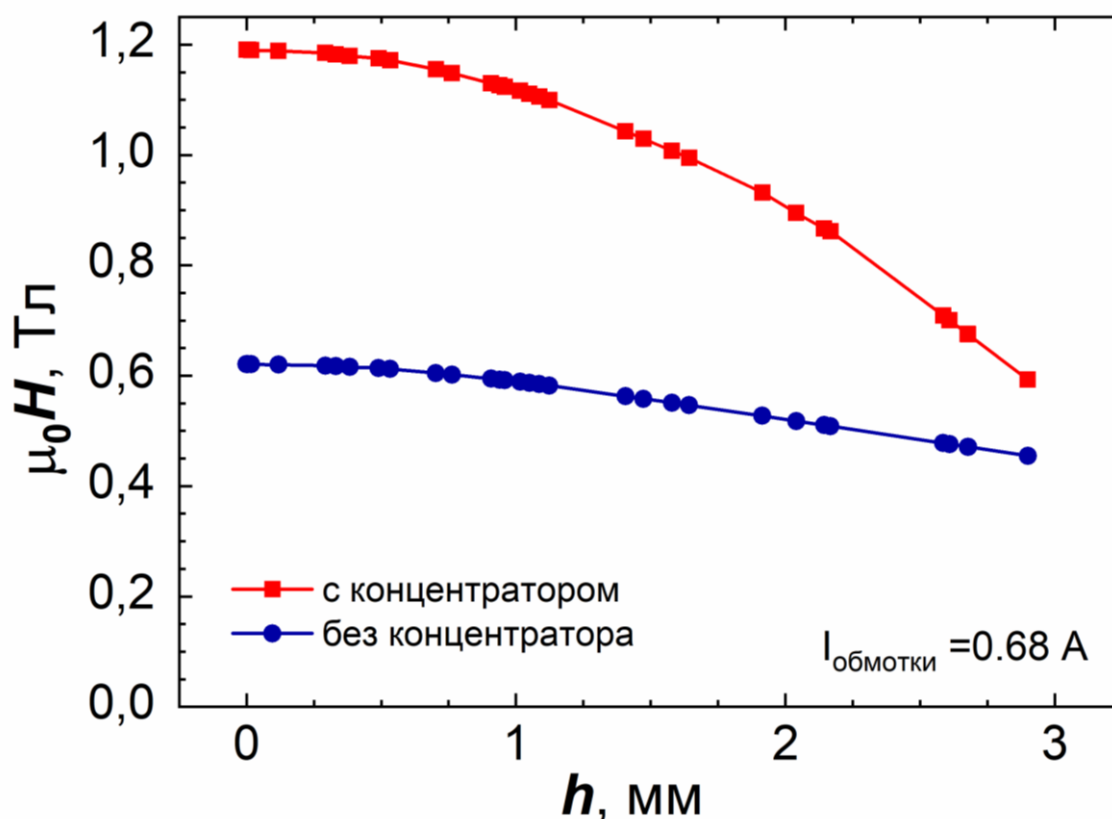


Рисунок.2.16 - Зависимость индукции магнитного поля в зазоре 2,9 мм электромагнита (ток обмотки 0,68 А) с использованием концентратора (синяя кривая) и без концентратора (красная кривая).

С целью коррекции измеряемого поля в установке были проведены численные и экспериментальные исследования. На рисунке 2.17а представлены зависимости магнитного поля вблизи нижнего концентратора (область расположения образца) от величины магнитного поля вблизи верхнего концентратора (области расположения датчика Холла) при различных значениях магнитного зазора h . Хорошо видно, что все зависимости имеют линейный характер, что позволило рассчитать корректирующие коэффициенты для нахождения истинного поля, в котором находится исследуемый образец (рисунок 2.17б). Используя второй преобразователь Холла, удалось получить экспериментальную зависимость полей вблизи верхнего и нижнего концентраторов для зазора 3,9 мм, представленную на рисунке 2.17а красной кривой. Хорошо видно, что расчётные и экспериментальные данные близки друг у другу, что подтверждает достоверность результатов компьютерного моделирования.

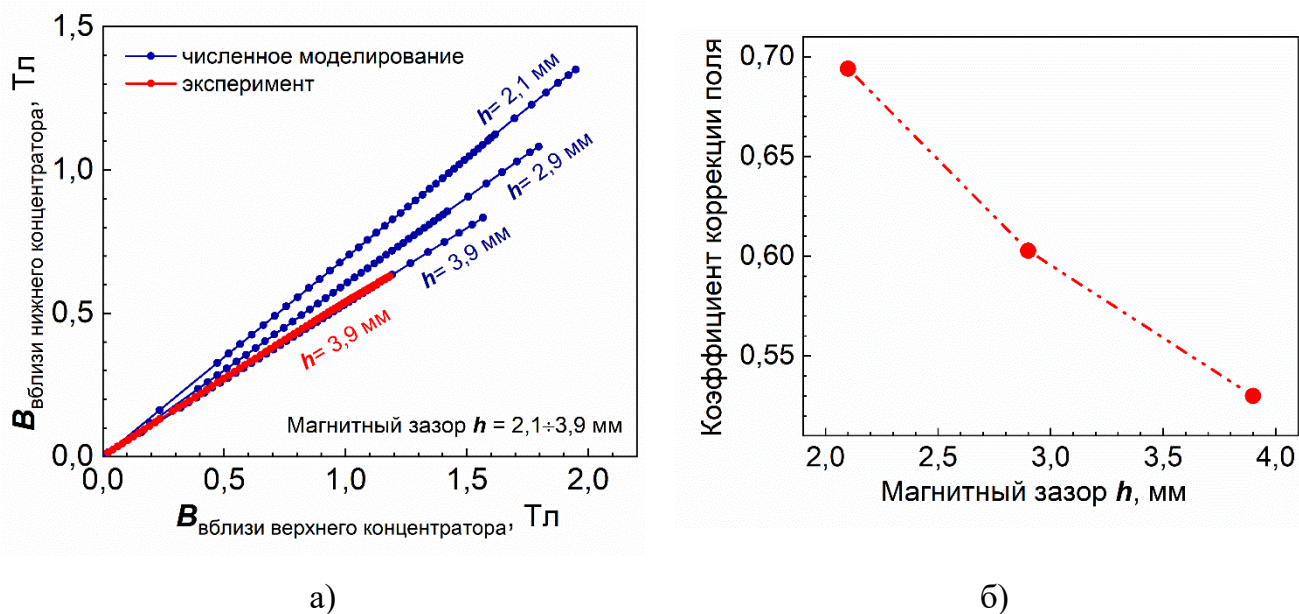


Рисунок 2.17 - (а) Результаты компьютерного моделирования и экспериментального исследования зависимости магнитного поля вблизи нижнего концентратора (область расположения образца) от величины магнитного поля вблизи верхнего концентратора (области расположения датчика Холла) при различных значениях магнитного зазора h ; (б) Зависимость корректирующего коэффициента магнитного поля от магнитного зазора.

2.6.2. Переменное поле

Дополнительной особенностью данной методики стала возможность исследования трансформации ДС при приложении дополнительного переменного поля. С этой целью на верхний концентратор устанавливалась дополнительная катушка (рисунок 2.13), через которую пропускался ток частотой 50 Гц и амплитудой до 6,5 А. Величина переменного поля, измеренного датчиком Холла, расположенном вблизи верхнего концентратора, при токе 1 А составила 10,4 мТл, при 3,5 А – 37 мТл, при 6 А – 63 мТл.

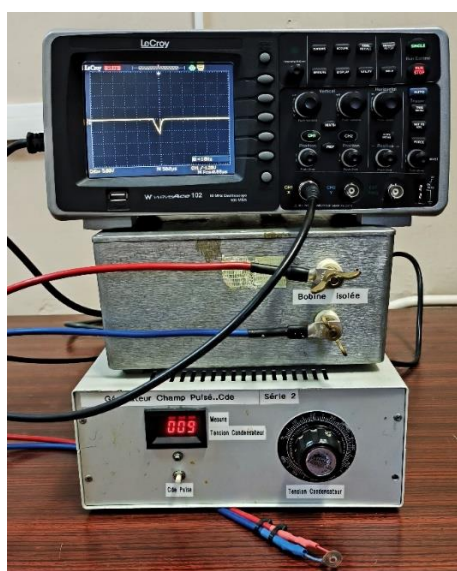
2.6.3. Импульсное поле

В связи с тем, что магнитное поле в области расположения образца при исследованиях трансформации ДС существенно меньше поля, измеряемого датчиком Холла, расположенного вблизи верхнего концентратора, была реализована методика, при которой к постоянному полю, создаваемому электромагнитом, добавлялось импульсное поле.

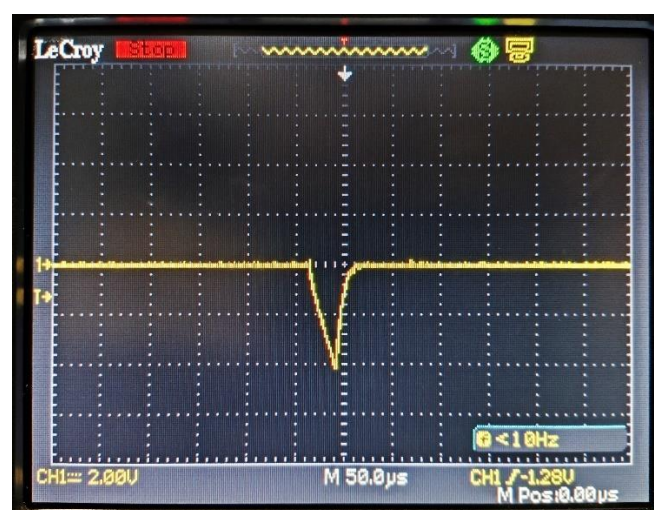
Импульсные поля создавались путем пропускания импульсного тока через катушку, создаваемого с помощью транзисторного импульсного генератора. На рисунке 2.18а представлена фотография импульсного генератора с подключенной

намагничивающей катушкой и осциллографом для регистрации тока, протекающего через катушку. В основу генератора положена классическая схема, в которой посредством регулируемого источника тока происходила зарядка двух параллельно соединенных конденсаторов до заданного напряжения ($U_{max}=300$ В). Далее с помощью твердотельного электронного ключа (транзистора) происходила разрядка накопленного заряда на конденсаторах через подключенную катушку. В схеме последовательно катушке был подключён шунтирующий резистор 1,93 мОм, что позволяло с помощью осциллографа измерять ток, протекающий через катушку. На рисунке 2.18б представлена фотография экрана осциллографа, на котором показан импульсный сигнал. При заряжающем напряжении 144 В величина импульса через катушку составила 4,1 В, что соответствует 2,12 кА, при этом время импульса составило 40 мкс.

Поскольку измеряемые образцы представляли собой шаровые сегменты толщиной не более 2 мм, то было принято решение изготовить плоскую катушку из медного провода диаметром 0,78 мм. Поскольку большая индуктивность катушки может привести к увеличению ее реактивного сопротивления, что в свою очередь препятствует прохождению через неё переменного электрического тока, было принято решение изготовить 4-х витковую катушку.



а)



б)

Рисунок 2.18 - Фотографии установки по созданию импульсного магнитного поля (а) и экрана осциллографа, с зарегистрированным импульсным сигналом через намагничивающую катушку при напряжении на конденсаторах 144 В.

С целью нахождения магнитного поля в центре катушки при протекании импульсного тока были проведены расчеты с помощью программного обеспечения Coil v2.1, а также среды COMSOL Multiphysics.

На рисунке 2.19 представлены расчеты, выполненные с помощью ПО Coil v2.1, параметров катушки (включая значение действующего тока, а также индукции магнитного поля), которая использовалась при эксперименте, при заданной геометрии катушки, частоте и напряжения импульсного сигнала. Хорошо видно, что расчеты величины действующего тока хорошо согласуются с экспериментально измеренными значениями. Для проверки достоверности величины индукции магнитного поля в центре катушки были проведено компьютерное моделирование в среде COMSOL Multiphysics.

На рисунках 2.20 представлены результаты моделирования. Установлено, что индукция магнитного поля в центре катушки составила 1,18 Тл, что хорошо коррелирует со значением 1.143 Тл, полученного из расчетов в программе Coil v2.1.

Coil V2.1 Demo

Программа Coil V2.1 (демонстрационная версия):
 Расчет параметров и магнитного поля цилиндрического соленоида: Число витков, активное и реактивное сопротивление, индуктивность, потребляемый ток или приложенное напряжение, плотность тока, рассеиваемая мощность, магнитная индукция в заданной точке, коэффициент преобразования по току, масса провода

Контактная информация:
 Игорь Алексеевич Мухин
 РФ, г. Тверь
 E-mail: muhin@tvcom.ru
 Сайт: http://mlab.narod.ru
 Тел./факс: (4822) 59-32-31
 Моб. тел.: +7-909-269-48-94

Удельное сопротивление R_{0e} , Ом * м:
 Медь (Cu) 1.67E-8
 Алюминий (Al) 2.69E-8
 Железо (Fe) 9.71E-8

Плотность R_0 , кг/куб. м:
 Медь (Cu) 8700
 Алюминий (Al) 2300
 Железо (Fe) 8300

Фактор упаковки Λ :
 Намотка внавал 0.5 ... 0.6
 Намотка виток к витку 0.6 ... 0.7
 Намотка шириной 0.7 ... 0.8

Параметры соленоида:

- 0.0025 Внутренний радиус R1, м
- 0.00562 Внешний радиус R2, м
- 0.00078 Высота H, м
- 0.00078 Диаметр провода D, м
- 0.65 Фактор упаковки Λ (<1)

Материал провода:
 Медь (Cu) Выберите материал обмоточного провода или задайте его свойства
 Алюминий (Al)
 Железо (Fe)

1.67E-8 Удельное сопротивление провода R_{0e} , Ом * м
 8700 Плотность материала провода R_0 , кг/куб. м

Параметры источника питания:
 Источник напряжения Источник тока

- 125000 Частота f, Гц
- 144 Действующее напряжение U_d , В

Координаты точки расчета магнитной индукции относительно центра соленоида:

- 0 Радиальная координата x, м
- 0 Аксиальная координата z, м

Расчетные значения:

- 4,01 Число витков N
- 0,002951 Активное сопротивление R, Ом
- 9,267E-0008 Индуктивность L, Гн
- 0,07278 Индуктивное сопротивление Z_L , Ом
- 0,07284 Полное сопротивление, Ом
- 2130 Действующий ток I_d , А
- 2689 Плотность тока в обмотке j, А/кв. мм
- 4137 Плотность тока в проводе, А/кв. мм
- 1,153E0004 Рассеиваемая мощность P, Вт
- 1,143 Индукция в центре B0d, Тл
- 0,0005368 Коэффициент преобразования в центре $K_0 = B_0d/I_d$, Тл/А
- 0 Радиальная компонента магн. индукции $B_{xd}(x,z)$, Тл
- 1,061 Аксиальная компонента магн. индукции $B_{zd}(x,z)$, Тл
- 1,061 Модуль магнитной индукции $B_d(x,z)$, Тл
- 0 Угол магнитной индукции с осью Z f (x,z), градусов
- 0,0003511 Общая масса провода m, кг

Значения магнитной индукции и плотности тока действующие, рассеиваемая мощность средняя

Готов ...

Расчет **Очистить** **Выход**

Рисунок 2.19 - Результаты расчетов в программе Coil v2.1. параметров изготовленной катушки при заданной геометрии катушки, частоте и напряжении действующего напряжения.

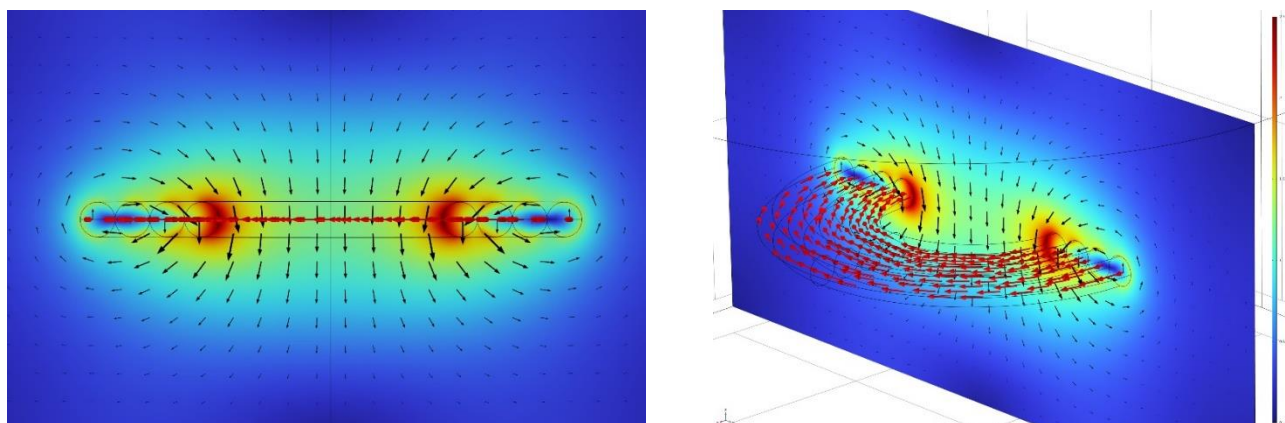


Рисунок 2.20 - Результаты компьютерного моделирования в среде COMSOL Multiphysics индукции магнитного поля, создаваемого катушкой при токе 2,1 кА.

2.7. Компьютерная программа для автоматической регистрации изображений процесса перестройки доменной структуры

Для того чтобы проводить исследования трансформации доменной структуры магнетиков во внешнем магнитном поле в автоматическом режиме, была написана компьютерная программа NEOPHOT-30 Ultimate на языке программирования C# в среде разработки Microsoft Visual Studio. Интерфейс представлен на рисунке 2.21.

Общий блок устройств, используемых в методиках, расположен слева. Необходимо отслеживать связь со всеми приборами: импульсным программируемым источником питания АКПП-1143, вольтметром В7-78/3 и Arduino Nano – микроконтроллером для управления полярности напряжения, подаваемого в режиме полевых измерений – на электромагнит. При подключении к приборам, кнопка «Подключить» сменит фоновый цвет на синий, что облегчает работу пользователя и означает, что устройства готовы к проведению эксперимента. Значение выходного напряжения можно задавать в ручном режиме: по типу счётчика, выбирая нужные разряды, максимум равен 300,0В. Круговая диаграмма показывает в процентном отношении значение поданного напряжения к максимальному. Буквенные обозначения «О» или «П» свидетельствуют об обратной или прямой полярности подаваемого напряжения.

Для полевых измерений возможны два типа: магнит-базис и магнит-призма. В первом случае исследуемая поверхность ферромагнетика сориентирована

перпендикулярно оси легкого намагничивания образца, во втором – направлена вдоль неё.

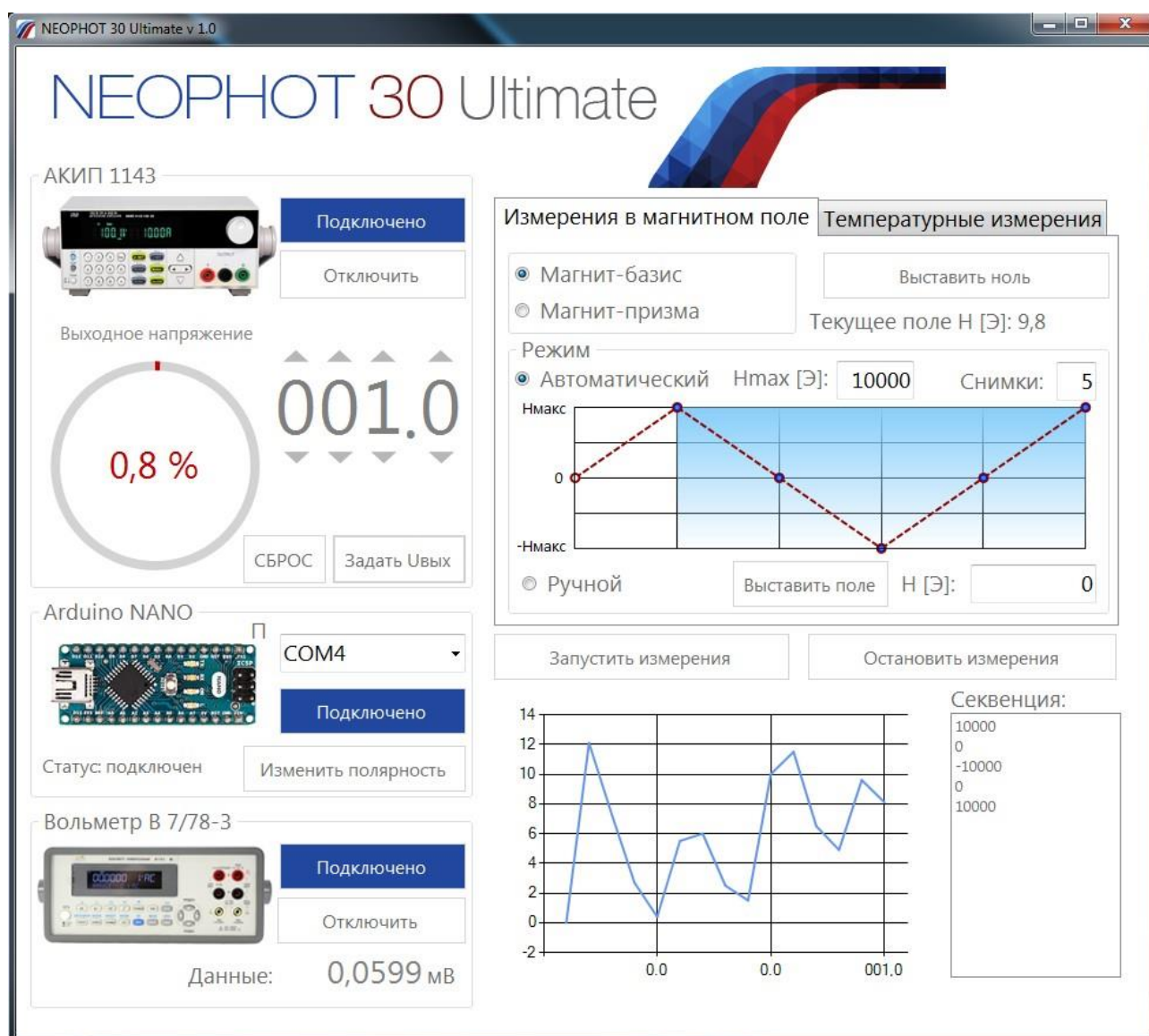


Рисунок 2.21 - Интерфейс программного обеспечения для автоматической регистрации изображений доменной структуры во внешнем изменяющемся магнитном поле.

В программе возможны два режима измерений: ручной или автоматический. Ручной режим позволяет пользователю выставить любое значение напряженности магнитного поля (до $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 1,95 \text{ Т}$). В автоматическом режиме, задавая границы значений напряженности магнитного поля, регистрация изображений трансформации доменной структуры будет осуществляться согласно секвенции. Для её заполнения от оператора требуется задать максимальное значение напряженности магнитного поля H_{max} , количество снимков. Для различных случаев измерения: кривой намагничивания,

намагничивания-размагничивания, петли гистерезиса алгоритм заполнения секвенции различен.

При положительной связи со всеми приборами, измерения можно запускать. В программе описаны все возможные случаи для достижения задаваемой напряженности магнитного поля с учётом полярности выходного напряжения. Значение напряженности магнитного поля в зазоре электромагнита выводится на правую панель полевого блока измерений. Как только оно достигнет значения, указанного в секвенции, изображение доменной структуры с камеры Levenhuk будет автоматически зарегистрировано при помощи одноименного программного обеспечения; каждая измерительная точка в списке выделяется с указанием точного значения магнитного поля на момент съёмки картины ДС. При достижении последнего значения магнитного поля, измерения останавливаются, происходит автоматический сброс подаваемого напряжения до нуля. Весь процесс измерения можно наблюдать на графике $H(t)$, где t - время.

На рисунке 2.22 представлена фотография программно-аппаратного комплекса «Оптический магнитометр», реализованного на кафедре Физики конденсированного состояния ТвГУ.

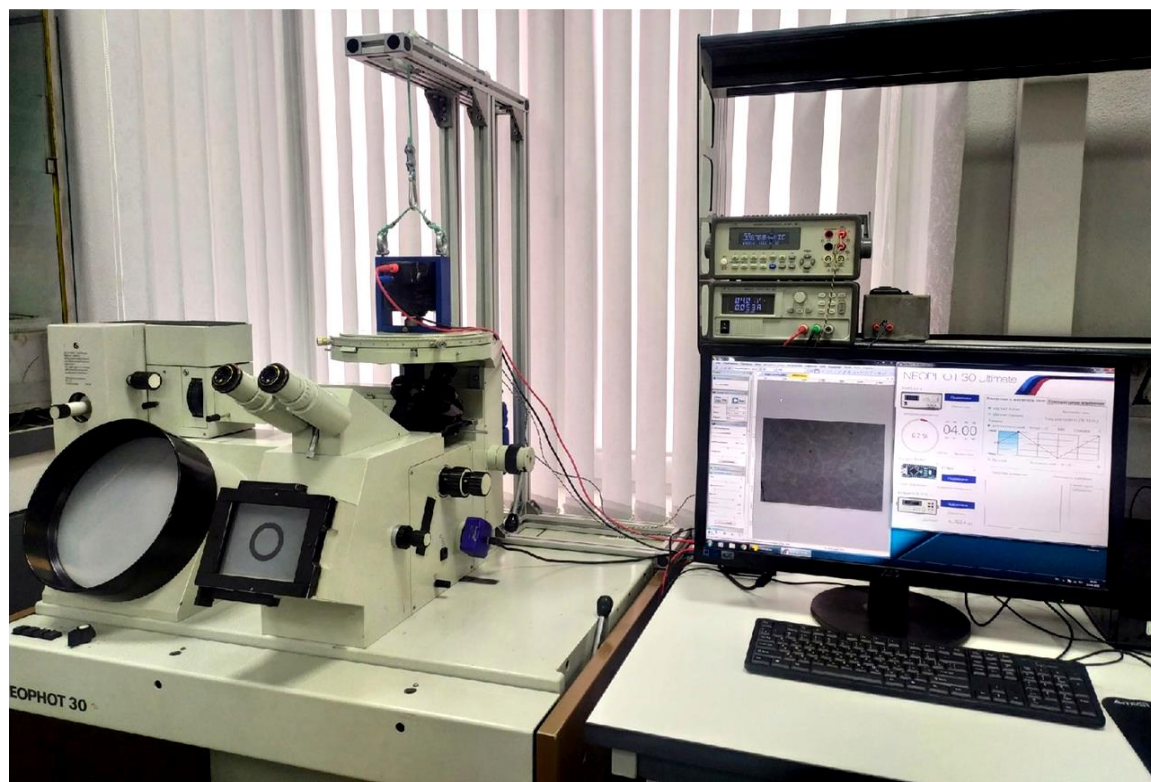


Рисунок 2.22 - Фотография программно-аппаратного комплекса для автоматической регистрации и анализа изображений трансформации доменной структуры во внешнем магнитном поле.

2.8. Алгоритм построения полевых зависимостей намагниченности на основе анализа изображений трансформации доменной структуры магнетиков

Магнитная доменная структура является индивидуальной характеристикой магнитного материала и позволяет получить информацию о его локальных магнитных свойствах, что является практически важной задачей при анализе гетерофазных и поликристаллических образцов [6, 71].

Для реализации методики построения полевых зависимостей намагниченности на основе автоматического анализа изображений трансформации доменной структуры был разработан программный продукт. Программа «Оптический магнитометр» написана на языке C# в среде разработки Microsoft Visual Studio. На рисунке 2.23 представлен интерфейс данной программы, позволяющей строить полевую зависимость намагниченности в относительных единицах на основе анализа процесса перестройки ДС во внешнем магнитном поле.

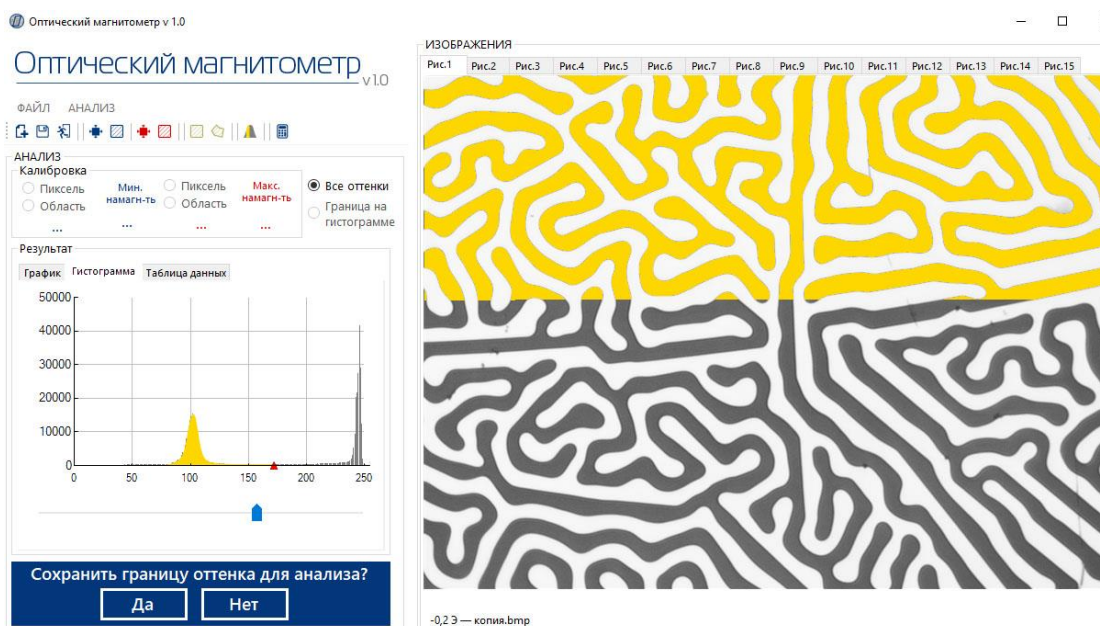


Рисунок.2.23 - Интерфейс программы, позволяющей по цветовому оттенку пикселей микрофотографий доменной структуры строить полевые зависимости намагниченности исследуемых ферромагнетиков.

Программа позволяет анализировать одновременно 15 микрофотографий доменной структуры исследуемой поверхности образца. Изображения загружаются в формате *.bmp. Строка состояния помогает пользователю отслеживать загрузку, по окончании отображается информация о количестве снимков, которые будут проанализированы. Далее оператор должен определиться с областью анализа. Это можно

сделать, выбрав меню «Анализ», строку «Задать область анализа». Возможны два варианта: прямоугольная и полигональная фигура, контур которой пользователь определяет сам. Каждый выбранный параметр для процесса исследования трансформации ДС необходимо сохранить: нажать «Да» в специальной форме в левом нижнем углу.

Каждая фотография представляет собой битовую карту-матрицу, в которой хранится цвет пикселя. Поскольку при увеличении/уменьшении внешнего магнитного поля происходит рост доменов одного знака, за счёт убыли домена другого знака, то и среднее значение пикселей каждой фотографии будет различно. Анализировать изображения можно по всем оттенкам, подсчитывая среднее значение оттенка области, и задавая границу оттенка пикселей либо вручную, либо использовать метод Оцу [76], программный метод пороговой обработки бинарных изображений. В первом варианте, необходимо выбрать в меню «Анализ» строку «Провести расчёт», во втором - «Выбрать границу анализа на гистограмме», задать её, сохранить границу оттенка и «Провести расчёт». Если оттенок пикселя принадлежит выбранному интервалу, он окрасится в желтый цвет. Таким образом, рассчитывается процентное содержание пикселей доменов одного знака, к общему количеству пикселей фотографии (рисунок 2.24).

Нажимая «Провести расчёт», появляется строка загрузки, информирующая о состоянии запущенного процесса анализа. Как только появится надпись: «Анализ завершён», во вкладке «График» блока «Результат» в случае анализа по всем оттенкам пикселей микрофотографии появится кривая изменения цвета области анализа в зависимости от номера снимка. Во вкладке «Таблица данных» - рассчитанные средние значения оттенка каждого изображения относительно его номера. Для анализа фотографий по выбранной границе на гистограмме, в зависимости от номера снимка строится количество светлой фазы в процентном содержании к общему числу пикселей фотографий.

Так же предусмотрена автоматическая калибровка полученных данных. Пользователь должен выбрать «Цвет пикселя минимальной/максимальной намагниченности», ввести калибровочное значение минимальной/максимальной намагниченности во всплывающем окне. Построенные кривые в соответствии с заданными параметрами при выборе действия «Калибровать» будут отображены в новых координатных осях: относительной намагниченности от параметра зависимости

(напряженности магнитного поля в зазоре электромагнита при полевых измерениях). Табличные данные анализа могут быть сохранены пользователем при нажатии в «Меню» действия «Сохранить».

Для построения кривой намагничивания необходимо в программе для численного анализа данных каждому значению внешнего магнитного поля в зазоре электромагнита сопоставить рассчитанное программой значение относительной намагниченности, поскольку из-за конструкции металлографического оптического микроскопа нельзя количественно связать такие характеристики, как намагниченность домена и контраст изображения.

В работе [77] был предложен аналогичный способ построения полевой зависимости намагниченности на основе анализа изображений перестройки доменов исследуемого образца. Алгоритм заключается в подсчете суммарной площади чёрных областей и разности между площадями черных и белых областей в относительных единицах, приняв площадь фотографии за единицу. Однако данная методика может быть применена только для тонких плёнок, поскольку в них намагниченность доменов направлена в антипараллельные стороны.

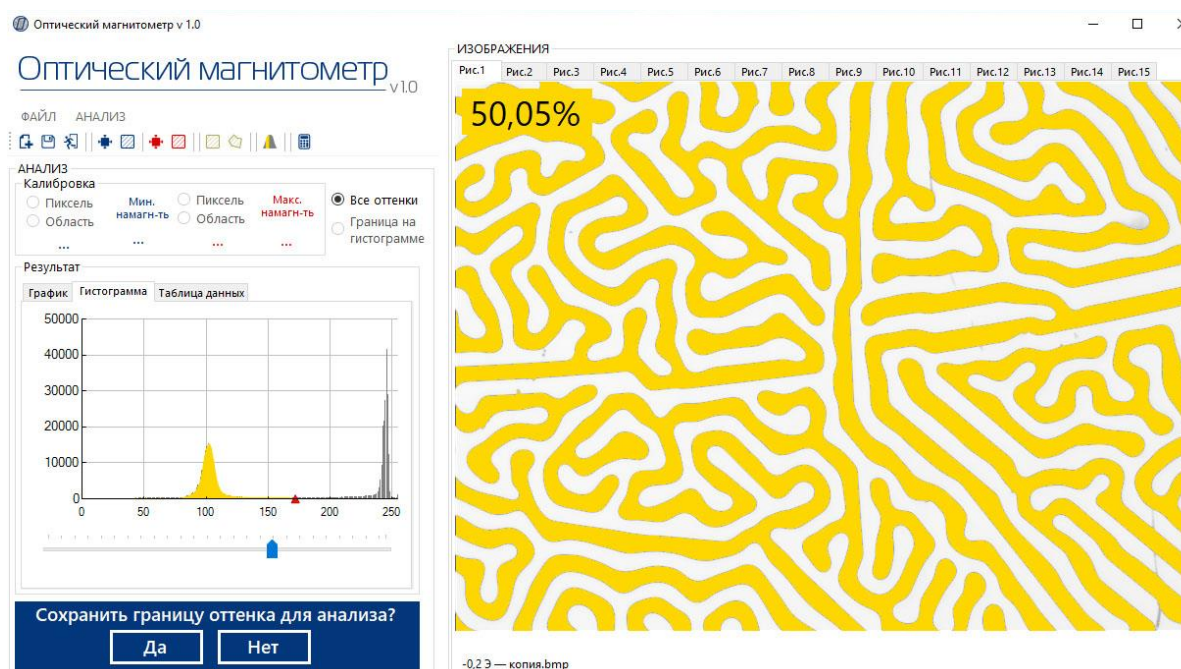


Рисунок 2.24 - Результат расчета процентного содержания пикселей серого цвета к общему количеству пикселей фотографий, используя пороговое значение оттенка серого, рассчитанного методом Оцу.

3. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ПЕРЕМАГНИЧИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОДНООСНЫХ МАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ: ЭКСПЕРИМЕНТ И ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ

3.1. Исследование процессов намагничивания и доменной структуры монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в изменяющемся магнитном поле

3.1.1. Экспериментальные исследования полевых зависимостей намагниченности

После механических обработок (удаление окислов с поверхности сплава, снятие механических напряжений путем электрохимического травления) образцы представляли собой зерна сплавов сфероидальной формы (геометрические размеры сфероида из монокристалла SmCo_5 : $a=b=0,92$ мм, $c=1$ мм; из монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ - $a=b=c=1,05$ мм), на основе которых изготавливались шлифы. Для получения чётких изображений доменной структуры, с использованием магнитооптического эффекта Керра, необходимо выполнение требования, связанного с высоким качеством шлифа поверхности во избежание рассеяния света на дефектах (царапинах, трещинах образца). Ориентация поверхностей перпендикулярной оси легкого намагничивания (ОЛН) производилась при помощи постоянного магнита с дальнейшей фиксацией положения при помощи стоматологической самозатвердевающей пластмассы. Подготовленные шлифы монокристаллов представляли собой сфероидальные сегменты с толщинами 1,35 мм и 0,62 мм для SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, соответственно.

На рисунках 3.1 и 3.2 представлены полевые зависимости удельной намагниченности для монокристаллов $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и SmCo_5 . Для обоих составов приведены кривые вдоль ОЛН для исходных сфероидальных монокристаллов без учета фактора размагничивания (черные кривые) и его учетом (красные кривые), а также кривые для подготовленных шлифов (синие кривые). Для трудного направления намагничивания (ОТН) приведены кривые для исходных монокристаллов с учетом фактора размагничивания образцов (красные пунктирные кривые). Поскольку подготовленные монокристаллы имели форму сфероидов, то их факторы размагничивания были определены из табличных данных [8]. Стрелки вблизи графиков указывают на направление изменения внешнего поля. На вставке к рисункам показаны полевые

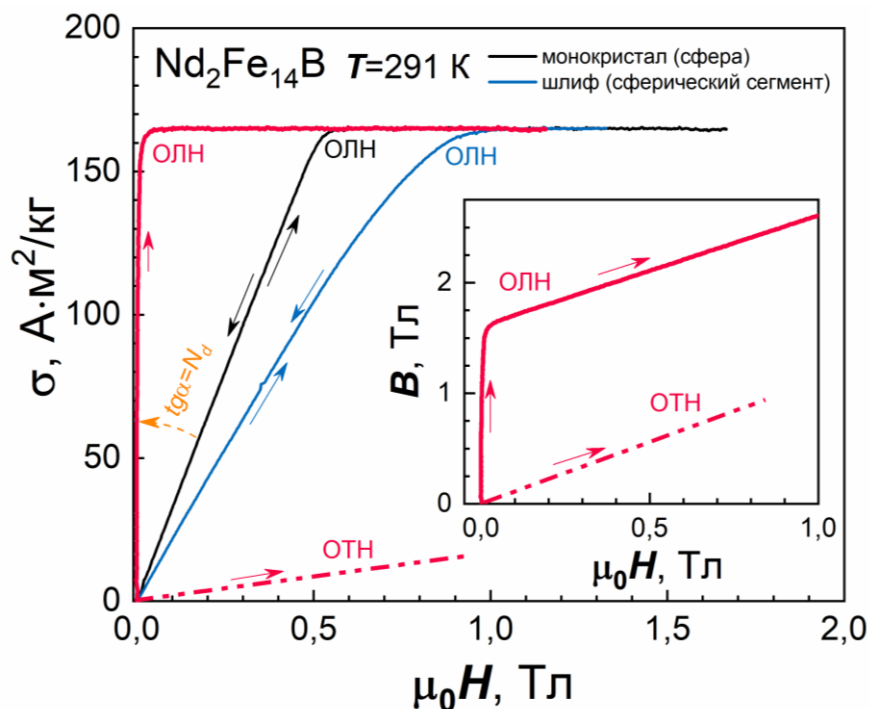


Рисунок 3.1 - Полевые зависимости удельной намагниченности вдоль ОЛН для монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в исходном состоянии (черная кривая), коррекцией фактора размагничивания (красная кривая) и подготовленном шлифе (синяя кривая). Для ОТН представлена кривая для исходного монокристалла с учетом фактора размагничивания (красная пунктирная кривая). На вставке приведены зависимости индукции вдоль ОЛН и ОТН, построенные из кривых намагниченности с учетом размагничивающего фактора.

зависимости индукции для ОЛН и ОТН, построенные из данных намагниченности с учетом размагничивающего фактора. Данные зависимости использовались в качестве кривых, характеризующих материалы при моделировании.

В больших полях из зависимостей $\sigma(H)$ определены значения удельной намагниченности насыщения для обоих составов, которые составили $165 \text{ A}\cdot\text{m}^2/\text{кг}$ и $100 \text{ A}\cdot\text{m}^2/\text{кг}$ для $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и SmCo_5 , соответственно. Необходимо отметить, что данные значения совпадают с литературными данными [8].

Кривые намагничивания для монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ показывают полностью обратимый, безгистерезисный характер, наклон которых определяется размагничивающим фактором. Часть петли магнитного гистерезиса с $\mu_0 H_{\text{max}} = 1.5 \text{ Тл}$ для сфероидного монокристалла SmCo_5 показана на рисунке 3.2 (черная кривая). При ориентации оси c (направление легкого намагничивания) вдоль направления поля насыщение достигается по линейной кривой с наклоном, пропорциональным

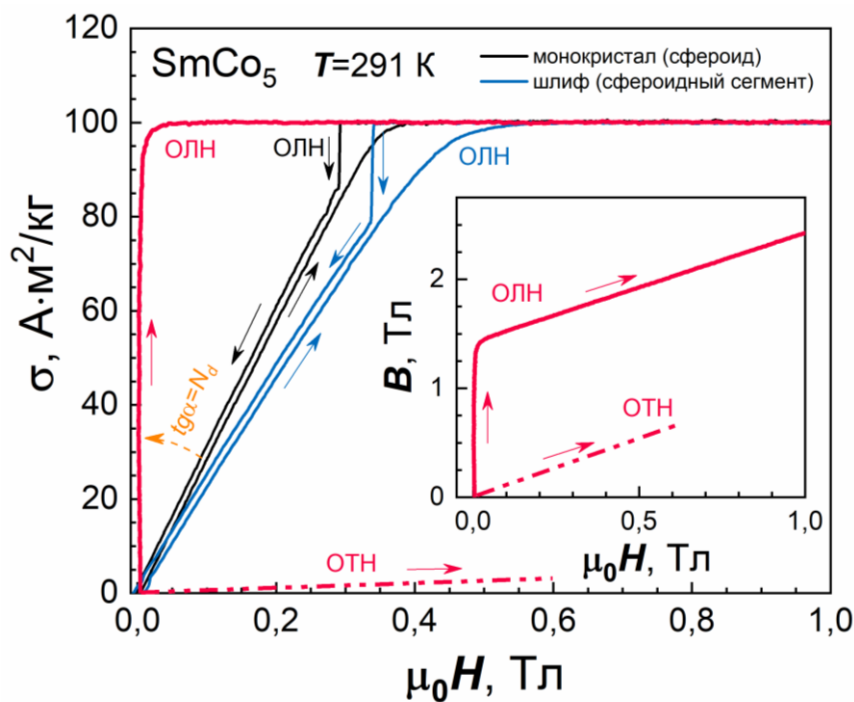


Рисунок 3.2 - Полевые зависимости удельной намагниченности вдоль ОЛН для монокристалла SmCo_5 в исходном состоянии (черная кривая), коррекцией фактора размагничивания (красная кривая) и подготовленном шлифе (синяя кривая). Для ОТН представлена кривая для исходного монокристалла с учетом фактора размагничивания (красная пунктирная кривая). На вставке приведены зависимости индукции вдоль ОЛН и ОТН, построенные из кривых намагниченности с учетом размагничивающего фактора.

