

УДК 538.245

МАГНИТОКРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ АНИЗОТРОПИЯ, ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА И ОРИЕНТАЦИОННЫЕ ФАЗОВЫЕ ПЕРЕХОДЫ В ИНТЕРМЕТАЛЛИДАХ $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ И $\text{R}(\text{Fe},\text{Co})_{11}\text{Ti}$ ($\text{R}=\text{Tb}, \text{Dy}, \text{Er}, \text{Ho}$)

**Ю.Г. Пастушенков, Н.П. Супонев, К.П. Скоков,
М.Б. Ляхова, Л.В. Семенова**
Кафедра магнетизма

Исследована магнитная доменная структура тетрагональных магнетиков $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{R}(\text{Fe},\text{Co})_{11}\text{Ti}$ ($\text{R} = \text{Tb}, \text{Dy}, \text{Er}, \text{Ho}$) в широком температурном интервале $4,2 \text{ K} < T < 400 \text{ K}$, включающем область спонтанных ориентационных фазовых переходов. Обнаружены новые конфигурации магнитных доменов в области несимметричных состояний. Уточнены температуры и характер спин-переориентационных переходов.

В последние годы пристальное внимание исследователей, занимающихся синтезом новых магнитотвердых материалов и разработкой теоретических представлений о высококоэрцитивном состоянии вещества, связано с R - 3d интерметаллидами (R-редкоземельный металл) с повышенной концентрацией 3d-металла, среди которых выделяются тетрагональные соединения $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и RFe_{11}Ti [1].

Магнитокристаллическая анизотропия (МКА) железной подрешетки в соединениях $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и RFe_{11}Ti сравнима по величине с анизотропией редкоземельной подрешетки. По этой причине в данных соединениях наблюдается большое разнообразие магнитных структур и спин-переориентационных фазовых переходов [2]. В интерметаллидах $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и RFe_{11}Ti реализуются все основные типы МКА тетрагонального магнетика. Однако экспериментальные данные о спин-переориентационных фазовых переходах (СПП) в этих соединениях, полученные на основе магнитных измерений и исследования кривых вращающих моментов, весьма противоречивы [1; 2].

Новым методом, дающим возможность понять причины расхождений в оценках температур и характера СПП в данных соединениях, выяснить физически обоснованные пути дальнейшего улучшения свойств магнитотвердых материалов на их основе, является метод прямых наблюдений ДС в процессе спиновой переориентации [3].

В данной работе представлены результаты первых исследований трансформации ДС в монокристаллах соединений $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{R}(\text{Fe},\text{Co})_{11}\text{Ti}$ ($\text{R} = \text{Tb}, \text{Dy}, \text{Ho}, \text{Er}$) в процессе спин-переориентационных фазовых переходов. Прямые наблюдения ДС методом магнитооптического эффекта Керра в процессе спиновой переориентации позволили регистрировать ДС как без магнитного поля (что особенно важно для спонтанных спин-переориентационных переходов), так и в постоянном магнитном поле различной ориентации.

Соединение $Nd_2Fe_{14}B$

Соединение $Nd_2Fe_{14}B$ имеет ориентационный фазовый переход второго рода от высокотемпературного типа анизотропии "легкая ось" к типу анизотропии "легкий конус" при температуре $T_{SR} = 135$ К [1; 3]. При $T < T_{SR}$ четыре оси легкого намагничивания располагаются в плоскостях (110) на поверхности конуса с углом раскрытия θ . $\theta \approx 30^\circ$ при $T = 4,2$ К [3].

Рис. 1 показывает доменную структуру на базисной плоскости монокристалла $Nd_2Fe_{14}B$ при изменении температуры. При понижении температуры значительные изменения доменной структуры наблюдаются в основном в температурном интервале около 50 К вблизи температуры спмновой переориентации $T_{SR} = 135$ К.

