

ФИЗИКА МАГНИТНЫХ ЯВЛЕНИЙ

УДК 537.61

ВЛИЯНИЕ ОТКЛОНЕНИЙ ОТ СТЕХИОМЕТРИИ 1:12 НА СПИНОВУЮ ПЕРЕОРИЕНТАЦИЮ В ИНТЕРМЕТАЛЛИДАХ $RFe_{11}Ti$

**И.А. Каплунов¹, А.Е. Корольков², О.В. Маклыгина²,
М.А. Пастушенкова³, А.В. Петренко², Е.М. Семенова², К.П. Скоков²**

¹Тверской государственный университет, кафедра прикладной физики

²Тверской государственный университет, кафедра магнетизма

³Тверская государственная медицинская академия, кафедра общей и
биоорганической химии

На основании исследований температурного поведения магнитной доменной структуры в монокристаллах интерметаллических соединений типа $RFe_{11}Ti$ и их химического состава показано влияние отклонения состава соединений от стехиометрии 1:12 на температуры спиновой переориентации в данной группе интерметаллидов.

Введение. Исследование температурного поведения магнитной доменной структуры (ДС) в редкоземельных интерметаллидах, имеющих спонтанные и индуцированные магнитным полем ориентационные фазовые переходы (СПП) [1-6], показало, что в ряде случаев изучение перестройки ДС в области спиновой переориентации позволяет не только уточнить тип магнитного фазового перехода, но и выяснить причины несовпадения данных о характере и температурах СПП, полученных разными авторами на одних и тех же соединениях [4; 7]. В данной работе на основании анализа ДС и флуктуаций химического состава в отдельных участках образцов прослеживается влияние отклонений химического состава интерметаллических соединений типа $RFe_{11}Ti$ от стехиометрии 1:12 на процессы спиновой переориентации. Соединения $RFe_{11}Ti$ обладают тетрагональной кристаллической структурой типа $ThMn_{12}$, которая сохраняется в широкой области изменения концентраций компонентов относительно стехиометрического состава 1:12 [6], что приводит к проблемам в интерпретации особенностей СПП в данной группе материалов.

Методика эксперимента. Исходные сплавы $RFe_{11}Ti$ получены методом индукционной плавки в атмосфере аргона. Монокристаллы для проведения магнитных измерений, исследований магнитной доменной структуры и анализа химического состава выкалывались из крупнокристаллических слитков и ориентировались по методу Лауэ. Температурное поведение ДС выявлялось магнитооптическим методом

Керра на металлографическом микроскопе Polyvar, оснащенный криостатом, по методике, описанной в работе [4]. Интегральный химический состав соединений $RFe_{11}Ti$ и его изменение по образцу исследовались на растровом электронном микроскопе LEO 438 VP.

Полученные результаты и их обсуждение. Как показано в работе [6] на основании исследований соединений системы $R_3Fe_{29-x}Ti_x$, особенностью соединений $RFe_{11}Ti$ является широкая область гомогенности фазы со структурой $ThMn_{12}$. При исследовании соединений системы $RFe_{11}Ti$ также обнаружено, что температуры СПП могут значительно смещаться при изменении состава соединений, в то время как его структура $ThMn_{12}$ не меняется [7-9]. В данной работе результаты температурных исследований ДС соединения $Dy_3Fe_{26}Ti_3$ [10] дополнены данными о химическом составе в различных участках образца, полученные с помощью РЭМ.

На рис. 1 показано температурное изменение ДС на базисной плоскости монокристалла $Dy_3Fe_{26}Ti_3$. По данным рентгеноструктурного и термического магнитного анализов данный монокристалл является однофазным и имеет структуру $ThMn_{12}$. Как следует из рисунка, на базисной плоскости монокристалла $Dy_3Fe_{26}Ti_3$ уже при комнатной температуре можно выделить области B с пониженным керровским контрастом по сравнению с областями A с обычной ДС (рис. 1, *a*).