коэффициенту размагничивания N_d , обусловленному размагничивающим полем. Петля гистерезиса имеет так называемую «перетянутую» форму. Когда поле уменьшается, наблюдается заметное резкое изменение намагниченности. Этот скачок связан с зарождением обратной намагниченности, которая возникает в поле зарождения (nucleation field) H_N . В данном исследовании для нас удобно рассматривать значение внешнего поля H , в котором наблюдается скачок намагниченности, как поле зарождения H_N , т.е. $\mu_0 H_N = 0,29\text{ Тл}$. При дальнейшем уменьшении приложенного поля образец переходит в многодоменное состояние, о чем свидетельствует линейное поведение кривой $\sigma(H)$ при слабом поле, что обычно объясняется перемещением доменных границ. При этом образец демонстрирует квазинулевую коэрцитивную силу $\mu_0 H_C = 6\text{ мТл}$ из-за шероховатой поверхности с многочисленными дефектами, способствующими образованию зародышей с обратной намагниченностью.

Изготовление шлифа из сфероидного по форме монокристалла привело к увеличению размагничивающего фактора, о чем свидетельствует изменение наклона

начального участка петли гистерезиса (синяя кривая на рисунке 3.2). На обратной кривой размагничивания также четко наблюдается поле зарождения области обратной намагниченности с $\mu_0 H_N = 0,34$ Тл.

На сегодняшний момент в литературе имеется дискуссия об истинных источниках зародышей перемагничивания. Общепринятым подходом является тот, где главную роль в процессах зародышеобразования отдают дефектам кристаллического строения, в окрестности которых резко снижено эффективное поле анизотропии [84]. Такими дефектами могут быть: точечные дефекты и их скопления, дислокации, плоские дефекты типа дефектов упаковки и т.д. Из-за наличия упругих напряжений и магнитострикционных деформаций в окрестности дефекта, локальная величина константы магнитной анизотропии может существенно отличаться от среднего значения K по всему объёму кристалла.

Естественно также полагать, что зародыши перемагничивания могут возникать в области различного рода дефектов реального кристалла. Такими дефектами, например, могли бы быть раковины, микротрещины и т.д.— дефекты формы кристалла. Так, например, сильные локальные размагничивающие поля, которые могут присутствовать в углах, углублениях или немагнитных включениях, могут способствовать образованию небольшой области с обратной намагниченностью. Сильное магнитное поле может удалить область такого типа во время процесса намагничивания, но в какой-то момент во время уменьшения поля (процесс размагничивания) область образуется снова и инициирует скачкообразное изменение намагниченности. Однако встает вопрос о количестве таких областей и полях их деактивации. Так, авторы [85] утверждают, что с уменьшением шероховатости поверхности коэрцитивная сила увеличивается до того момента, пока размер дефекта не станет не менее 1 микрометра. Если дефекты на поверхности меньше, коэрцитивная сила не увеличивается.

Тем не менее, как показали предыдущие исследования [84,86,87] о влиянии различных факторов на величину гистерезиса возникновения ДС, первостепенное значение в процессе перемагничивания одноосных монокристаллов имеет совершенство их кристаллической структуры и особенно поверхностного слоя.

В данной работе были проведены исследования полевых зависимостей удельной намагниченности шлифа монокристалла SmCo_5 , измеренных при разных значениях максимальных полей намагничивания (рисунок 3.3). Установлено, что при

перемагничивании монокристалла в поле, параллельном ОЛН, величина поля скачка H_N сильно зависят от амплитуды намагничивающего поля H_{max} . При максимальных полях H_{max} равных 0,5 и 0,7 Тл, которые меньше поля насыщения образца в связи с большими рассеивающими полями на поверхности шлифа, измеренные петли гистерезиса показывают почти обратимый характер изменения намагниченности. При намагничивании образца в поле до 1 Тл на обратном ходе петли гистерезиса наблюдается слабый скачок намагниченности в поле $\mu_0 H_N = 0,47$ Тл. Вид петель гистерезиса при максимальных полях намагничивания свыше 1,5 Тл вплоть до 2,3 Тл оставался неизменным, с характерным полем $\mu_0 H_N = 0,34$ Тл. Результаты данных исследований показывают, что в образце имеются несколько областей зарождения доменов обратного знака с различными полями зарождения.

Доказательством существования магнитно-активных дефектов, вблизи которых образуются зародыши перемагничивания, могут служить опыты по наблюдению центров формирования ДС, которые будут приведены в следующих разделах.

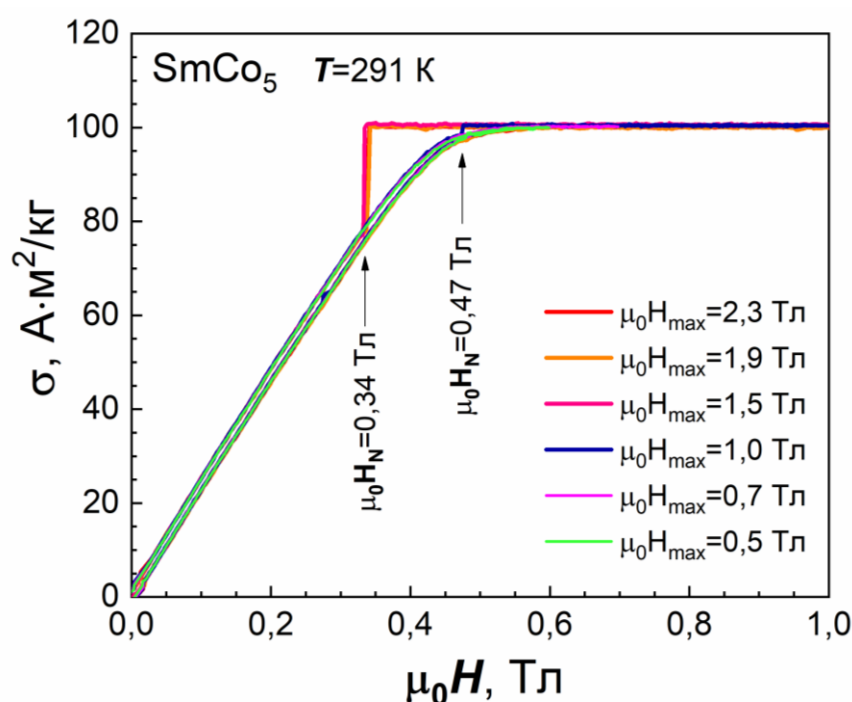


Рисунок 3.3 - Полевые зависимости удельной намагниченности шлифа монокристалла SmCo₅, измеренные при разных значениях максимальных полей намагничивания.

3.1.2. Компьютерное моделирование кривых намагничивания изотропных и высокоанизотропных магнитоодноосных магнетиков.

В связи с тем, что в работе необходимо проводить сравнение процессов перемагничивания в объёме и на поверхности образцов, что возможно только при подготовке металлографического шлифа, возникает проблема с корректной интерпретацией данных, полученных методом вибрационного магнитометра на подготовленных для оптических измерений образцах.

В основе методики вибрационного магнитометра лежит индукционный способ измерения магнитных свойств. Он основан на изменении магнитного потока в катушке, когда вблизи нее вибрирует намагниченный образец. Ось колебаний параллельна плоскости катушек, а магнитный момент образца, индуцируемый внешним магнитным полем, ориентирован перпендикулярно плоскости катушек. Колеблующееся магнитное поле движущегося образца индуцирует переменную э.д.с. в измерительных катушках, величина которой пропорциональна магнитному моменту образца. Э.д.с. в катушках определяется потокоцеплением с образцом, поэтому зависит не только от магнитного момента образца, но и от геометрии катушек, размеров и формы образца. Необходимо отметить, что при экспериментальных исследованиях измеряется интегральная величина магнитного момента от всех частей образца, отнесенных к их массе, в связи с чем, имея конечную чувствительность измерительных устройств выделение вклада от поверхности крайне затруднено.

В работе в системе автоматизированного проектирования COMSOL Multiphysics 6.2 была создана модель индукционного принципа измерения намагниченности вибрационного магнитометра, позволяющая строить полевые зависимости намагниченности изотропных и высокоанизотропных магнитоодноосных магнетиков.

Модель вибрационного магнитометра

При моделировании использовался интерфейс Магнитного поля (*Magnetic Fields, No Currents*). В магнитостатических задачах, где отсутствуют электрические токи, можно сформулировать и решить задачу, используя скалярный магнитный потенциал V_m . В тех областях, где плотность тока равна нулю ($\delta=0$) $rot \mathbf{H} = 0$ магнитное поле можно рассматривать как потенциальное. Это означает, что магнитный скалярный потенциал V_m

может быть определен из соотношения $\mathbf{H} = -\text{grad } V_m$, что аналогично определению электрического потенциала для статических электрических полей. Используя определяющее соотношение $\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M})$, уравнение $\text{div } \mathbf{B} = 0$ становится равным

$$-\text{div}(\mu_0 \text{grad } V_m - \mu_0 \mathbf{M}) = 0 \quad (15)$$

Магнитные поля без токового интерфейса используют это уравнение для моделирования магнитостатики в отсутствие электрических токов.

В плоском двумерном пространстве динамические формулы также включают толщину d в направлении z :

$$-\text{div}d(\mu_0 \nabla V_m - \mu_0 \mathbf{M}) = 0 \quad (16)$$

Помимо магнитного поля, создаваемого намагниченным объектом, в интерфейсе имеется возможность задавать фоновое (background) магнитное поле H_b , тем самым общее выражение для напряженности магнитного поля принимает вид:

$$\mathbf{H} = -\text{grad } V_m + H_b \quad (17)$$

Общая геометрия модели, в точности повторяющая конструкцию измерительной системы вибрационного магнитометра, подробно описанного в главе 2 пункт 2.4, представлена на рисунке 3.4 и состоит из образца, пары катушек и двух поверхностей, являющихся полюсами электромагнита, для которых задается величина пронизывающего их магнитного поля H_b .

Рассмотрим основные уравнения, используемые для расчета э.д.с., наводимой в измерительных катушках, на примере первой катушки, обозначенной синей областью на рисунке 3.4б (количество витков $N=500$, толщина катушки 1,5 мм).

Напряжение на выводах катушки, помещенной в переменное магнитное поле, определяется в соответствии с законом электромагнитной индукции Фарадея:

$$E = -\frac{d\Psi}{dt} \quad (18)$$

где E – напряжение (точнее, электродвижущая сила – э.д.с.) на выводах катушки, Ψ – потокосцепление, являющаяся суммарным магнитным потоком через поверхность, ограниченную витками катушки.

В случае если витки измерительной катушки пронизываются одним и тем же магнитным потоком, то потокосцепление равно произведению магнитного потока Φ на число витков N :

$$\Psi = \Phi \cdot N \quad (19)$$

Поскольку в измерительной системе вибрационного магнитометра образец совершает синусоидальные колебания (с частотой $f=37$ Гц) вблизи измерительных катушек, то, принимая в расчет, что индукция переменного поля от образца изменяется по закону $B = B_0 \cos(2\pi f \cdot t)$, и проводя интегрирование по площади S_n каждого витка и суммируя по всем N виткам, напряжение на выводах катушки можно выразить следующим образом:

$$E = -\frac{d\Psi}{dt} = -\frac{d}{dt} \sum_n \int_{S_n} B S_n dS_n = N S B_0 \omega \sin(\omega t) = 2\pi f N S B_0 \sin(2\pi f t) \quad (20)$$

где N – число витков катушки, S – усредненное значение площади витков, f – частота изменения магнитного поля (ω – циклическая частота), B_0 – амплитудное значение магнитной индукции.

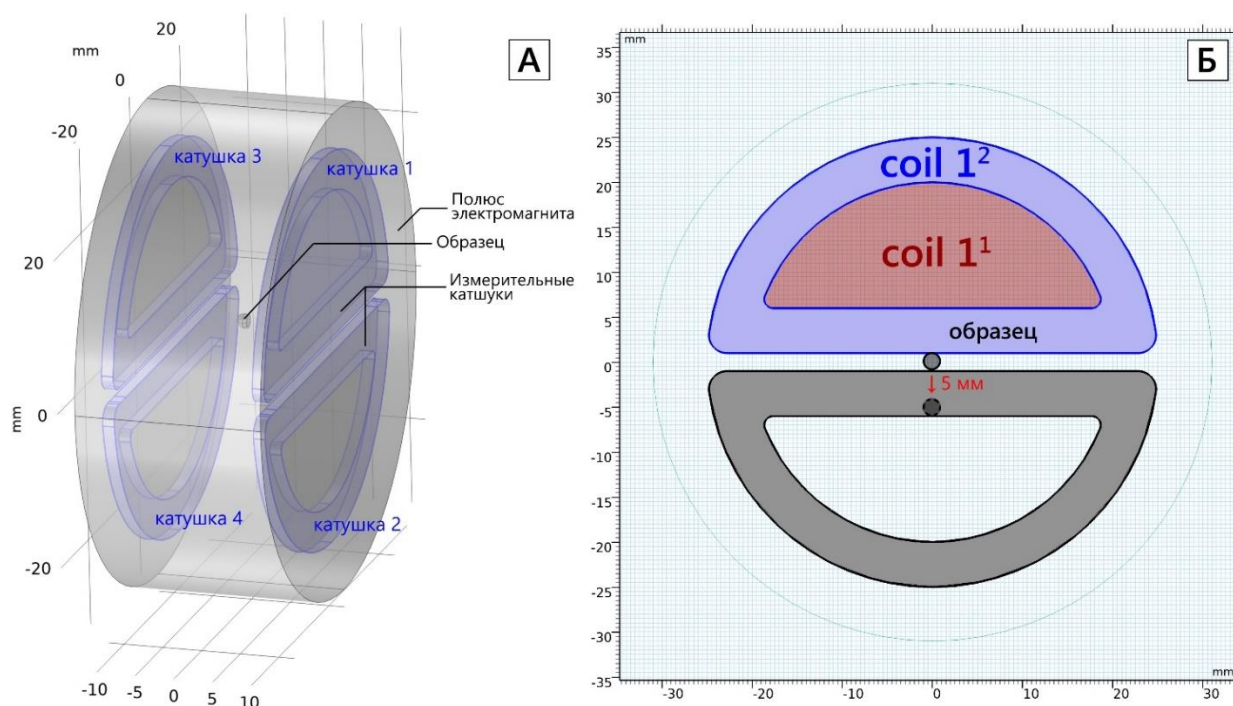


Рисунок 3.4 - Геометрия модели (а); геометрия измерительных катушек, на которой обозначена траектория движения образца (б).

Таким образом, напряжение E на выводах катушки можно выразить через магнитную индукцию B по формуле:

$$E = 2\pi f N S B \quad (21)$$

Особенностью коммутации измерительных катушек вибрационного магнитометра, расположенных на полюсах, является то, что в парах катушки соединены «встречно», а пары между собой – «последовательно». При движении образца вниз увеличивается магнитный поток в нижних катушках и уменьшается в верхних катушках. Возникающие

в них э.д.с. имеют разные знаки, но, благодаря встречному включению катушек, складываются.

Учитывая все вышеприведенное, можно записать основные уравнения, описывающие модель. Для расчета магнитного потока, сцепленного с каждой из четырех катушек, в модели задавались по две интегрирующие области, обозначенные на рисунке 3.4б областями coil 1¹ и coil 1² (для остальных катушек: coil 2¹ и coil 2², coil 3¹ и coil 3², coil 4¹ и coil 4²). Поскольку для расчета магнитного потока необходимо рассчитать объёмный интеграл по объёму каждой катушки он был заменен на плоский интеграл, отнесенный к толщине катушки:

$$\Phi_1 = \frac{2coil\ 1^1(redB_z)+coil\ 1^2(redB_z)}{2 \cdot 1.5} \quad (22)$$

$$\Phi_2 = \frac{2coil\ 2^1(redB_z)+coil\ 2^2(redB_z)}{2 \cdot 1.5} \quad (23)$$

$$\Phi_3 = \frac{2coil\ 3^1(redB_z)+coil\ 3^2(redB_z)}{2 \cdot 1.5} \quad (24)$$

$$\Phi_4 = \frac{2coil\ 4^1(redB_z)+coil\ 4^2(redB_z)}{2 \cdot 1.5} \quad (25)$$

где $redB_z$ – остаточная индукция магнитного поля, не учитывающая фоновое поле H_b , которое задавалось как переменный параметр стационарного решателя в задаче.

Расчет суммарного потокосцепления измерительных катушек, учитывая их конфигурацию и уравнение (5), проходил по следующей формуле:

$$\Psi = (\Phi_2 - \Phi_1 + \Phi_4 - \Phi_3)N \quad (26)$$

Таким образом, зная, суммарное потокосцепление со всеми 4-мя катушками, количество витков в каждой катушке и частоту синусоидальных колебаний с образца, можно вычислить амплитудное значение э.д.с. соответствующее определенной амплитуде перемещения образца (в модели перемещение составляло 5 мм):

$$E = \Psi \cdot 2\pi f \quad (27)$$

Поскольку прямые измерения абсолютных значений магнитного момента (намагниченности) на вибрационном магнитометре затруднены, то, как правило, используют метод сравнения с эталонным образцом, который имеет размеры и форму, близкую к исследуемому образцу и известные магнитные характеристики. В качестве калибровочного образца для модели был выбран образец поликристаллического отожжённого никеля. На рисунке 3.5 представлены результаты прямых измерений удельной намагниченности для сферического образца Ni (диаметр сферы 2 мм). В

дальнейшем экспериментальные данные были скорректированы с учетом фактора размагничивания ($N_d=0,33$) и из них построена для Ni зависимость индукции B от напряженности магнитного поля H (вставка на рисунке 3.5), которая использовалась в качестве характеристики материала образца при моделировании.

На вставке к рисунку 3.6 приведены результаты моделирования первичных данных полевых зависимостей магнитного потока, сцепленного с каждой из 4-х катушек. Хорошо видно, что в связи с тем, что при моделировании образец перемещается на 5 мм вниз из положения между парой измерительных катушек (см. рисунок 3.4 б), то величина и знаки магнитных потоков в катушках 1-2 и 3-4 отличаются, однако ход кривой повторяет кривую намагниченности. Дальнейшие расчеты суммарного потокосцепления с использованием уравнение (26) позволили построить полевую зависимость индуцируемую э.д.с. во всей системе измерительных катушек (уравнение (27)). Представленная на рисунке 3.6 зависимость $E(H)$ в измерительных катушках при перемещении сферического образца Ni (масса 37,27 мг) на 5 мм позволила по величине э.д.с., соответствующую состоянию насыщения материала, определить коэффициент преобразования модели для получения значений удельной намагниченности, который составил $0.33778 \text{ А}\cdot\text{м}^2/(\text{кг}\cdot\text{В})$.

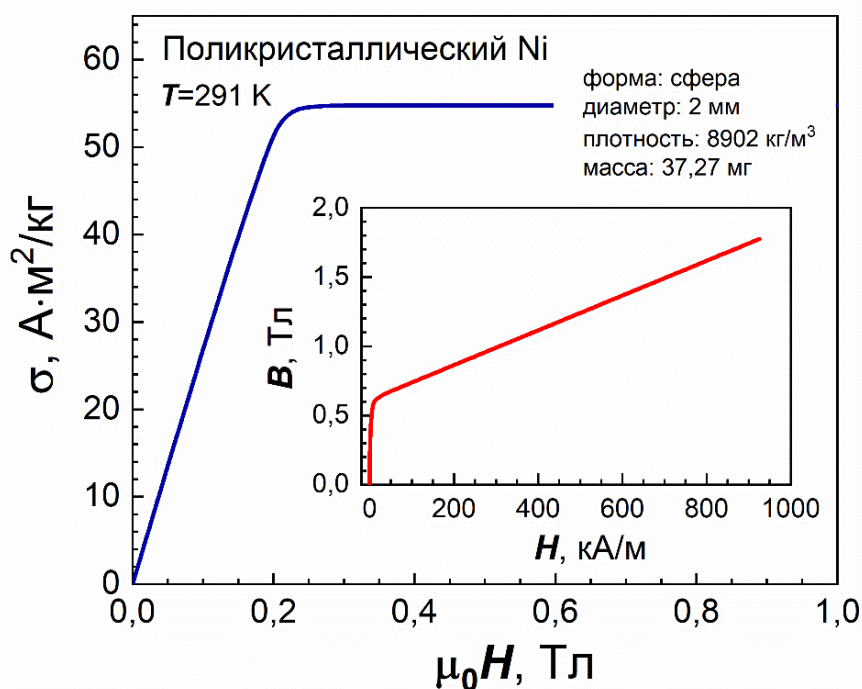


Рисунок 3.5 - Полевая зависимость удельной намагниченности поликристаллического образца Ni. Вставка: зависимость индукции от напряженности магнитного поля для Ni.

Таким образом созданная модель, позволила проводить численное моделирование кривых намагничивания различных магнитных материалов на основе их зависимости $B(H)$. На рисунке 3.7 приведено сравнение полевых зависимостей удельной намагниченности поликристаллического образца Ni, полученных в ходе экспериментальных измерений на вибрационном магнитометре (синяя кривая на рисунке 3.7) и численного моделирования с использованием созданной модели (зеленая кривая на рисунке 3.7).

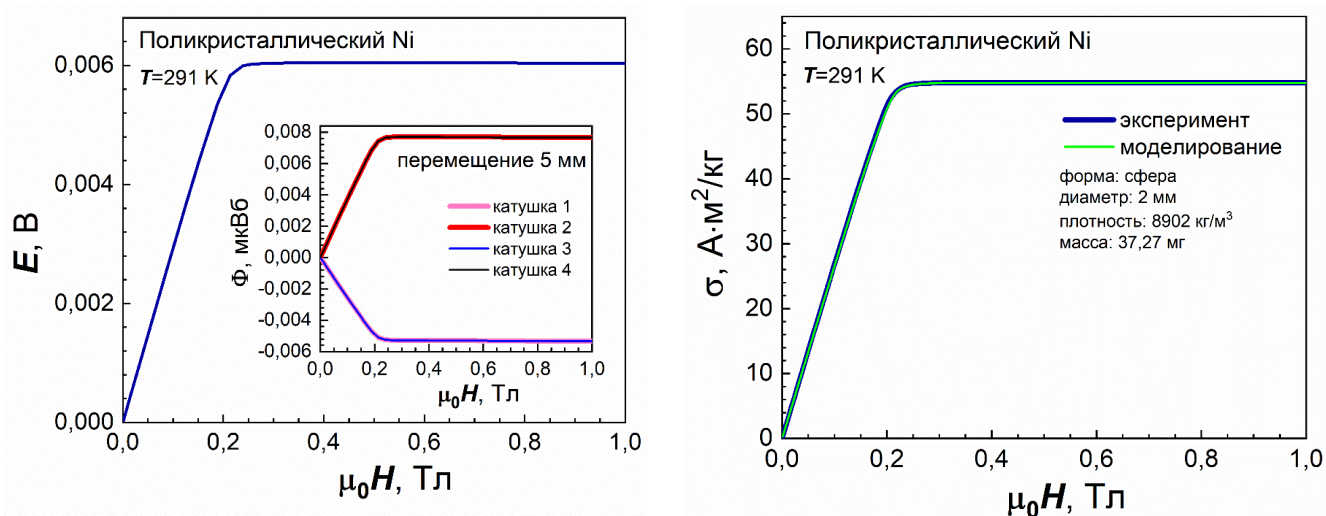


Рисунок 3.6 - Полевая зависимость э.д.с. в измерительных катушках при перемещении образца Ni на 5 мм. Вставка: зависимость магнитного потока, сцепленного с каждой измерительной катушкой от напряженности магнитного поля.

Рисунок 3.7 - Полевые зависимости удельной намагниченности поликристаллического образца Ni, полученные в ходе экспериментальных измерений на вибрационном магнитометре и численного моделирования.

Необходимо отметить, что возможности САПР Comsol Multiphysics позволяли проводить расчёты намагниченности магнитных материалов в созданной модели как по данным индуцируемой э.д.с. в измерительных катушках, так и непосредственным определением среднего значения модуля вектора намагниченности (включая 3 проекции вектора) для области, определяющую образец. Данное преимущество было крайне полезным для анализа кривых намагничивания изотропных материалов.

Модель анизотропного магнетика

В связи с тем, что исследуемые в работе материалы являются высокоанизотропными одноосными магнетиками, необходимо было разработать модель,

учитывающую жесткую связь вектора намагниченности в этих материалах с выделенным кристаллографическим направлением.

Для моделирования материалов, полевая зависимость намагниченности которых, имеет не линейный характер в Comsol Multiphysics имеется возможность непосредственного задания кривой $B(H)$, из которой в последующем рассчитывается магнитная проницаемость. При этом задавая зависимость $B(H)$ для материала, подразумевается, что он является изотропным, и решение нелинейного уравнения присваивается всем трем направлениями осей координат. Однако в анизотропном магнетике кривые намагничивания в различных кристаллографических направлениях отличаются в связи с чем, для одноосного материала необходимо задавать зависимости $B(H)$ для каждого направления вдоль осей координат. Решение трех нелинейных уравнений для каждой точки геометрии материала является невозможным, однако решение двух линейных и одного нелинейного уравнения вполне возможно. Поскольку исследуемые материалы являются высокоанизотропными магнетиками с полями анизотропии B_a более 7 Тл (для SmCo_5 $B_a \approx 44$ Тл, для $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ $B_a \approx 7,7$ Тл), а поляризация J (для SmCo_5 $J \approx 1,07$ Тл, для $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ $J \approx 1,61$ Тл) вместе с внешним полем до 1,5 Тл не превышает полей B_a , то вполне корректно задать свойства такого материала через матрицу относительной проницаемости:

$$\begin{pmatrix} \mu_r & 0 & 0 \\ 0 & \mu_r & 0 \\ 0 & 0 & B(|H|)/(\mu_0|H|) \end{pmatrix}$$

где μ_r – относительная магнитная проницаемость для материала вдоль осей трудного направления. Значения μ_r для моделируемых материалов были определены из экспериментально измеренных кривых намагничивания вдоль трудного направления (см. рисунки 3.1 и 3.2) и составили 1,025 и 1,35 для монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ соответственно.

Результаты моделирования

На рисунках 3.5а-3.6а представлены результаты экспериментальных исследований (кривые с маркерами) и численного моделирования (безмаркерные кривые) полевых зависимостей удельной намагниченности сферических монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, соответственно (при увеличении поля от 0 до поля, при котором достигается насыщение образцов), и подготовленных из них шлифов. Геометрические модели

образцов монокристаллов в форме эллипсоидов и подготовленного шлифа показаны на рисунках 3.8б и 3.9б. Хорошо видно совпадение экспериментальных и расчётных кривых, что свидетельствует о корректности модели. Наиболее важным результатом моделирования является возможность изучения вблизи области насыщения хода кривых намагничивания образцов в форме шарового сегмента (шлифа), поскольку выделение вклада в намагничённость от приповерхностных слоев на шлифованной поверхности на реальном магнитометре не представляется возможным. Помимо этого, модель позволяет строить кривые намагничивания в любой точке или области образца, что дает возможность рассчитать кривые намагничивания, в частности, центральной области поверхности шлифа (красные кривые на рисунках 3.8а и 3.9б).

Благодаря моделированию удалось установить, что в связи с увеличением полей размагничивания на шлифованном участке поверхности эллипсоидальных образцов монокристаллов в отличие от объёма ход кривых намагничивания всего образца и поверхности различается, однако поле насыщения в обоих случаях совпадает. Помимо этого, поля насыщения шлифованной поверхности отличаются в центре и на краях шлифа и точно определяются полями рассеивания этих участков.

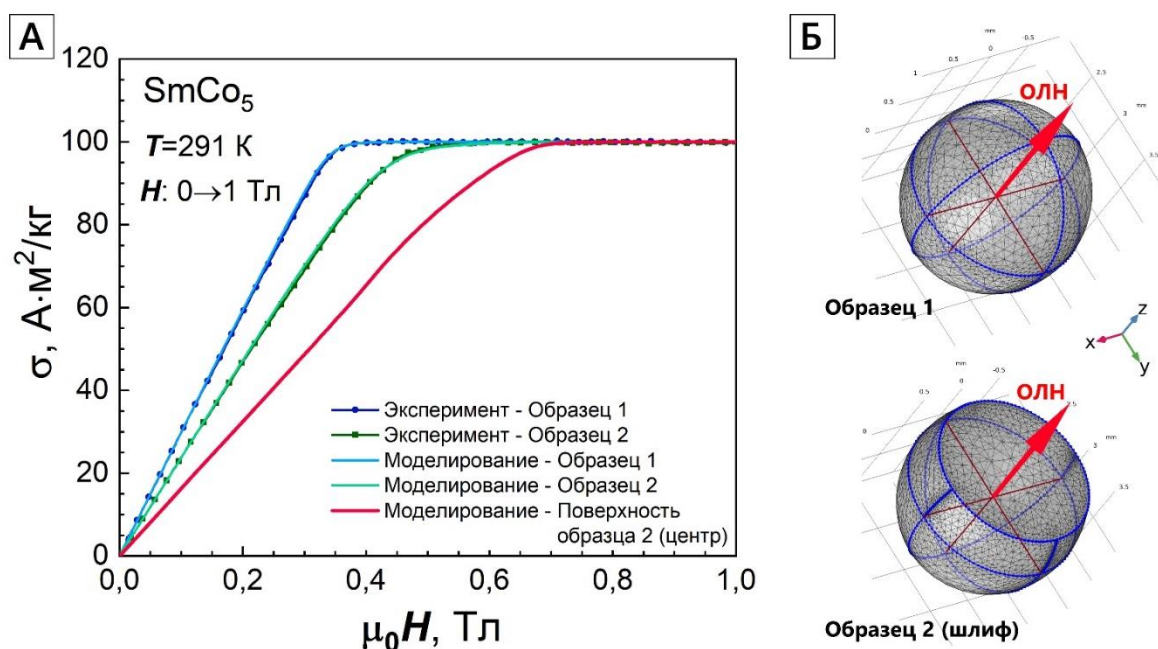


Рисунок 3.8 - Полевые зависимости удельной намагничённости образцов монокристалла SmCo₅, полученные в ходе экспериментальных измерений на вибрационном магнитометре и численного моделирования (а); геометрические модели образцов в ходе численного моделирования с указанием оси легкого намагничивания (б).

Результаты моделирования показали, что в случае, когда образец имеет форму не схожую с эллипсоидом вращения или шаром, например, шарового сегмента, коим является в большинстве случаев подготовленный шлиф, закон распределения намагниченности в них неизвестен, что существенно затрудняет расчет коэффициента размагничивания этих образцов. В связи с вышесказанным в дальнейшем в работе было проведено компьютерное моделирование изотропных и высокоанизотропных образцов различной формы с целью расчета коэффициентов размагничивания, учитывающих распределение намагниченности в объеме образцов.

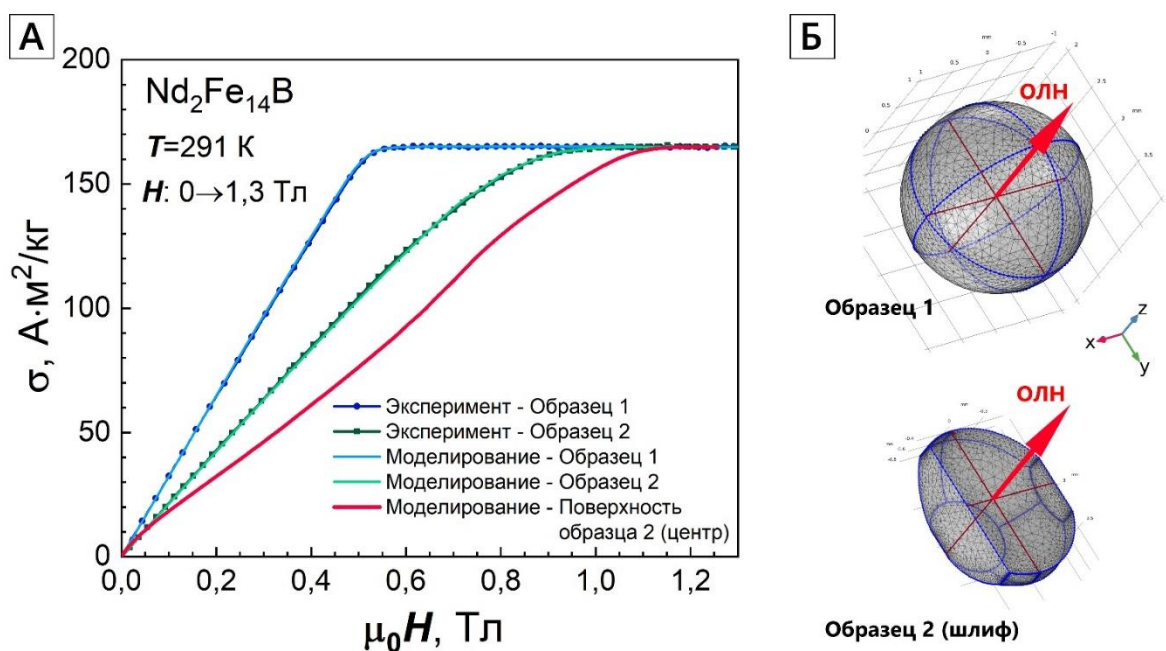


Рисунок 3.9 - Полевые зависимости удельной намагниченности образцов монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, полученные в ходе экспериментальных измерений на вибрационном магнитометре и численного моделирования (а); геометрические модели образцов в ходе численного моделирования с указанием оси легкого намагничивания (б).

Расчет коэффициентов размагничивания тел различной формы

Измерения намагниченности на вибрационных магнитометрах проводятся в разомкнутых магнитных цепях, в связи с чем, перед исследователем стоит задача, чтобы скорректировать значения приложенного поля H_a на значения истинного поля H_i путем вычитания значений размагничивающего поля H_d . Соотношение таково

$$H_i = H_a - H_d \quad (28)$$

где $H_d = N_d M$, а N_d – размагничивающий фактор или коэффициент размагничивания.

Важно помнить, что размагничивающее поле всегда направлено противоположно направлению намагничивания в образце. Если в результате эксперимента получены значения M , то корректировка проста: при каждом значении M размагничивающее поле вычисляется по уравнению

$$H_d = -N_d M \quad (29)$$

и размагничивающее поле вычитается из приложенного поля (28) для получения истинного поля, действующего на образец. Поправки вносятся при фиксированных значениях M и перемещают измеренные значения M параллельно оси H .

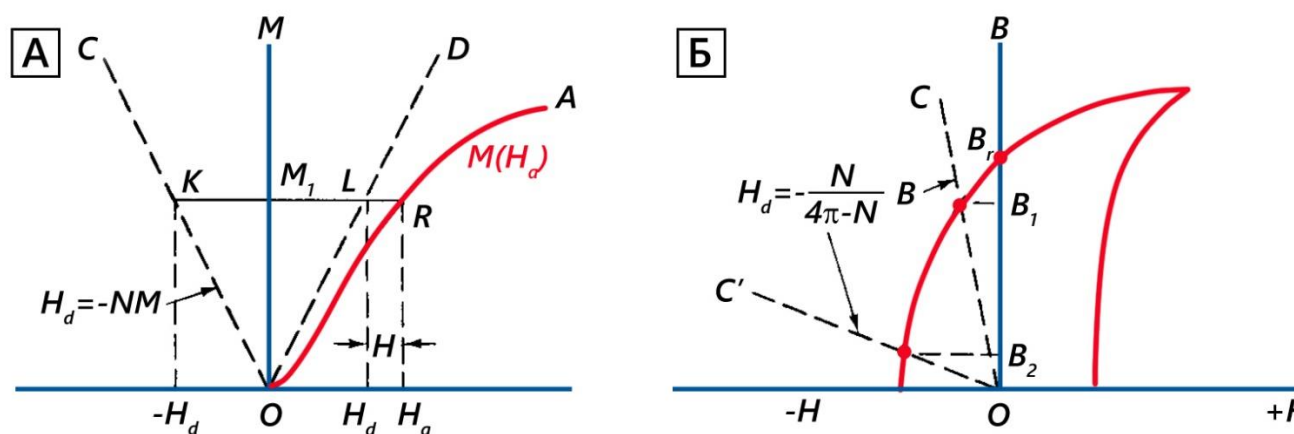


Рисунок 3.10 - Графическая обработка размагничивающих полей. (а) График зависимости $M(H)$, (б) График зависимости $B(H)$.

Поскольку размагничивающее поле пропорционально намагниченности, H_d можно представить линией OD на рисунке 3.10а, а коррекцию размагничивания можно визуализировать, поворачивая линию OD против часовой стрелки вокруг начала координат O до тех пор, пока она не совпадет с осью y , и одновременно перемещая каждое из экспериментальных значений M параллельно оси, сохраняя расстояние между линией OD и значением M постоянным. Иногда данную операцию называют коррекцией сдвига. Когда измерение дает значения индукции B , а не M , коррекция становится более сложной. M и H_d оцениваются следующим образом:

$$B = H_i + 4\pi M = H_a - N_d M + 4\pi M \quad (\text{СГС}) \quad (30)$$

$$\frac{B}{\mu_0} = H_i + M = H_a - N_d M + M \quad (\text{СИ})$$

Тогда

$$M = \frac{B - H_i}{4\pi - N_d} \quad (\text{СГС}) \quad M = \frac{\frac{B}{\mu_0} - H_a}{1 - N_d} \quad (\text{СИ}) \quad (31)$$

$$H_d = N \left(\frac{B - H_a}{4\pi - N_d} \right) \text{ (СГС)} \quad H_d = N \left(\frac{\frac{B}{\mu_0} - H_a}{1 - N_d} \right) \text{ (СИ)} \quad (32)$$

Часто возможны два упрощения. Во-первых, если N_d достаточно мал по сравнению с 4π (СГС) или 1 (СИ), знаменатель в уравнениях (31) и (32) может быть заменен на 4π или 1. Помня, что размагничивающие факторы не являются точными или четко определенными, за исключением эллипсоидов, можно сказать, что если N_d составляет менее 2% от своего максимального значения (4π или 1), то им можно пренебречь. Это не означает, что размагничивающим полем можно пренебречь, просто N_d можно пренебречь в этом знаменателе. Во-вторых, во многих случаях при измерении магнитомягких материалов значение H_a мало по сравнению с B (СГС) или B/μ_0 (СИ). Если выполняются оба эти условия, уравнение (5) сводится к

$$H_d = N_d \frac{B}{4\pi} \text{ (СГС)} \quad H_d = N_d \frac{B}{\mu_0} \text{ (СИ)} \quad (33)$$

Когда поле, приложенное к образцу в случае разомкнутой цепи, уменьшается до нуля, остаточная индукция всегда меньше, чем в кольцевом образце, из-за размагничивающего поля. На рисунке 3.10б индукция в кольцевом образце была бы равна B_r , поскольку $H_d = 0$, а $H_a = H$. Но в образце в разомкнутой магнитной цепи остаточная индукция определяется пересечением линии размагничивания OC или OC' со вторым квадрантом петли гистерезиса. Если образец длинный и тонкий, эта линия (OC) будет крутой, а остаточная индукция B_1 не будет сильно отличаться от таковой у кольца. Если образец короткий и толстый, линия (OC') будет настолько плоской, что остаточная индукция B_2 будет очень мала. Размагничивающий эффект может достигать огромных величин в небольших образцах магнитомягких материалов.

Размагничивающий фактор N_d зависит от формы тела и может быть рассчитан математически точно только для однородно намагниченных тел – эллипсоидов, частными случаями которых являются эллипсоид вращения и шар (рисунок 3.11а). Эллипсоид во всех своих частных случаях – единственное тело, которое в однородном поле поляризуется строго однородно, т. е. так, что каждый элемент объёма имеет одну и ту же интенсивность поляризации. Обоснование этого дано Пуассоном [88]. Максвелл, следуя методу Пуассона, показал, что при однородной и параллельной внешней магнитной силе магнитная сила, связанная с намагниченностью, также должна быть однородной и параллельной во всех точках внутри тела. Таким образом, производная потенциала dV/dx

должна быть внутри тела линейной функцией координат x, y, z . Следовательно, потенциал V должен быть квадратичной функцией этих координат. Телами, V внутри которых представляется квадратичной функцией координат, являются только тела, ограниченные поверхностью второго порядка. Единственным случаем, когда такое тело обладает ограниченными размерами, является эллипсоид.

Следует отметить, что вышеприведенные утверждения требуют уточнения применительно к ферро- и ферромагнитным материалам, поскольку они состоят из доменов или небольших областей, намагниченных до насыщения в разных направлениях. Даже эллипсоидальный образец из такого материала не может быть равномерно намагничен, хотя условие равномерного намагничивания достигается по мере того, как размер домена становится меньшим по сравнению с размером образца.

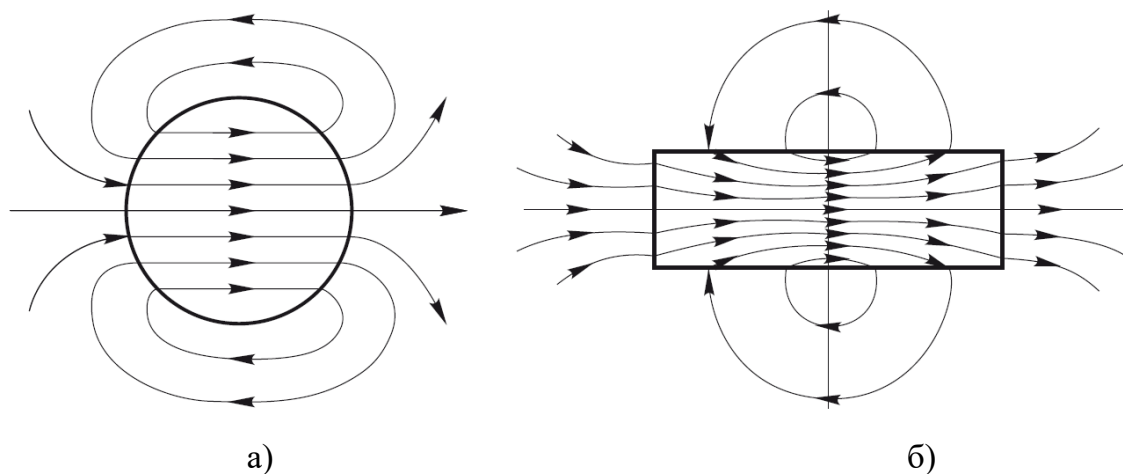


Рисунок 3.11 - Силовые линии магнитной индукции в шаре (а) и цилиндре (б) из ферромагнитного материала в магнитном поле

Сумма размагничивающих факторов вдоль трех ортогональных осей эллипсоида является постоянной величиной:

$$N_a + N_b + N_c = 4\pi \text{ (СГС)} \quad N_a + N_b + N_c = 1 \text{ (СИ)} \quad (34)$$

Для сферического образца размагничивающий факторы N_a, N_b и N_c должны быть равны

$$N_{\text{сферы}} = 4\pi/3 \text{ (СГС)} \quad N_{\text{сферы}} = 1/3 \text{ (СИ)} \quad (35)$$

Общий эллипсоид имеет три неравные оси $2a, 2b, 2c$, а сечение, перпендикулярное любой оси, представляет собой эллипс (рисунок 3.12). Большой практический интерес представляет эллипсоид вращения, или сфероид. Вытянутый сфероид образуется путем вращения эллипса вокруг его главной оси $2c$; при этом $a=b < c$, и полученное твердое тело

приобретает сигарообразную форму. Вращение вокруг малой оси $2a$ приводит к образованию сплюснутого сфероида в форме диска ($a < b = c$). Максвелл называл этот сфероид планетарным сфероидом.