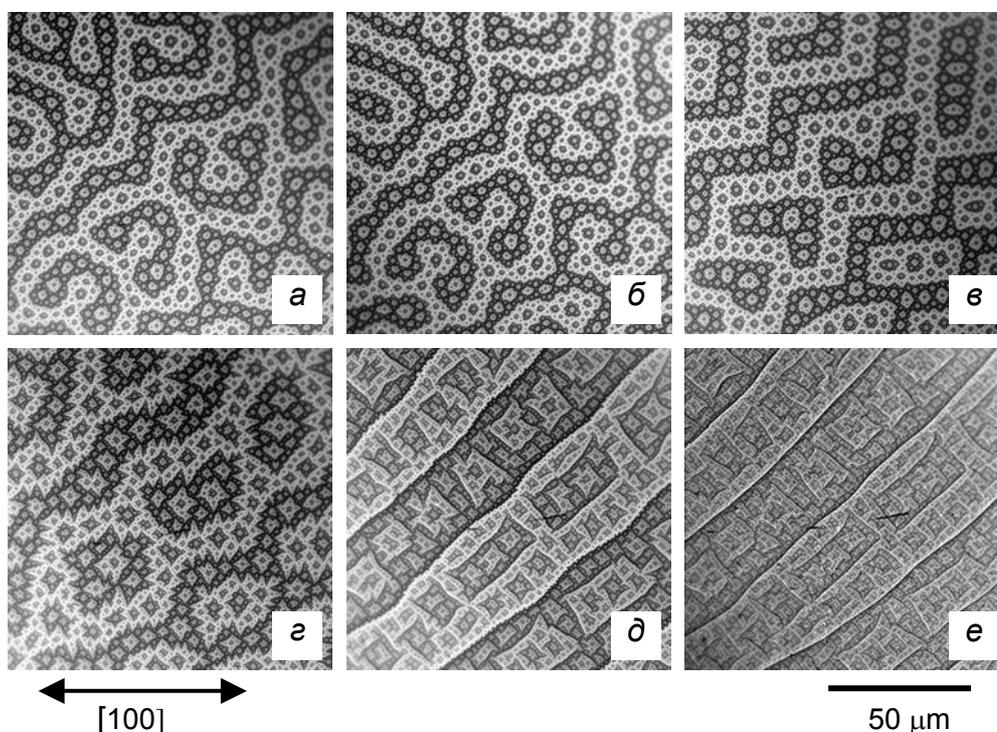


Рис. 1. Доменная структура на плоскости (001) монокристалла $Nd_2Fe_{14}B$ в области СПП. $T = 285$ (а), 200 (б), 165 (в), 118 (г), 113 (д) и 20 К (е)

Первые изменения в ориентации доменных границ появляются при 165 К. При этой температуре доменные границы основных доменов ориентируются вдоль направлений $\langle 100 \rangle$ (рис. 1, в).

Второе изменение в ориентации границ магнитных доменов происходит при более низкой температуре. При 118 К доменные границы, разделяющие основные домены ориентируются параллельно направлениям $\langle 110 \rangle$ (рис. 1, г). Наличие таких взаимно перпендикулярных преимущественных направлений в ориентации ДГ приводит к формированию новой магнитной структуры - прямоугольным доменам (рис. 1, е).

Доменная структура, соответствующая низкотемпературной фазе, появляется при понижении температуры от $T > 135$ К к $T < 135$ К. При этом ДГ высокотемпературных доменов играют определяющую роль при формировании низкотемпературной ДС.

Для построения модели объемного распределения намагниченности тетрагонального магнетика с анизотропией типа конус осей легкого намагничивания исследовалось температурное поведение доменной структуры монокристалла $Nd_2Fe_{14}B$ в присутствии магнитного поля различной ориентации [3; 4]. Кроме того, температурная трансформация ДС изучалась на базисной плоскости монокристалла $Nd_2Fe_{14}B$ толщиной 60 мкм (рис. 2).