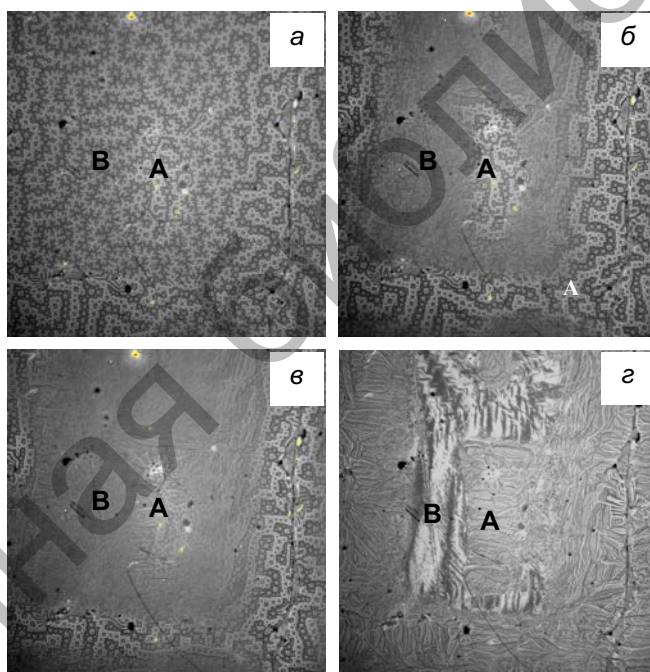


Рис. 1. Доменная структура на базисной плоскости монокристалла $Dy_3Fe_{26,3}Ti_{2,7}$ при температуре 300 (*a*), 204 (*б*), 180 (*в*) и 110 К (*г*)

При этой температуре ДС в областях *B* соответствует начальной стадии процесса спиновой переориентации типа ось легкого намагничивания (ОЛН) – конус осей легкого намагничивания (ЛК). На рис. 1, *б* – *г* представлена ДС того же участка кристалла при понижении температуры образца. Так при $T = 100$ К области *A* имеют ДС, характерную для магнетиков с типом магнитокристаллической анизотропии (МКА) ЛК, а в областях *B* наблюдается ДС, свойственная МКА типа легкая плоскость (ЛП). Изучение поведения ДС во всем температурном интервале магнитного упорядочения соединения $Du_3Fe_{26}Ti_3$ позволяет сделать вывод, что области *A* имеют только один СПП при $T_{SR1A} = 120$ К, а области *B* характеризуются двумя СПП при $T_{SR1B} = 175$ К и $T_{SR2B} = 125$ К. Магнитные измерения в этом случае показывают в соединении два СПП: при $T_{SR1} = 275$ К и $T_{SR2B} = 125$ К.

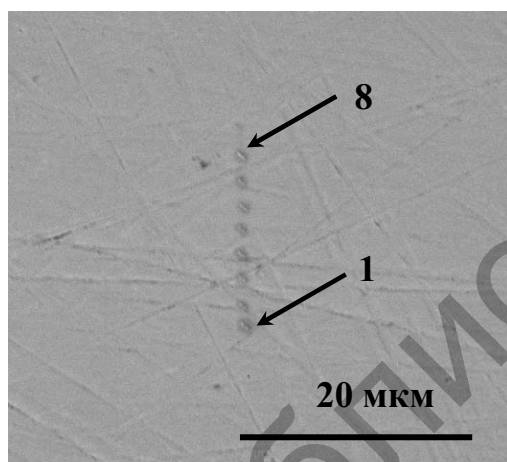


Рис. 2. Микрофотография поверхности монокристалла $DuFe_{11,5}Ti_{0,75}$, полученная методом РЭМ. Цифрами 1 и 8 обозначены первая и восьмая точки поверхности образца, между которыми выполнен анализ химического состава образца на участках площадью 1×1 мкм (видны на рисунке как более темные)

Как уже указывалось, рентгеноструктурный, металлографический и термический магнитный анализы не выявили неоднородность рассматриваемого сплава, поэтому дополнительно на серии сплавов, близких по составу к стехиометрическому сплаву $DuFe_{11}Ti$, была исследована возможность изменения концентрации компонентов в объеме образцов. На рис. 2 в качестве примера приведена микроструктура интерметаллида $DuFe_{11,5}Ti_{0,75}$, выявленная с помощью растрового электронного микроскопа LEO 438 VP.

Как видно из рисунка, исследуемый участок образца является однофазным. Однако количественный химический анализ, выполненный методом РЭМ на участках поверхности размером 1×1 мкм, лежащих на прямой, соединяющей точки 1 и 8 на рис. 2, показывает возможность изменения состава при переходе от точки к точке. Данные этого анализа приведены в табл. 1. Погрешность определения концентрации железа не превышала 1,5%, для титана эта погрешность была не более 0,5%.

Т а б л и ц а 1. Химический состав образца $DyFe_{11,5}Ti_{0,75}$ (в атомарных процентах) в точках 1-8, отмеченных на рисунке 2.

Элемент	Номера точек							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Dy	7,68	6,97	7,97	8,01	8,00	9,60	9,30	7,22
Fe	86,96	87,13	86,16	85,57	86,20	84,23	84,52	87,11
Ti	5,35	5,90	5,87	6,41	5,80	6,17	6,18	5,67

Таким образом, РЭМ анализ химического состава интерметаллида $DyFe_{11,5}Ti_{0,75}$ обнаруживает периодические колебания концентрации компонентов при перемещении вдоль прямой линии по поверхности исследуемого образца. Эти изменения концентрации можно сопоставить с изменением температур СПП, которые выявлены при наблюдении температурной перестройки ДС.