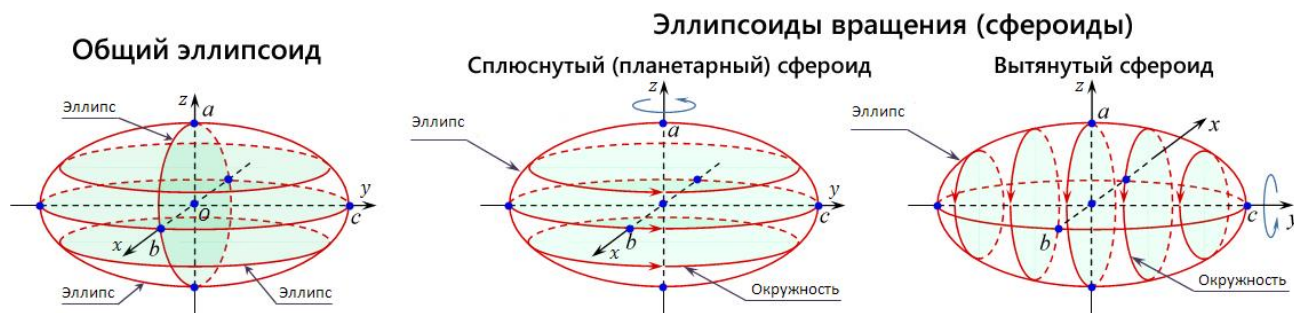


Рисунок 3.12 - Виды эллипсоидов

Уравнения, табличные данные и графики для размагничивающих факторов общих эллипсоидов приведены в [88-90]. Наиболее важные результаты заключаются в следующем (здесь $C_3 = 4\pi$ (СГС); $C_3 = 1$ (СИ)):

1. Вытянутый сфероид или стрежень. $a = b < c$. Обозначим $c/a = m$

$$N_c = \frac{C_3}{(m^2 - 1)} \left[\frac{m}{\sqrt{m^2 - 1}} \ln(m + \sqrt{m^2 - 1}) - 1 \right] \quad (36)$$

$$N_a = N_b = \frac{C_3 - N_c}{2} \quad (37)$$

- В случае сильно вытянутого сфероида ($m \gg 1$)

$$N_c \approx \frac{C_3}{m^2} (\ln(2m) - 1) \quad (38)$$

$$N_a = N_b \approx \frac{C_3}{2} \quad (39)$$

2. Сплюснутый сфероид или диск. $a < b = c$. Обозначим $c/a = m$

$$N_c = N_b = \frac{C_3}{2} \frac{1}{(m^2 - 1)} \left[\frac{m}{\sqrt{m^2 - 1}} \arcsin\left(\frac{\sqrt{m^2 - 1}}{m}\right) - 1 \right] \quad (40)$$

$$N_a = C_3 - 2N_c \quad (41)$$

- В случае сильно сплюснутого сфероида ($m \gg 1$)

$$N_c = N_b \approx C_3 \left(\frac{\pi}{4m} - \frac{1}{2m^2} \right) \quad (42)$$

$$N_a \approx C_3 \left(1 - \frac{\pi}{2m} + \frac{1}{m^2} \right) \quad (43)$$

Часто встречающиеся на практике формы образцов представляют собой цилиндрический стержень (рисунок 3.11б), намагниченный вдоль своей оси, и диск, намагниченный в своей плоскости. Поскольку это не эллипсоиды, коэффициенты размагничивания, рассчитанные в соответствии с предыдущими формулами, будут в

некоторой степени ошибочными. Стержни и диски никогда не намагничиваются равномерно, за исключением случаев, когда они полностью намагничены. Размагничивающее поле изменяется от одной точки образца к другой и поэтому не имеет однозначного значения. В зависимости от способа измерения намагниченности могут быть определены и использованы два конкретных эффективных коэффициента размагничивания. *Баллистический или флюксометрический размагничивающий коэффициент* N_f - это отношение среднего размагничивающего поля к средней намагниченности, оба значения взяты в средней плоскости образца. Этот коэффициент целесообразно использовать при измерении намагниченности с помощью небольшой катушки, намотанной на образец в его средней точке, с помощью баллистического гальванометра или флюксметра. Флюксометрический коэффициент размагничивания полезен в первую очередь для образцов в форме стержней. *Магнитометрический коэффициент размагничивания* N_m представляет собой отношение среднего размагничивающего поля к средней намагниченности всего образца. Этот коэффициент целесообразно использовать, когда общий магнитный момент образца определяется с помощью вибрационного магнитометра. Однако следует отметить, что, строго говоря, вибрационный магнитометр измеряет общий момент образца только в том случае, если образец достаточно мал (относительно размеров измерительной катушки), чтобы действовать как точечный диполь.

Авторами [91] рассматривается история расчетов коэффициента размагничивания и выводятся новые значения N_f и N_m для образцов стержней. В более поздней работе [92] даются улучшенные значения для стержневых образцов и добавляются некоторые расчетные значения N_m для дисковых образцов. Аналогичные результаты для прямоугольных призм приведены теми же авторами [93]. Все три эти статьи содержат результаты для диапазона значений восприимчивости, а также для формы образца. Подробный современный анализ и формулы для расчета коэффициентов размагничивания тел разных форм проведены в [88].

В случае не эллипсоидальных образцов уже не обязательно верно, что сумма трех ортогональных размагничивающих коэффициентов является постоянной, поэтому уравнения (34) не совсем корректны. Расчет коэффициента размагничивания этих образцов затруднен тем, что закон распределения намагниченности в них неизвестен. В данной работе расчет коэффициентов размагничивания образцов различной формы

(сфера, эллипсоид, сферического сегмент, цилиндр, параллелепипед, конус) производился из результатов компьютерного моделирования кривых намагничивания посредством разработанной модели в программе Comsol Multiphysics 6.2. Помимо этого показано, как отличается размагничивающий фактор для изотропного и анизотропного образцов одинаковой формы.

На рисунках 3.13 – 3.18 представлены результаты моделирования: для всех образцов описаны геометрическая форма и размеры, показаны геометрическая модель образца, картины распределения z -компоненты намагниченности в сечении образцов в полях 0,2 и 0,5 Тл, полевые зависимости намагниченностей (вставка: зависимость фактора формы образца от приведенной удельной намагниченности). Необходимо отметить, что полевые зависимости удельной намагниченности представлены кривыми, полученными из расчетов, моделирующих измерение вибрационного магнитометра (сплошные красные кривые), среднего значения по объёму образца z -компоненты вектора намагниченности (сплошная синяя кривая), среднего значения по объёму образца модуля вектора намагниченности (сплошная оранжевая кривая). Кроме этого, на графиках представлены исходные данные для моделирования (красная пунктирная кривая) и данные модели вибрационного магнитометра с коррекцией фактора размагничивания, описывающейся функцией $N(\sigma/\sigma_s)$. В качестве материала было выбрано соединение SmCo_5 , для которого была загружена кривая $B(H)$ (рисунок 3.2), при этом моделировалось как изотропное, так и высокоанизотропное состояние. Во всех расчётах поле прикладывалось вдоль оси z , совпадающей с осью c в случае анизотропных материалов. Величина размагничивающего фактора рассчитывалась в специально разработанном программном обеспечении методом сопоставления кривых намагничивания образцов и исходных данных (экспериментальная зависимость $\sigma(H)$ для сферического образца).

Первоначально расчеты были проведены для сферического и эллипсоидального образцов. Картины распределения векторов намагниченности внутри материала показывают абсолютно однородное распределение как для изотропного, так и анизотропного состояний. При этом размагничивающие факторы имеют постоянное значение при всех значениях приведенной намагниченности и равны 0,33 для сферического и 0,21 для эллипсоидального образцов ($c/a=3,33$). Полученные значения N в точности совпадают со значениями, рассчитанными по формуле (21).

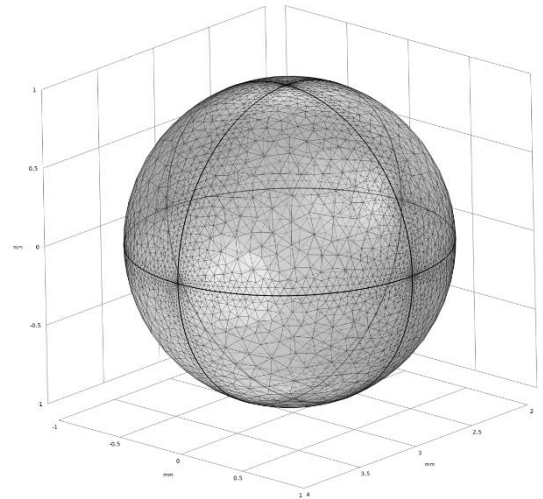
Поскольку в работе необходимо было исследовать трансформацию доменной структуры синтезированных монокристаллов, были подготовлены металлографические шлифы, которые представляли собой фигуры близкие к сферическим сегментам. Результаты моделирования изотропных и анизотропных образцов в форме сферического сегмента (рисунок 3.15) оказались отличными от случая эллипсоидов вращения. Из картин распределения вектора намагниченности хорошо видно, что в случае изотропного образца векторы намагниченности в приповерхностных слоях шлифованной поверхности следуют вдоль линий размагничивающего поля, что существенно отличается от высокоанизотропного поведения, при котором намагниченность ориентирована строго по направлению ОЛН (ось z). Такое поведение намагниченности изотропного магнетика приводит к тому, что насыщение образца не достигается даже в полях вплоть до 1.3 Тл, в то время как анизотропный образец насыщается в полях 0,7 Тл. Крайне большой интерес представляет распределение намагниченности в анизотропном образце вблизи шлифованной поверхности. Хорошо видно, что в связи с неоднородным распределением размагничивающих полей в центре и к краям шлифа, ожидается, что при наблюдениях трансформации доменной структуры будет так же иметь место различное поведение ДС в зависимости от области наблюдения. Данное обстоятельство крайне важно учитывать при построении кривых намагничивания по снимкам ДС.

В связи с тем, что в обоих образцах закон распределения намагниченности неизвестен, то дать аналитическое выражение для его расчёта невозможно, однако результаты компьютерного моделирования позволяют точно определить зависимость размагничивающего фактора от приведенной намагниченности, учет которой позволяет в точности повторить кривую намагниченности материала (черная пунктирная линия на рисунке 3.15), в то время как подстановка в уравнение (28) постоянного значения N , приводит к ошибочной зависимости $\sigma(H_i)$ (фиолетовые пунктирные кривые на рисунках 3.15-3.18). Необходимо отметить, что кривые намагничивания, построенные для анизотропного магнетика в случае моделирования э.д.с. (вибрационный магнитометр) и расчета среднего значения z -компоненты и модуля вектора намагниченности по объёму образца совпадают, однако для изотропного случая - нет. Поскольку при измерениях на вибрационном магнитометре основной вклад в э.д.с., индуцируемой в измерительных катушках вносит ортогональная к плоскости катушек компонента вектора намагниченности, то при исследованиях изотропных образцов сложной формы

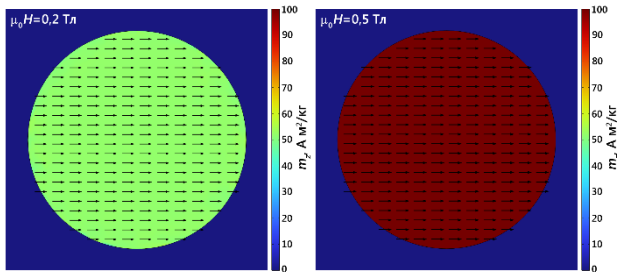
необходимо учитывать данный факт, для корректной интерпретации данных измерений, в том числе для построения зависимостей $N(\sigma/\sigma_s)$.

Аналогичные результаты были получены для образцов в форме цилиндра (рисунок 3.16), параллелепипеда (рисунок 3.17) и конуса (рисунок 3.18). Особенно интересным результатом данных расчётов является поведение кривых намагничивания анизотропных магнетиков, которые в отличие от предыдущих случаев показывают отличный от линейного характера на начальной части кривой намагничивания, что приводит к тому, что на зависимости $N(\sigma/\sigma_s)$ отсутствуют горизонтальные линейные участки, соответствующие постоянному значению размагничивающего фактора.

Форма образца: сфера
Размеры: радиус r=1 мм



Изотропный образец



Анизотропный образец

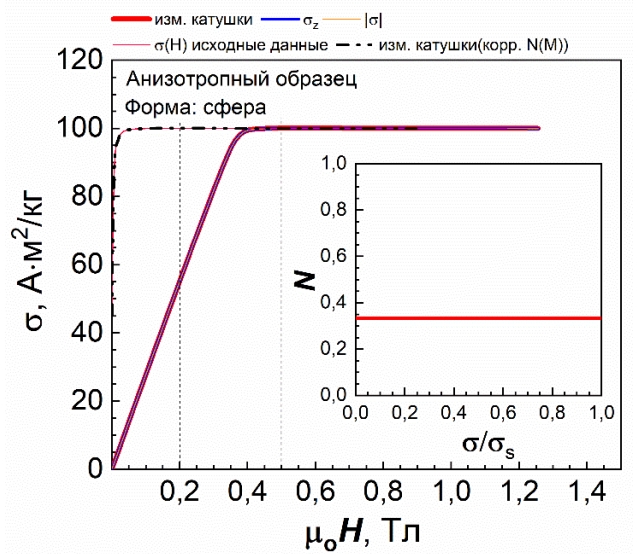
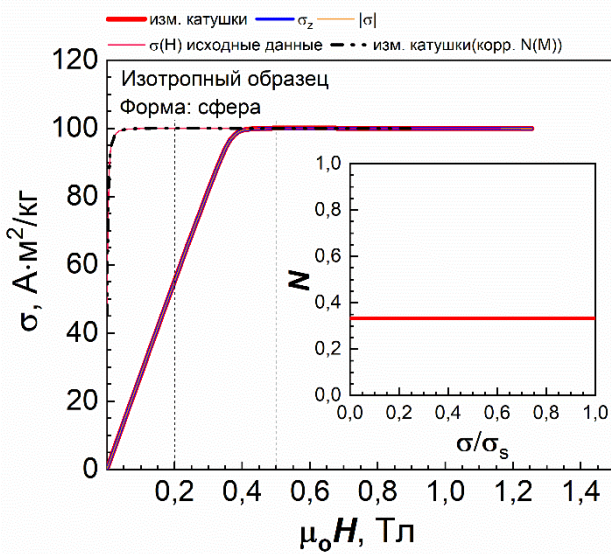
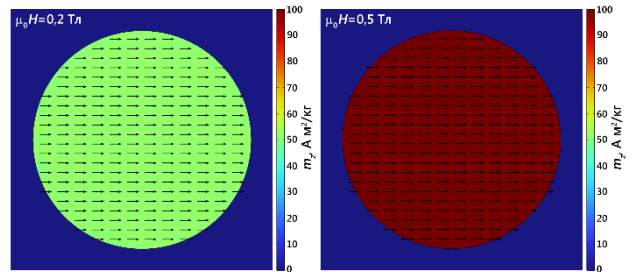
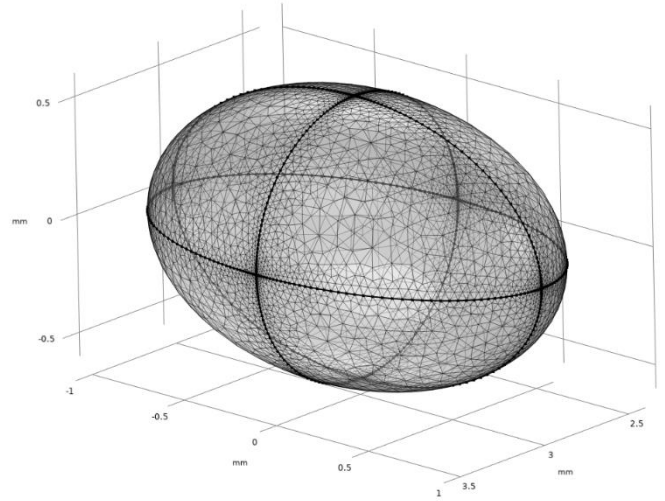
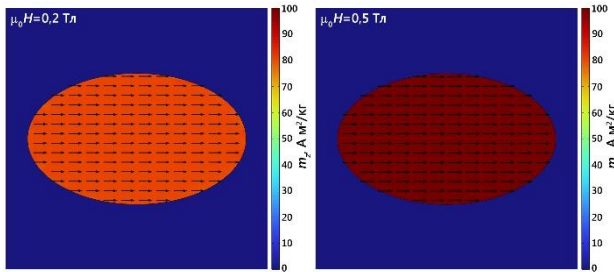


Рисунок.3.13 - Результаты численного моделирования анизотропного и изотропного образцов в форме сферы. Картины распределения z-компоненты намагниченности в сечении образцов представлены в полях 0,2 и 0,5 Тл. На нижних рисунках представлены результаты полевых зависимостей намагниченностей (вставка: зависимость фактора формы образца от приведенной удельной намагниченности)

Форма образца: эллипсоид
Размеры: полуоси a=0,6 мм,
b = 0,6 мм, c=1 мм



Изотропный образец



Анизотропный образец

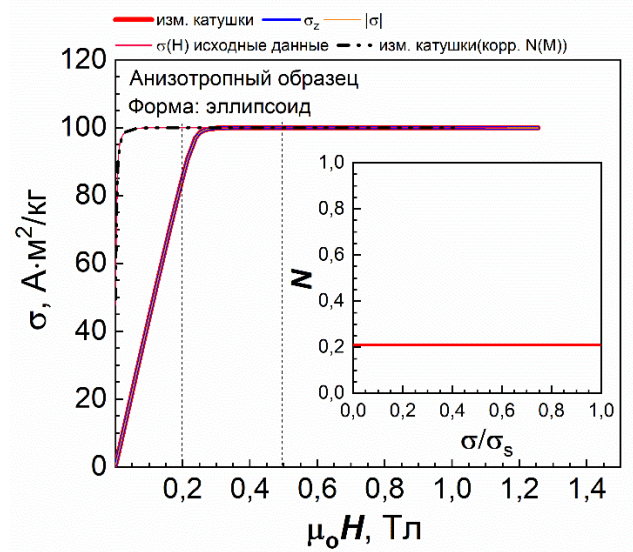
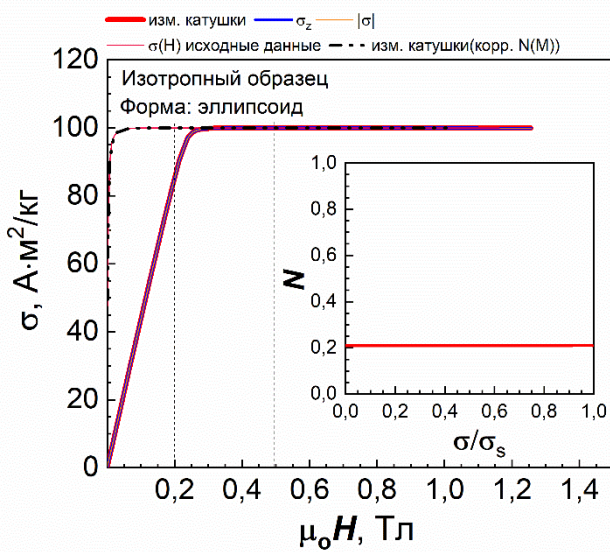
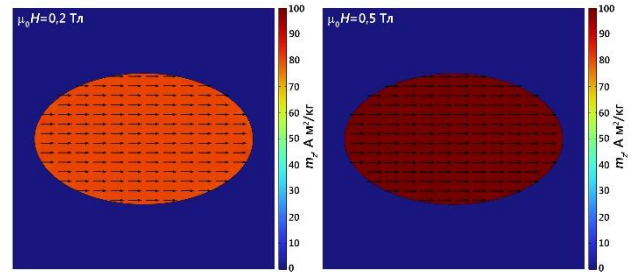
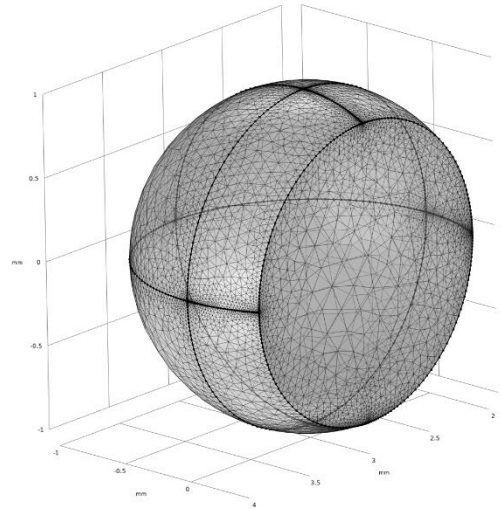


Рисунок.3.14 - Результаты численного моделирования анизотропного и изотропного образцов в форме эллипсоида. Картины распределения z-компоненты намагниченности в сечении образцов представлены в полях 0,2 и 0,5 Тл. На нижних рисунках представлены результаты полевых зависимостей намагниченностей (вставка: зависимость фактора формы образца от приведенной удельной намагниченности)

Форма образца: сферический сегмент

Размеры: радиус $r=1$ мм,

высота $h=1,45$ мм



Изотропный образец

Анизотропный образец

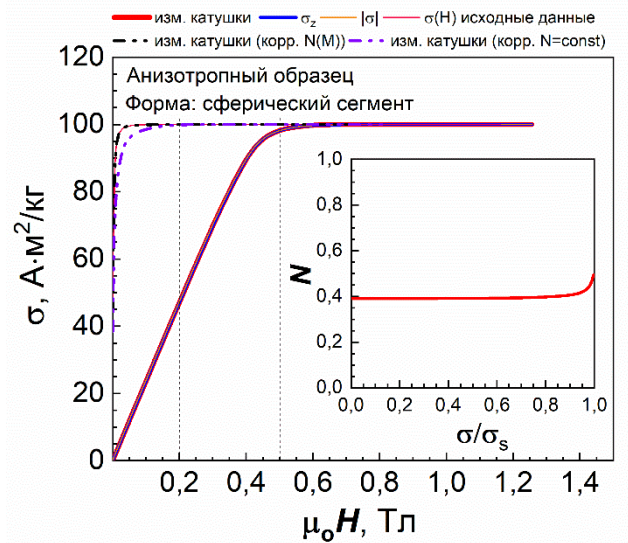
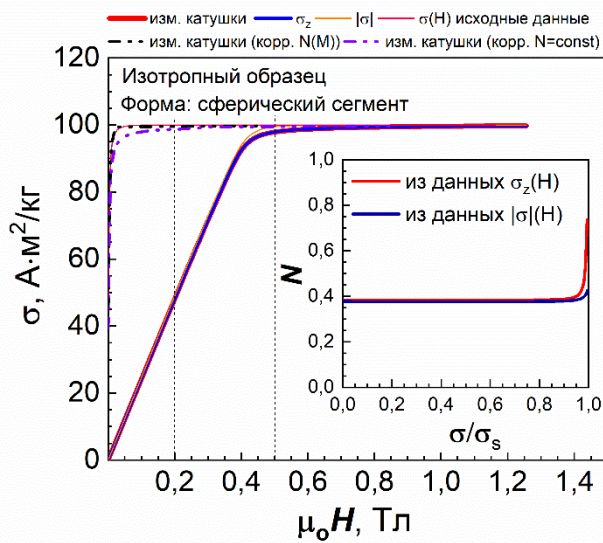
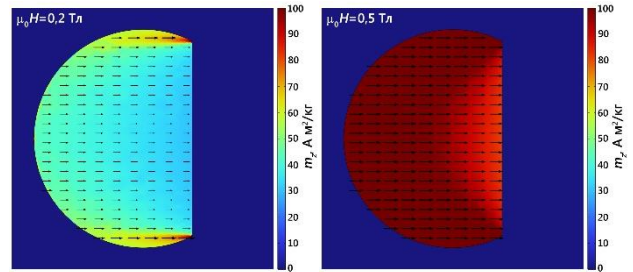
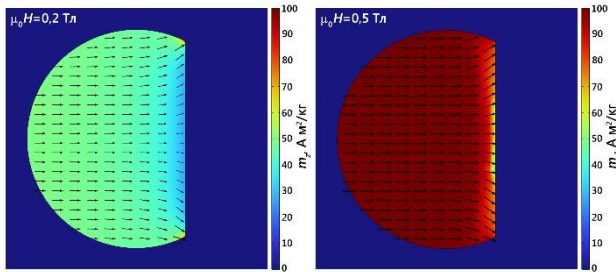
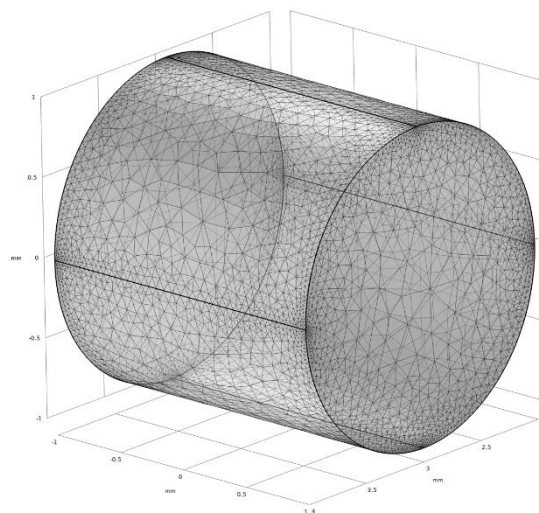


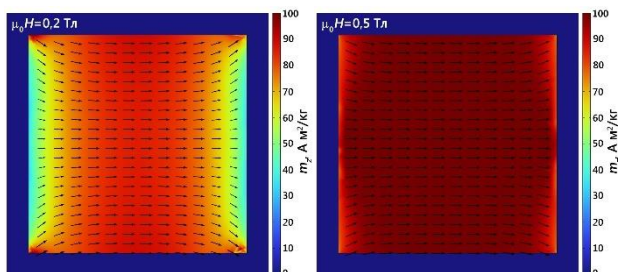
Рисунок.3.15 - Результаты численного моделирования анизотропного и изотропного образцов в форме сферического сегмента. Картины распределения z-компоненты намагниченности в сечении образцов представлены в полях 0,2 и 0,5 Тл. На нижних рисунках представлены результаты полевых зависимостей намагниченностей (вставка: зависимость фактора формы образца от приведенной удельной намагниченности)

Форма образца: цилиндр

**Размеры: радиус основания $r=1$ мм,
высота $h=2$ мм**



Изотропный образец



Анизотропный образец

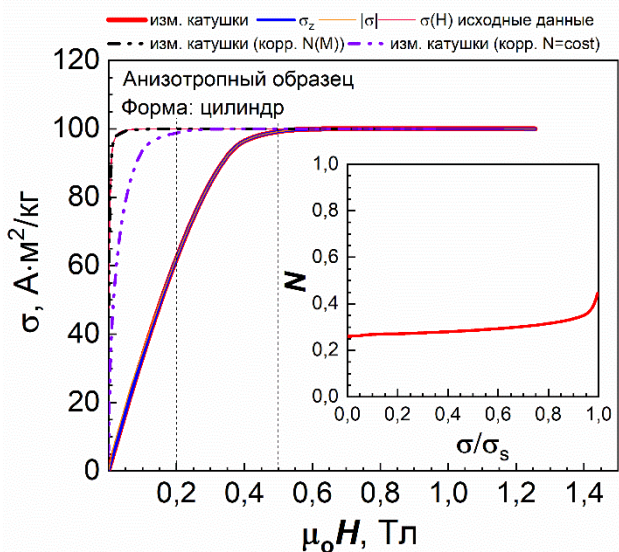
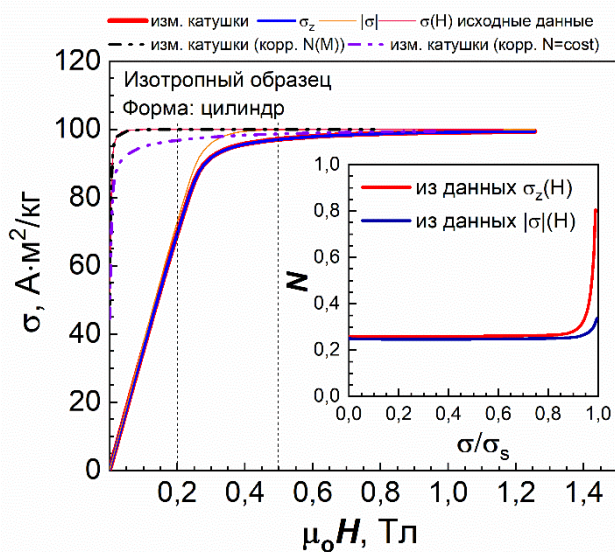
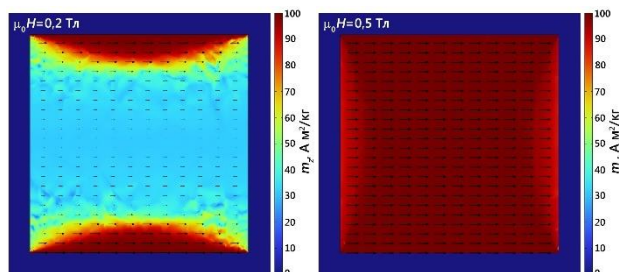


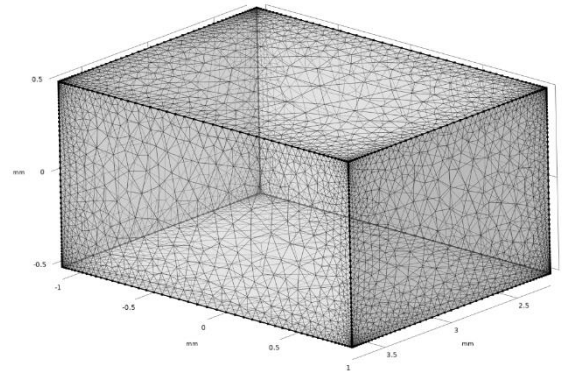
Рисунок.3.16 - Результаты численного моделирования анизотропного и изотропного образцов в форме цилиндра. Картины распределения z-компоненты намагниченности в сечении образцов представлены в полях 0,2 и 0,5 Тл. На нижних рисунках представлены результаты полевых зависимостей намагниченностей (вставка: зависимость фактора формы образца от приведенной удельной намагниченности)

Форма образца: параллелепипед

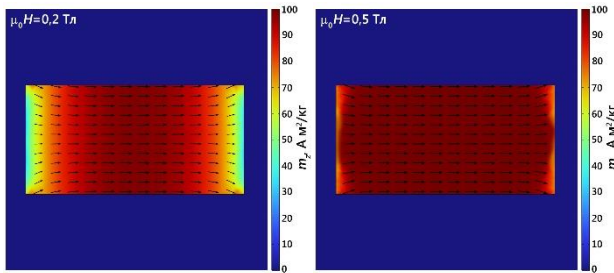
Размеры: длина $a=2$ мм,

ширина $b=1,5$ мм,

высота $c=1$ мм



Изотропный образец



Анизотропный образец

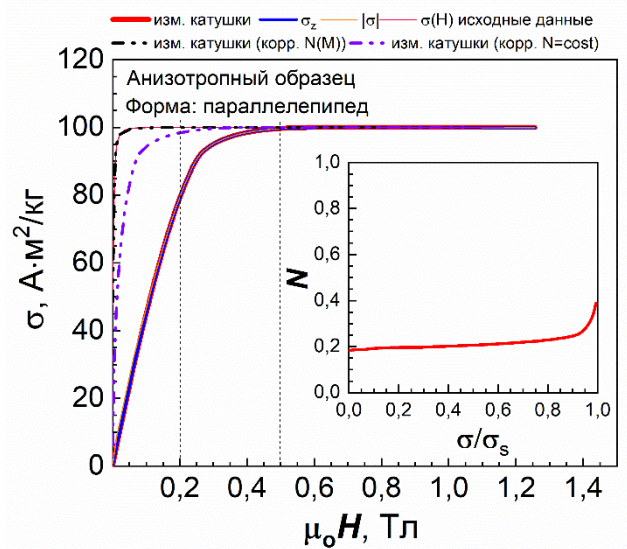
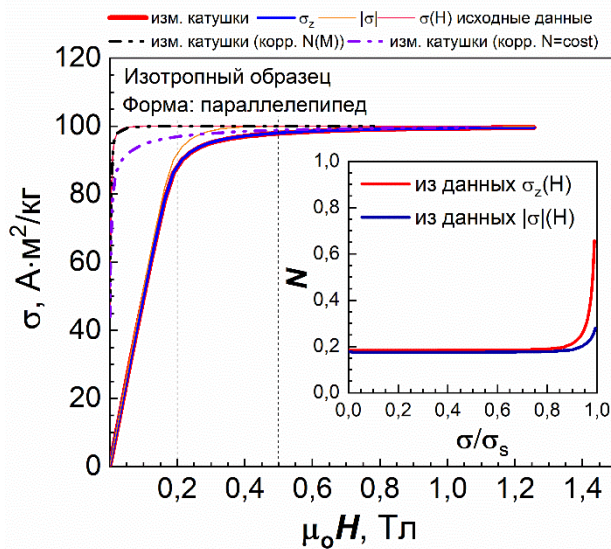
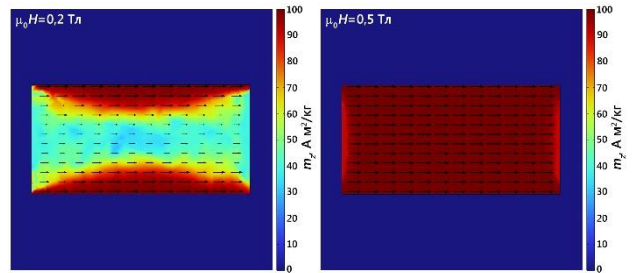
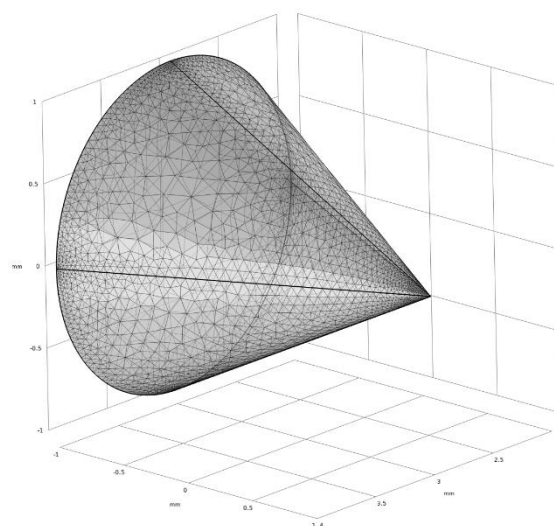


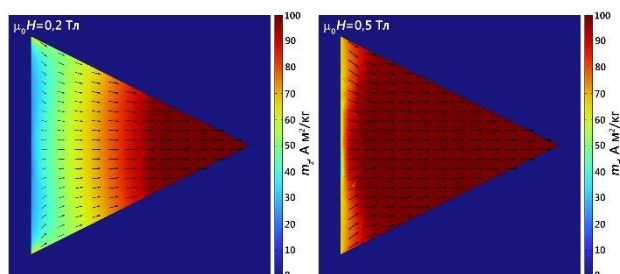
Рисунок.3.17 - Результаты численного моделирования анизотропного и изотропного образцов в форме параллелепипеда. Картины распределения z-компоненты намагниченности в сечении образцов представлены в полях 0,2 и 0,5 Тл. На нижних рисунках представлены результаты полевых зависимостей намагниченностей (вставка: зависимость фактора формы образца от приведенной удельной намагниченности)

Форма образца: конус

**Размеры: радиус основания $r=1$ мм,
высота $h=2$ мм**



Изотропный образец



Анизотропный образец

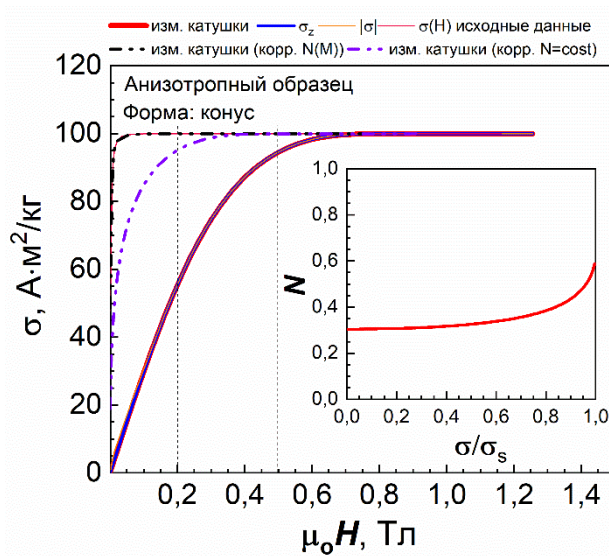
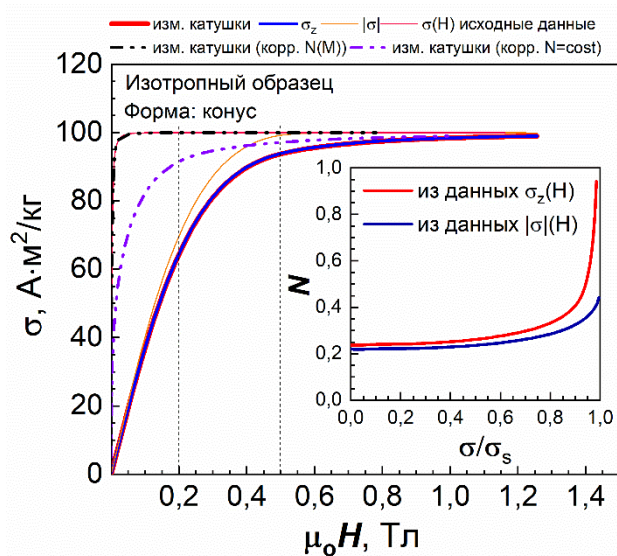
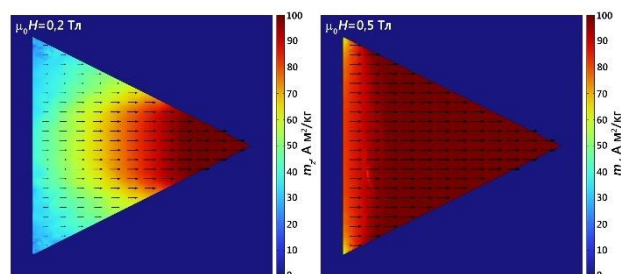


Рисунок.3.18 - Результаты численного моделирования анизотропного и изотропного образцов в форме конуса. Картины распределения z -компоненты намагниченности в сечении образцов представлены в полях 0,2 и 0,5 Тл. На нижних рисунках представлены результаты полевых зависимостей намагниченностей (вставка: зависимость фактора формы образца от приведенной удельной намагниченности)

3.1.3. Исследование процессов перемагничивания монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ на основе данных анализа изображений трансформации доменной структуры во внешнем изменяющемся магнитном поле

В отсутствие внешнего магнитного поля и при температурах много ниже T_C в монокристаллах $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и SmCo_5 формируется равновесная разветвленная конфигурация доменов с нулевой суммарной намагниченностью (объемы, занимаемые доменами с направлением намагниченности вверх и вниз, практически равны). При приложении внешнего магнитного поля соотношение между доменами разного знака изменяется, и с помощью количественного анализа участков поверхности с различным керровским контрастом можно построить кривую намагничивания поверхности. Для анализа процессов перемагничивания с помощью такого магнитооптического магнитометра (МОМ) было разработано специальное программное обеспечение, подробно описанное в главе 2 пункт 2.8.

Для корректного сравнения кривых намагничивания, полученных с помощью вибрационного магнитометра (ВМ) и магнитооптического магнитометра, измерения МОМ и ВМ проводились на одних и тех же монокристаллах. При выполнении исследований на МОМ шлифы монокристаллов исследуемых составов крепились к полюсу электромагнита на расстоянии 1,5 мм с помощью двусторонней клейкой ленты так, чтобы лучи света, проходя через отверстие в концентраторе, падали непосредственно на поверхность объекта. Направление внешнего магнитного поля совпадало с направлением оси лёгкого намагничивания образца. Трансформация доменной структуры обоих соединений во внешнем магнитном поле исследовалась на базисной плоскости (ось $c \parallel \vec{H}$).

При намагничивании монокристаллов вдоль оси c увеличивается доля доменов, у которых ориентация магнитных моментов параллельна направлению внешнего поля. Поле, в котором исчезают домены с противоположным направлением намагниченности, определяется как поле поверхностного насыщения $\mu_0 H_s$.

На рисунке 3.19 представлены серия фотографий, полученных с одного и того же участка шлифа монокристалла SmCo_5 при изменении поля от 0 до 1,3 Тл. При этом необходимо отметить, что данное поле регистрировалось датчиком Холла, расположенном на верхнем концентраторе электромагнита [А3].

Доменная структура интерметаллического соединения SmCo_5 на базисной плоскости представляет собой, так называемую структуру «звёздочек» [71].

Необходимо отметить, что при произвольном направлении магнитного поля относительно ОЛН, намагничивание кристалла осуществляется смещением доменных границ и вращением векторов I_s , причем роль того и другого процесса определенным образом меняется с изменением угла между направлением намагниченности и внешним полем [84]. В том случае, когда поле строго параллельно ОЛН перемагничивание возможно лишь путем смещения доменных границ. Анализируя изображения, полагаясь на тот факт, что при увеличении поля изменяется лишь форма ДС при неизменном контрасте, можно сделать вывод, что намагничивание осуществляется за счёт смещения доменных границ, которые, в свою очередь, имеют свойство задерживаться на структурных неоднородностях. В ходе оптических исследований установлено, что поле насыщения центральной области поверхности шлифа составляет 1,2 Тл.

Аналогичные исследования поверхностного намагничивания были проведены для образца монокристалла соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. На рисунке 3.20 представлены микрофотографии доменной структуры, наблюдаемые на базисной плоскости во внешнем изменяющемся магнитном поле [А3].

На базисной плоскости соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ вблизи комнатной температуры наблюдается равновесная разветвленная доменная структура типа «звёздочки». Максимального поля 1,9 Тл не хватило, чтобы намагнитить поверхность шлифа до насыщения, поскольку на поверхности наблюдаются множественные точечные домены (рисунок 3.20 М).

Полученные в ходе оптических исследований серии микрофотографий поверхностной доменной структуры исследуемых монокристаллов позволило описать общую картину трансформации ДС в изменяющемся магнитном поле.

Видно, что с ростом поля увеличивается ширина одних доменов, намагниченность в которых параллельна полю и уменьшается ширина других обратных доменов, в который вектор антипараллелен полю. При этом ДГ выпрямляются, становятся все менее изогнутыми. Уменьшается волнистость границ и основных, и дополнительных доменов.