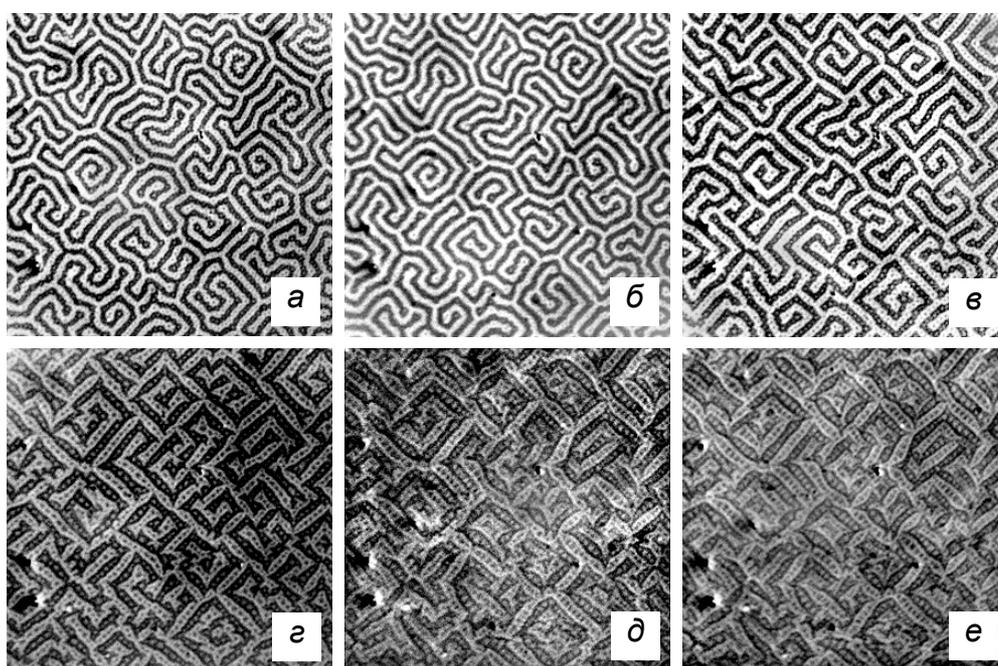


Рис. 2. Трансформация доменной структуры на базисной плоскости монокристалла $Nd_2Fe_{14}B$. $T = 300$ (а), 175 (б), 125 (в), 115 (г), 48 (д) и 7 К (е)

На основании изучения ДС тонкого монокристалла $Nd_2Fe_{14}B$ построена модель распределения магнитных моментов в соединении $Nd_2Fe_{14}B$ для МКА «конус осей легкого намагничивания» и схема трансформации ДС тетрагонального магнетика в области ориентационного фазового перехода второго рода. Не все элементы данного распределения соответствуют микромагнитным представлениям, используемым для описания ДС магнитно-многоосных материалов. В частности, в окрестностях ДГ, разделяющих основные домены, обнаружено особое распределение магнитных моментов, которое проявляется на микрофотографиях ДС в виде промежуточного керровского контраста. Эти исследования показали, что в области низких температур (тип МКА "легкий конус") границы основных доменов разделены

доменными границами двух типов: (180-2θ)-градусными и 180-градусными. Это и определяет объемное распределение намагниченности при $T < 135$ К. Важной особенностью данного распределения является параллельность доменных границ, разделяющих основные домены направлению (100) тетрагональной оси с кристалла.

Вблизи поверхности (001) обнаружены новые виды замыкающих магнитных доменов и выявлены особенности их трансформации при изменении температуры. Для построения количественной модели данного распределения методом кривых вращающих моментов уточнен температурный ход первых трех констант магнитокристаллической анизотропии K_1 , K_2 , K_3 монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и определены параметры основных типов доменных границ во всем температурном интервале магнитного упорядочения данного кристалла [4; 5].