Выводы. Выполненные исследования температурного поведения доменной структуры интерметаллида $DyFe_{11}Ti$ в комплексе с изучением химического состава позволяют сделать вывод о том, что отклонения от стехиометрии 1:12 могут вызывать смещение температур СПП и приводить к неодинаковому характеру изменений типа анизотропии в различных участках образца. Этот факт следует учитывать при анализе процессов спиновой переориентации в соединениях типа $RFe_{11}Ti$.

Авторы выражают благодарность сотруднице отдела электронной микроскопии Института исследования металлов Макса Планка (г. Штутгарт, Германия) Сабине Кюнemann за помощь при проведении экспериментов.

Работа выполнена в рамках АВЦП «Развитие научного потенциала высшей школы» при поддержке гранта РФФИ № 09-02-01274 и ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009–2013 гг.».

Список литературы

1. Hubert A., Schäfer R. Magnetic Domains. The Analysis of Magnetic Microstructures. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1998. 696 p.
2. Kronmüller H., Fähnle M. Micromagnetism and Microstructure of Ferromagnetic Solids. Cambridge University Press. UC. 2003. 432 p.
3. Пастушенков Ю.Г. Магнитная доменная структура. Количественный анализ микромагнитных параметров. Тверь, 2007. 160 с.
4. Pastushenkov Y.G. Magnetic domain structure and spin reorientation process //Zeitschrift fur Metallkunde. 2002. V. 10. P.991–996.
5. Ivanova T.I., Nikitin S.A., Tokareva T.V., Telegina I.V., Pastushenkov Yu.G., Skokov K.P., Suski W., Skourski Yu. The magnetization processes, spin reorientation transitions and magnetic domain structure in $DyFe_{10}CoTi$ single crystal //J. Magn. Magn. Mater. 2002. V. 238. P. 215-220.

6. Skokov K., Grushichev A., Khokholkov A., Pastushenkov Yu., Pankratov N., Ivanova T., Nikitin S. Structural and magnetic properties of $R_3Fe_{29-x}Ti_x$ alloys and $R_3Fe_{33-x}Ti_x$ single crystals, $R=Y, Gd, Tb, Dy, Ho, Er$ // *J. Magn. Magn. Mater.* 2005. V. 290-291. P. 647-650.
7. Лебедева Л.В., Скоков К.П., Пастушенков Ю.Г., Иванова Т.И. Доменная структура и ориентационные фазовые переходы в монокристаллах интерметаллических соединений $RFe_{11}Ti$ ($R=Er, Ho$) // *Материалы XIX Международной школы-семинара «Новые Магнитные Материалы Микроэлектроники»*. Москва, 2004. С.801–803.
8. Pastushenkov Yu.G., Bartolome J., Larrea A., Skokov K.P., Ivanova T.I., Lebedeva L.V., Grushichev A.G. The magnetic domain structure of $DyFe_{11}Ti$ single crystals // *J. Magn. Magn. Mater.* 2006. V.300. P.514–517.
9. Пастушенков Ю.Г., Скоков К.П., Бартоломе Х., Ларреа А., Иванова Т.И., Семенова Е.М., Лебедева Л.В., Стаховский Д.В. Влияние магнитоупругого вклада в анизотропию на ориентационные фазовые переходы и доменную структуру интерметаллидов $RFe_{11}Ti$ // *Сборник трудов XX международной школы-семинара «Новые Магнитные Материалы Микроэлектроники»*. Москва, 2006. С.1073–1074.
10. Пастушенков Ю.Г., Бартоломе Х., Ларреа А., Скоков К.П., Иванова Т.И., Ляхова М.Б., Семенова Е.М., Лебедева Л.В., Грушичев А.Г. Магнитная доменная структура монокристаллов $DyFe_{11}Ti$. *Вестник ТвГУ. Серия: Физика.* 2005. Вып. 2. №9(15). С.5-10.
11. Pastushenkov Yu., Bartolome J., Suponev N., Skokov K., Ivanova T., Larrea A., Lyakhova M., Semenova E., Smirnov S. Stress-induced anisotropy, magnetic domain structure and spin-reorientation transition in $R(FeCo)_{11}Ti$ single crystals ($R=Dy, Tb$) // *J. Alloys. and Comp.* 2008. V. 451, Issue 1-2. P. 488–491.

EFFECT OF DEVIATIONS FROM 1:12 STOICHIOMETRY ON SPIN REORIENTATION IN $RFe_{11}Ti$ INTERMETALLICS

I.A. Kaplunov, A.E. Korolkov, O.V. Maklygina, M.A. Pastushenkova, A.V. Petrenko, E.M. Semyonova, K.P. Skokov

Making use of the observation of magnetic domain structure temperature behaviour the effect of deviations from the stoichiometry and chemical composition on the temperatures of spin reorientation in $RFe_{11}Ti$ intermetallic compounds is demonstrated.