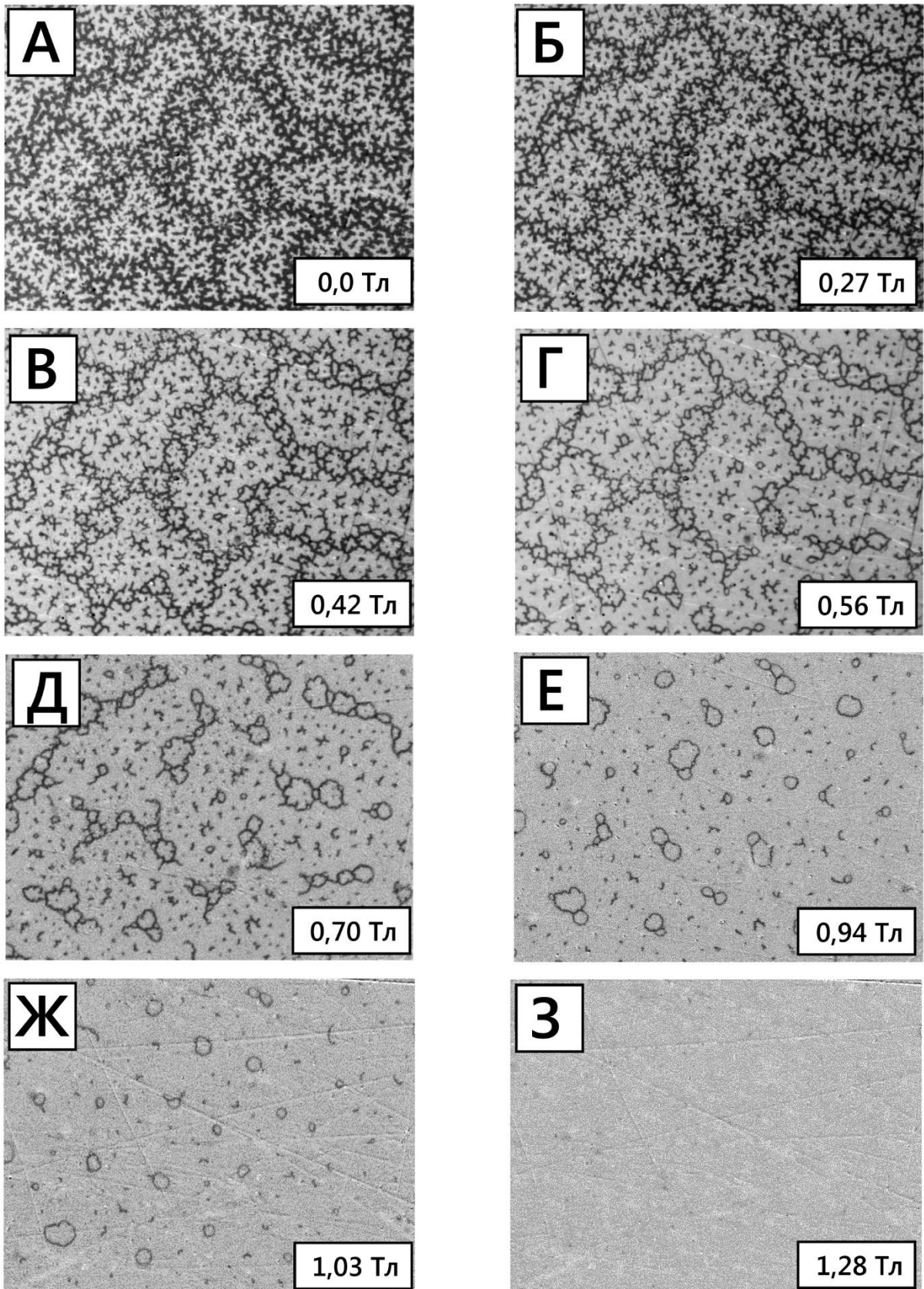


Рисунок 3.19 - Выборка из микрофотографий доменной структуры образца SmCo_5 при различных значениях внешнего магнитного поля $\mu_0 H$. Размер каждой фотографии 350×266 мкм.

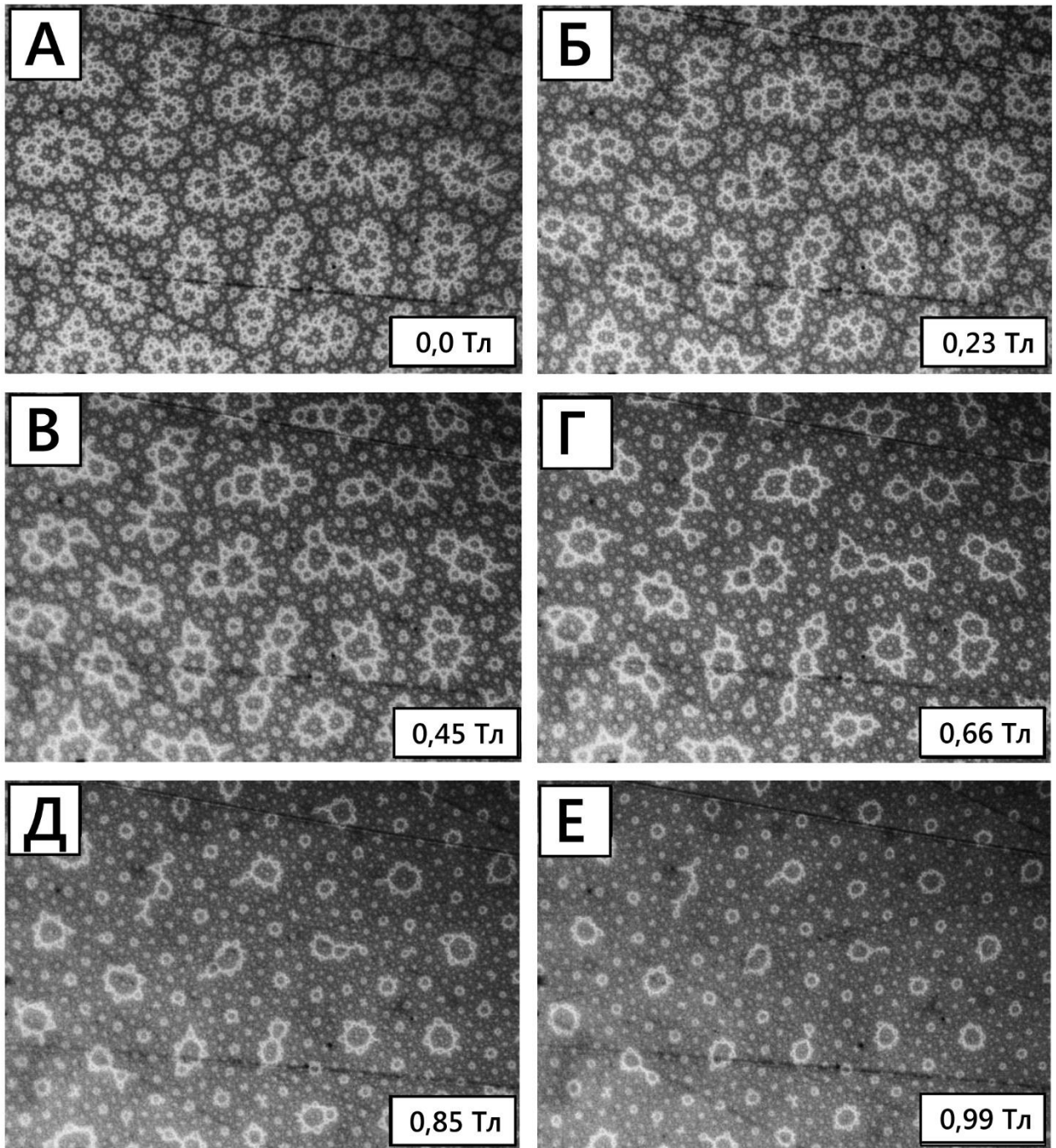


Рисунок 3.20 - Выборка из микрофотографий поверхностной доменной структуры образца $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ при различных значениях внешнего магнитного поля $\mu_0 H$. Размер каждой фотографии 270×195 мкм.

В полях, близких к насыщению ($\mu_0 H_{\text{внеш}} = 0 \div 0,8$ Тл для SmCo_5 , $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 0 \div 1$ Тл для $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$), в обоих составах формируется система закономерно распределенных кольцевых доменов с различными значениями внешнего $R_{\text{внеш}}$ и внутреннего радиуса $R_{\text{внут}}$, впервые обнаруженная в работе [84].

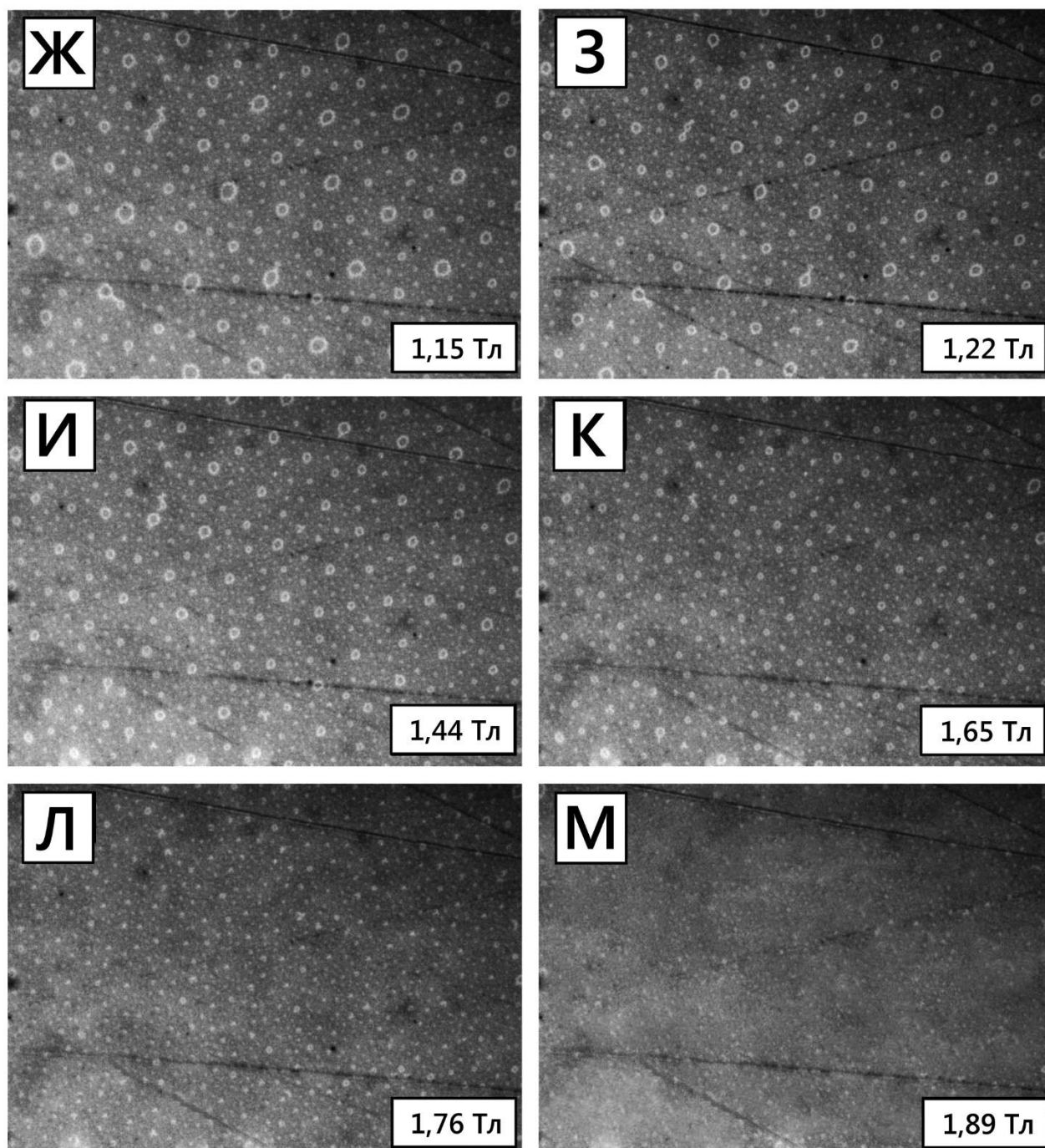


Рисунок 3.20 (продолжение) - Выборка из микрофотографий поверхностной доменной структуры образца $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ при различных значениях внешнего магнитного поля $\mu_0\text{H}$. Размер каждой фотографии 270×195 мкм.

Последующее увеличение внешнего поля приводит к исчезновению кольцевых доменов, при этом наблюдается три возможных варианта: 1) сужение кольца ($R_{\text{внеш}} \downarrow$ и $R_{\text{внут}} \downarrow$); 2) обе стенки кольца достигают друг друга ($R_{\text{внеш}} - R_{\text{внут}} \downarrow 0$) – круговой домен; коллапс кольца (при конечных значениях $R_{\text{внеш}}$ и $R_{\text{внут}}$). Однако поведение доменной структуры в образце SmCo_5 отличается в связи с наличием незначительного гистерезиса

возникновения ДС, связанного с затруднением образования и роста зародышей перемагничивания, что в свою очередь вероятнее всего связано с несовершенством образца.

Проведенные исследования трансформации ДС на поверхности монокристаллов позволяют построить полевые зависимости намагниченности поверхности образцов, однако крайне важно для исследований такого рода знать распределение магнитного поля в зазоре магнитной системы. Особенностью разработанной методики по наблюдению ДС на базисной плоскости объектов исследования, при котором магнитное поле направлено перпендикулярно поверхности шлифа, является использование электромагнита, в нижнем концентраторе которого имеется отверстие для прохождения света. Как было указано в главе 2 пункт 2.6.1 при описании методики MOM, данное техническое решение приводит к сильному градиенту магнитного поля в зазоре электромагнита, что не позволяет экспериментально определить величину поля, прикладываемого к образцу. Единственным возможным способом для решения этой задачи является проведение физического моделирования всей магнитной цепи, включающей электромагнит и образец.

Компьютерное моделирование модели магнитной системы MOM

В САПР COMSOL Multiphysics 6.2 была создана модель магнитной системы разработанного магнитооптического магнитометра, позволяющая рассчитывать полевые зависимости намагниченности изотропных и высокоанизотропных магнитоодноосных магнетиков. При моделировании использовался интерфейс Магнитного поля (*Magnetic Fields*). Общий вид геометрии модели и приближенный вид области расположения образца представлены на рисунках 3.21 а-б. Составляющими модели являлись ярмо, сердечник, концентратор и обмотка электромагнита, объектив микроскопа, а также образец и область, отвечающая за расположение и объём чувствительной зоны датчика Холла.

В качестве материала, описывающего магнитные свойства областей магнитного ярма и объектива, была выбрана сталь марки 3, для сердечника и нижнего концентратора был выбран сплав кобальта и железа с добавками ванадия (пермендюр). Для описания магнитных свойств образца использовались реальные зависимости $B(H)$ для исследуемых монокристаллов (рисунки 3.1 и 3.2 соответственно). Магнитное поле в системе

регулировалось путем задания значения постоянного тока, протекающего через обмотку, состоящую из 4500 тысяч витков.

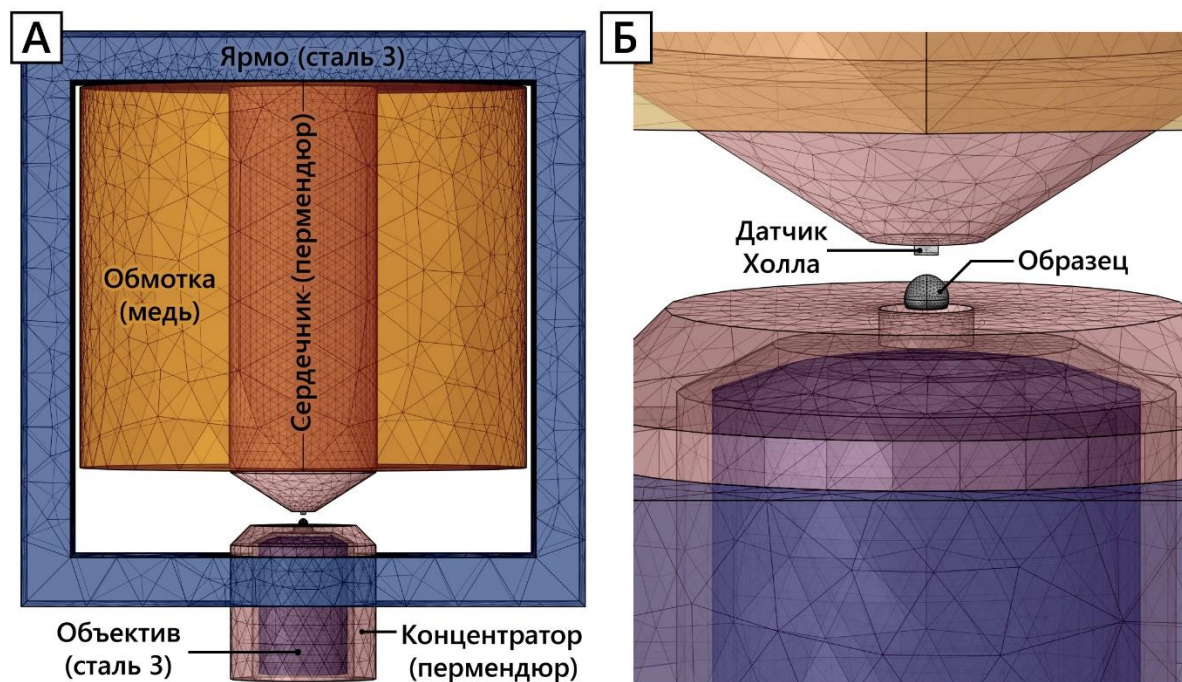


Рисунок 3.21 - Геометрия модели магнитной системы магнитооптического магнетометра (а). Область расположения образца и датчика Холла (б).

На рисунках 3.22 а и б представлены картины распределения напряженности и индукции магнитного поля в зазоре электромагнита с расположенным вплотную к нижнему концентратору образцом в виде сфероидного сегмента, повторяющего форму шлифа монокристалла SmCo_5 . На рисунках также приведены зависимости напряженности и индукции магнитного поля от расстояния между верхним и нижним концентраторами магнитной системы на линии, проходящей через ось симметрии сфероида, в системе с образцом (синяя кривая) и без образца (красная кривая). Хорошо видно, что в связи с наличием светового отверстия в нижнем концентраторе при расстоянии 2.9 мм имеется градиент поля от 1,2 до 0,6 Тл при токе в обмотке 0,68 А. Размещение в зазоре электромагнита образца высокоанизотропного магнетика приводит к сильному искажению зависимостей $H(h)$ и $B(h)$, что невозможно учесть при проведении реальных исследований.

На рисунке 3.23. бежевыми круглыми маркерами показана кривая намагничивания поверхности, построенная из анализа трансформации ДС на центральной области шлифа монокристалла SmCo_5 . Хорошо видно, что поле насыщения поверхности шлифа в ходе

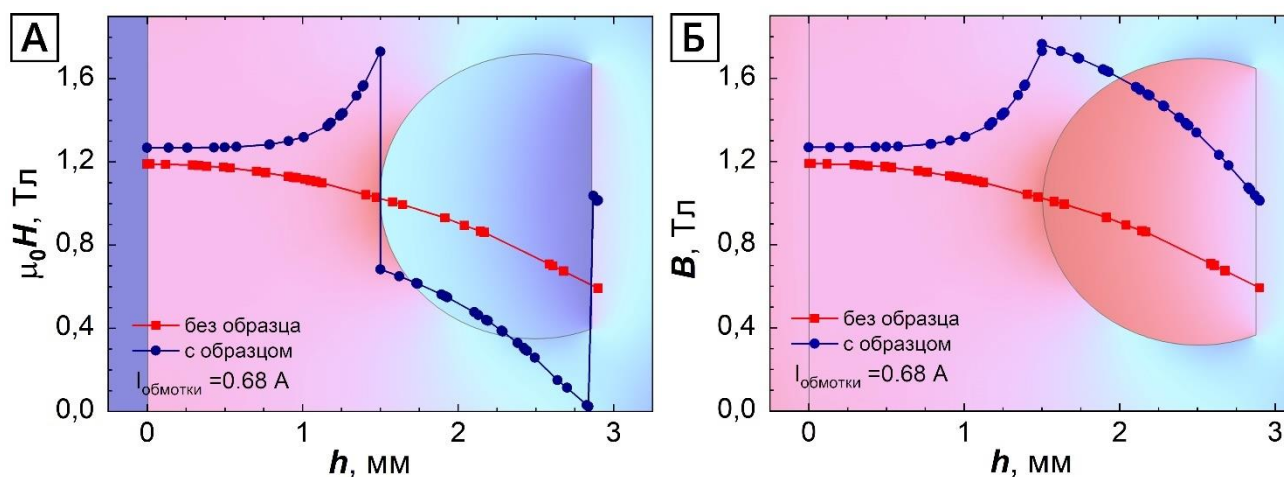


Рисунок 3.22 - Зависимости напряженности (а) и индукции (б) магнитного поля от расстояния между концентраторами в зазоре электромагнита для случаев наличия (синие кривые) и отсутствия (красные кривые) образца. Кривые построены для линии, проходящей через ось симметрии системы. Цветовые картины на фоне графиков демонстрируют результаты моделирования распределения напряженности и индукции магнитного поля при токе обмотки 0,68 А.

МОМ эксперимента ($\mu_0 H_s \approx 1,2 \text{ Тл}$) сильно превышает поле насыщения образца из данных ВМ ($\mu_0 H_s \approx 0,7 \text{ Тл}$) (синяя сплошная кривая на рисунке 3.23). Результаты расчетов кривых намагниченностей для объема и центральной области поверхности шлифа в модели МОМ представлены красными сплошной и пунктирной кривыми, соответственно. Видно, хорошее совпадение кривых намагничивания поверхности в ходе эксперимента МОМ и моделирования. Однако кривые намагничивания поверхности в модели ВМ (голубая пунктирная кривая на рисунке 3.23) и МОМ (красная пунктирная кривая на рисунке 3.23) не совпадают, что является результатом большого градиента поля в зазоре электромагнита метода МОМ. Учитывая тот факт, что при измерениях на ВМ и МОМ исследуется один образец, возможно провести коррекцию поля для расчётных кривых оптических измерений с целью согласованности данных по намагниченности с методом ВМ. Учёт распределения магнитного поля в зазоре электромагнита метода МОМ позволил построить реальную зависимость намагниченности поверхности шлифа монокристалла SmCo_5 , полученную из анализа трансформации ДС, представленную на рисунке 3.23 треугольными бежевыми маркерами. Коррекция магнитного поля показывает, что максимально поле намагничивания в методике МОМ в зазоре 2.9 мм составляет 0,9 Тл, что объясняет отсутствие скачков по намагниченности при размагничивании образца, наблюдаемых на данных магнитометрии (рисунок 3.3).

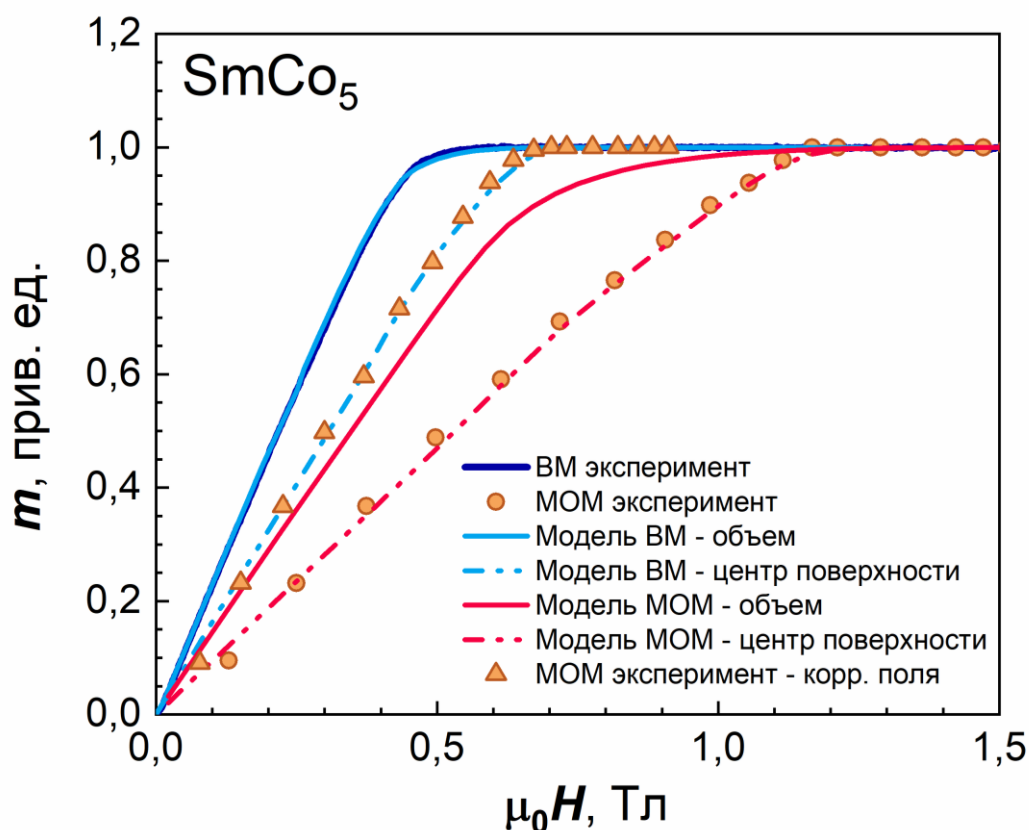


Рисунок 3.23 - Кривые намагничивания вдоль оси легкого намагничивания для шлифа монокристалла SmCo_5 в форме сфероидного сегмента, полученные в ходе: измерений на VM (синяя сплошная кривая), исследования ДС на MOM (бежевые круглые маркеры), расчетов модели VM объёма (голубая сплошная кривая), расчетов модели VM центральной области поверхности шлифа (голубая пунктирная кривая), расчетов модели MOM объёма (красная сплошная кривая), расчетов модели MOM для центральной области поверхности шлифа (красная пунктирная кривая), исследования на MOM с коррекцией магнитного поля (бежевые треугольные маркеры).

Аналогичные расчеты и моделирование были проведены для образца монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, результаты которых представлена на рисунке 3.24. Поскольку толщина шлифа монокристалла составляла 0,62 мм это позволило увеличить создаваемое поле в зазоре до 1 Тл (с учетом коррекции по данным моделирования), однако этого значения не хватило, чтобы намагнитить до насыщения поверхность образца.

Необходимо отметить, что полевые зависимости намагниченности обоих монокристаллов представлены в приведенных единицах, поскольку конструкция металлографического микроскопа не позволяет количественно связать такие характеристики как намагниченность и керровский контраст.

Таким образом, комплексные исследования, включающие экспериментальное наблюдение трансформации доменной структуры на поверхности шлифа и компьютерное

моделирование, позволили установить, что картины распределения доменов, по которым из соотношения между областями доменов с различным керровским контрастом удалось построить кривую намагничивания поверхности, должны соответствовать локальной намагниченности материала шлифа с учетом распределения размагничивающих полей вблизи поверхности.

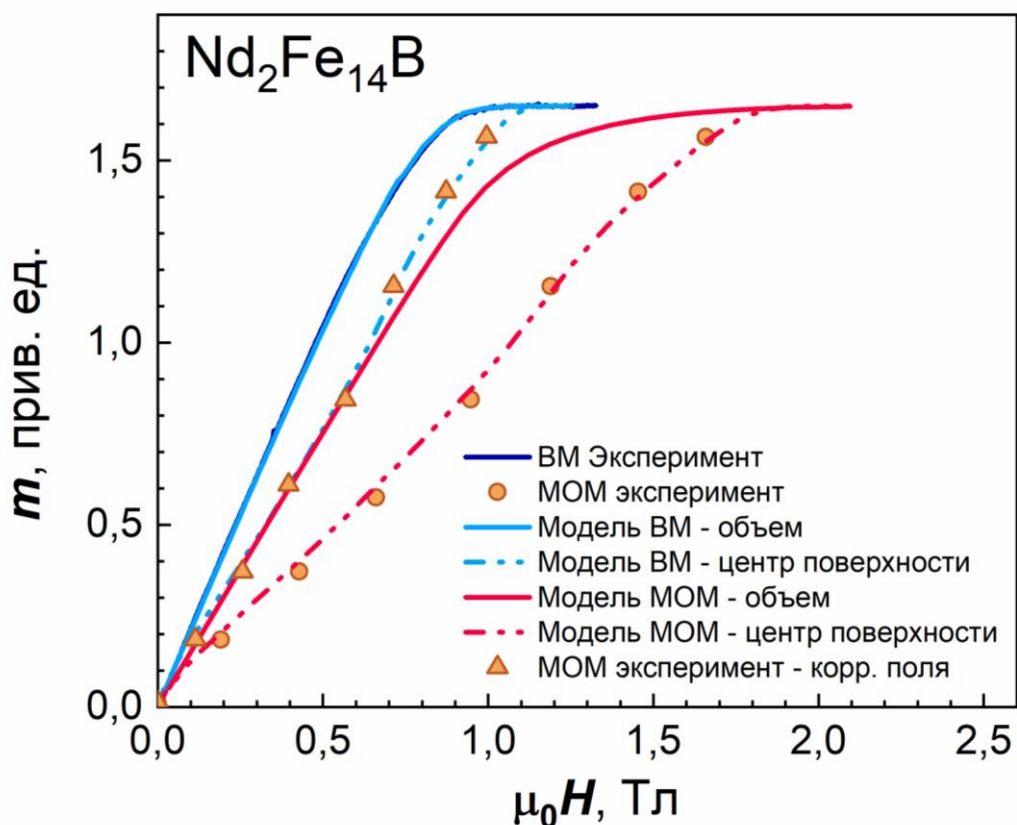


Рисунок 3.24 - Кривые намагничивания вдоль оси легкого намагничивания для шлифа монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в форме сферического сегмента, полученные в ходе: измерений на VM (синяя сплошная кривая), исследования ДС на MOM (бежевые круглые маркеры), расчетов модели VM объема (голубая сплошная кривая), расчетов модели VM центральной области поверхности шлифа (голубая пунктирная кривая), расчетов модели MOM объема (красная сплошная кривая), расчетов модели MOM для центральной области поверхности шлифа (красная пунктирная кривая), исследования на MOM с коррекцией магнитного поля (бежевые треугольные маркеры).

Расчет поля размагничивания вблизи поверхности образцов не эллипсоидальной формы

Для расчета распределения размагничивающего поля вблизи поверхности исследуемых образцов было проведено моделирование в среде COMSOL Multiphysics насыщенных вдоль оси z образцов сегментов сферы монокристаллов SmCo_5 (рисунки 3.8) и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (рисунок 3.9) в отсутствии и во внешнем магнитном поле с использованием экспериментальных кривых $B(H)$ образцов (вставки на рисунках 3.1, 3.2, соответственно).

На рисунке 3.25 и 3.27 представлены результаты моделирования образцов сегментов сферы монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в отсутствии внешнего магнитного поля. Согласно цветовому решению, распределение размагничивающего поля внутри образца и вблизи поверхности исследуемых неэллипсоидальных объектов неоднородно. В каждой точке образца намагниченность I и внутреннее магнитное поле (собственное поле размагничивания образца) $\mu_0 H_{\text{внут}}$ являются функциями внешнего магнитного поля $\mu_0 H_{\text{внеш}}$. При увеличении магнитного поля для каждого расчётного узла можно определить величину поля $\mu_0 H_{\text{внеш}} = N \cdot I = \mu_0 H_S$, (N - фактор размагничивания), при приложении которого данный участок образца можно считать полностью насыщенным (критерий: равенство нулю рассчитываемой при моделировании величины $\mu_0 H_{\text{внут}}^Z$). На рисунке 3.26, 3.28 представлено распределение магнитного поля, H_Z - компонента, снаружи и внутри образцов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ во внешнем магнитном поле $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 0,69$ Тл и $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 1,16$ Тл, соответственно.

Согласно результатам моделирования образца SmCo_5 при $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 0,69$ Тл образец становится полностью намагниченным, поскольку величина собственного поля размагничивания у поверхности $\mu_0 H_{\text{внут}} = 0$ Тл, а в центре образца $\mu_0 H_{\text{внут}} = 0,17$ Тл. Для случая монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ величина внешнего магнитного поля, при котором образец можно считать полностью намагниченным составляет $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 1,16$ Тл. Разница в соответствующих значениях размагничивающих полей $\mu_0 H_{\text{внут}}$ в центре образца и в приповерхностном слое составляет $\Delta\mu_0 H_{\text{внут}} = 0,08$ Тл.

Таким образом, результаты расчетов методом конечных элементов в COMSOL Multiphysics дают значения полей насыщения поверхности $\mu_0 H_S = 0,69$ Тл и $\mu_0 H_S = 1,16$ Тл для образцов сегментов сферы SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, соответственно, в точности

соответствующие значениям полей насыщения, полученным в ходе моделирования и экспериментального исследования методом вибрационного магнитометра.

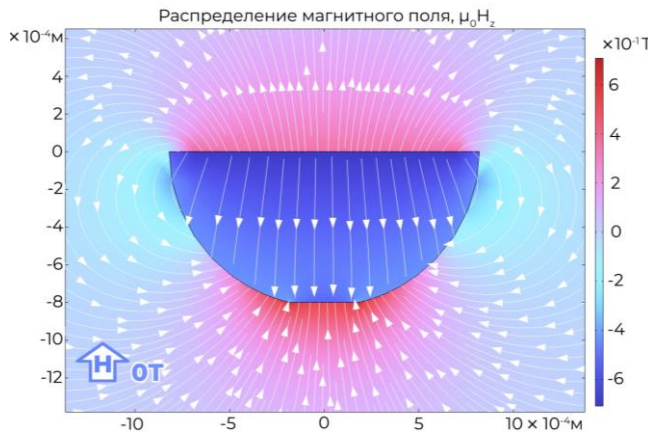


Рисунок 3.25 - Картина распределения размагничивающего поля образца монокристалла SmCo_5 в форме сегмента сфероида в отсутствие внешнего магнитного поля.

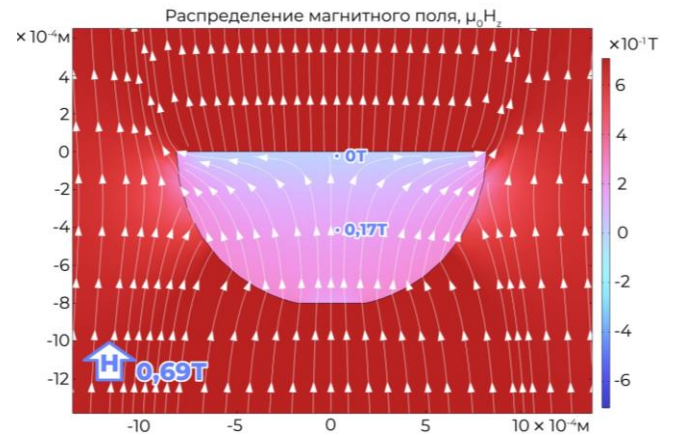


Рисунок 3.26 - Картина распределения размагничивающего поля образца монокристалла SmCo_5 в форме сегмента сфероида во внешнем магнитном поле $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 0,69$ Тл.

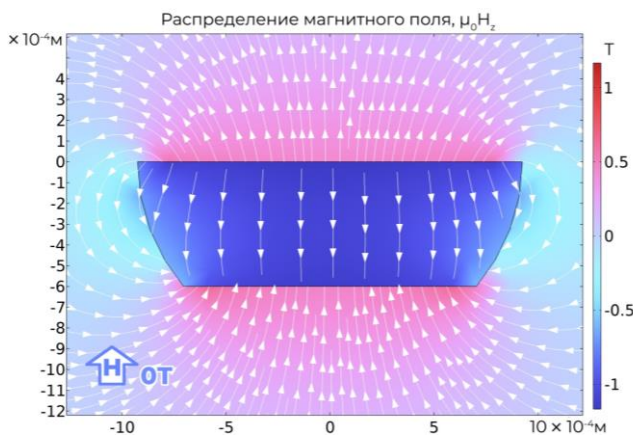


Рисунок 3.27 - Картина распределения размагничивающего поля образца монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в форме сегмента сферы в отсутствие внешнего магнитного поля.

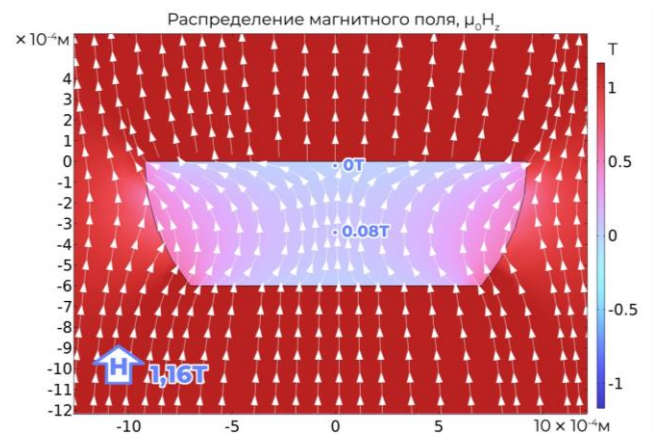


Рисунок 3.28 - Картина распределения размагничивающего поля образца монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в форме сегмента сферы во внешнем магнитном поле $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 1,16$ Тл.

Расчетное моделирование распределения магнитного поля вблизи краев исследуемых образцов

Согласно моделированию распределения магнитного поля исследуемых образцов, неоднородность наблюдается и при сравнении прикраевых и центральных приповерхностных участков сегментов сферы.

На рисунке 3.29 представлена картина распределения H_z - компоненты магнитного поля образца сегмента сферы SmCo_5 во внешнем магнитном поле $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 0,69$ Тл. Расчёт показал, что для насыщения центральных участков поверхностного слоя требуется внешнее магнитное поле, превышающее на 0,15Т соответствующую величину для прикраевых участков.

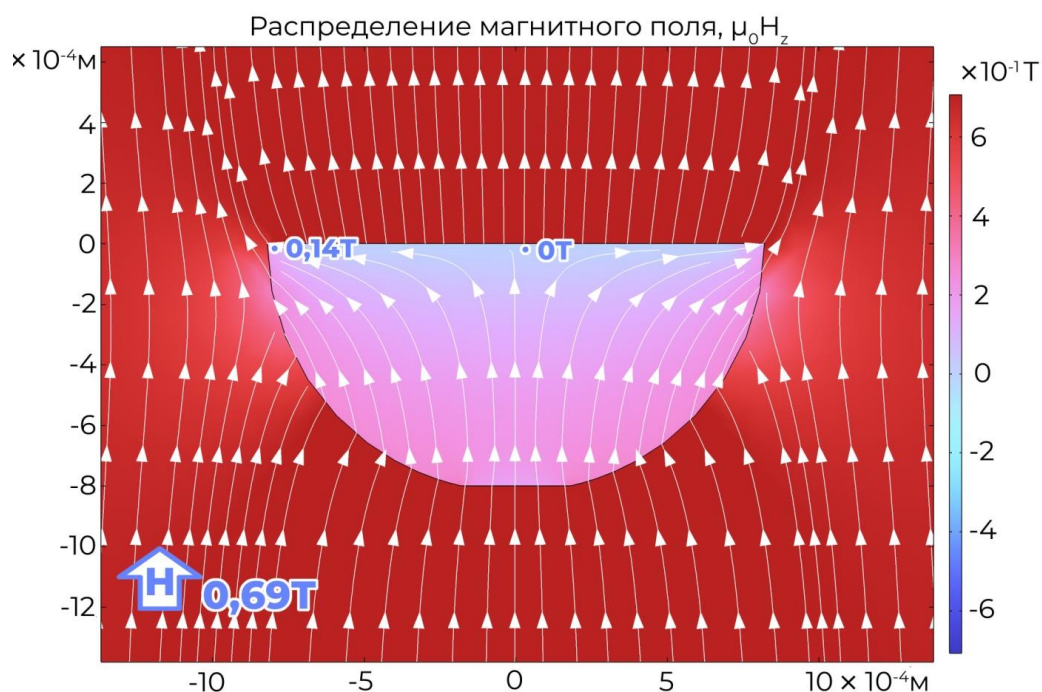


Рисунок 3.29 - Картина распределения размагничивающего поля (H_z - компонента) образца монокристалла SmCo_5 в форме сегмента сфероида во внешнем магнитном поле $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 0,69$ Тл. Обозначены величины размагничивающих магнитных полей в прикраевом и центральном участках приповерхностного слоя.

Для сравнения процессов намагничивания на краю и в центре поверхности образца были проведены дополнительные исследования перестройки доменной структуры на прикраевом участке шлифа. Микрофотографии трансформации доменной структуры во внешнем магнитном поле представлены на рисунке 3.30.

Значения полей, указанных на снимках, приведены после коррекции с учетом результатов моделирования. На основе анализа изображений трансформации доменной

структуры была определена величина поля насыщения прикраевых участков поверхности $\mu_0 H_S^{\text{край}} = 0,55$ Тл, что на 0,15 Тл меньше соответствующего значения для центра поверхности $\mu_0 H_S^{\text{центр}}$.

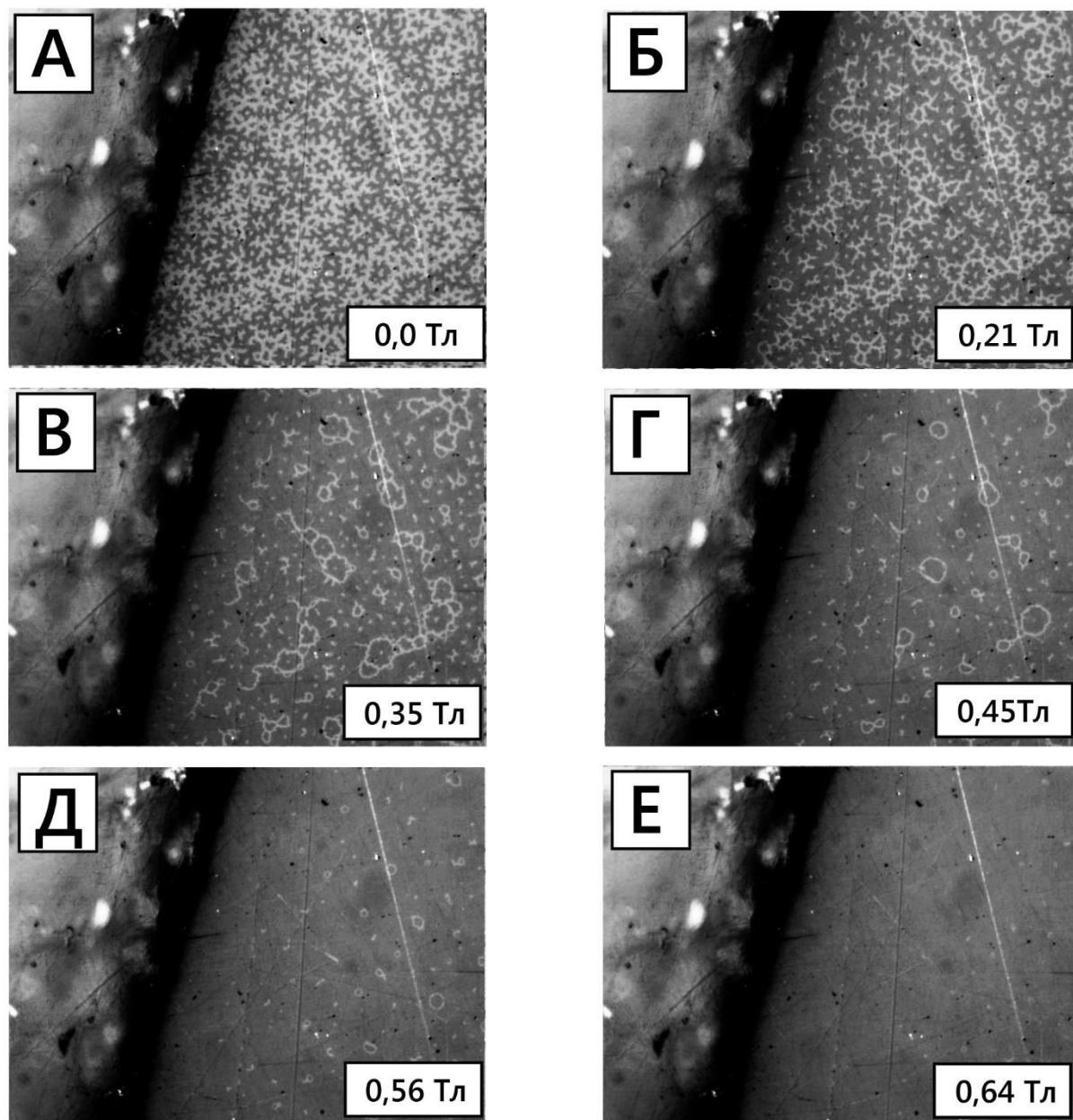


Рисунок 3.30 - Микрофотографии перестройки доменной структуры на краю образца сегмента сферы монокристалла SmCo_5 во внешнем изменяющемся магнитном поле в интервале 0(А) ÷ 0,64(Е) Тл. Размер каждой фотографии 350×266 мкм.