Соединения $\text{Tb}(\text{Fe}, \text{Co})_{11}\text{Ti}$

Температурное поведение доменной структуры в области ориентационных фазовых переходов первого рода исследовано на примере соединений системы $\text{TbFe}_{11-x}\text{Co}_x\text{Ti}$. Магнитная фазовая диаграмма этих соединений получена методом вращающих моментов в работе [2]. Повышение концентрации кобальта в соединениях $\text{TbFe}_{11-x}\text{Co}_x\text{Ti}$ приводит к появлению промежуточной области между состояниями с МКА легкая ось и легкий конус. В этой промежуточной области для соединений $\text{TbFe}_{11-x}\text{Co}_x\text{Ti}$ ($1 < x < 5$) характерен смешанный тип МКА легкая ось + легкая плоскость.

На рис. 3 показана доменная структура монокристалла $\text{TbFe}_{10}\text{CoTi}$ в области спиновой переориентации. В этой области с промежуточным типом анизотропии легкая ось + легкая плоскость сосуществуют магнитные домены, соответствующие обоим типам МКА: ДСИ и ДСИИ. ДСИ представляет собой высокотемпературный тип магнитных доменов, типичных для высокоанизотропного одноосного магнетика (полосовые домены с ориентацией намагниченности вдоль оси [001]. ДСИИ представляет низкотемпературный тип магнитных доменов (тип МКА легкая плоскость) с ориентацией намагниченности вдоль двух направлений [110] (рис. 3, б).

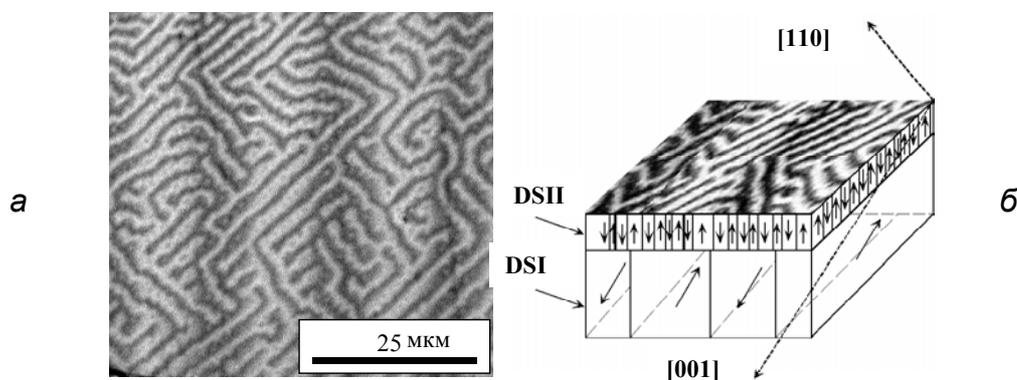


Рис. 3. Доменная структура монокристалла $\text{TbFe}_{10}\text{CoTi}$ при температуре $T = 293$ К (а) и ее модель (б). Тип МКА - легкая ось + легкая плоскость

Соединение $DyFe_{10}CoTi$.

Интерметаллическое соединение $DyFe_{10}CoTi$ обнаруживает сложное температурное поведение МКА, обуславливающее появление в нем двух спин-переориентационных переходов в области магнитного упорядочения. Методом вращающих моментов нами обнаружены спин-переориентационный переход второго рода при температуре $T_{SR1} = 235$ К. Ниже этой температуры намагниченность поворачивается из легкого направления $[100]$, которое она занимает в высокотемпературной области, и располагается на поверхности конуса (тип анизотропии легкий конус) в плоскостях (110) . Второй спин-переориентационный переход наблюдается при температуре $T_{SR2} = 100$ К. Для этого перехода в различных работах приводятся температуры T_{SR2} в интервале от 50 до 120 К [6-10]. Кроме того, существуют различные мнения о природе данного перехода [4]. Поэтому температурные наблюдения ДС позволяют прояснить ситуацию. На рис. 4 показаны изменения ДС при понижении температуры на базисной плоскости монокристалла $DyFe_{10}CoTi$.