Результаты аналогичного численного моделирования распределения магнитного поля снаружи и внутри образца сегмента сферы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в состоянии магнитного насыщения во внешнем магнитном поле $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 1,16$ Тл представлены на рисунке

3.31. Для насыщения прикраевых участков поверхности $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ требуется преодолеть внутреннее поле, которое на 0,37 Тл меньше, чем для случая центральных участков.

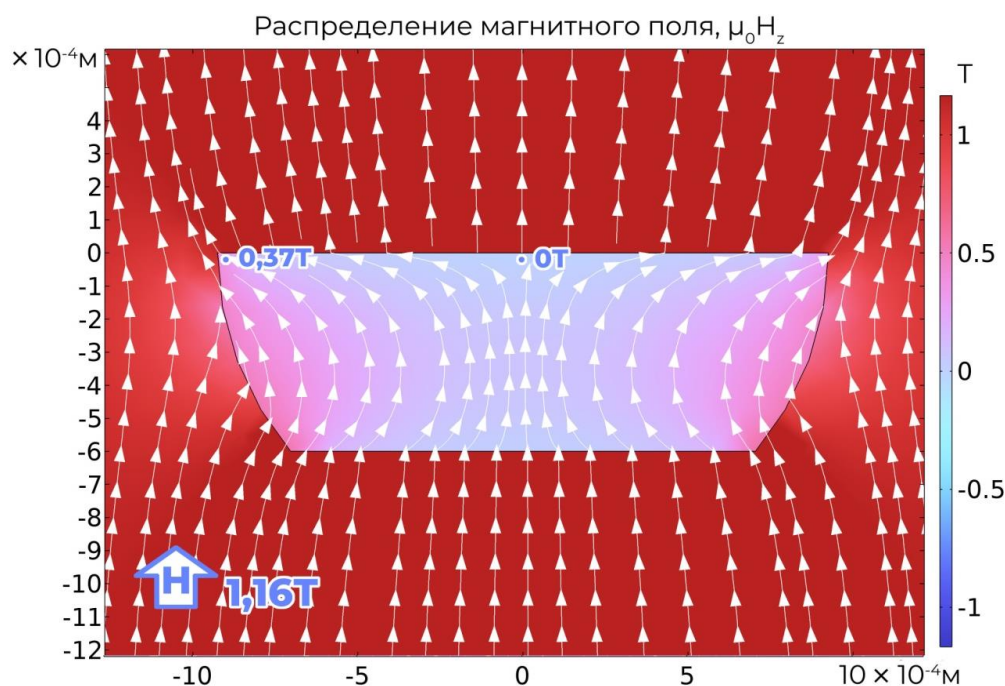


Рисунок 3.31 - Картина распределения размагничивающего поля (H_z - компонента) образца монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в форме сегмента сферы во внешнем магнитном поле $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 1,16$ Тл. Обозначены величины размагничивающих магнитных полей в прикраевом и центральном участках приповерхностного слоя.

Последовательность изображений трансформации доменной структуры монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ во внешнем изменяющемся магнитном поле на краю поверхности металлографического шлифа представлена на рисунке 3.32. На основе данных исследования видно, что из-за меньшего значения собственного поля размагничивания на краю доменная структура исчезает при меньших значениях внешнего поля.

Разница в полях насыщения края и центра шлифованной поверхности, согласно изображениям доменной структуры при различных значениях внешнего магнитного поля, составила $\Delta\mu_0 H_S = 0,39$ Тл.

Результаты моделирования на качественном и количественном уровне подтверждают данные сравнительного анализа процесса намагничивания края и центра поверхности исследуемых образцов.

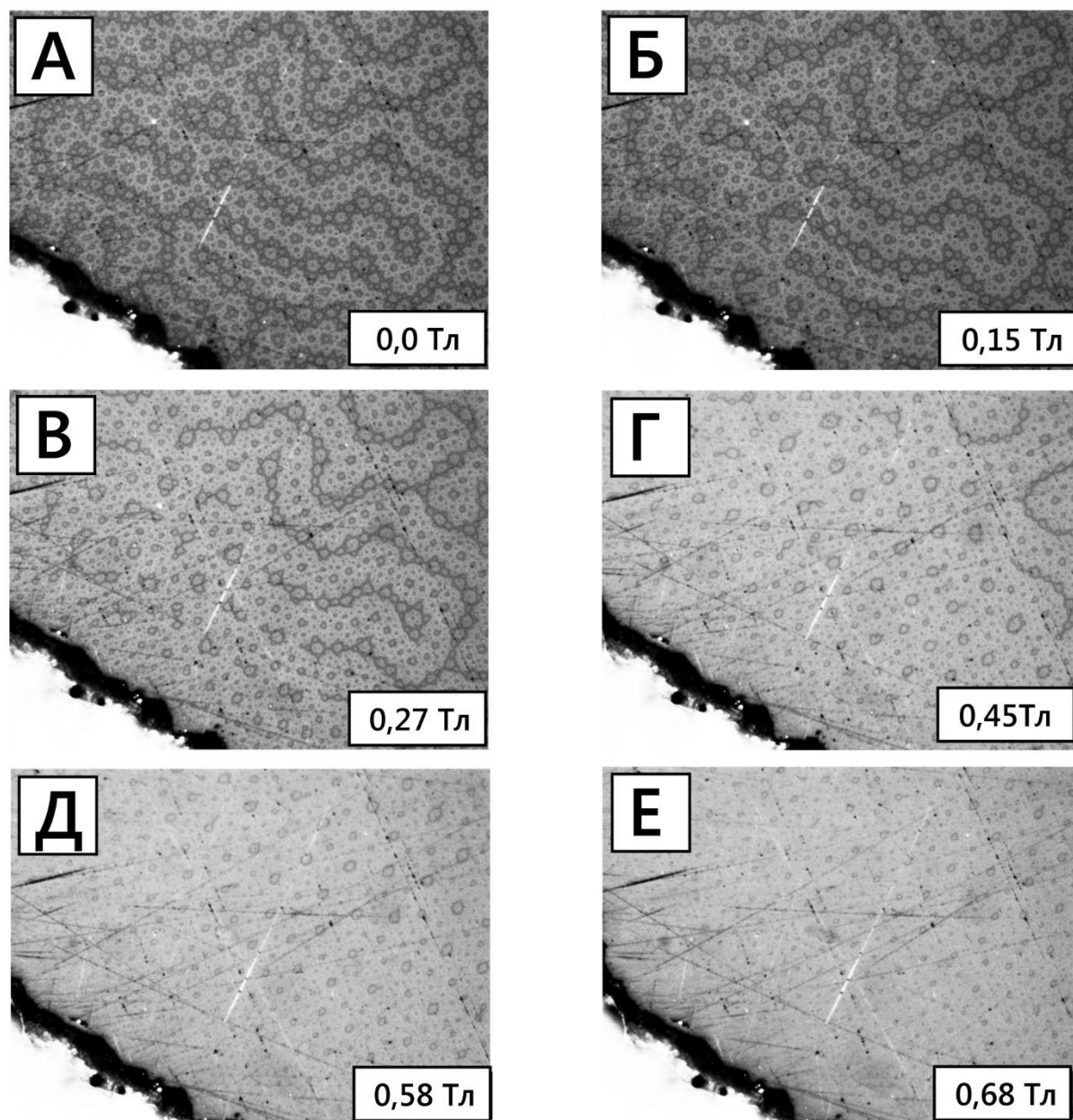


Рисунок 3.32 - Микрофотографии перестройки доменной структуры на краю базисной плоскости образца сегмента сферы монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ во внешнем изменяющемся магнитном поле в интервале 0(А) ÷ 0,68(Е) Тл. Размер каждой фотографии 350×266 мкм.

Определение шероховатости поверхности монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ методами сканирующей зондовой микроскопии. Расчетное моделирование распределения магнитного поля вблизи дефекта

Эффект увеличения локального поля размагничивания вблизи дефектов впервые был описан авторами в работах [56, 59]. С помощью сканирующего зондового микроскопа Solver Next (NT-MDT) были проведены измерения шероховатости

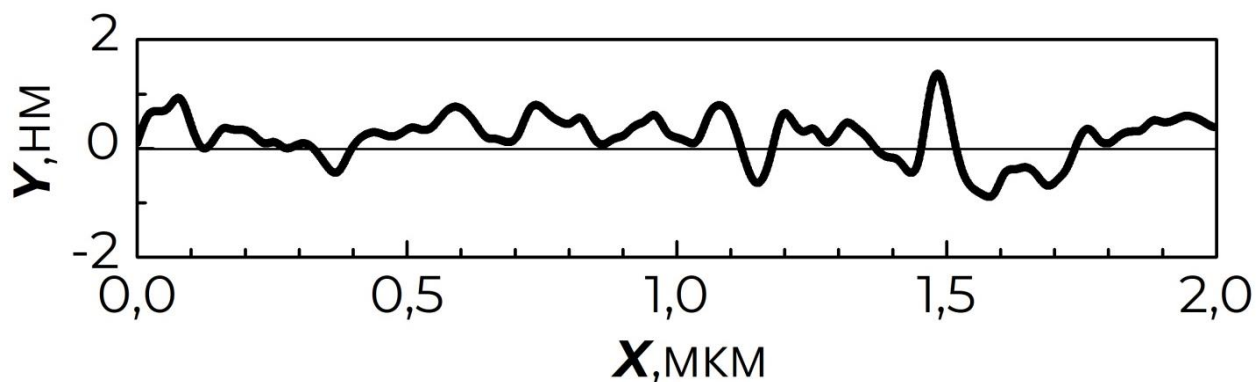


Рисунок 3.33 - Усредненный профиль поперечного сечения поверхности образца сегмента сферы соединения $\text{Nd}_2\text{F}_{14}\text{B}$.

поверхности образца сегмента сферы $\text{Nd}_2\text{F}_{14}\text{B}$. Топографический анализ был выполнен путем импорта полученных файлов данных атомно-силовой микроскопии в программное обеспечение Nova (NT-MDT) и выбора инструмента шероховатости. Все данные о шероховатости, представленные в этом исследовании, представляют собой среднее значение четырех сканирований. Типичный профиль линии поперечного сечения показан на рисунке 3.33. Профиль был создан путем выбора одной линии из соответствующего 2D-сканирования методом атомно-силовой микроскопии, а затем построение графика смещения (X) в зависимости от высоты (Y).

Для количественной оценки шероховатости образца $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ были рассчитаны параметры шероховатости R_a и $R_{\text{макс}}$ (среднее значение шероховатости $R_a = 0,294$ нм, максимальная высота профиля $R_{\text{макс}} = 1,914$ нм). Для расчета поля рассеяния вблизи таких поверхностных дефектов в модель были добавлены треугольники шириной = 80 нм и высотой = 2 нм. Результаты расчета представлены на рисунке 3.34.

Моделирование подтвердило, что шероховатость поверхности образца может привести к отклонению локального поля размагничивания на $\pm 10\%$ или менее. Более того, в эксперименте не наблюдаются какие-либо изменения поля насыщения вблизи нескольких глубоких царапин на поверхности сегмента сферы. Таким образом, можно сделать вывод, что шероховатость поверхности не может быть причиной высоких полей «деактивации» центров зарождения доменов обратного знака.

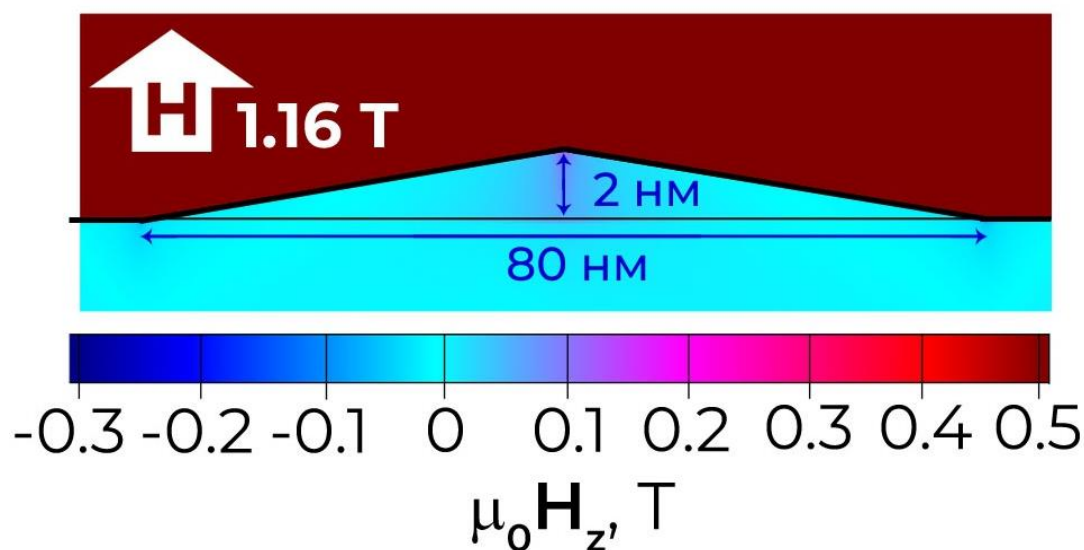


Рисунок 3.34 - Результаты расчетного моделирования поля рассеяния вблизи дефекта в форме треугольника с геометрическими размерами: длина основания = 80 нм, высота = 2 нм.

Эксперименты с добавочным импульсным полем

Отличительной особенностью экспериментально полученных методом ВМ петель гистерезиса для монокристалла SmCo_5 являются скачки намагниченности в процессе размагничивания, связанные с полями зарождения областей обратного знака, которые предположительно должны находиться вблизи или на поверхности хорошо отполированных образцов. В связи с чем, при выполнении работы была поставлена задача исследовать трансформацию ДС на поверхности шлифа монокристалла при намагничивании в полях более 1.5 Тл. Поскольку используемый электромагнит при токе до 2,5 А не может создавать такого поля с учетом градиента поля вблизи нижнего концентратора, то было принято решение провести эксперимент, при котором к постоянному полю, создаваемому электромагнитом, добавлялось бы импульсное поле плоской катушки, размещенной в зазоре. Подробное описание данной методики представлено в главе 2 пункте 2.6.3.

Результаты исследований петель гистерезиса для монокристалла SmCo_5 (рисунок 3.3) показали, что величина поля зарождения H_N зависит от максимального поля H_{max} , в котором намагничивается образец, что может быть связано с величиной локальных полей размагничивания вблизи краев шлифа или вблизи дефектов поверхности образца

монокристалла. В связи с вышесказанным были проведены комплексные исследования трансформации ДС на центральной и прикраевой областях полированной поверхности монокристалла SmCo_5 в различных величинах добавочных магнитных полей. Режим изменения магнитного поля включал следующие стадии: увеличение магнитного поля в зазоре электромагнита, путем регулирования тока через обмотку до максимально возможного значения \rightarrow приложение импульсного поля, величина которого регулировалась напряжением заряда конденсаторов \rightarrow уменьшение магнитного поля в зазоре электромагнита.

На рисунках 3.35 а и б представлены результаты петель гистерезиса, полученных методом ВМ (синие и голубые кривые) при разных значениях намагничивающего поля, результаты компьютерного моделирования кривых намагничивания участков на поверхности шлифа в центральной и прикраевой областях (красные кривые на рисунках 3.25 а и б соответственно), а также петли гистерезиса для различных участков поверхности шлифа, построенные из анализа снимков ДС (маркерные пунктирные кривые). Помимо экспериментальных и расчетных кривых на рисунках представлены микрофотографии ДС на поверхности монокристалла (размер снимков 220x220 мкм), номера на снимках соответствуют точкам на петлях гистерезиса.

Приложение дополнительных импульсных полей, позволило намагнитить образцы до полей, советующих полям в методике ВМ, что в свою очередь сделало возможным пронаблюдать скачкообразное появление доменов на поверхности шлифа (снимки №4 на рисунках 3.35 а и б). Помимо этого, регулируя напряжение заряда конденсаторов, удалось провести эксперименты по исследованию трансформации ДС для различных намагничивающих полей.

Исследования в центре полированной поверхности шлифа, представленные на рисунке 3.35а, показывают, что при приложении суммарного поля 1,0 Тл, являющимся суммой постоянного и импульсного полей, ход кривой намагниченности, построенной из анализа трансформации ДС (квадратные бежевые маркеры на рисунке 3.35а), при увеличении поля от 0 до 0,7 Тл в точности повторяет кривую, полученную в ходе моделирования в модели ВМ. После приложения импульсного поля на участке

размагничивания в поле 0,47 Тл наблюдается резкое появление доменов обратного знака (микрофотография 4 в коричневой рамке на рисунке 3.35а), что в точности повторяет поле зарождения из экспериментальных данных магнитометрии (синяя кривая на рисунке 3.35а).

Из хода кривых при $\mu_0 H_{max}=1,0$ Тл видно, что в поле $\mu_0 H_N=0,47$ Тл центральная область поверхности перемагничивается вместе с объёмом, что позволяет высказать предположение, что часть центров зарождения доменов обратного знака могут присутствовать на обратной поверхности шлифа электрохимически отполированной поверхности образца или в центре полированной поверхности шлифа, где либо имеются сильные локальные размагничивающие поля, присутствующие в углублениях или царапинах, либо дефекты кристаллической решетки, в области которых существенно снижено эффективное локальное поле анизотропии. Как дефекты формы, так и дефекты структуры могут способствовать образованию небольшой области с обратной намагниченностью.

Приложение поля более 1,5 Тл привело к уменьшению поля зарождения $\mu_0 H_N=0,34$ Тл (голубая кривая и кривая с круглыми фиолетовыми маркерами), что свидетельствует о том, что сильное магнитное поле «деактивировало» дополнительные центры возникновения ДС с отличными полями зарождения. Сравнивая фотографии ДС в центральной области поверхности шлифа при разных максимальных полях (4 микрофотографии в фиолетовой и коричневой рамках), можно наблюдать радиальную выстроенность доменов, указывающую на область, которая служила источником доменов (область зарождения ДС). Более подробно такая конфигурация ДС будет обсуждаться в следующем разделе диссертации.

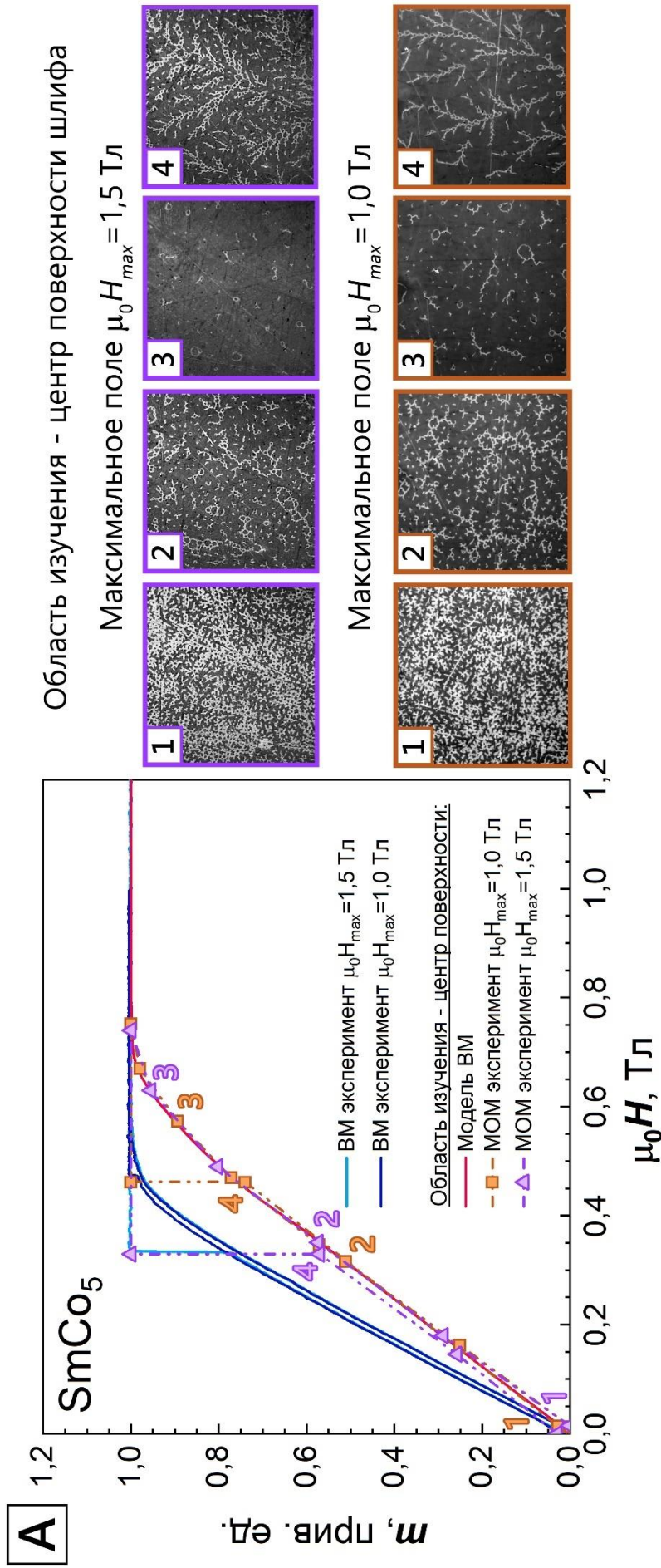


Рисунок 3.35 - (а) Петли гистерезиса для шлифа монокристалла SmCo₅, полученные методом VM (синие и голубые кривые) при разных значениях намагничивающего поля, результаты компьютерного моделирования кривой намагничивания центральной области на поверхности шлифа (красная кривая), а также петли гистерезиса, построенные из анализа снимков ДС на центральной области поверхности шлифа, полученные при разных значениях намагничивающего поля (маркерные стриховые кривые). Цифрами на графиках обозначены номера микрофотографий ДС (размер снимков 220x220 мкм), соответствующих приложенному полю на петле гистерезиса.

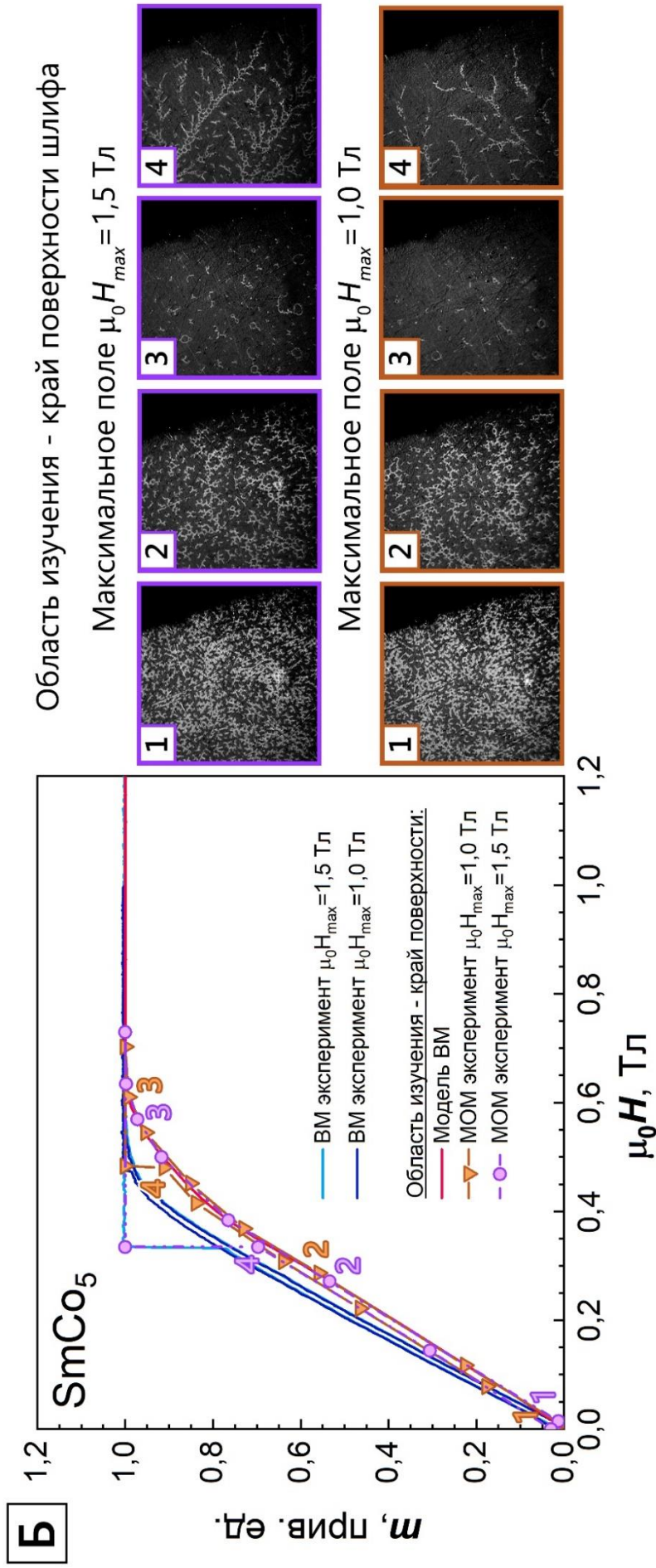


Рисунок 3.35 - (б) Петли гистерезиса для шлифа монокристалла SmCo₅, полученные методом VM (синие и голубые кривые) при разных значениях намагничивающего поля, результаты компьютерного моделирования кривой намагничивания при краевой области на поверхности шлифа (красная кривая), а также петли гистерезиса, построенные из анализа снимков ДС на прикраевой области поверхности шлифа, полученные при разных значениях намагничивающего поля (маркерные штриховые кривые). Цифрами на графиках обозначены номера микрофотографий ДС (размер снимков 220x220 мкм), соответствующих приложенному полю на петле гистерезиса.

В дальнейшем были проведены исследования прикраевых областей шлифа, представленные на рисунке 3.35б. Установлено, что при максимальном поле намагничивания 1,0 Тл в процессе размагничивания вблизи края шлифа в поле зарождения $\mu_0 H_N = 0,47$ Тл наблюдается скачкообразное появление доменов обратного знака, однако сам край остается намагниченным до насыщения (микрофотография 4 в коричневой рамке). Результаты компьютерного моделирования полей рассеяния намагниченного до насыщения образца (рисунок 3.35) и МОМ исследования (рисунок 3.30в), что поле необходимое для насыщения края шлифа, а также краев сфероида, составляет порядка $\mu_0 H_S = 0,34-0,37$ Тл, поэтому в поле зарождения $\mu_0 H_N = 0,47$ Тл на самом краю шлифа доменов не наблюдается.

Картина меняется, когда к образцу прикладываются поля более 1,5 Тл. При размагничивании скачек по намагниченности (голубая кривая) и резкое появление доменов (микрофотография 4 в фиолетовой рамке) происходят в поле $\mu_0 H_N = 0,34$ Тл. При этом домены появляются на всей прикраевой области, при этом так же наблюдается радиально расположенная доменная структура. Данное поведение косвенно указывает на то, что основная часть областей зарождения доменов обратного знака находится на центральных областях полированной поверхности и краевых поверхностях электрохимически полированных участков сфероидного образца.

Необходимо отдельно подчеркнуть, что, если во всем интервале намагничивающих полей величина гистерезиса определяется процессами зародышеобразования, по-видимому, можно говорить о существовании небольшого числа центров зарождения ДС, связанных с разным типом дефектов. Причем надо допустить, что магнитная активность последних дискретно меняется при намагничивании кристалла или вследствие изменения самой структуры дефекта, или из-за необратимого изменения ориентации векторов I_s в магнитной неоднородности около дефекта.

3.2. Особенности конфигурации доменной структуры монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ при перемагничивании в квазистатических и динамических условиях

Основными факторами, определяющими вид наблюдаемых на поверхности кристаллов доменов, является кристаллографическая ориентация плоскости наблюдения, относительно ОЛН, температура образца, размер кристалла и его магнитная предыстория [84]. Деформация доменных границ на базисной поверхности, изменение размера,

количества и расположения основных и дополнительных доменов зависят от размера, формы и совершенства образца.

После выключения постоянного магнитного поля, доводящего образец до насыщения вдоль ОЛН, т.е. в состоянии остаточной намагниченности, наблюдаются разные ДС, не соответствующие стабильному состоянию. Это зависит от количества центров зародышеобразования и величины гистерезиса возникновения ДС, что, в свою очередь, связано в сильной степени с совершенством кристаллической структуры образца.

В работах [84, 94] авторы для проведения полевых и температурных исследований трансформации ДС советуют перед экспериментом воздействовать на образец знакопеременным магнитным полем постепенно убывающей амплитуды, что приводит наблюдаемую ДС в равновесное состояние.

Поступательное движение ДГ под действием осциллирующего магнитного поля известно как дрейф доменных границ [95]. В качестве причины дрейфа указывают различие плотности энергии по разные стороны от ДГ, что приводит к возникновению эффективного давления на ДГ [96], либо различную подвижность ДГ при движении в противоположных направлениях [97]. Ряд авторов связывают возникновение дрейфа с наличием различных неоднородностей в образце, указывается, что к дрейфу ДГ может приводить различие скоростей движения доменных границ на краях образца [98], зарождение новых доменов на краю образца или в области градиентного магнитного поля [99], зарождение и аннигиляция дислокаций — дефектов полосовой ДС [100-102] [95].

В экспериментах по исследованию трансформации ДС монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ наблюдались ряд уникальных конфигураций доменных структур при приложении медленно меняющегося (квазистационарные условия) и импульсного (динамические условия) магнитных полей.

На рисунках 3.19-3.20 представлены фотографии ДС, иллюстрирующие процесс намагничивания одноосных массивных кристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ соответственно. Хорошо видно, что основные этапы трансформации повторяются, однако, ДС на поверхности монокристалла SmCo_5 выглядит менее равновесной, что видно, сравнивая фотографии в полях близких к насыщению, на которых показаны регулярные системы кольцевых и круговых доменов (рисунки 3.19Ж и 3.20Ж).

Автором [84] высказано предположение, что если гистерезис в возникновении ДС достаточно большой, то при появлении ДС минует область полей, где равновесной ДС являются система кольцевых или круговых доменов. По данным магнитометрии (рисунок 3.2) видно, что монокристалл SmCo_5 имеет сложную перетянутую петлю гистерезиса, что свидетельствует о сложной системе центров зародышеобразования доменов обратного знака и величины гистерезиса возникновения ДС, что, в свою очередь, связано в сильной степени с совершенством кристаллической структуры образца.

На рисунках 3.36 а и б представлены микрофотографии ДС на базисной плоскости монокристалла SmCo_5 полученные на образце после финальной стадии полировки (а) и после проведения экспериментов по перемагничиванию в медленно меняющемся магнитном поле. Заметно, что конфигурация ДС на рисунке 3.36а соответствует более равновесному состоянию, чем на рисунке 3.36б. При этом необходимо отметить, что неравновесная конфигурация ДС, представленная на рисунке (б), сохранялась со временем (более 5 дней) и при даже нагреве до температуры 100°C . Лишь кратковременная полировка образца даже с обратной стороны шлифа или применением переменного магнитного поля амплитудой 30-60 мТл приводило ДС в равновесное состояние.

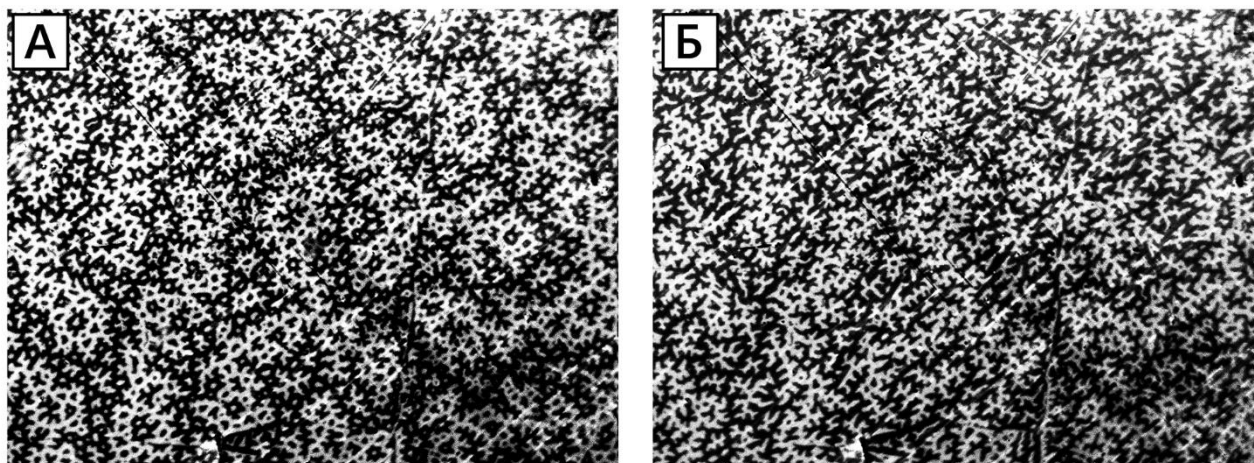


Рисунок 3.36 - Микрофотографии ДС на базисной поверхности монокристалла SmCo_5 в равновесном (а) состоянии перед измерениями и неравновесном (б) состоянии после проведения исследований в медленно меняющемся поле.

Размер каждой фотографии 350×266 мкм.

Необходимо отметить, что доменная граница в монокристалле SmCo_5 имеет меньшую ширину $\delta=2,6$ нм и большую энергию $\gamma=57,5$ мДж/м², по сравнению с монокристаллом $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ - $\delta=3,9$ нм и большую энергию $\gamma=25$ мДж/м². Более узкая ДГ с

большей энергией может приводить к увеличению вклада механизма задержки смещения ДГ на дефектах кристаллической решетки в процессы перемагничивания монокристалла. При этом, как будет показано далее, при измерениях в импульсных полях границы доменов будут задерживаться и в объёме, что свидетельствует о том, что это не чисто поверхностный эффект. Вышеуказанное объясняет неравновесную ДС после приложения статического поля.

Динамика доменов определяется степенью случайности и приводит к появлению различных структур доменных границ [A4-A5]. С теоретической точки зрения, перемагничивание происходит из-за случайно распределенных дефектов в материалах и, следовательно, такие нелинейные стохастические эффекты приводят к фрактальной природе структуры магнитных доменов [103]. Фрактальная размерность является уникальным параметром, характеризующим формирование границы раздела доменов в соответствии с неоднородностью, поэтому в данной работе данный параметр был использован для оценки регулярности и разветвленности доменной структуры на поверхности монокристаллов.

Как известно [104], фрактальная размерность объекта может быть найдена из соотношения

$$D_f = \lim_{\delta \rightarrow 0} \frac{\ln N(\delta)}{\ln (1/\delta)} \quad (44)$$

где N определяет число кубов размеров δ , покрывающих исследуемый объект. Существует четыре основных метода расчета фрактальной размерности: метод подсчета кубов, метод триангуляции, метод спектра мощности и вариационный метод. Метод подсчета кубов, использующийся в данной работе, [105] следует непосредственно из определения фрактальной размерности. На изображение накладывается кубическая решетка с некоторой постоянной l , которая при каждой итерации уменьшается в 2 раза. Наклон графика зависимости логарифма количества кубов $N(l)$ от логарифма напрямую и определяет фрактальную размерность.

Анализ изображений ДС, представленных на рисунках 3.36а и б, показал, что фрактальная размерность доменной структуры до измерений равна 2,704, в то время как ДС после измерения характеризуется размерностью 2,767. Данные значения подтверждают, что изображение ДС на рисунке (а) более упорядоченное, что свидетельствует о более равновесном состоянии.

В дальнейшем были выполнены исследования по трансформации ДС на базисной плоскости монокристалла SmCo_5 , в которых к образцу прикладывается не только постоянное поле, но и переменное поле небольшой постоянной амплитуды до 30-60 мТл (глава 2 пункт 2.6.2). На рисунках 3.37 представлена серия фотографий, снятых с одного и того же участка кристалла, при изменении поля от 0 до 1,1 Тл в присутствии добавочного переменного поля (а, в, д) и отсутствии (б, г, е), а также при изменении поля от 1,1 до 0 Тл при добавочном переменном поле (ж, и, л) и его отсутствии (з, к, м). Хорошо видно, что на всех фотографиях ДС наблюдаемая с добавочным переменным полем характеризуется более равновесной конфигурацией, что хорошо видно при сравнении рисунков (д) и (е). Следует отметить, что закономерное распределение круговых доменов на поверхности указывает на то, что магнитостатическое взаимодействие между ними играет более важную роль в общем энергетическом балансе кристалла, чем взаимодействие между зародышами и микроскопическими дефектами на поверхности образца [84].

Осциллирующее поле приводит к тому, что доменные границы начинают совершать колебания с частотой поля относительно своих положений закрепления. При этом энергия системы увеличивается. При увеличении амплитуды переменного поля выше некоторого критического значения в образце помимо колебаний ДГ возникает движение ДГ (дрейф), аналогично термофлуктуационному движению, которое существенно влияет на процесс задержек смещения ДГ в поле дефектов. Не исключено, что дополнительной причиной указанного поведения является то, что переменное поле малой амплитуды за счет магнитоупругих периодических деформаций кристаллической решетки приводит ее в более стабильное состояние, характеризующееся отрелаксированной структурой дефектов, неравновесное состояние которой вызвано изменением магнитоупругой энергии при изменении внешнего магнитного поля.

Крайне интересным является конфигурация ДС при размагничивании монокристалла в полях близких к насыщению (рисунок 3.37 ж, з). В отличие от случая намагничивания (рисунки 3.37 д, е) регулярная структура кольцевых доменов не наблюдается. Однако при приложении добавочного внешнего переменного поля также имеет место достаточно закономерное распределение доменов с волнистыми границами, которые вырастают из кругового (точечного) домена. Основная причина этого заключается в том, что в процессе намагничивания изменяется с полем готовая ДС,

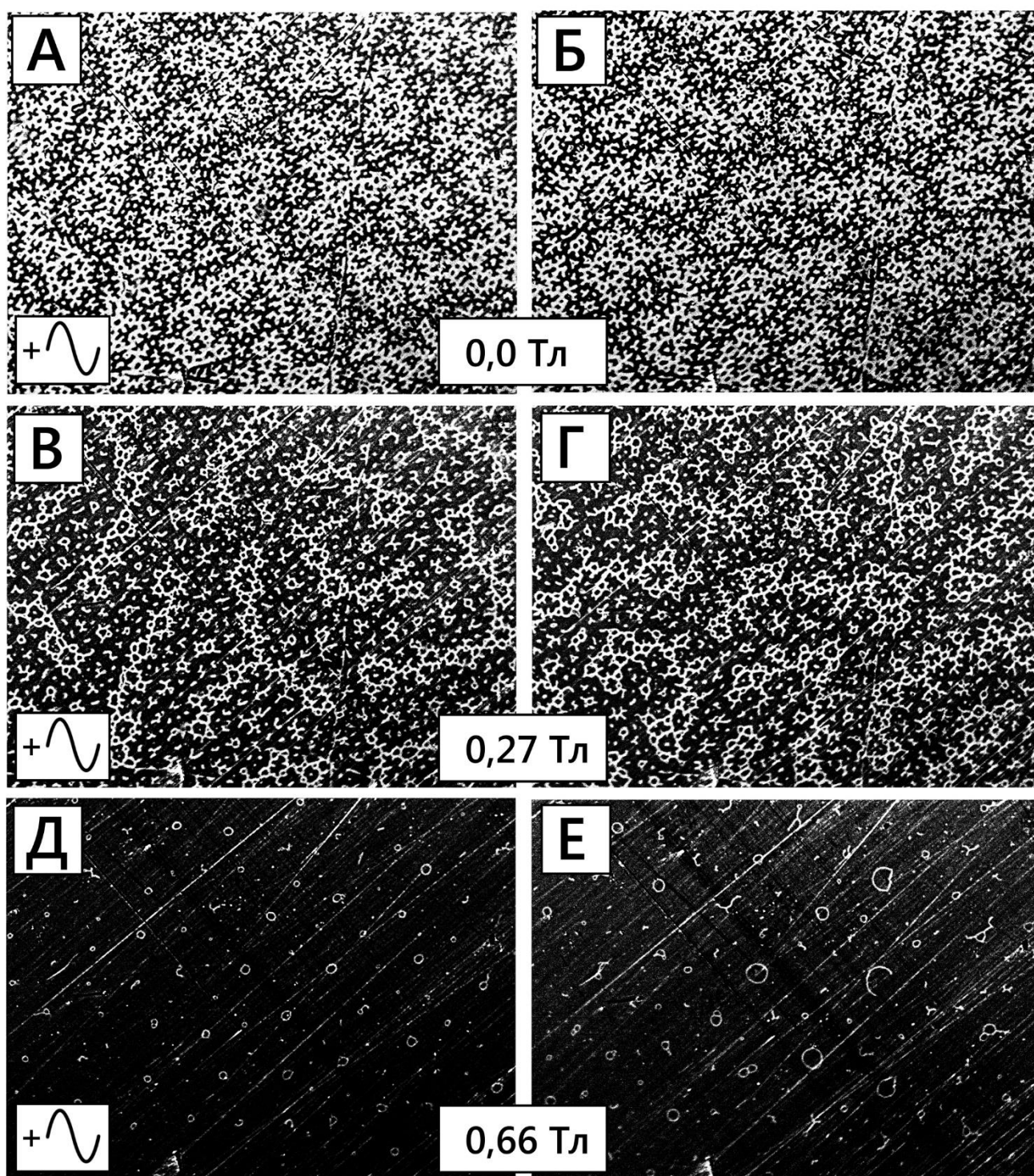


Рисунок 3.37 - Микрофотографии ДС на базисной поверхности монокристалла SmCo_5 при различных значениях внешнего постоянного поля при добавлении переменного поля (а, в, д, ж, и, л) и его отсутствии (б, г, е, з, к, м).

Размер каждой фотографии $350 \times 266 \text{ мкм}$.

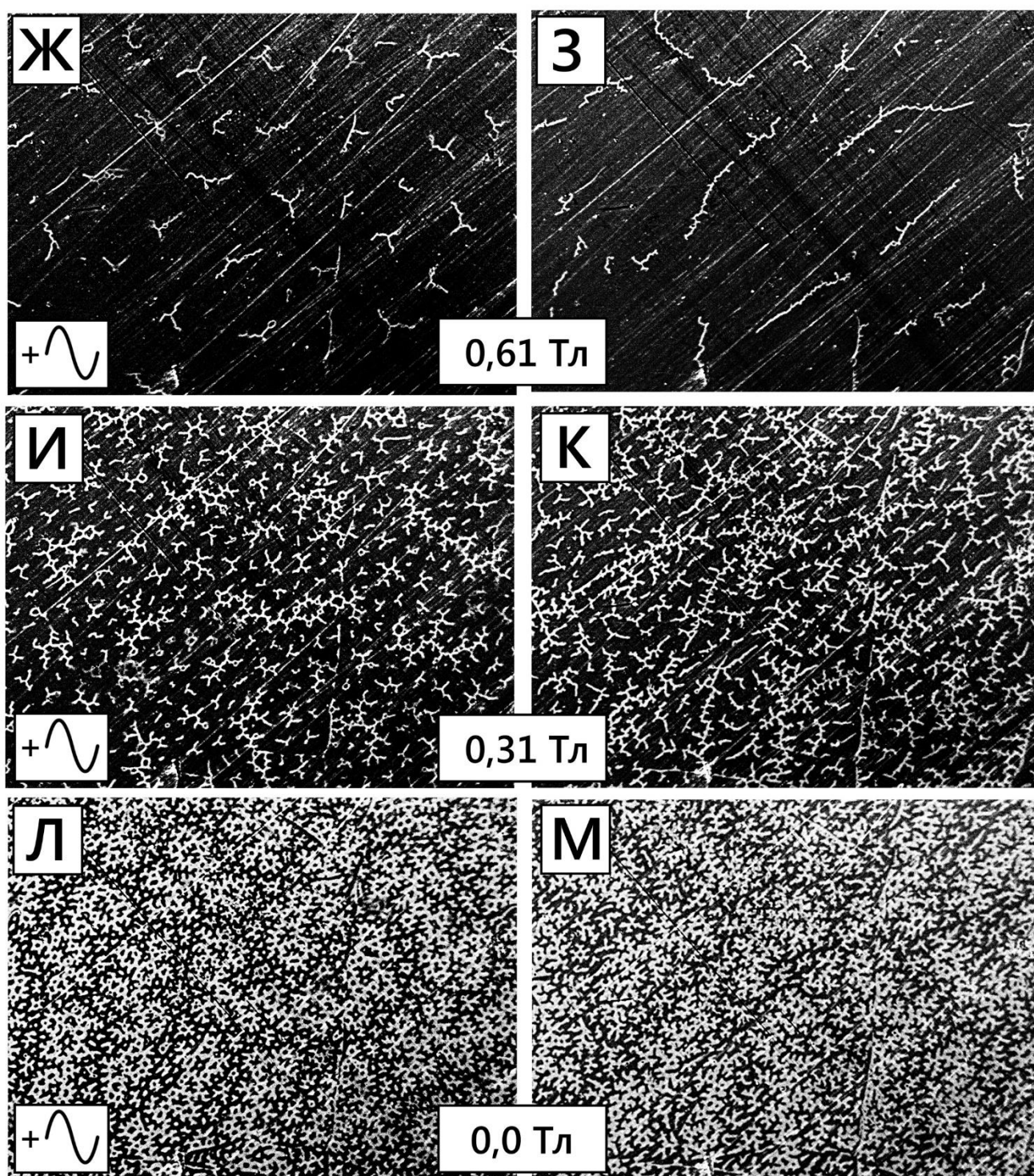


Рисунок 3.37 (продолжение) - Микрофотографии ДС на базисной поверхности монокристалла SmCo_5 при различных значениях внешнего постоянного поля при добавлении переменного поля (а, в, д, ж, и, л) и его отсутствии (б, г, е, з, к, м).

Размер каждой фотографии 350×266 мкм. (продолжение)

которая формируется в размагниченном состоянии, а при размагничивании доменная структура должна еще сформироваться. Приближение к точке зарождения домена обратного знака идет с разных сторон: с размагниченного состояния или с намагниченного до насыщения. В последнем случае вид ДС будет сильно зависеть от количества и расположения центров зарождения ДС. Помимо указанного выше при размагничивании в присутствии переменной составляющей магнитного поля на поверхности монокристалла формируется четкая структура доменов, очерчивающих границы основных доменов в объеме образца (рисунок 3.38а). Схожая конфигурация доменов наблюдается и на поверхности монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, но в отличие от монокристалла SmCo_5 , в котором имеет место гистерезис зарождения и трансформации ДС, в нем такая структура наблюдается в отсутствии переменного добавочного поля.

Рассчитанные из снимков ДС в случае приложения дополнительного переменного поля петли гистерезиса с максимальными полями до 0,7 Тл для монокристалла SmCo_5 показали отсутствие гистерезиса.

В связи с вышесказанным было интересным провести исследования намагниченности на ВМ, а также МОМ в больших насыщающих полях с присутствием малоамплитудного переменного поля.

Для исследования удельной намагниченности с добавочным переменным полем на вибрационном магнитометре была разработана уникальная вставка, подробно описанная в главе 2 пункте 2.4.

На рисунке 3.39а представлены части петель гистерезиса для монокристалла SmCo_5 для различных значений переменного тока, протекающего по намагничивающей обмотке вставки. Хорошо видно, что при увеличении амплитуды переменного тока, что в свою очередь увеличивало амплитуду добавочного переменного поля, наблюдается увеличение полей зарождения H_N , обозначенные стрелками на рисунке (а). При этом величина гистерезиса на кривых уменьшается практически до нуля. Зависимость амплитуды переменного магнитного поля от протекающего по намагничивающей обмотке тока представлена на рисунке 3.39б. Так же на рисунке приведены значения разностей полей зарождения H_N при заданном переменном токе и поля зарождения H_0 при нулевой амплитуде дополнительного переменного тока (черные маркеры).

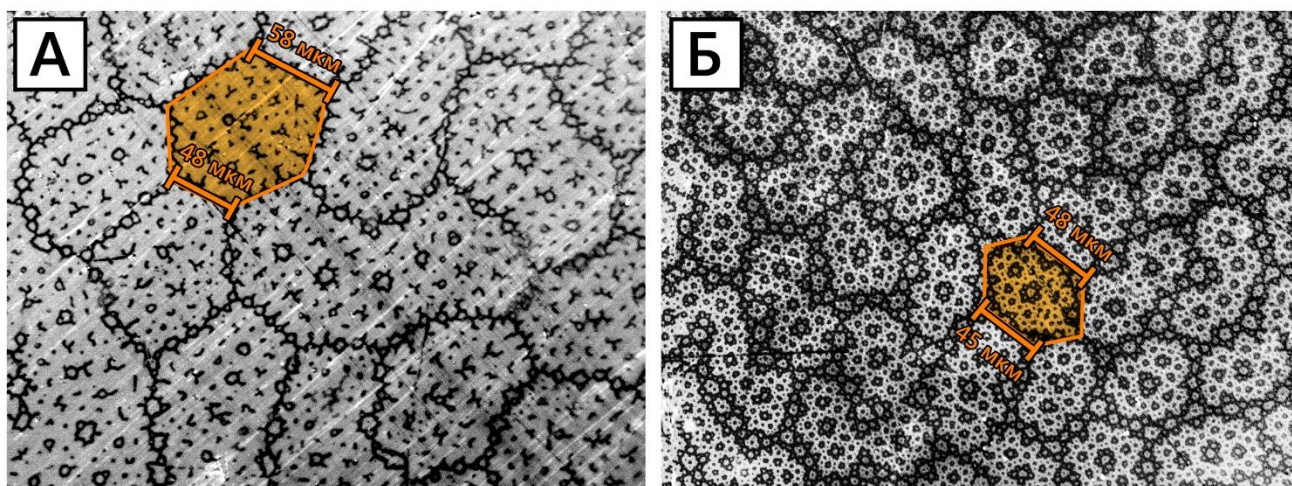


Рисунок 3.38 - Микрофотографии на базисной поверхности монокристаллов SmCo_5 (а) (в процессе размагничивания в постоянном поле 0,45 Тл с добавочным переменным полем 0,035 Тл) и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (б) (в постоянном поле 0,12 Тл). Размер каждой фотографии 310×415 мкм.

Хорошо видно, что величина амплитуды добавочного поля практически равна разнице между полями зарождения при нулевом и соответствующих значениях тока, что свидетельствует о том, что переменное поле выполняет роль добавочного при размагничивании образца. Доказательством данного утверждения являются результаты магнитооптических исследований. На рисунке 3.40 представлены микрофотографии поверхности монокристалла SmCo_5 в полях зарождения доменов при отсутствии (а) и приложении (б) переменного поля постоянной амплитуды. Конфигурация ДС, представленная на рисунке (б), не характеризуется такой степенью регулярности, как ДС на рисунке 3.37ж. Однако в отличие от снимка на рисунке 3.40а, на котором наблюдаются радиально расположенные ветви доменов, на рисунке 3.40(б) домены имеют близкие размеры и с более равномерным распределением по поверхности.

Таким образом можно сделать вывод о том, что, если к образцу приложено насыщающее поле превышающее поле деактивации магнитно-активных дефектов (более 1 Тл для исследуемого монокристалла SmCo_5) в том месте на поверхности кристалла, где в наибольшей степени снижено эффективное поле анизотропии (имеется структурный дефект) или повышено локально поле размагничивания (дефект формы) в процессе размагничивания возникает магнитная неоднородность.

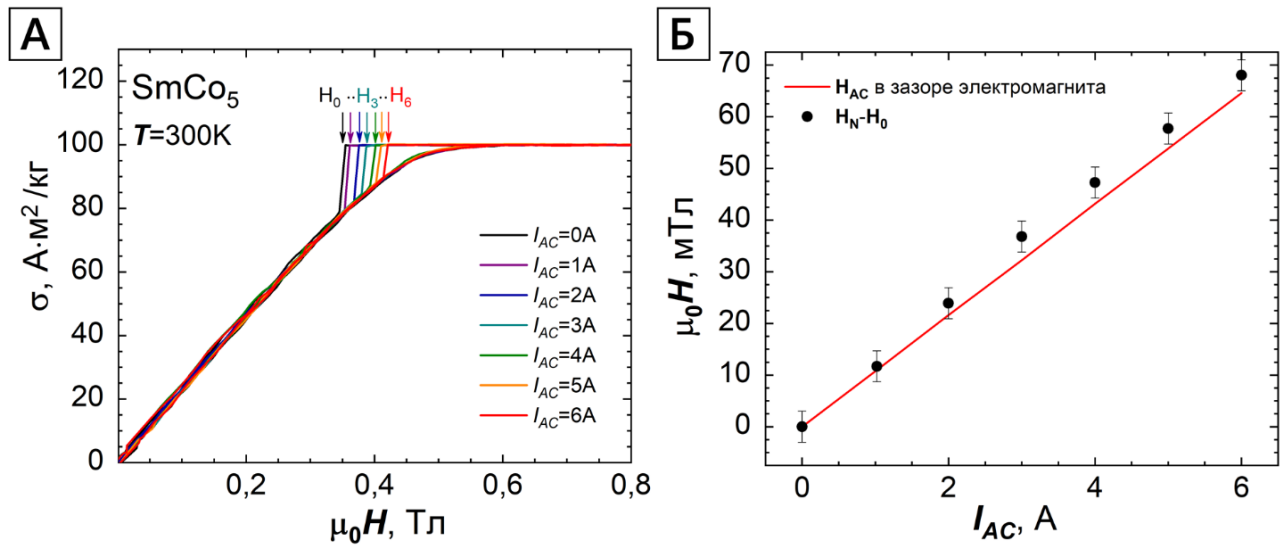


Рисунок 3.39 - Положительные части петель гистерезиса для монокристалла SmCo_5 для различных значений переменного тока, протекающего по намагничивающей обмотке вставки (а); зависимость амплитуды переменного магнитного поля от протекающего по намагничивающей обмотке тока, черными маркерами обозначена разность полей зарождения при заданном переменном токе и поля зарождения при нулевом токе.

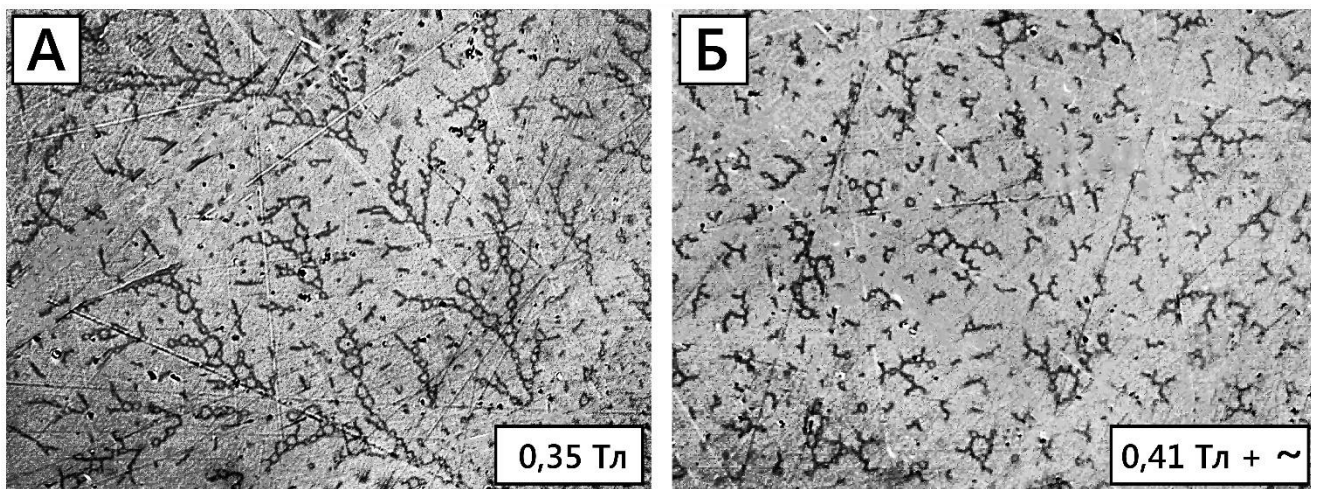


Рисунок 3.40 - Микрофотографии на базисной поверхности монокристалла SmCo_5 в полях зарождения ДС в отсутствии (а) и присутствии (б) переменной составляющей поля. Размер каждой фотографии 350×266 мкм.

При этом переменное поле амплитудой 0-70 мТл выполняет роль добавочного поля для «срабатывания» центров возникновения ДС с различными полями H_N , что приводит к увеличению регистрируемых полей зарождения. С уменьшением поля, доводящего образец до насыщения, при этом не превышающее поле деактивации дефектов, переменное магнитное поле постоянной амплитуды способно переводить образец в многодоменное состояние, характеризующееся равновесной структурой.

Как было отмечено ранее, ДГ в монокристалле SmCo_5 за счет своей малой ширины и большой энергии обладает меньшей подвижностью и легче может закрепляться на дефектах кристаллической решетки. При исследованиях, в которых для увеличения намагничивающего поля к постоянному полю электромагнита добавлялось микросекундное импульсное поле, впервые на поверхности монокристалла была обнаружена и выделена как отдельный тип неравновесная разветвленная дендритная структура доменов - «морозный узор». Домены такого вида образуются в момент скачка намагниченности и являются наиболее оптимальными для быстрого заполнения свободной части образца доменами растущей магнитной фазы. Для ответа на вопрос о причинах возникновения данной конфигурации доменов были проведены исследования по намагничиванию монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в разных по длительности и амплитуде импульсных, а также статических и переменных магнитных полях. Помимо регистрации ДС на поверхности монокристаллов, методом индикаторной пленки исследовались поля рассеяния от основных доменов в объеме образцов.

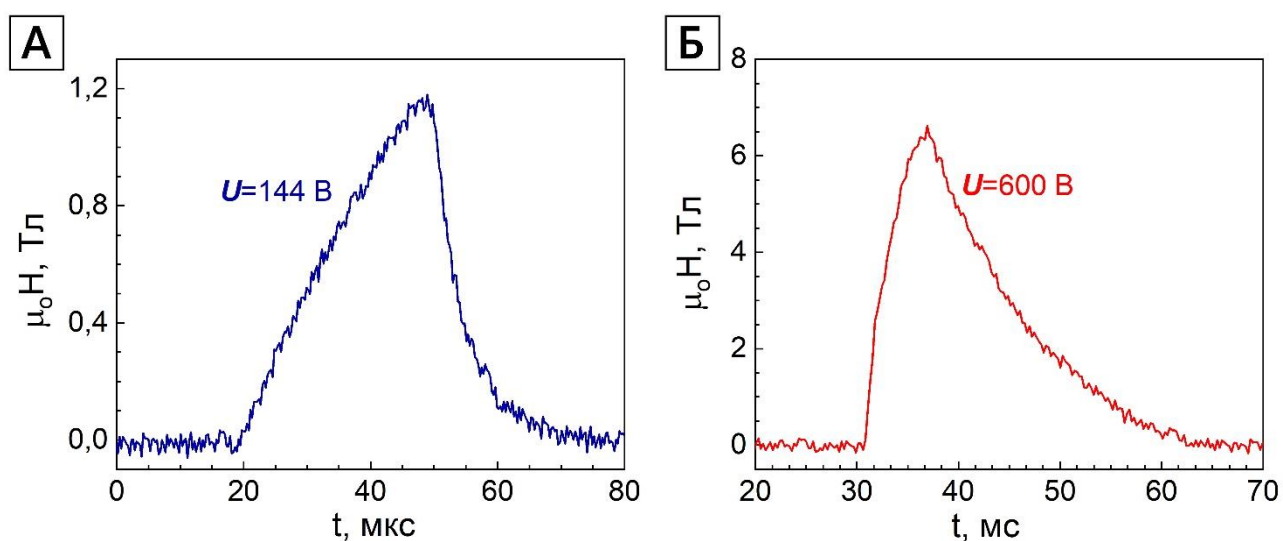


Рисунок 3.41 - Временные профили импульсов магнитных полей, прикладываемых к образцам.

Временные профили импульсных полей, прикладываемых к образцам: короткий импульс 40 мкс (а) и длинный импульс 40 мс (б), показаны на рисунке 3.41. Крайне важно отметить, что на конфигурацию конечной ДС на поверхности отвечает задний фронт импульса, поскольку величина обоих прикладываемых полей достаточна для намагничивания образцов до насыщения. Хорошо видно, что длительность спада сигнала

на рисунке 3.41 составляет порядка 10 мкс, в то время как уменьшение величины поля от максимального значения до нуля при миллисекундном импульсе занимает 25 мс.

На рисунках 3.42 представлены микрофотографии на базисной поверхности монокристалла SmCo_5 в нулевом магнитном поле после цикла намагничивания до поля 0,7 Тл (а), приложения импульсного поля 1,6 Тл (время импульса 40 мкс) (б), приложения импульсного поля 6 Тл (время импульса 40 мс) (в), переменного поля 60 мТл (г). Напротив каждого состояния ДС на поверхности представлена фотография ДС индикаторной пленки, расположенной над образцом на расстоянии 30 мкм.

Импульсное поле 40 мкс приводит к формированию на поверхности монокристалла SmCo_5 неравновесной структуры разветвленных доменов (рисунок 3.42б), при этом в объеме образца наблюдается нерегулярная беспорядочная ДС, что может служить подтверждением, что ввиду узкой доменной границы в образце имеет место задержка смещения ДГ на дефектах кристаллической решетки, имеющих размер соизмеримый с шириной доменной границы. Увеличение длительности импульса до 40 мс приводит к формированию схожей, но более упорядоченной структуры доменов «морозного узора» на поверхности (рисунок 3.42в), и более равновесной, близкой к конфигурации к ДС, соответствующей медленно меняющихся полей (рисунок 3.42а), ДС в объеме. При приложении переменного поля с частотой 50 Гц и малой амплитуды 60 мА ДС на поверхности и в объеме трансформируется в равновесную конфигурацию (рисунок 3.42 г), соответствующую основному состоянию и наименьшей энергией.

Фрактальная размерность, рассчитанная методом подсчета кубов, изображений ДС на рисунках 3.42 а-г представлена в таблице 3.1. ФР подтверждает более разупорядоченное состояние основной ДС после приложения микросекундного поля, в то же время ДС на поверхности в этом случае показывает наименьшие значения.

Таблица 3.1. Фрактальная размерность изображений ДС на поверхности и в объеме монокристалла SmCo_5 с разной предысторией приложения внешнего магнитного поля.

Фотография	ДС поверхности	ДС в объеме
А	2,767	2,293
Б	2,684	2,331
В	2,687	2,292
Г	2,704	2,294

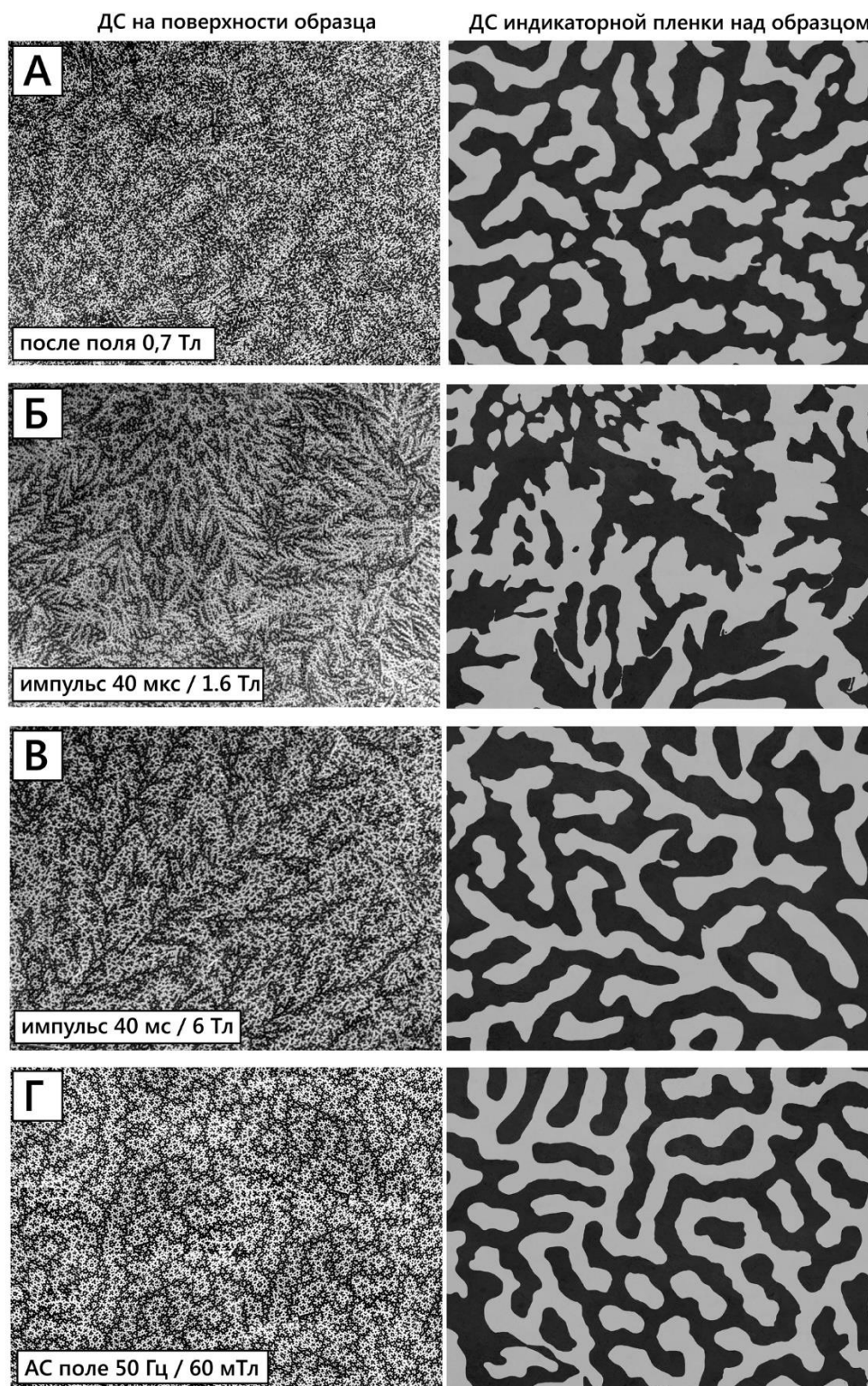


Рисунок 3.42 - Микрофотографии на базисной поверхности монокристалла SmCo_5 в нулевом магнитном поле после цикла намагничивания до поля 0,7 Тл (а), приложения импульсного поля 1,6 Тл (время импульса 40 мкс) (б), приложения импульсного поля 6 Тл (время импульса 40 мс) (в), переменного поля 60 мТл (г). Напротив каждого состояния ДС на поверхности представлена фотография ДС индикаторной пленки, расположенной над образцом на расстоянии 30 мкм. Размер каждой фотографии 1000×750 мкм

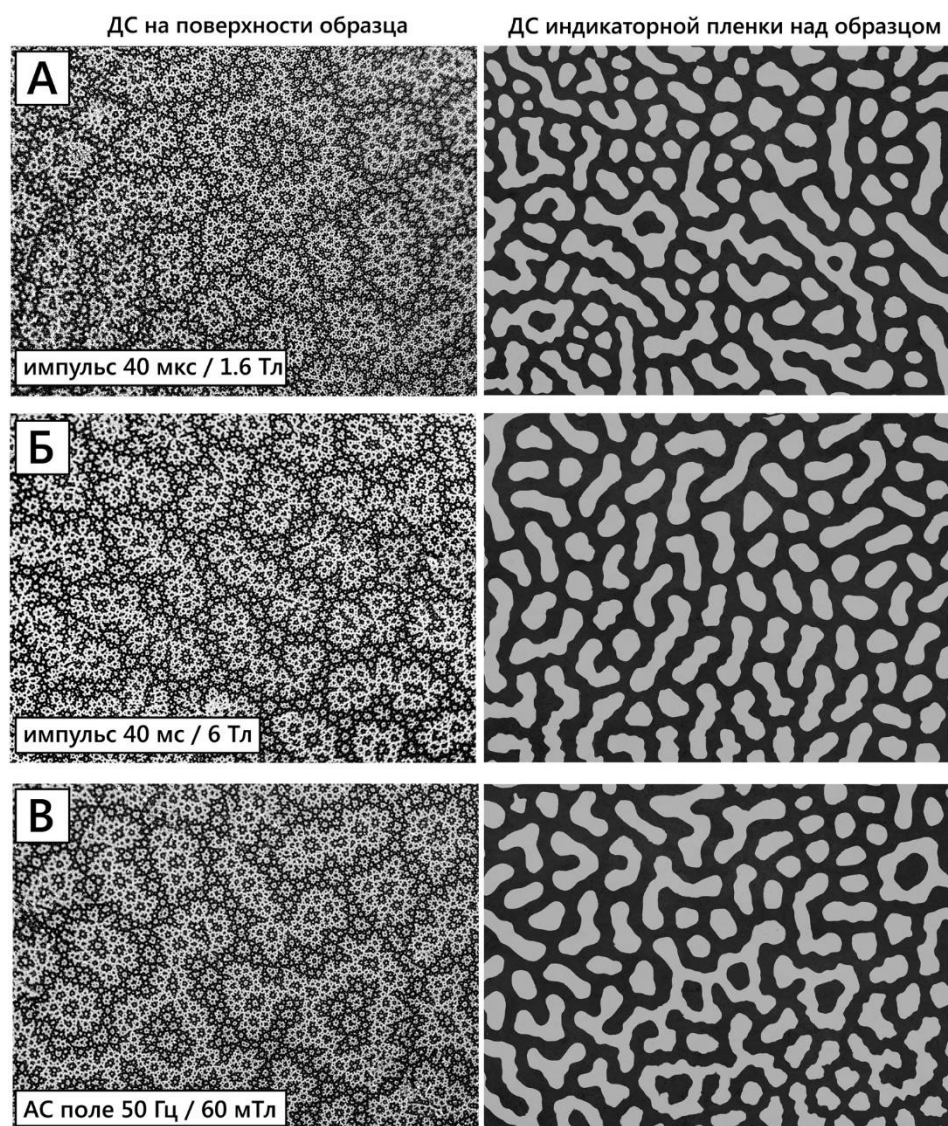


Рисунок 3.43 - Микрофотографии на базисной поверхности монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ в нулевом магнитном поле после приложения импульсного поля 1,6 Тл (время импульса 40 мкс) (а), приложения импульсного поля 6 Тл (время импульса 40 мс) (б), переменного поля 60 мТл (в). Напротив каждого состояния ДС на поверхности представлена фотография ДС индикаторной пленки, расположенной над образцом на расстоянии 30 мкм. Размер каждой фотографии 1000×750 мкм

Аналогичные исследования были проведены на монокристалле $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$, микрофотографии ДС на поверхности и объёме которого с разной предысторией приложения магнитного поля, представлены на рисунке 3.43. В отличие от монокристалла SmCo_5 , обладающего менее совершенной структурой в сочетании с узкой шириной ДГ, конфигурации ДС на монокристалле $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ в нулевом магнитном поле после приложения импульсного поля 1,6 Тл (время импульса 40 мкс) (а), приложения

импульсного поля 6 Тл (время импульса 40 мс) (б), переменного поля 60 мТл (г) практически одинаковые. Схожее поведение показывает и основная ДС, подтверждением чего являются расчеты фрактальной размерности изображения ДС на рисунках 3.43а-в, представленные в таблице 3.2. Близость значений ФР снимков ДС говорит о схожей конфигурации ДС. Данное поведение ДС говорит о меньших процессах задержки смещения ДГ на дефектах кристаллической структуры в связи с большей шириной и меньшей энергией ДГ, а также совершенством монокристалла.

Таблица 3.2. Фрактальная размерность изображений ДС на поверхности и в объёме монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ с разной предысторией приложения внешнего магнитного поля

Фотография	ДС поверхности	ДС в объёме
А	2,758	2,372
Б	2,667	2,358
В	2,675	2,363

Необходимо отметить, что импульсные поля, прикладываемые к образцам монокристаллов в экспериментах, представленных на рисунках 3.42-3.43 превышали поля насыщения данных образцов, и в случае соединения SmCo_5 соответствовали полям, при которых наблюдались скачкообразные изменения намагниченности. В связи с вышесказанным, в дальнейшем были проведены исследования трансформации ДС монокристалла SmCo_5 из равновесного состояния после приложения переменного поля с последующим намагничиванием в разных по величине импульсных полях с длительностью импульса 40 мкс (рисунок 3.44). Для лучшей иллюстрации величины импульсных полей намагничивания, обозначенных на фотографиях на рисунках 3.44, на рисунке 3.45 синими маркерами с буквенными обозначениями показаны значения соответствующих полей. Видно, что в интервале полей от 0 до 0,6 Тл при приложении импульсного поля картина ДС не возвращается в исходное состояние, соответствующее равновесной структуре, однако на поверхности не наблюдаются обнаруженный разветвленный новый тип ДС – «морозный узор». Это объясняется тем, что величина данных полей хоть и достаточна для насыщения объекта, но не достаточна для деактивации центров зарождения доменов обратного знака. Начиная с поля 0,63 Тл, на поверхности начинает наблюдаться радиальная выстроенность доменов, указывающая на область, которая служила

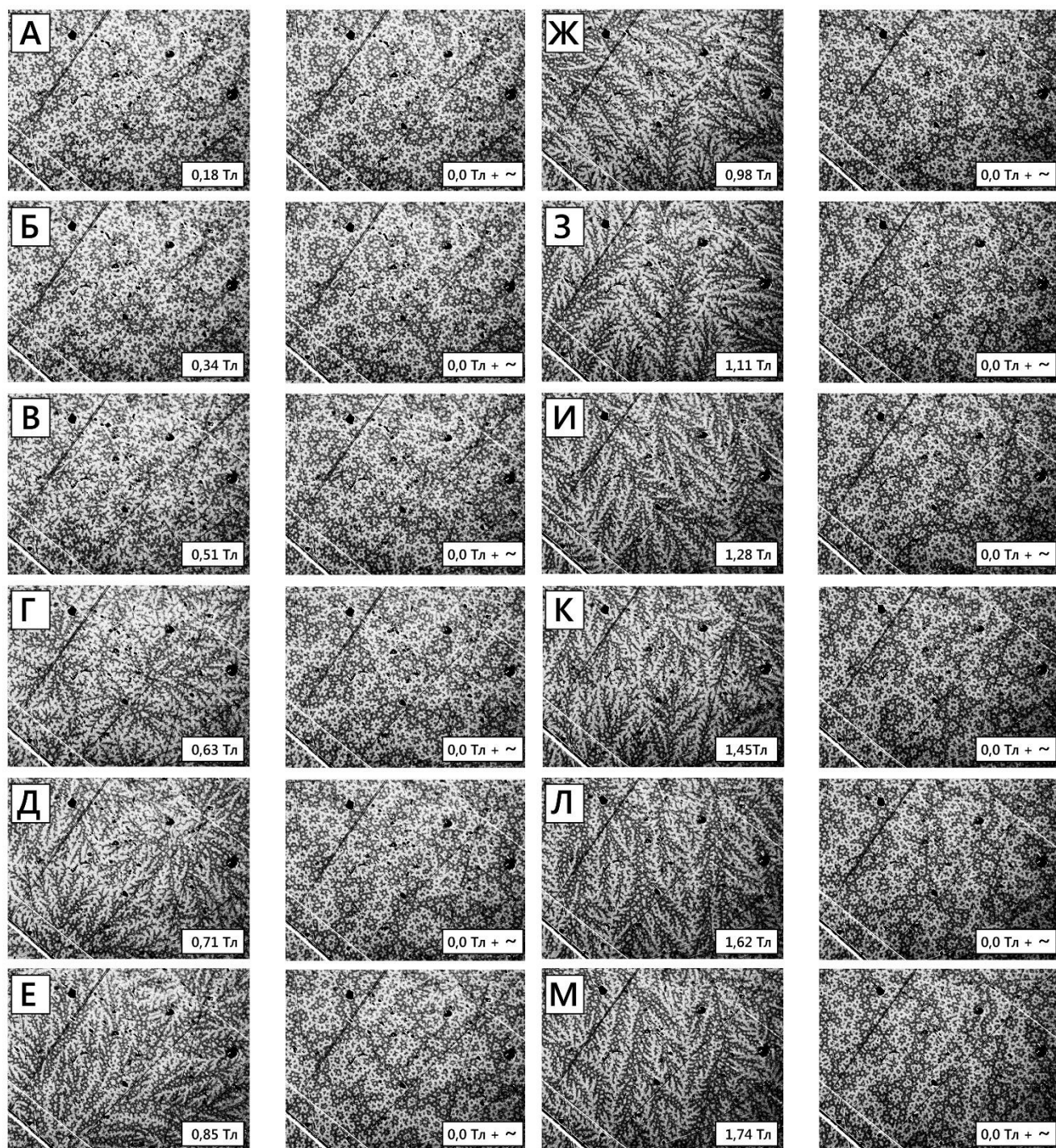


Рисунок 3.44 - Микрофотографии на базисной поверхности монокристалла SmCo_5 в нулевом магнитном поле после приложения импульсных полей разной амплитуды (время импульса 40 мкс). Напротив каждого состояния ДС после импульсного поля представлена фотография ДС после последующего приложения переменного поля 60 мТл. Размер каждой фотографии 350×266 мкм.

источником доменов (область зарождения ДС) и формируется разветвленная ДС. При этом с увеличением амплитуды импульсного поля имеет место изменение ориентации «ветвей» доменов, что говорит о срабатывании центров возникновения ДС с различными полями зарождения. Начиная с полей больше 1,11 Тл ориентация «ветвей» доменов не меняется. Чем больше гистерезис в возникновении ДС, вероятнее всего связанный с задержкой узкой доменной стенки в соединении SmCo_5 на дефектах кристаллической решетки, тем все больший объем обратной магнитной фазы образуется в неравновесных условиях, при резком скачкообразном изменении внутреннего поля. Это и обуславливает наблюдаемое различие в виде ДС, возникших скачком в поле H_N , и будет сильно зависеть от количества и расположения центров зарождения ДС.

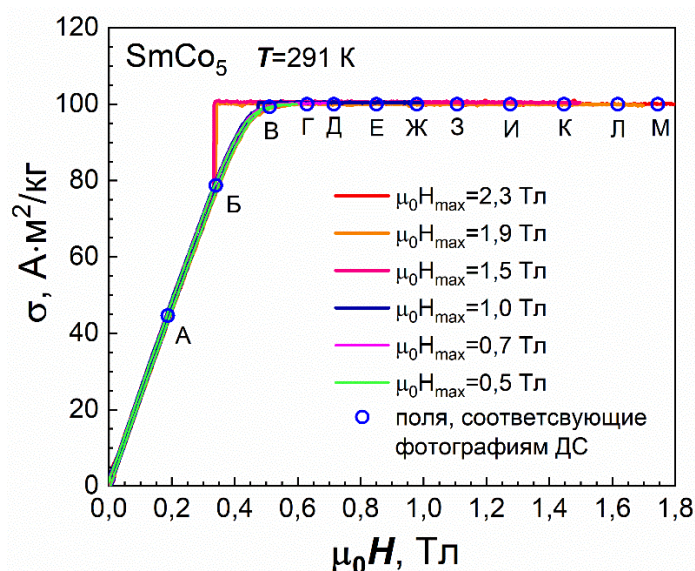


Рисунок 3.45 - Полевые зависимости шлифа монокристалла SmCo_5 , измеренные при разных значениях максимальных полей намагничивания. Синими маркерами обозначены максимальные значения импульсных полей, соответствующих фотографиям ДС на рисунке 3.44.

3.4. Зависимость конфигурации ДС от толщины монокристалла SmCo_5 . Расчет микромагнитных параметров, фрактальная размерность.

Процессы перемагничивания магнитных материалов во многом зависят от их доменной структуры [71]. Информация, полученная в ходе исследования выявленной картины доменной структуры в нулевом внешнем магнитном поле, очень важна для определения локальных магнитных свойств экспериментального образца (ширина

поверхностных и глубинных доменов, поверхностная плотность энергии доменных границ).

Величина коэрцитивной силы, следовательно, качество редкоземельных кобальтовых магнитов в первую очередь определяются удельной энергией доменной стенки Блоха. Ливингстону [106] удалось показать в своей работе, что лучшие свойства магнитов Sm-Co по сравнению со сплавами с другими редкоземельными элементами связаны с более высокой энергией стенки Блоха. Однако метод, использованный им для определения энергии доменной стенки Блоха, весьма трудоемкий. Он основан на утоньшении кристалла до такой степени (до нескольких мкм), что создается простая неразветвленная доменная структура, диапазон действия которой определяется по формуле Киттеля [2]

$$W = \sqrt{D\gamma/1,7M_S^2}, \quad (45)$$

где W - ширина доменов, D - толщина образца, γ - поверхностная плотность энергии доменных границ, M_S - намагниченность насыщения. В ходе эксперимента был сделан вывод о том, что конфигурация доменов на поверхности массивного кристалла с разветвленной структурой также содержит информацию об энергии доменной стенки.

Если рассматривать массивный образец с типом магнитной кристаллической анизотропии «легкая ось» в случае эксперимента, в котором направление света перпендикулярно поверхности кристалла и параллельно направлению спонтанной намагниченности, то обычно наблюдается так называемая разветвленная «купольная» структура, впервые предложенная Ландау (для аналогичной задачи сверхпроводимости) [108]. При такой структуре необходимо различать ширину домена на поверхности W_S и ширину домена внутри W . В теории ширина домена на поверхности W_S при больших толщинах, оказалась равной

$$W_S = \beta \cdot \frac{4\pi\gamma}{M_S^2} \quad (46)$$

Согласно этой формуле, ширина поверхностных доменов не должна зависеть от толщины кристалла и быть прямо пропорциональна энергии доменной стенки.

Множитель β , содержащийся в (46), описывает зависимость энергии поля рассеяния от конкретной формы доменной структуры и трудно определим теоретически. Этот параметр можно определить путем непосредственного определения ширины

доменов стереологическим методом Боденбергера-Хуберта [109]. В данной работе искомая ширина домена определяется по формуле

$$W = \left(\frac{2}{\pi}\right) (L_S/A_P), \quad (47)$$

где L_S – общая длина тестовых линий, а A_P – количество точек пересечения данных линий с границами доменов противоположных знаков.

После, подставляя в (46) все найденные и известные величины, можно обобщить найденный поправочный коэффициент β .

В ходе эксперимента было подготовлено зерно материала SmCo_5 сферической формы диаметром 2 мм. Далее образец с помощью самозатвердевающей пластмассы фиксировался в поле постоянного магнита. Таким образом, осуществлялась подготовка металлографического шлифа на базисной плоскости данного объекта. На каждом этапе значение высоты образца фиксировалось при помощи микрометра. Исследования конфигурации ДС монокристалла в зависимости от его толщины проводились при 16 толщинах образца монокристалла SmCo_5 . На рисунке 3.46 А-Е представлена часть микрофотографий поверхностной ДС, выявленной методом полярного эффекта Керра.

Анализируя полученные микрофотографии, можно видеть, что по мере утоньшения образца доменная структура «измельчается», становится менее разветвленной, количество видимых вложений с 4 уменьшается до 2. Далее, используя метод Боденбергера-Хуберта, была оценена ширина видимых поверхностных доменов. На каждый снимок накладывалась измерительная сетка, включающая по 25 горизонтальных и 25 вертикальных тестовых линий. Далее оценивалась их общая длина и общее количество точек пересечения с доменными границами. Полученная зависимость ширины поверхностных доменов от высоты образца представлена на рисунке 3.47. Для наглядности приведен пример с расчетом ширины доменов в области, отмеченной оранжевой рамкой на рисунке 3.46. Но для корректного результата оценка производилась для всего поля зрения изображений ДС.

Данный результат подтверждает, что ширина поверхностных доменов при больших толщинах не зависит от самой толщины образца, как и предсказывает уравнение (2). Начиная с толщины $h \approx 100$ мкм, происходит уменьшение величины W_S . В предельном зафиксированном случае для образца высотой $h \cong 4 \div 6$ мкм ширина доменов равна $W_S \approx 2,57$ мкм. Используя известные параметры соединения SmCo_5 такие,

как намагниченность M_S ($M_S = 0,86 \times 10^6 \frac{\text{А}}{\text{м}}$ (СИ), $M_S = 860$ ГС (СГС)), поверхностная плотность энергии доменных границ γ ($\gamma = 56,7 \times 10^{-3} \frac{\text{Дж}}{\text{м}^2}$ (СИ), $\gamma = 56,7 \frac{\text{Эрг}}{\text{см}^2}$ (СГС)) и найденное значение ширины поверхностных доменов $W_S \approx 3,72$ мкм, был рассчитан коэффициент $\beta \approx 0,37$. Его превышение по сравнению со значением, рассчитанным Ливингстоном ($\beta = 0,31$), может быть объяснено неточностью методик и большой погрешностью в процессах измерения магнитных величин на тот период времени (1972 г.).