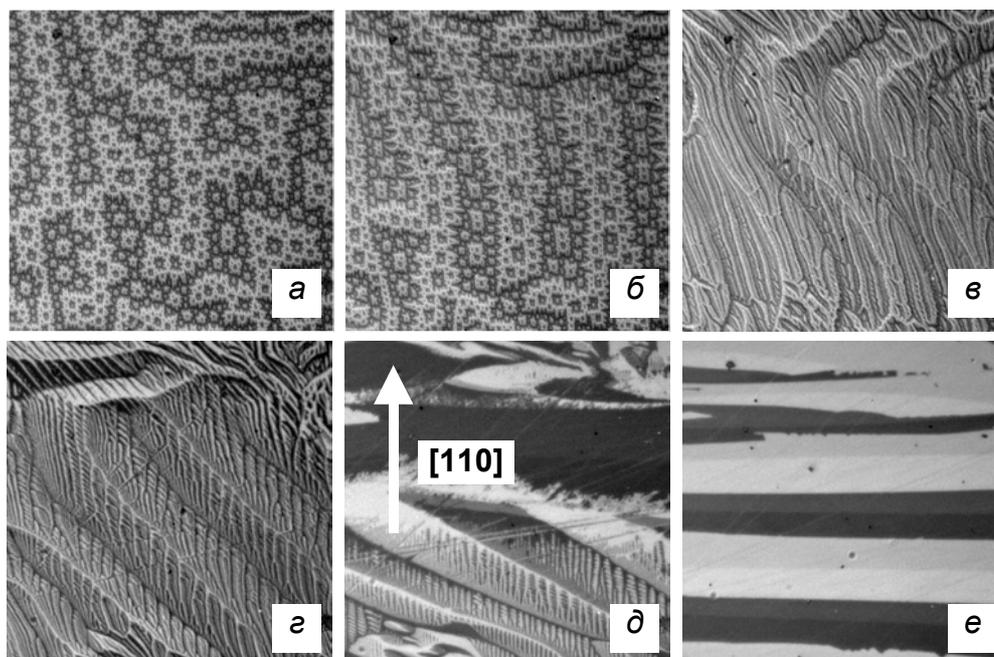


Рис. 4. Доменная структура на базисной плоскости монокристалла $DyFe_{10}CoTi$. $T = 300$ (а), 245 (б), 220 (в), 195 (г), 135 (д) и 10 К (е)

В области высоких температур $300 > T > 235$ К (рис. 4, а, б) наблюдаются только 180-градусные домены с намагниченностью вдоль c -оси. С понижением температуры значительных изменений в характере ДС не происходит вплоть до температуры 245 К, кроме изменений в ориентации доменных границ. При 245 К доменные границы основных доменов располагаются параллельно кристаллографическим осям $\langle 110 \rangle$. В температурном интервале $235 > T > 100$ К (рис. 4, в, д) структура магнитных

доменов типична для анизотропии "легкий конус". Ниже температуры 100 К наблюдаются только полосовые 180-градусные домены с намагниченностью, параллельной направлениям $[110]$ (рис. 4, в). Как видно из рис. 4, в температурном интервале $135 > T > 100$ К сосуществуют магнитные домены двух типов, характерные как для высокотемпературной, так и низкотемпературной области. Приложение магнитного поля до 1,5 кЭ не изменяет значений температур T_{SR1} и T_{SR2} . В области температур $100 > T > 4,2$ К изменений в характере ДС не наблюдается. Таким образом, наблюдения ДС показывают, что в температурном интервале от 100 до 125 К намагниченность плавно поворачивается от высокотемпературной легкой оси (ось c), образуя неколлинеарную магнитную структуру (тип МКА "легкий конус"). То есть высокотемпературный ориентационный переход в данном соединении является переходом второго рода.