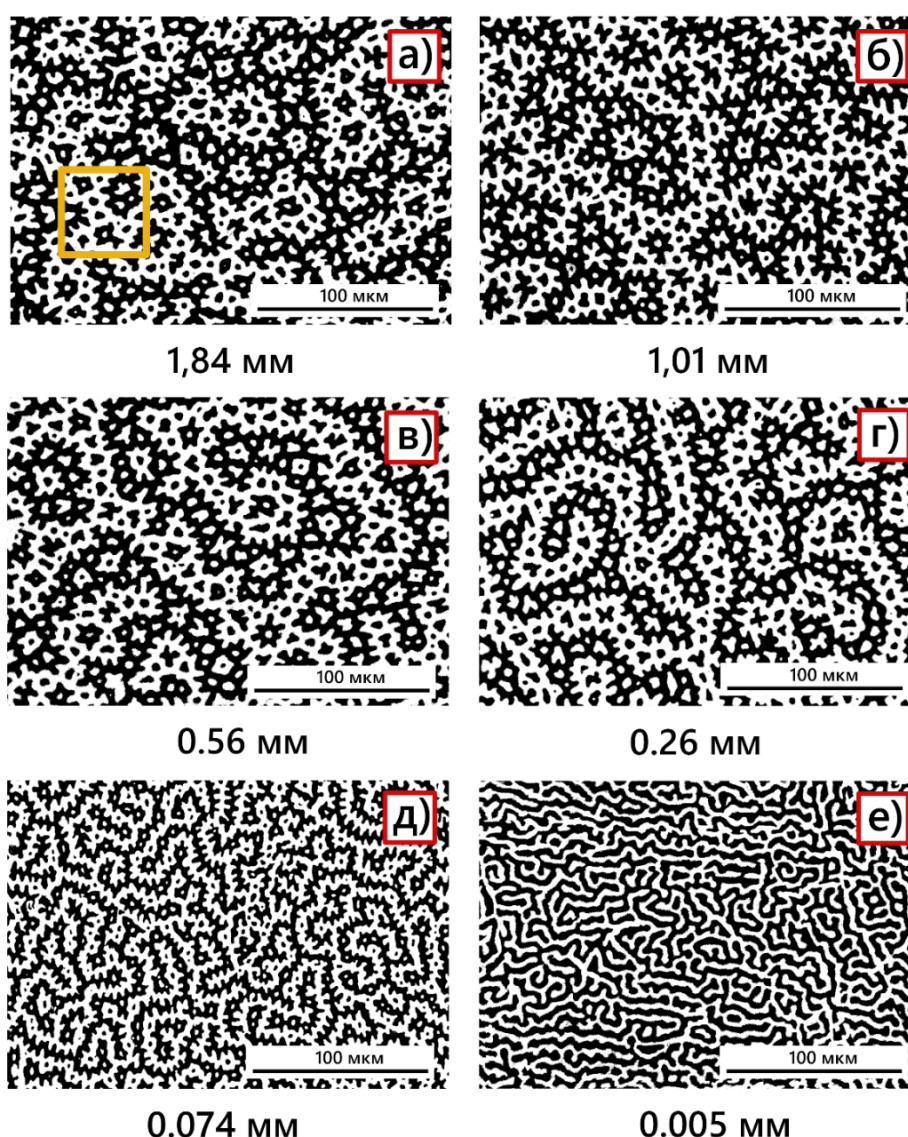


Рисунок 3.46 – Изображения поверхностной доменной структуры образца SmCo_5 , выявленные методом полярного эффекта Керра, при различной толщине образца ($h = 1,84 \div 0,005$ мм). Оранжевой рамкой выделена область для качественного объяснения алгоритма нахождения ширины поверхностных доменов (рисунок 3.36).

В качестве измерения «сложности» и разветвленности структуры вновь был использован инструмент по определению фрактальной размерности. Расчет осуществлялся методом подсчета кубов в программном обеспечении Gwyddion. Полученная зависимость представлена на рисунке 3.48. Можно видеть, что при уменьшении толщины образца существенное изменение величины параметра ФР D_L (его рост) наблюдается с того же момента, что и изменение ширины поверхностных доменов на рисунке 3.47. Можно предположить, что это связано с уменьшением количества вложений в конфигурации ДС и «непохожестью», её хаотичностью при малых толщинах. Картина становится более детальной на том же масштабе, осуществляется переход от доменной структуры типа «звездочки» к лабиринтному типу.

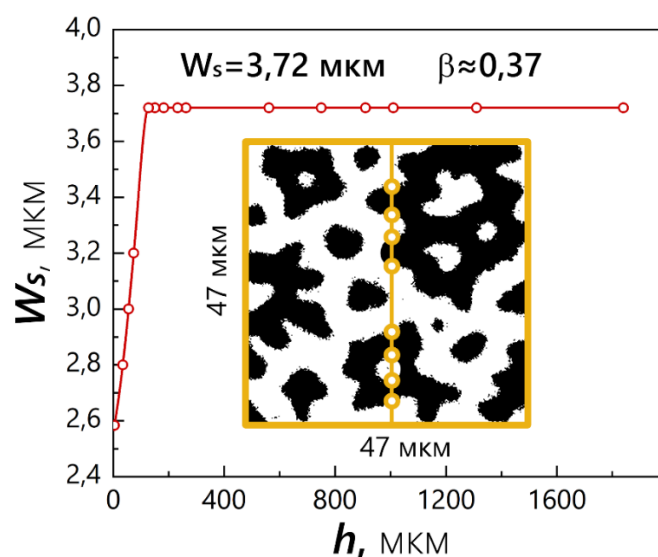


Рисунок 3.47 – Зависимость ширины поверхностных доменов от толщины образца SmCo_5 . На вставке изображена область, отмеченная на рисунке 3.35, на которой показан принцип подсчета ширины доменов методом Боденбергера-Хуберта.

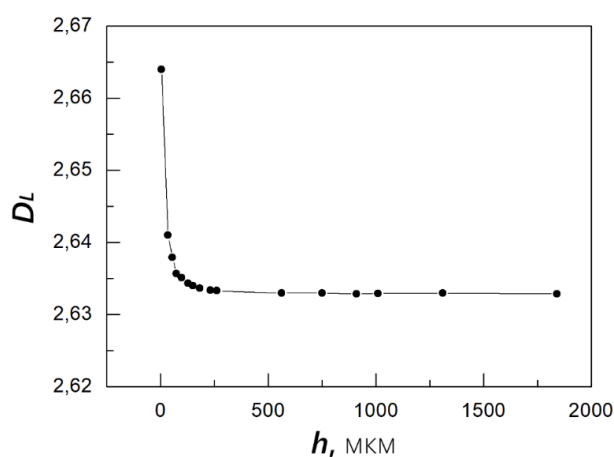


Рисунок 3.48 – Зависимость фрактальной размерности от толщины образца SmCo_5 .

Следует подчеркнуть, что деформации доменных границ на базисной плоскости, изменение размера, количества и расположения основных и дополнительных доменов напрямую зависят от размера, формы и совершенства образца.

3.4. Применение методов магнитной силовой микроскопии и численного моделирования для исследования конфигурации дополнительных доменов на поверхности монокристаллов.

Для лучшего понимания объёмной конфигурации поверхностной доменной структуры и ее поведения в магнитном поле были проведены исследования монокристаллов $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ и SmCo_5 методом магнитно-силовой микроскопии. Регистрация картины распределения магнитного поля осуществлялась при помощи сканирующего зондового микроскопа Solver Next (NT-MDT). Сканирование поверхности осуществлялось в полуконтактном режиме с использованием двухпроходной методики. Для получения картины распределения полей рассеяния над поверхностью исследуемого объекта в магнитном поле на столик микроскопа помещался небольшой постоянный магнит, на который клался образец. Величина внешнего магнитного поля измерялась при помощи датчика Холла.

На рисунке 3.49 представлены МСМ-изображения образца $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ в нулевом магнитном поле и магнитном поле $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 0,48$ Тл. Следует отметить, что наименьший элемент распределения поля рассеяния от поверхностной доменной структуры на обоих изображениях представляет собой область одинакового размера диаметром 1,2 мкм.

Для проверки предположения о неизменности объёмной конфигурации домена, непосредственного источника регистрируемого магнитного отклика, было проведено сравнение профилей поперечного сечения областей, отмеченных на рисунке 3.49 красными квадратными контурами. Для корректности сравнения оба спектра были приведены к одному масштабу по соотнесенным максимумам и минимумам полученных зависимостей (рисунок 3.50).

Сходство профилей полей рассеяния двух данных областей доказывает, что эти объекты являются минимальными элементами картины распределения полей рассеяния и магнитные домены, источники данных полей рассеяния, сохраняют собственную геометрическую форму в процессе намагничивания.

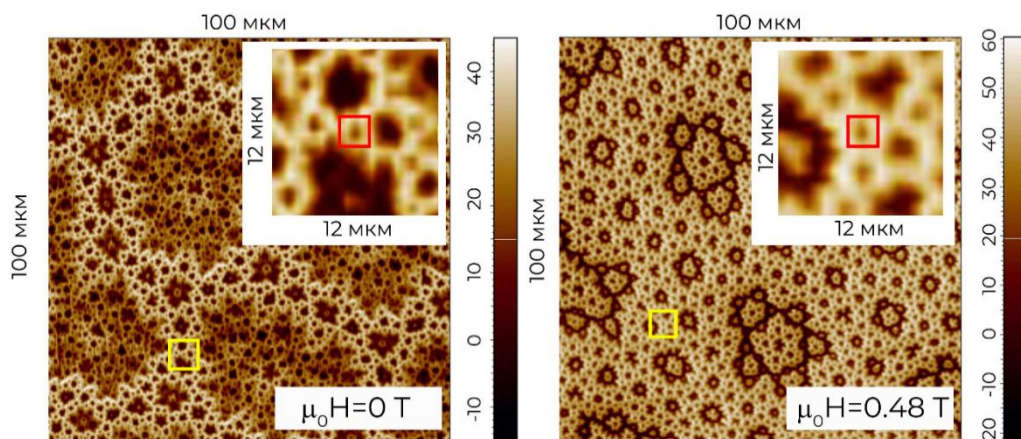


Рисунок 3.49 - MFM-изображения поверхности $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в отсутствие и во внешнем магнитном поле. Квадратами отмечены области наименьших элементов картины распределения полей рассеяния ($h_{\text{скан}} = 100\text{нм}$).

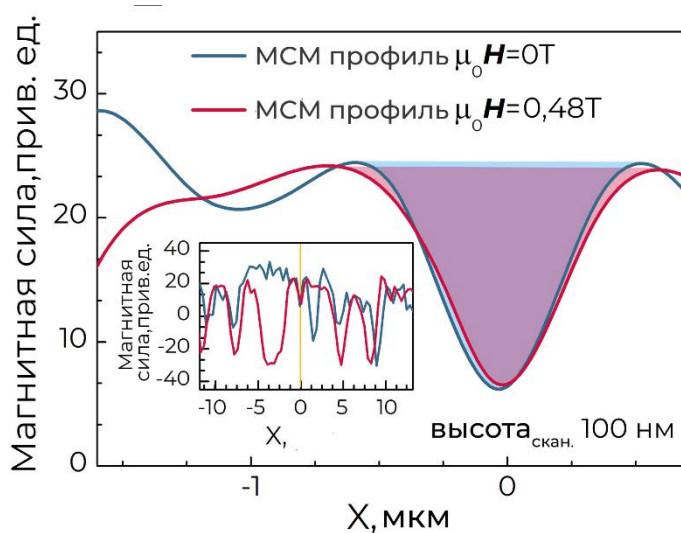


Рисунок 3.50 - Сравнение профилей полей рассеяния поперечного сечения областей, обозначенных на рис.3.21 красными квадратами, в отсутствие и во внешнем магнитном поле $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 0,48\text{ Тл}$, зарегистрированные при высоте сканирования $h_{\text{скан}} = 100\text{нм}$.

На рисунке 3.51 представлены MFM-изображения образца SmCo_5 в нулевом магнитном поле и магнитном поле $\mu_0 H_{\text{внеш}} = 0,48\text{ Тл}$. В данном случае трансформация доменной структуры осуществляется за счет смещения доменных границ и минимальный домен поверхностной ДС можно пронаблюдать только при приложении магнитного поля. Для его корректного поиска производилась съемка прикраевого участка шлифа исследуемого материала, поскольку значение собственного поля размагничивания ниже, чем в центре.

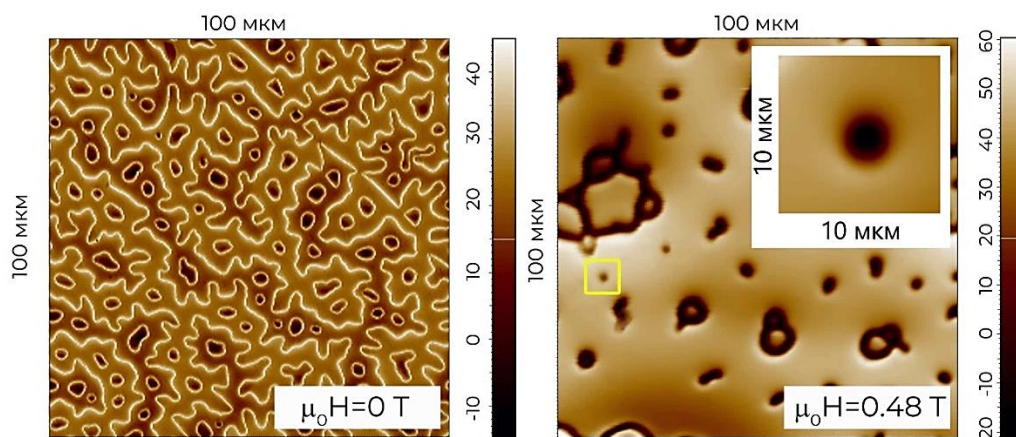


Рисунок 3.51 - МСМ-изображения поверхности SmCo_5 в отсутствие и во внешнем магнитном поле. Квадратной рамкой отмечена область наименьшего элемента картины распределения полей рассеяния ($h_{\text{скан}} = 200 \text{ нм}$).

Возможный минимальный элемент картины распределения полей рассеяния образца SmCo_5 отмечен квадратной желтой рамкой на рисунке 3.51. Данную область можно оценить, ее диаметр составляет 5,6 мкм. Однако установить реальные геометрические параметры доменов, создающие такие локальные размагничивающие поля, невозможно без использования численного моделирования.

В связи с вышесказанным, следующим этапом в работе стало нахождение объёмных конфигураций доменов, соответствующих минимальным элементам картины распределения полей рассеяния над поверхностью образцов $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и SmCo_5 . Далее представлен алгоритм нахождения такого домена для случая соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (в случае SmCo_5 данный метод аналогичен).

Для решения поставленной задачи была разработана 3D-модель реальной доменной структуры $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (рисунок.3.52), выявленной при помощи магнитооптического полярного эффекта Керра. На сегодняшний день задача по нахождению распределения магнитных моментов в объёме и на поверхности образцов магнитных материалов не решена. В работе [110] предложена 2d-модель разветвленной доменной структуры одноосных ферромагнетиков. На глубине h каждый домен расщепляется. По мере приближения к поверхности ширина новых доменов увеличивается до тех пор, пока она не станет равной $a/3$ (a -ширина основного домена). В этот момент происходит новое расщепление. Процесс продолжается до тех пор, пока размеры образовавшихся доменов не станут сравнимы с толщиной доменной стенки δ . Выводом данной модели стали

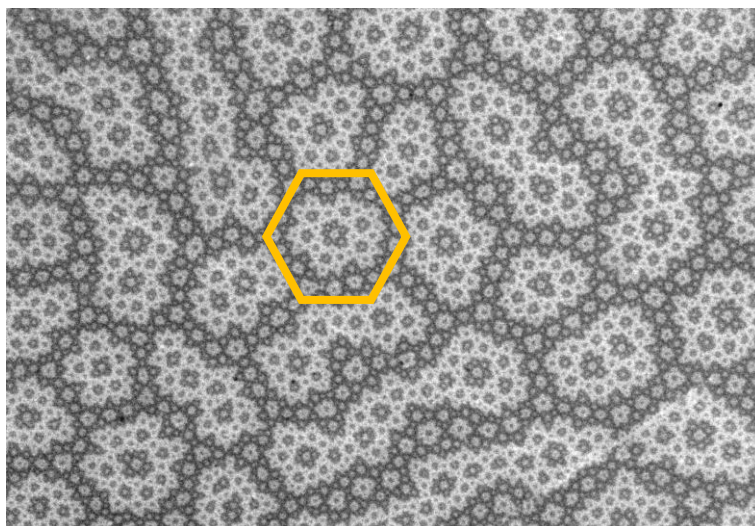


Рисунок 3.52 - Изображение поверхностной доменной структуры монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, выявленное методом полярного эффекта Керра. Оранжевым контуром отмечена область, выбранная для моделирования ДС в COMSOL Multiphysics. Размер микрофотографии 340x230 мкм.

следующие выражения для нахождения полного числа расщеплений n_{max} и глубины образовавшихся доменов h .

$$n_{max} \sim \left(\frac{2}{3} (\ln 3)^{-1} \ln \left(\frac{l}{\delta} \right) \right)$$

$$h_n = h_1 / (3\sqrt{3})^{n-1}, \quad h_1 = h [1 - (1/3\sqrt{3})], \quad h = 0,117l,$$

где l – толщина плоскопараллельного образца. В случае образца $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ полное число расщеплений равно 7, но согласно данным МСМ наблюдаются только 5 уровней доменов разного знака (4 – SmCo_5). В модели, предложенной Привороцким, рассматривается случай плоской доменной структуры, однако для исследуемых образцов она характеризуется гораздо более сложным разветвленным узором.

Для упрощения 3D-модели были сделаны несколько допущений: 1) задача свелась к моделированию одного участка, который отмечен оранжевым контуром на рисунке 3.52 (параметр гексагона $a = 29$ мкм); 2) области доменов разного знака задавались полигональными фигурами; 3) границы области данного участка скорректированы для сочленения дополнительных участков доменной структуры; 4) задача – осесимметричная относительно оси Z, высота реализованной модели составляет 0,3 мм (половина высоты образца сегмента сферы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, для которого были выполнены исследования методами вибрационного, магнитооптического магнитометров и магнитной силовой микроскопии).

На рисунке 3.53 Б) показана XY-проекция геометрии модели выбранного участка доменной структуры (рисунок 3.53А).

Объёмная конфигурация доменов строилась из предположения, что массивные области доменов разного знака, обозначенные цифрами 1 и 2 на рисунке 3.53Б считаются сквозными (их высота равна высоте моделируемого объекта =0,3мм), оставшиеся имеют конусообразную форму с неправильным основанием с различной высотой, варьирующейся от 5 до 250 мкм.

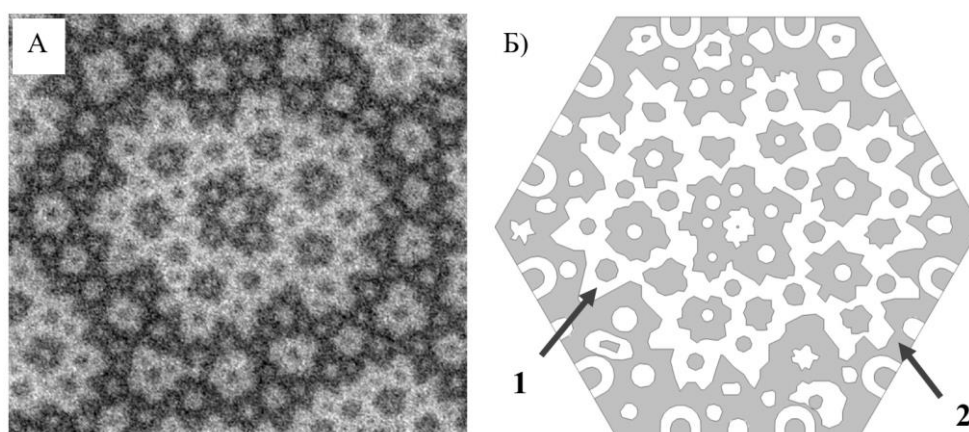


Рисунок 3.53 - А) Изображение участка доменной структуры, выбранного для создания 3D-модели, Б) XY-проекция геометрии реализованной 3D-модели доменной структуры в среде COMSOL Multiphysics. Цифрами 1,2 обозначены сквозные домены.

На рисунке 3.54 представлена 3D – модель доменной структуры выбранного участка соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ в трех проекциях: А) XY-проекция, Б) YZ-проекция, В) XZ-проекция. Согласно определению домена и поскольку в данном типе соединений наблюдаются 180-градусные доменные границы, необходимо было задать две проекции намагниченности $M_z^S = 1285200 \text{ A/m}$ для доменов, обозначенных на рисунке 3.55А и $M_z^S = -1285200 \text{ A/m}$ для доменов, обозначенных на рисунке 3.55 Б.

Для корректного нахождения объёмной конфигурации минимального элемента картины поверхностной доменной структуры было проведено сравнение картин распределения магнитного поля над поверхностью, полученных при исследовании методом магнитно-силовой микроскопии и расчетного моделирования в COMSOL Multiphysics.

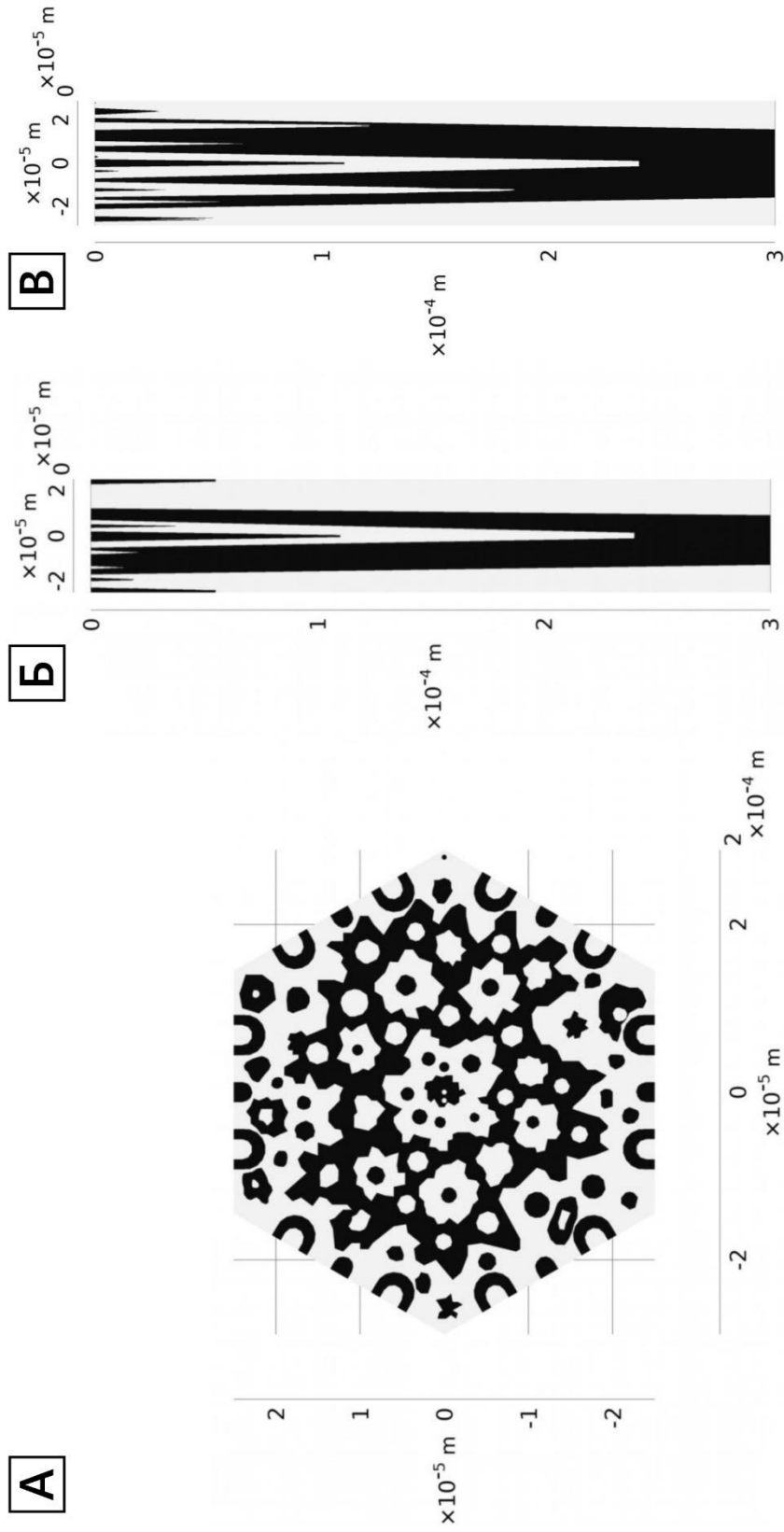


Рисунок 3.54 - 3D-модель доменной структуры соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. А) XY-проекция, Б) YZ-проекция, В) XZ-проекция

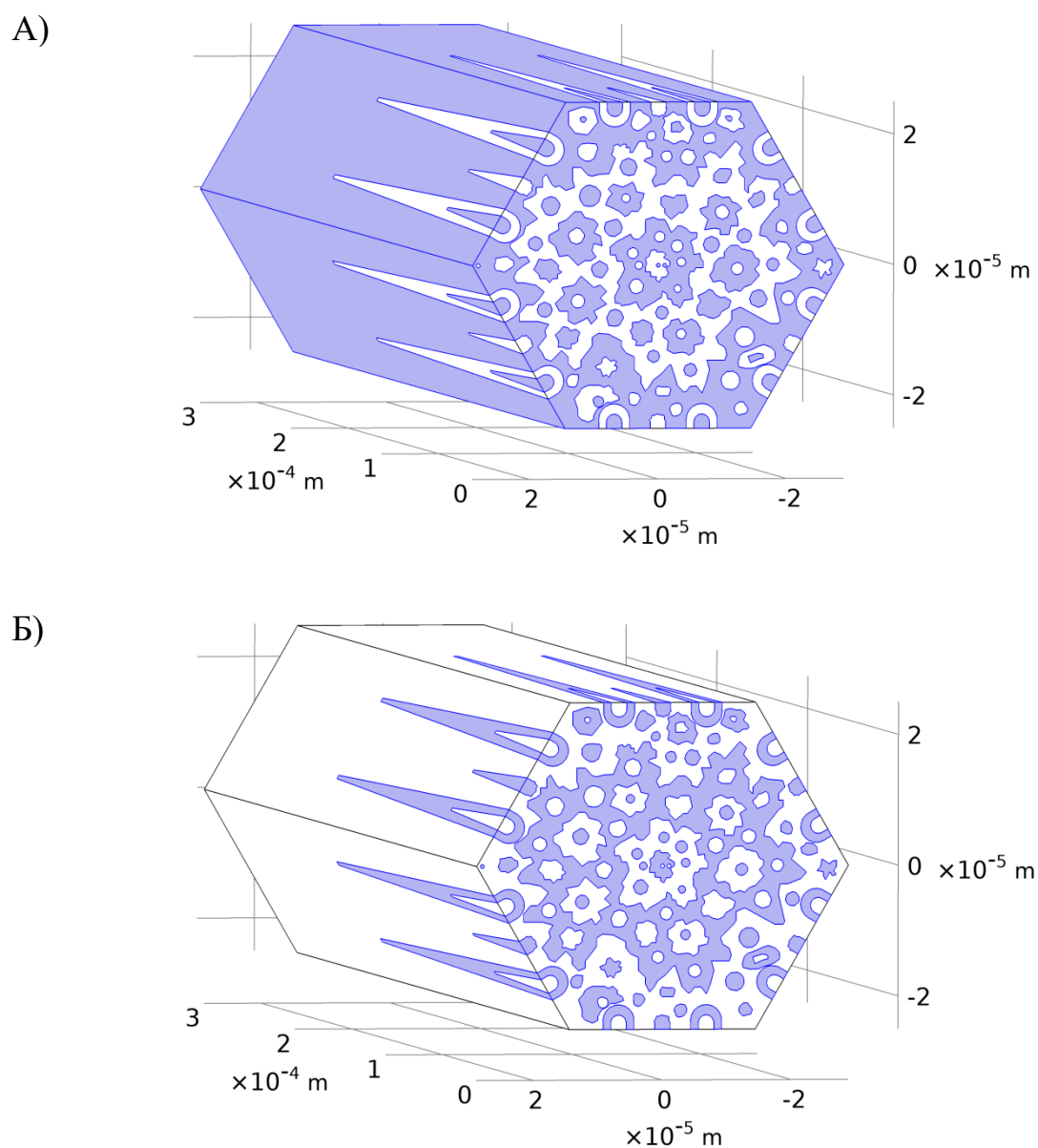


Рисунок 3.55 - 3D-модель доменной структуры образца $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ с обозначенными доменами с противоположной ориентацией результирующей намагниченности:
 А) $M_Z^S = 1285200 \text{ A/м}$, Б) $M_Z^S = -1285200 \text{ A/м}$.

Сканирование поверхности образца сегмента сферы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ методом магнитно-силовой микроскопии осуществлялось на высотах от 100 до 1000 нм с шагом в 100 нм. На соответствующих расстояниях были получены картины распределения магнитного поля в программе COMSOL Multiphysics. Сравнительные изображения распределения полей рассеяния над поверхностью образца $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, полученные двумя данными методами представлены на рисунке 3.46.

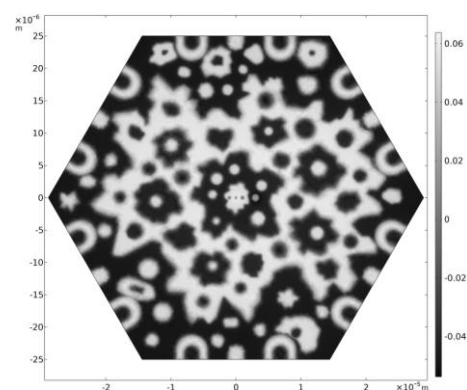
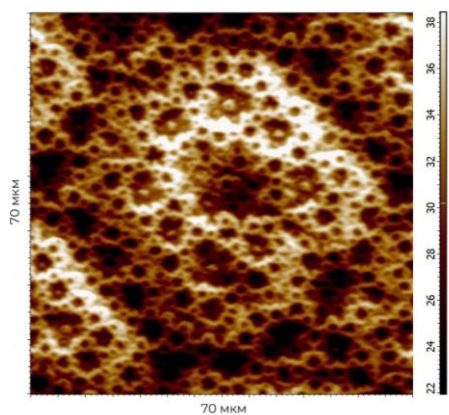
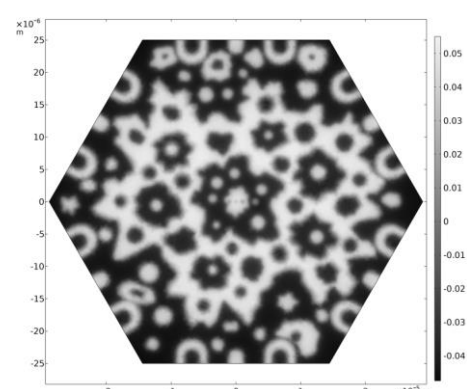
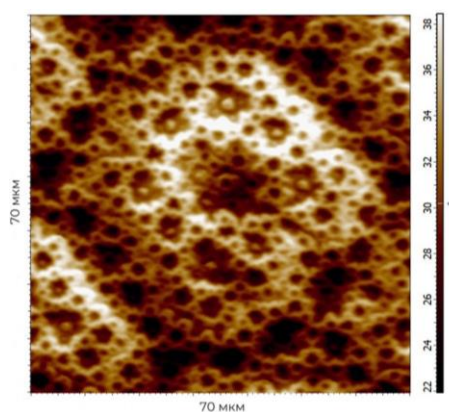
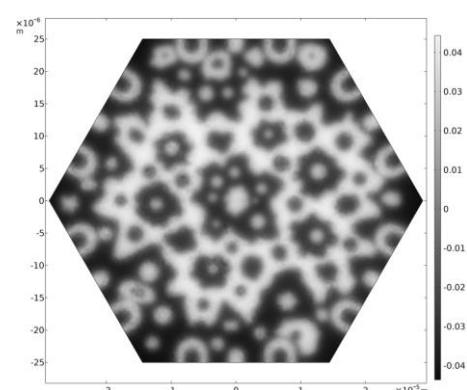
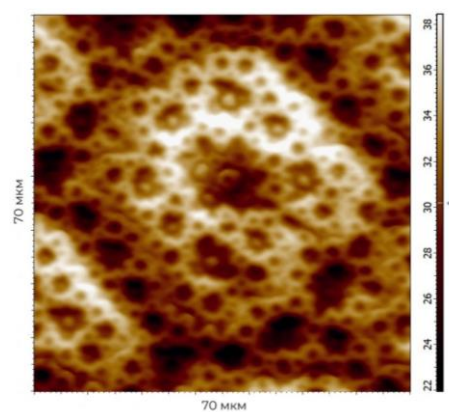
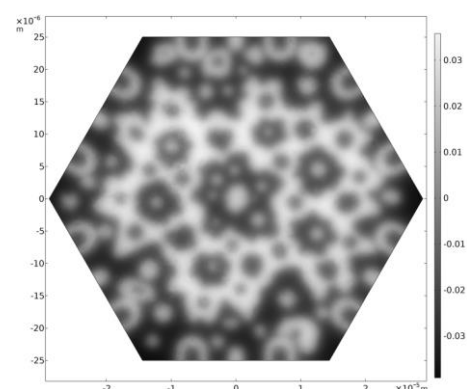
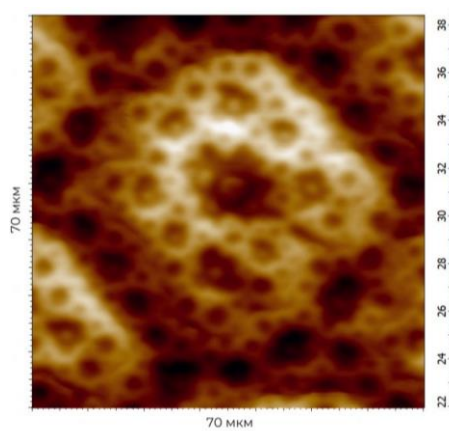
$h = 100\text{нм}$  $h = 300\text{нм}$  $h = 600\text{нм}$  $h = 1000\text{нм}$ 

Рисунок 3.56 - Картины распределения магнитного поля над поверхностью образца $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, полученные методами магнитно-силовой микроскопии и расчетного моделирования в COMSOL Multiphysics.

Для поиска геометрической формы домена, соответствующего минимальному элементу картину распределения магнитного поля над образцом (рисунок 3.49), в модель добавлялись объекты - домены различной формы и геометрических размеров. Далее был проведен сравнительный анализ профилей полей рассеяния над данными моделируемыми объектами с профилем поля рассеяния на основе данных магнитно-силовой микроскопии (рисунок 3.48). Для корректного сравнения расчетные профили были получены на расстоянии от поверхности $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, равном высоте сканирования ($h_{\text{скан}} = 100\text{нм}$).

На начальном этапе была определена геометрическая форма домена, то есть проверено предположение о том, действительно ли дополнительные домены представляют собой конусы. На рисунке 3.57 приведен сравнительный график профилей полей рассеяния, создаваемых конусом и цилиндром ($d_{\text{осн}} = 1\text{мкм}$, $h = 10\text{мкм}$).

Форма профиля поля рассеяния конусообразного домена имеет один более выраженный минимум относительно профиля цилиндра, поэтому на данном этапе сравнения конус – наиболее вероятная конфигурация искомого домена.

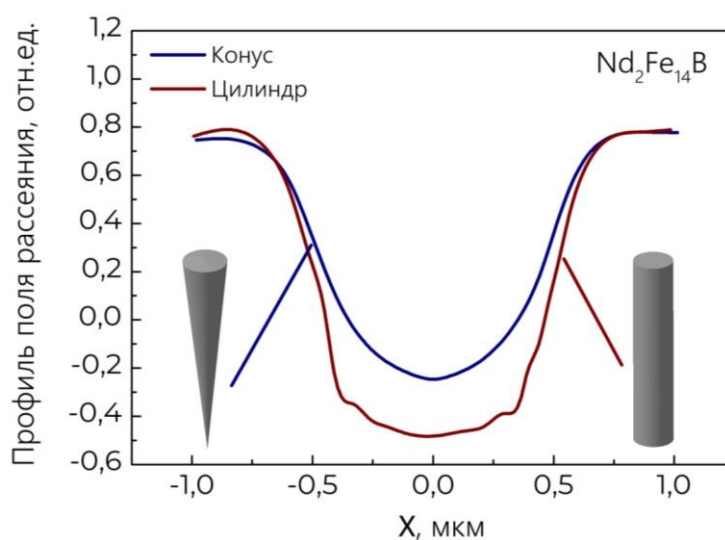


Рисунок 3.57 - Профили полей рассеяния, создаваемых конусом и цилиндром с одинаковыми геометрическими параметрами $d_{\text{осн}} = 1\text{мкм}$, $h = 10\text{мкм}$.

Критерием успешного определения объёмной конфигурации выделенного минимального элемента картины на рисунке 3.49 считалось практически полное сходство и наложение МСМ-профиля и расчётного профиля в COMSOL Multiphysics. Для этого были получены профили конусообразных доменов с изменяющимися геометрическими параметрами: $d_{\text{осн}} = 0,3 \div 1,2\text{мкм}$, $h = 0,2 \div 10\text{мкм}$. Для корректного соотнесения

профилей, полученные зависимости приводились к одному масштабу путем приравнивая минимальных и максимальных значений. На рисунке 3.58 представлены результаты моделирования распределения магнитных полей. Согласно полученным результатам, наилучшее сходство с МСМ-профилем поля рассеяния с точки зрения ширины минимумов наблюдается для конусообразного домена с диаметром основания $d_{\text{осн}} \approx 0,6$ мкм. Далее аналогичный сравнительный анализ проводился для профилей смоделированных объектов-доменов в форме конуса с диаметром основания $d_{\text{осн}} \approx 0,6$ мкм и изменяющимся значением высоты $h = 0,2 \div 10$ мкм, приведенных к одному масштабу (рисунок 3.59). Согласно сравнительному анализу, ближайшее совпадение с МСМ-профилем показывает профиль поля рассеяния, создаваемый конусообразным доменом с $d_{\text{осн}} = 0,6$ мкм и $h = 0,6$ мкм.

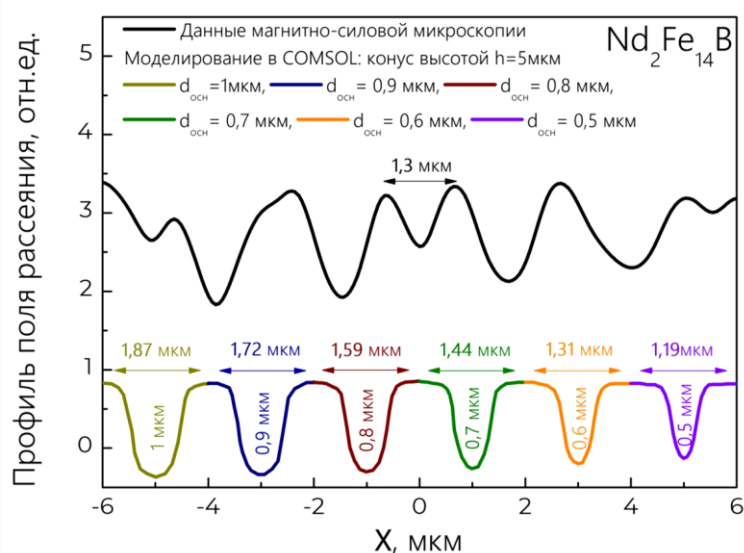


Рисунок 3.58 - Профили полей рассеяния поперечного сечения, источниками которых являются конусообразные домены с различными диаметрами основания ($d_{\text{осн}} = 0,5 \div 1$ мкм) и зафиксированным значением высоты ($h = 5$ мкм). Верхний спектр соответствует профилю поля рассеяния минимального элемента МСМ-изображения (рисунок 3.39, 3.40). Приведены значения ширины минимумов профилей рассеяния в каждом случае.

Для верификации найденной объёмной конфигурации был проведен дополнительный анализ профилей, рассчитанных и зарегистрированных на различных высотах. На рисунке 3.60 представлен график сравнения профилей на различном расстоянии от поверхности, соответствующем высоте сканирования $h_{\text{скан}} = 100$ нм, 200 нм, 300 нм при исследовании поверхности методом магнитно-силовой микроскопии. Проведенное расчетное моделирование подтвердило, что форма домена,

соответствующего минимальному элементу картины распределения магнитного поля над поверхностью образца $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, является конусообразной. Наилучшее сходство расчетного и МСМ-профиля поля рассеяния наблюдается для конуса-домена с диаметром основания $d_{\text{осн}} = 0,6$ мкм и $h = 0,6$ мкм.

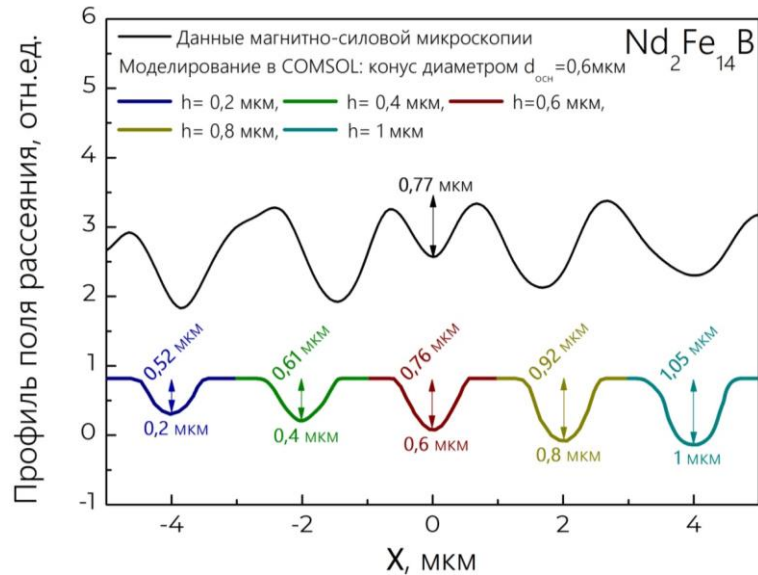


Рисунок 3.59 - Сравнительный анализ профилей полей рассеяния поперечного сечения, источниками которых являются конусообразные домены с различными значениями высоты ($h = 0,2 \div 1$ мкм) и зафиксированным значением диаметра основания ($d_{\text{осн}} = 0,6$ мкм). Верхний спектр соответствует профилю поля рассеяния минимального элемента МСМ-изображения (рисунок 3.39, 3.40). Приведены значения высот минимумов профилей рассеяния в каждом случае.

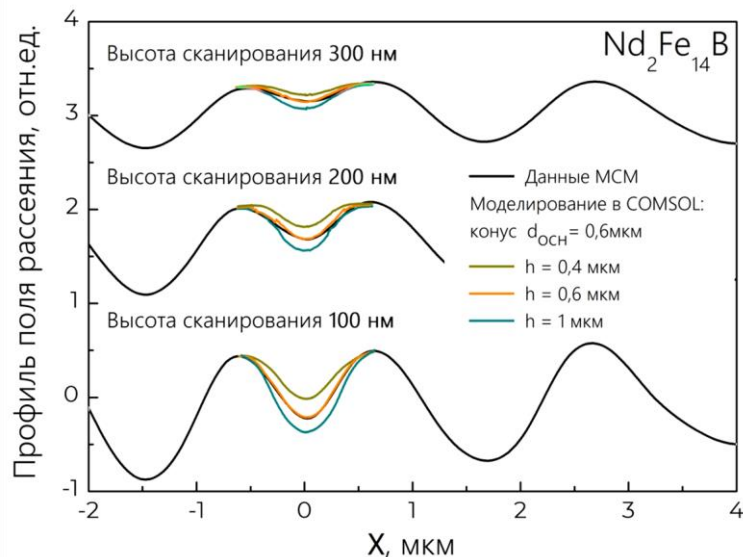


Рисунок 3.60 - Сравнительный анализ расчетных и МСМ-спектров полей рассеяния над конусообразными доменами $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ с $d_{\text{осн}} = 0,6$ мкм и различными высотами $h = 0,4$ мкм, $0,6$ мкм, 1 мкм на расстоянии от поверхности $h_{\text{скан}} = 100$ нм, 200 нм, 300 нм.

На рисунке 3.61 представлен сравнительный анализ профилей полей рассеяния, полученных при проведении исследования методами МСМ и моделирования в среде COMSOL Multiphysics над поверхностью образца SmCo_5 . Совпадение профилей стало возможным в случае моделирования конуса с геометрическими параметрами $d_{\text{осн}} = 2 \text{ мкм}$ и $h = 2 \text{ мкм}$. Одним из подтверждений данного результата также стало непосредственное наблюдение на поверхности образца доменов с $d_{\text{осн}} \approx 2 \text{ мкм}$.

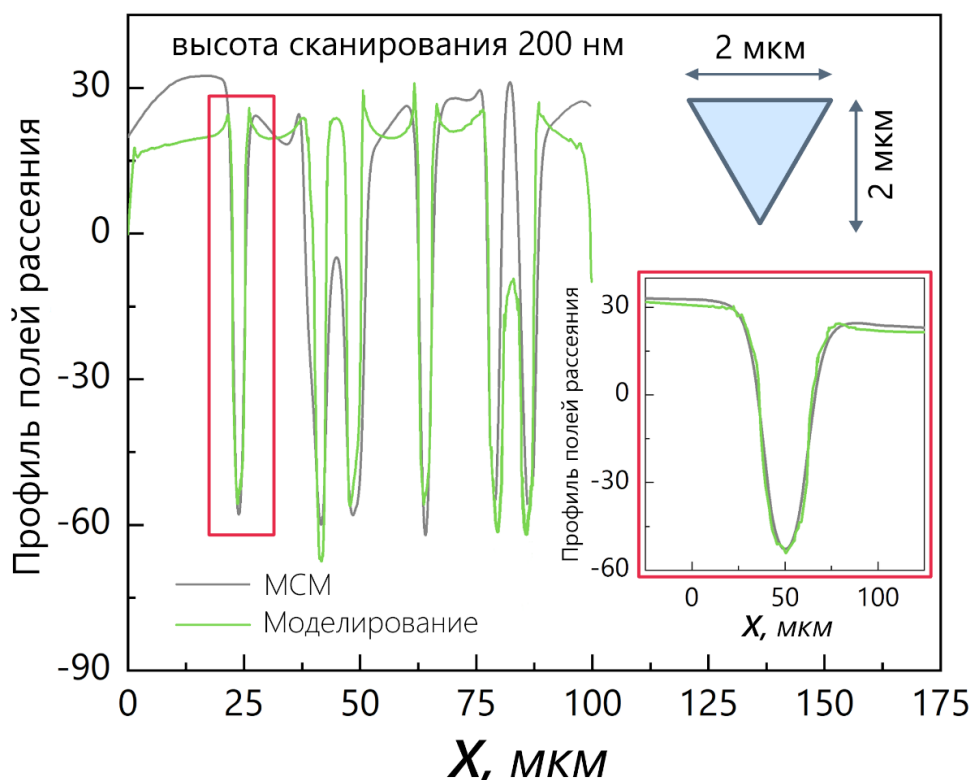


Рисунок 3.61 - Сравнительный анализ расчетного и МСМ-спектра поля рассеяния над конусообразным доменом SmCo_5 с $d_{\text{осн}} = 2 \text{ мкм}$ и высотой $h = 2 \text{ мкм}$ на расстоянии от поверхности $h_{\text{скан}} = 200 \text{ нм}$.

Таким образом, приведенная выше методика может стать одним из возможных способов определения объемной конфигурации доменной структуры магнитных материалов. Только комплексный подход и сочетание прямых измерений и численного моделирования может помочь в вопросе понимания и количественной оценки процесса образования и трансформации доменной структуры магнитоодноосных высокоанизотропных магнитных материалов.

3.5. Исследование трансформации доменной структуры монокристалла SmCo_5 методом индикаторной пленки: границы применимости.

Как было показано ранее, в случае монокристалла SmCo_5 в форме сфероидного сегмента, поле насыщения всего образца по данным магнитометрии и по данным трансформации ДС на поверхности составило порядка 0,6 Тл (рисунок 3.23 синяя сплошная кривая и бежевые маркеры соответственно). Хорошо видно, что вид зависимостей $m(H)$ отличается. В случае использования вибрационного магнитометра основное измерение совершается посредством колебания образца вблизи измерительных катушек и синхронному определению индуцированного напряжения. Тем самым намагниченность измеряется интегрально со всего объема образца, пропорционально его массе. При анализе поверхности снимается конфигурация дополнительных доменов, формируемых с учетом размагничивающего поля образца, которое сильно отличается на шлифованном участке сфероидного образца. В связи с этим возникает вопрос о применимости данных трансформации поверхностной ДС для анализа процессов перемагничивания в объеме образцов.

Нередко известны случаи применения плёнок – ФГ в качестве средства индикации доменной структуры в объеме и на поверхности магнитного образца. Доменная структура пленки, находящейся в собственном поле размагничивания исследуемого магнетика, перестраивается. Конечная картина распределения магнитных моментов зависит от расстояния между поверхностью образца и плёнки. Чем ближе плёнка приложена к образцу, тем большее влияние на нее оказывают магнитные поля поверхностных доменов (рисунок 3.62).

В высокоанизотропных материалах, обладающих магнитокристаллической анизотропией типа «легкая ось», глубинная доменная структура считается лабиринтной. Это можно представить как чередование с равным периодом областей противоположного контраста. При приближении к поверхности с энергетических позиций становится выгодным разветвление доменов. Таким образом, с целью минимизации энергии магнитного образца появляются 3-4 уровня вложений доменов, ширина которых, в свою очередь, изменяется. Другими словами, доменная структура при переходе от глубины к поверхности образца измельчается. Поле рассеяния, создаваемое глубинными доменами, по величине превышает аналогичное значение в случае поверхностных доменов.

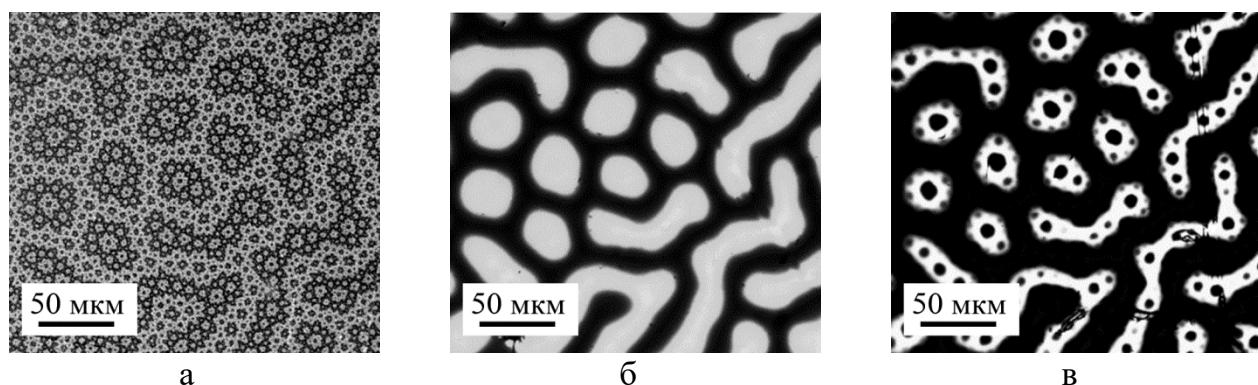


Рисунок 3.62 - Изображения поверхностной доменной структуры, выявленной на базисной плоскости монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{V}$ методом полярного эффекта Керра: а – без использования плёнки-индикатора ФГ, б – плёнка расположена на расстоянии порядка 30-40 мкм от базисной плоскости, в – плёнка в непосредственной близости к образцу.

В качестве индикаторной пленки была выбрана эпитаксиальная Вi-содержащая монокристаллическая пленка феррит-гранатов (Вс-МПФГ) состава $(\text{Fe,Ga})_5\text{O}_{12}(\text{Gd,Bi,Lu})_3$, выращенная методом жидкофазной эпитаксии на одной поверхности подложки диаметром 76 мм из гадолиний-галиевого граната $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ с ориентацией (111). Согласно данным производителей, толщина пленки варьируется от 4 до 6 мкм, намагниченность насыщения $I_s \approx 135 \cdot 10^3$ А/м.

Микрофотографии доменной структуры пленки при разных значениях внешнего магнитного поля представлены на рисунках 3.63 а - в. При увеличении магнитного поля наблюдается процесс смещения доменных границ и увеличение объёма основных доменов, вектор I_s в которых ориентирован по полю. В близких к насыщению полях границы, стремясь уменьшить свою площадь, образуют сетку, что наглядно демонстрирует, что доменные стенки ведут себя как упруго растянутые пленки [А1].

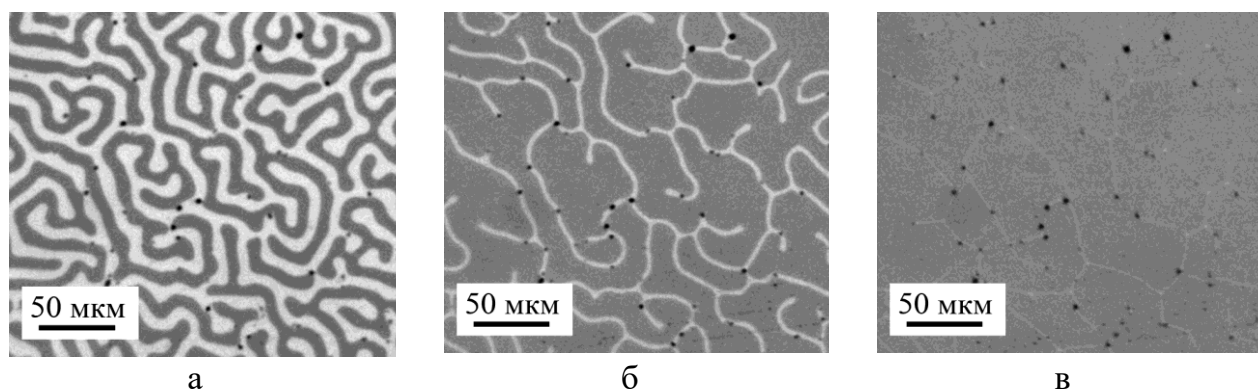


Рисунок 3.63 - Секвенция изображений выявленной доменной структуры плёнки $(\text{Fe,Ga})_5\text{O}_{12}(\text{Gd,Bi,Lu})_3$ во внешнем магнитном поле: а – 0 мТл, б – 2,1 мТл, в – 7 мТл.

В дальнейшем по изображениям трансформации ДС была построена петля гистерезиса (рисунок 3.64а). Так же рисунке представлена результаты измерений на вибрационном магнитометре.

На полученной зависимости намагниченности для пленки $(\text{Fe,Ga})_5\text{O}_{12}(\text{Gd,Bi,Lu})_3$ в ходе магнитооптических исследований, представленной на рисунке 3.53а кривой с бежевыми маркерами, можно пронаблюдать излом, который свидетельствует о смене определяющего механизма процесса перемагничивания: во внешнем магнитном поле 0-4 мТл намагничивание осуществляется за счет смещения доменных границ, далее – за счет вращения вектора намагниченности. Об этом свидетельствует снижение оптического контраста (рисунок 3.63 в). Голубой пунктирной кривой на рисунке 3.64а представлена полевая зависимость намагниченности пленки с подложкой. Результаты магнитометрии показали отсутствие насыщения исходного образца вплоть до полей 1,5 Тл. В дальнейшем были проведены отдельные исследования намагниченности подложки, для этого с образца был предварительно сошлифован верхний слой. Кривая намагниченности подложки (рисунок 3.64а зеленая пунктирная зависимость) имеет вид наклонной прямой, соответствующей парамагнитному состоянию, и была в дальнейшем вычтена из первичного сигнала (рисунок 3.64а, голубая кривая). Полученная зависимость намагниченности материала пленки методом вибрационного магнитометра (рисунок 3.64а, тёмно-красная кривая) в точности соответствует кривой магнитооптических исследований [A2].

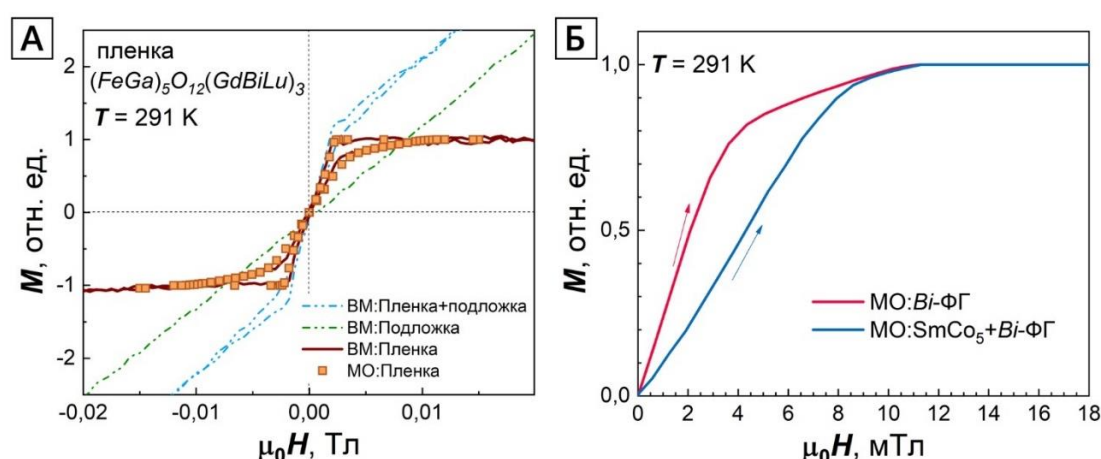


Рисунок 3.64 – а) полевые зависимости приведенной намагниченности висмут-содержащей феррит-гранатовой плёнки $(\text{Fe,Ga})_5\text{O}_{12}(\text{Gd,Bi,Lu})_3$, полученные методом вибрационного магнитометра (ВМ) и в ходе магнитооптических исследований трансформации ДС (МО); б) полевые зависимости приведенной намагниченности, полученные из анализа изображений доменной структуры Bi:ФГ-плёнки (красная кривая) и системы SmCo_5 -Bi:ФГ-плёнка (синяя кривая).

Таким образом установлено, что в случае исследований тонкопленочных образцов, имеющих только основные (сквозные) домены, магнитооптические исследования позволяют дать достоверные данные о процессах перемагничивания всего образца в целом.

В дальнейших исследованиях были получены изображения основных (глубинных) доменов монокристалла SmCo_5 . Для этого над поверхностью образца была помещена исследуемая в работе феррит-гранатовая пленка, отделенная от полированной поверхности прозрачной слюдой. В данном случае собственные поля размагничивания поверхностных дополнительных доменов образца SmCo_5 не оказывают влияние на перестройку ДС пленки. Для системы пленка-образец были проведены исследования по трансформации ДС во внешнем магнитном поле. Полученная кривая намагничивания в таком случае приведена на рисунке 3.64б синей кривой. Соответствующая последовательность микрофотографий, используемая для анализа, приведена на рисунках 3.65 а-в. Согласно приведенным данным, поле исчезновения доменов на пленке составило 11 мТл, что существенно меньше поля насыщения монокристалла SmCo_5 , полученного из данных магнитометрии, и близко к значению поля насыщения свободной пленки.

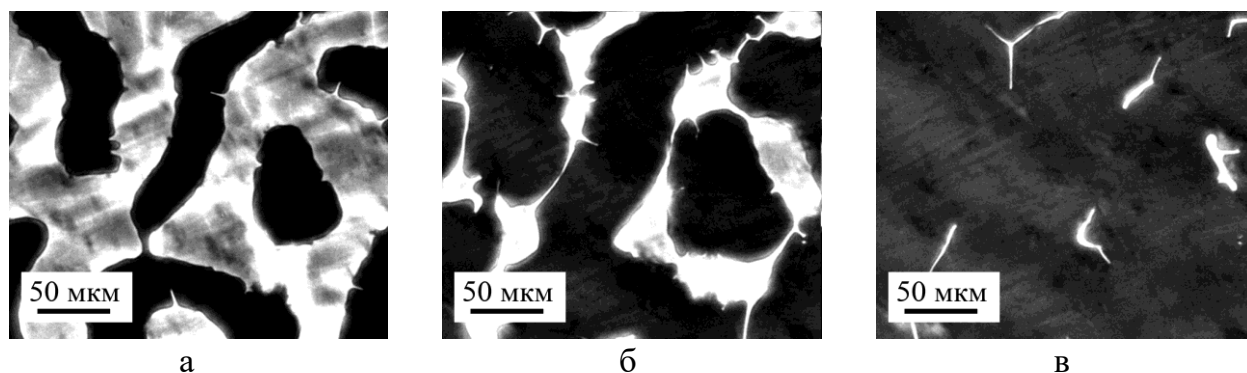


Рисунок 3.65 - Секвенция изображений выявленной конфигурации доменной структуры на плёнке $(\text{Fe,Ga})_5\text{O}_{12}(\text{Gd,Bi,Lu})_3$ под действием собственного поля размагничивания монокристалла SmCo_5 во внешнем магнитном поле: а – 0 мТл, б – 5,19 мТл, в – 9,51 мТл.

С точки зрения изучения глубинных доменов массивных образцов магнитных материалов в отсутствии внешнего поля применение висмут-содержащей ФГ пленки позволяет получать достоверную информацию об их конфигурации, однако динамика трансформации такой картины распределения в меняющемся магнитном поле невозможна в связи с крайне малыми полями насыщения пленки.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Разработан и реализован аппаратно-программный комплекс на базе металлографического микроскопа Neophot 30 для получения и автоматического анализа изображений магнитной доменной структуры (ДС) на поверхности образцов во внешних квазистатических и/или динамических магнитных полях для последующего изучения процессов их перемагничивания.

2. В ходе численного моделирования методом конечных элементов в САПР COMSOL Multiphysics для изотропных и высокоанизотропных магнетиков с помощью разработанной модели индукционного принципа измерения намагниченности вибрационного магнитометра для образцов различной формы построены кривые намагничивания, пространственные распределения намагниченности, индукции и напряженности полей внутри и снаружи моделируемых объектов. Рассчитанные закономерности распределения намагниченности в объеме позволили построить зависимости фактора размагничивания от приведенной к значению при насыщении намагниченности.

3. Различие хода кривых намагничивания образцов магнитоодноосных монокристаллов заданной формы, рассчитанных из анализа ДС на поверхности и полученных измерительными методами, регистрирующими интегральные значения намагниченности, связано со сложным характером распределения размагничивающих полей вблизи поверхности образцов.

4. Для получения равновесной доменной структуры, соответствующей заданному значению постоянного поля, к образцам SmCo_5 , в которых имеет место задержка смещения доменных границ на структурных неоднородностях, необходимо прикладывать дополнительное соосное оси легкого намагничивания монокристаллов переменное поле постоянной амплитуды в диапазоне 30-60 мТл с частотой 50 Гц. Данное воздействие существенно влияет на процесс задержек смещения доменных границ в поле дефектов, что выражается в уменьшения до нуля гистерезиса на кривых удельной намагниченности.

5. На основании исследований конфигураций ДС на поверхности и в объеме монокристаллов до и после воздействия мили- и микро-импульсных полей, сонаправленных с осью легкого намагничивания образцов, показано, что процессы

переманчивания монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ носят безгистерезисный характер. В случае соединения SmCo_5 , обладающего меньшей шириной и большой энергией ДГ, которая может легче закрепляться на структурных неоднородностях реального кристалла, после воздействия микросекундного поля с длительностью спада импульсного сигнала до 15 мкс и амплитудой более 1 Тл на поверхности была обнаружена и выделена как отдельный тип неравновесная разветвленная дендритная структура доменов, названная «морозный узор». При этом в объеме формируется нерегулярная беспорядочная ДС, подтверждающая, что процессы задержки смещения ДГ происходят во всем объеме.

6. В результате сопоставления исследований полей рассеяния поверхностной доменной структуры на базисной плоскости магнитоодноосных монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, полученных методами оптической, магнитно-силовой микроскопии и численного моделирования, установлено, что минимальными элементами поверхностной доменной структуры массивных монокристаллов SmCo_5 и $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ являются дополнительные конусообразные домены с диаметром основания 2,0 мкм и высотой 2,0 мкм, а также 0,6 мкм и высотой 0,6 мкм, соответственно.

7. Комплексные изучения свойств и доменной структуры Вi-содержащей монокристаллической пленки феррит-гранатов (ФГ) состава $(\text{Fe,Ga})_5\text{O}_{12}(\text{Gd,Bi,Lu})_3$ показали, что для тонкопленочных образцов, в которых наблюдаются только основные (сквозные) домены, магнитооптические исследования позволяют изучать процессы переманчивания всего объема образца. Для изучения глубинных доменов массивных образцов магнитных материалов в отсутствие внешнего поля применение висмут-содержащей ФГ пленки позволяет получать достоверную информацию об их конфигурации. Однако наблюдение трансформации основных доменов с использованием индикаторной пленки в меняющемся магнитном поле невозможна в связи с крайне малыми полями ее насыщения.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ОПУБЛИКОВАНО

в журналах, индексируемых в международных базах данных, приравниваемых к перечню ВАК:

А1. Г.Г. Дунаева, А.Ю. Карпенков. К вопросу об исследовании процессов переманчивания одноосных магнитных материалов из анализа трансформации их

доменной структуры: эксперимент и компьютерное моделирование. // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. – 2024. – № 16. – С. 96-109. – DOI 10.26456/pcascnn/2024.16.096

A2. А. Д. Зигерт, Г. Г. Дунаева, Н. Б. Кузьмин [и др.] Поведение фрактальной размерности доменных структур в феррит-гранатовых пленках. // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. – 2023. – № 15. – С. 98-107. – DOI 10.26456/pcascnn/2023.15.098.

A3. A. Yu. Karpenkov, K. P. Skokov, **G. G. Dunaeva** [et al.]. Quantitative analyses of surface and bulk magnetization in Nd₂Fe₁₄B and SmCo₅ single crystals: towards understanding the large N_{eff} in nucleation-type magnets. // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2022. – Vol. 55, No. 45. – P. 455002. – DOI 10.1088/1361-6463/ac90d2.

A4. A. D. Zigert, A. I. Ivanova, **G. G. Dunaeva** [et al.]. Fractal Dimension Behaviour of Maze Domain Pattern in Ferrite-Garnet Films During Magnetisation Reversal // Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. – 2022. – Vol. 35, No. 8. – P. 2187-2193. – DOI 10.1007/s10948-022-06301-w.

A5. А. И. Иванова, Е. М. Семенова, Г. Г. Дунаева [и др.]. Влияние дефектов на магнитные характеристики феррит-гранатовых пленок. // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. – 2020. – № 12. – С. 103-112. – DOI 10.26456/pcascnn/2020.12.103.

A6. А. Ю. Карпенков, Г. Г. Дунаева, П. А. Ракунов, Е. М. Семенова. Метод анализа процессов перемагничивания магнетиков по изображениям магнитной доменной структуры. // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. – 2018. – № 10. – С. 338-344. – DOI 10.26456/pcascnn/2018.10.338.

в других рецензируемых изданиях:

A7. Г.Г.Дунаева, П. А. Ракунов, А. Ю. Карпенков, Е. М. Семенова. Анализ характеристик магнитных материалов по изображениям их доменной структуры. // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения. – 2018. – Т. 18, № 2. – С. 246-248.

СПИСОК ЦИТИРОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Skomski R., Coey J. M. D. Magnetic materials //Permanent Magnetism. – Routledge, 2019. – С. 247-302.
2. Coey J. M. D. Permanent magnet applications //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2018. – Т. 248. – №. 3. – С. 441-456.
3. Buschow K. H. J. Physics and application of novel magnet materials //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1989. – Т. 80. – №. 1. – С. 1-8.
4. Розин П. А., Акимов А. В. Применение магнитотвердых материалов в электрических машинах на транспортных средствах //Известия Московского государственного технического университета МАМИ. – 2014. – Т. 1. – №. 2 (20). – С. 12-18.
5. McCallum R. W. et al. Practical aspects of modern and future permanent magnets //Annual Review of Materials Research. – 2014. – Т. 44. – №. 1. – С. 451-477.
6. Пастушенков Ю. Г., Скоков К. П. Магнитная доменная структура. Количественный анализ процессов перемагничивания //Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). – 2007. – Т. 12. – №. 12. – С. 375-385.
7. Менушенков В. П. Структурные превращения и коэрцитивная сила в сплавах для постоянных магнитов. Часть 2. Спеченные сплавы на основе Sm-Co и Nd-Fe-B //Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). – 2007. – Т. 12. – №. 12. – С. 163-178.
8. Coey J. M. D. Magnetism and magnetic materials. – Cambridge university press. – 2010. С. 614
9. Белов К. П. Редкоземельные магнетики и их применение. – Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит., 1980.
10. Givord D. et al. Cobalt magnetism in RCo₅-Intermetallics: onset of 3d magnetism and magnetocrystalline anisotropy (R= Rare earth or Th) //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1983. – Т. 31. – С. 191-196.
11. Buschow K. H. J., Van Diepen A. M., De Wijn H. W. Crystal-field anisotropy of Sm³⁺ in SmCo₅ //Solid State Communications. – 1974. – Т. 15. – №. 5. – С. 903-906.

12. Szmaja W. et al. Study of the morphological and magnetic microstructure of SmCo₅ magnets //Vacuum. – 2007. – Т. 81. – №. 10. – С. 1363-1366.
13. Neu V. et al. Domain structure and magnetic properties of epitaxial rare earth-transition metal thin films //Journal of Iron and Steel Research, International. – 2006. – Т. 13. – С. 102-111.
14. Honma H., Shimotomai M., Doyama M. Crystal-field effects in Nd₂Fe₁₄B compounds //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1985. – Т. 52. – №. 1-4. – С. 399-402.
15. Herbst J. F. R 2 Fe 14 B materials: Intrinsic properties and technological aspects //Reviews of Modern Physics. – 1992. – Т. 63. – №. 4. – С. 819.
16. Givord D., Li H. S., Moreau J. M. Magnetic properties and crystal structure of Nd₂Fe₁₄B //Solid State Communications. – 1984. – Т. 50. – №. 6. – С. 497-499..
17. Buschow K. H. J. New permanent magnet materials //Materials Science Reports. – 1986. – Т. 1. – №. 1. – С. 1-63.
18. Bingham D., Dunlop J. B. The effect of surface cracks and irregularities on reverse domain nucleation in Nd₂Fe₁₄B //Solid state communications. – 1987. – Т. 64. – №. 11. – С. 1389-1391.
19. Кандаурова Г. С. Хаос, порядок и красота в мире магнитных доменов //Известия Уральского государственного университета. – 1997. – № 5.
20. Розинг Б.Л., О магнитном движении вещества // Санкт-Петербург : тип. В. Демакова. – 1892. – № 24. – С.105
21. Weiss P. L'hypothèse du champ moléculaire et la propriété ferromagnétique //J. Phys. Theor. Appl. – 1907. – Т. 6. – №. 1. – С. 661-690.
22. Barkhausen H. Zwei mit Hilfe der neuen Verstärker entdeckte Erscheinungen //Phys. Z. – 1919. – Т. 20. – №. 17. – С. 401-403.
23. Тикадзуми С. Физика ферромагнетизма. Магнитные свойства вещества. Пер. с японского. //М.: Мир. – 1983. – С.304
24. Sixtus K. J., Tonks L. Propagation of large Barkhausen discontinuities //Physical Review. – 1931. – Т. 37. – №. 8. – С. 930.
25. Bitter F. Some Properties of Homogeneously Distorted Cubic Ferromagnetic Lattices //Physical Review. – 1932. – Т. 42. – №. 5. – С. 697.

26. Hámos L., Thiessen P. A. Über die Sichtbarmachung von Bezirken verschiedenen ferromagnetischen Zustandes fester Körper //Zeitschrift für Physik. – 1931. – Т. 71. – №. 7-8. – С. 442-444.
27. Landau L., Lifshitz E. On the theory of the dispersion of magnetic permeability in ferromagnetic bodies //Perspectives in Theoretical Physics. – Pergamon. – 1992. – С. 51-65.
28. Néel L. Some theoretical aspects of rock-magnetism //Advances in physics. – 1955. – Т. 4. – №. 14. – С. 191-243.
29. Williams H. J., Bozorth R. M., Shockley W. Magnetic domain patterns on single crystals of silicon iron //Physical review. – 1949. – Т. 75. – №. 1. – С. 155.
30. Киттель К. Физическая теория доменной структуры ферромагнетиков //Успехи физических наук. – 1950. – Т. 41. – №. 8. – С. 452-544.
31. Боровик Е. С, Еременко В. В., Мильнер А. С. Лекции по магнетизму. – 3-е изд., перераб. и доп. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2005. – 512 с.
32. М А. Л. Семенов, А. А. Гаврилюк, Н. К. Душутин, Ю. В. Ясюкевич Магнитные материалы микро- и нанoeлектроники : учеб. пособие. Иркутск : Изд-во ИГУ. – 2012. – С.147.
33. Кандаурова Г. С. Природа магнитного гистерезиса //Соросовский образовательный журнал. – 1997. – Т. 1. – С. 100-106.
34. Zhang H. et al. Study of magnetization reversal and magnetic hardening in SmCo5 single crystal magnets //Journal of Alloys and Compounds. – 2024. – Т. 993. – С. 174570.
35. J.M.D. Coey, S.S. Parkin, Handbook of Magnetism and Magnetic Materials, Springer International Publishing. – 2020. – С. 1716.
36. Liu J. P. et al. (ed.). Nanoscale magnetic materials and applications. – Dordrecht Heidelberg London New York : Springer Science+ Business Media, LLC, 2009.
37. Gutfleisch O. et al. Evolution of magnetic domain structures and coercivity in high-performance SmCo 2: 17-type permanent magnets //Acta Materialia. – 2006. – Т. 54. – №. 4. – С. 997-1008.
38. Duerrschnabel M. et al. Atomic structure and domain wall pinning in samarium-cobalt-based permanent magnets //Nature communications. – 2017. – Т. 8. – №. 1. – С. 54.
39. Gutfleisch O. Controlling the properties of high energy density permanent magnetic materials by different processing routes //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2000. – Т. 33. – №. 17. – С. R157.

40. Becker J. J. Angular Dependence of Nucleating Fields in Co-Rare Earth Particles //AIP Conference Proceedings. – American Institute of Physics, 1972. – T. 5. – №. 1. – C. 1067-1071.
41. Chikazumi S. Mechanism of high coercivity in rare-earth permanent magnets //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1986. – T. 54. – C. 1551-1555.
42. Becker J. A model for the field dependence of magnetization discontinuities in high-anisotropy materials //IEEE Transactions on Magnetics. – 1973. – T. 9. – №. 3. – C. 161-164.
43. Fischbacher J. et al. Micromagnetics of rare-earth efficient permanent magnets //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2018. – T. 51. – №. 19. – C. 193002.
44. Zijlstra H. The coercivity of permanent magnets //Z ANGEW PHYS. – 1966. – T. 21. – №. 1. – C. 6-13..
45. Carey R., Thomas B. W. J. The effect of inclusion energy on domain nucleation at inclusions in uniaxial materials //Journal of Physics D: Applied Physics. – 1972. – T. 5. – №. 1. – C. 200.
46. Becker J. J. Magnetization discontinuities in cobalt-rare-earth particles //Journal of Applied Physics. – 1971. – T. 42. – №. 4. – C. 1537-1538.
47. Aharoni A. Theoretical search for domain nucleation //Reviews of Modern Physics. – 1962. – T. 34. – №. 2. – C. 227.
48. Nakamura H. et al. Magnetic properties of extremely small Nd-Fe-B sintered magnets //IEEE transactions on magnetics. – 2005. – T. 41. – №. 10. – C. 3844-3846.
49. Hirosawa S., Tokuhara K., Sagawa M. Coercivity of surface grains of Nd-Fe-B sintered magnet //Japanese journal of applied physics. – 1987. – T. 26. – №. 8A. – C. L1359.
50. Li Z. et al. High performance and exchange coupling in magnetization reversal of sintered (Nd, Dy)-Fe-B magnets //Journal of Alloys and Compounds. – 2022. – T. 926. – C. 166944.
51. Maccari F. et al. Formation of pure τ -phase in Mn–Al–C by fast annealing using spark plasma sintering //Journal of Materials Science. – 2022. – T. 57. – №. 10. – C. 6056-6065.
52. Becker J. Observations of magnetization reversal in cobalt-rare-earth particles //IEEE Transactions on Magnetics. – 1969. – T. 5. – №. 3. – C. 211-214.

53. Zijlstra H. Domain-Wall Processes in SmCo₅ Powders //Journal of applied physics. – 1970. – T. 41. – №. 12. – C. 4881-4885.
54. Zijlstra H. Critical fields determining magnetic coercivity in microparticles of SmCo₅ and LaCo₅ //Journal of Applied Physics. – 1971. – T. 42. – №. 4. – C. 1510-1515.
55. Becker J. J. Magnetization discontinuities in cobalt-rare-earth particles //Journal of Applied Physics. – 1971. – T. 42. – №. 4. – C. 1537-1538.
56. Searle C., Frederick W., Garrett H. The influence of surface conditions on the coercive force of SmCo₅ particles //IEEE Transactions on Magnetics. – 1973. – T. 9. – №. 3. – C. 164-167.
57. Kandaurova G. S., Deryagin A. V., Lagutin A. E. On the Statistical Character of Magnetic Properties of Single-Crystal Particles in Highly Anisotropic Ferromagnetics //physica status solidi (a). – 1975. – T. 27. – №. 2. – C. 429-440.
58. Adler E., Hilzinger H. R., Wagner R. The influence of surface conditions on magnetic properties of sintered Co₅Sm magnets //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1978. – T. 9. – №. 1-3. – C. 188-190.
59. Searle C. W., Maartense I. Characterization of domain-wall nucleation sites in SmCo₅ single crystals //J. Appl. Phys.:(United States). – 1979. – T. 50. – №. 2.
60. McCurrie R. A., Willmore L. E. Barkhausen discontinuities, nucleation, and pinning of domain walls in etched microparticles of SmCo₅ //Journal of Applied Physics. – 1979. – T. 50. – №. 5. – C. 3560-3564.
61. Gabay A. M., Hadjipanayis G. C. Mechanochemical synthesis of magnetically hard anisotropic RFe₁₀Si₂ powders with R representing combinations of Sm, Ce and Zr //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2017. – T. 422. – C. 43-48.
62. Yamaguchi W., Takagi K. Effects of nonmagnetic overlay metals on coercivity of Sm₂Fe₁₇N₃ magnet powders //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2020. – T. 516. – C. 167327.
63. Gabay A. M., Hadjipanayis G. C. High-coercivity ThMn₁₂-type monocrystalline Sm–Zr–Fe–Co–Ti particles by high-temperature reduction diffusion //Scripta Materialia. – 2021. – T. 196. – C. 113760.
64. Becker J. J. A Domain-Boundary Model for a High Coercive Force Material //Journal of Applied Physics. – 1968. – T. 39. – №. 2. – C. 1270-1271.

65. Shibata T., Katayama T. Magnetization reversal in SmCo₅ single crystal //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1983. – Т. 31. – С. 1029-1030.
66. Shibata T., Katayama T., Koshizuka N. Effect of heat treatments on the magnetic properties of SmCo₅ single crystals //IEEE transactions on magnetics. – 1987. – Т. 23. – №. 5. – С. 3616-3618.
67. Zijlstra H. Domain-Wall Processes in SmCo₅ Powders //Journal of applied physics. – 1970. – Т. 41. – №. 12. – С. 4881-4885.
68. Searle C., Frederick W., Garrett H. The influence of surface conditions on the coercive force of SmCo₅ particles //IEEE Transactions on Magnetism. – 1973. – Т. 9. – №. 3. – С. 164-167.
69. Becker J. Interpretation of hysteresis loops of cobalt-rare-earth single particles //IEEE Transactions on Magnetism. – 1971. – Т. 7. – №. 3. – С. 644-647.
70. Zijlstra H. Critical fields determining magnetic coercivity in microparticles of SmCo₅ and LaCo₅ //Journal of Applied Physics. – 1971. – Т. 42. – №. 4. – С. 1510-1515.
71. Hubert A., Schäfer R. Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures. – Springer Science & Business Media. – 2008. – С. 696.
72. Suzuki D. H., Beach G. S. D. Measurement of Kerr rotation and ellipticity in magnetic thin films by MOKE magnetometry //Journal of Applied Physics. – 2024. – Т. 135. – №. 6.
73. Kazakova O. et al. Frontiers of magnetic force microscopy //Journal of applied Physics. – 2019. – Т. 125. – №. 6.
74. Malar G. C. G. et al. Instrumental methods in surface property analysis of magnetic nanoparticles //Nanomaterials. – Academic Press, 2021. – С. 691-697.
75. Скороходов Е. В. и др. Магнитно-резонансная силовая микроскопия ферромагнитных наноструктур //Наноэлектроника, нанофотоника и нелинейная физика. – 2020. – С. 336-336.
76. Otsu N. et al. A threshold selection method from gray-level histograms //Automatica. – 1975. – Т. 11. – №. 285-296. – С. 23-27.
77. Шапаева Т.Б., Курбатова Ю.Н., Шапаев Б.А. Определение кривой намагничивания и петли гистерезиса по анализу фотографий доменной структуры плёнки феррит-граната при перемагничивании : лабораторная работа. //Спецпрактикум кафедры магнетизма. Москва: МГУ. – 2017. – С.12.

78. Сандомирский, С. Г. Расчет и анализ размагничивающего фактора ферромагнитных тел // С. Г. Сандомирский. – Минск : Беларуская навука, 2015. – 243 с.
79. Stoner E. C. XCVII. The demagnetizing factors for ellipsoids //The London, Edinburgh, and Dublin philosophical magazine and journal of science. – 1945. – Т. 36. – №. 263. – С. 803-821.
80. Osborn J. A. Demagnetizing factors of the general ellipsoid //Physical review. – 1945. – Т. 67. – №. 11-12. – С. 351.
81. Chen D. X., Brug J. A., Goldfarb R. B. Demagnetizing factors for cylinders //IEEE Transactions on magnetics. – 1991. – Т. 27. – №. 4. – С. 3601-3619.
82. Chen D. X., Pardo E., Sanchez A. Fluxmetric and magnetometric demagnetizing factors for cylinders //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2006. – Т. 306. – №. 1. – С. 135-146.
83. Chen D. X., Pardo E., Sanchez A. Demagnetizing factors for rectangular prisms //IEEE Transactions on magnetics. – 2005. – Т. 41. – №. 6. – С. 2077-2088.
84. Кандаурова Г. С. Доменная структура и магнитный гистерезис одноосных ферромагнетиков. //Докт. дисс. Свердловск. – 1973. – С. 357.
85. Zhang H. et al. Study of magnetization reversal and magnetic hardening in SmCo5 single crystal magnets //Journal of Alloys and Compounds. – 2024. – Т. 993. – С. 174570.
86. Shibata T., Katayama T. Magnetization reversal in SmCo5 single crystal //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1983. – Т. 31. – С. 1029-1030.
87. Zijlstra H. Domain-Wall Processes in SmCo5 Powders //Journal of applied physics. – 1970. – Т. 41. – №. 12. – С. 4881-4885.
88. Сандомирский, С. Г. Расчет и анализ размагничивающего фактора ферромагнитных тел // С. Г. Сандомирский. – Минск : Беларуская навука, 2015. – 243 с.
89. Stoner E. C. XCVII. The demagnetizing factors for ellipsoids //The London, Edinburgh, and Dublin philosophical magazine and journal of science. – 1945. – Т. 36. – №. 263. – С. 803-821.
90. Osborn J. A. Demagnetizing factors of the general ellipsoid //Physical review. – 1945. – Т. 67. – №. 11-12. – С. 351.
91. Chen D. X., Brug J. A., Goldfarb R. B. Demagnetizing factors for cylinders //IEEE Transactions on magnetics. – 1991. – Т. 27. – №. 4. – С. 3601-3619.

92. Chen D. X., Pardo E., Sanchez A. Fluxmetric and magnetometric demagnetizing factors for cylinders //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2006. – Т. 306. – №. 1. – С. 135-146.
93. Chen D. X., Pardo E., Sanchez A. Demagnetizing factors for rectangular prisms //IEEE Transactions on magnetics. – 2005. – Т. 41. – №. 6. – С. 2077-2088.
94. Пастушенков Ю. Г. Трансформация доменной структуры в области спин-переориентационных фазовых переходов и в процессе перемагничивания редкоземельных тетрагональных магнетиков на основе железа. Дисс. на соискание степени доктора физ.-мат. наук. – Тверь. – 2000. – 380с.
95. Памятных Л. А. и др. Асимметричность колебаний доменных границ в гармоническом и импульсном магнитных полях в кристаллах ферритов-гранатов с дрейфом полосовой доменной структуры //Физика твердого тела. – 2019. – Т. 61. – №. 3. – С. 483-492.
96. Schlomann E., Milne J. Domain wall motion induced by strong microwave fields //IEEE Transactions on Magnetism. – 1974. – Т. 10. – №. 3. – С. 791-794.
97. Герасимчук В. С., Сукстанский А. Л. Динамика межфазных доменных границ при фазовом переходе типа Морина //Физика твердого тела. – 1999. – Т. 41. – №. 2. – С. 274-282.
98. Соловьев М. М., Филиппов Б. Н. Хаотическая динамика взаимодействующих доменных границ в одноосной ферромагнитной пленке //Физика твердого тела. – 1997. – Т. 39. – №. 11. – С. 2036-2039.
99. Кандаурова Г. С. Новые явления в низкочастотной динамике коллектива магнитных доменов //Успехи физических наук. – 2002. – Т. 172. – №. 10. – С. 1165-1187.
100. Памятных Л. А., Лысов М. С., Кандаурова Г. С. Механизм дрейфа полосовых доменов в кристаллах ферритов-гранатов //Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2007. – Т. 71. – №. 11. – С. 1542-1544.
101. Pamyatnykh L. A. et al. Motion and interaction of magnetic dislocations in alternating magnetic field //Scientific reports. – 2017. – Т. 7. – №. 1. – С. 18084.
102. Лисовский Ф. В., Мансветова Е. Г., Пак Ч. М. Сценарии упорядочения и структура самоорганизующихся двумерных массивов доменов в тонких магнитных пленках //ЖЭТФ. – 1995. – Т. 108. – №. 3. – С. 1031.

103. Han B. S. et al. Fractal study of magnetic domain patterns //Physical Review B. – 2002. – Т. 66. – №. 1. – С. 014433.
104. Федер Е. Фракталы. Пер. с англ //М.: Мир. – 1991. – Т. 254. – С. 82.
105. Zahn W., Zösch A. The dependence of fractal dimension on measuring conditions of scanning probe microscopy //Fresenius' journal of analytical chemistry. – 1999. – Т. 365. – С. 168-172.
106. Livingston J. D., McConnell M. D. Domain-wall energy in cobalt-rare-earth compounds //Journal of Applied Physics. – 1972. – Т. 43. – №. 11. – С. 4756-4762.
107. Kittel C. Theory of the structure of ferromagnetic domains in films and small particles //Physical Review. – 1946. – Т. 70. – №. 11-12. – С. 965.
108. Ландау Л. Д. К теории промежуточного состояния сверхпроводников //ЖЭТФ. – 1943. – Т. 13. – №. 11-12. – С. 377-387.
109. Bodenberger R., Hubert A. Zur bestimmung der blochwandenergie von einachsigen ferromagneten //physica status solidi (a). – 1977. – Т. 44. – №. 1. – С. K7-K11.
110. Привороцкий И. А. Термодинамическая теория ферромагнитных доменов //Успехи физических наук. – 1972. – Т. 108. – №. 9. – С. 43-80