Соединение $ErFe_{11}Ti$

В соединении $ErFe_{11}Ti$ также наблюдается спиновая переориентация. Методом вращающих моментов нами обнаружен ориентационный переход второго рода при $T_{SR} = 50$ К. Ниже этой температуры намагниченность плавно разворачивается от легкой c -оси (тип МКА легкая ось), образуя четыре оси легкого намагничивания, лежащие на поверхности конуса (тип анизотропии легкий конус). Соответствующая данному изменению типа анизотропии температурная трансформация доменной структуры показана на рис. 5.

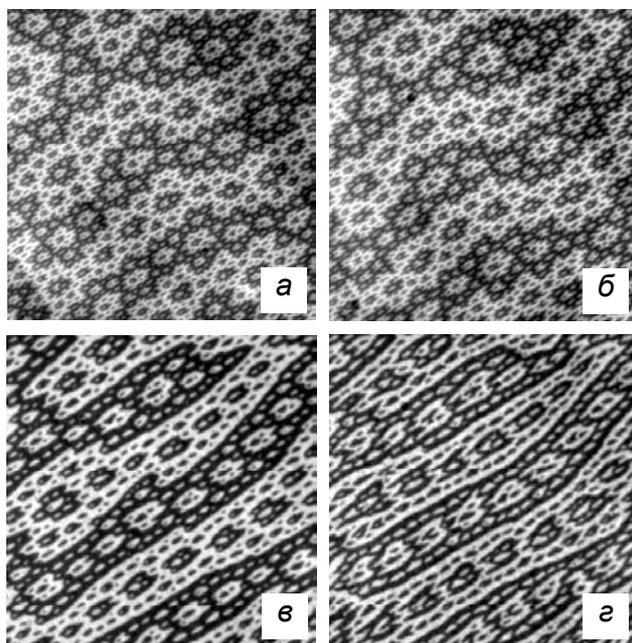


Рис. 5. Доменная структура на плоскости (100) монокристалла $ErFe_{11}Ti$. $T = 300$ (а), 125 (б), 45 (в) и 20 К (г)

Как видно из рисунка, на базисной плоскости монокристалла $ErFe_{11}Ti$ в области температур $300 > T > 125$ К (рис. 5, а, б) наблюдаются 180-градусные домены, намагниченные вдоль c -оси. С понижением температуры значительных изменений в характере ДС не происходит вплоть до температуры

около 60 К. При 50 К волнистость доменных границ, разделяющих основные домены, исчезает, и доменные границы располагаются в плоскостях типа (110). В области температур $50 > T > 4,2$ К (рис. 5, в, г) наблюдаются магнитные домены, типичные для магнетика с МКА "легкий конус". Анализ изменений ДС между 50 и 4,2 К показывает, что в этой области температур намагниченность плавно выходит из высокотемпературного легкого направления (*c*-ось), образуя магнитную структуру типа "легкий конус". Это свидетельствует о том, что спин-переориентационный фазовый переход в соединении $\text{ErFe}_{11}\text{Ti}$ является переходом второго рода.

Соединение $\text{HoFe}_{11}\text{Ti}$

Согласно магнитным измерениям, интерметаллическое соединение $\text{HoFe}_{11}\text{Ti}$ во всем температурном интервале от температуры Кюри T_c до температуры жидкого гелия 4.2 К сохраняет тип МКА легкая ось. Однако на кривых намагничивания, измеренных вдоль направления трудного намагничивания в области низких температур, обнаруживаются ориентационные переходы типа FOMP. Кроме того, выполненные впервые температурные исследования магнитной доменной структуры этого соединения демонстрируют значительные изменения картины магнитных доменов при понижении температуры (рис. 6). Из данного рисунка следует, что при температуре 7 К происходит скачкообразное изменение доменной структуры (рис. 6, е). Таким образом, вопрос о наличии ориентационного фазового перехода в соединении $\text{HoFe}_{11}\text{Ti}$ требует дальнейшей проработки.

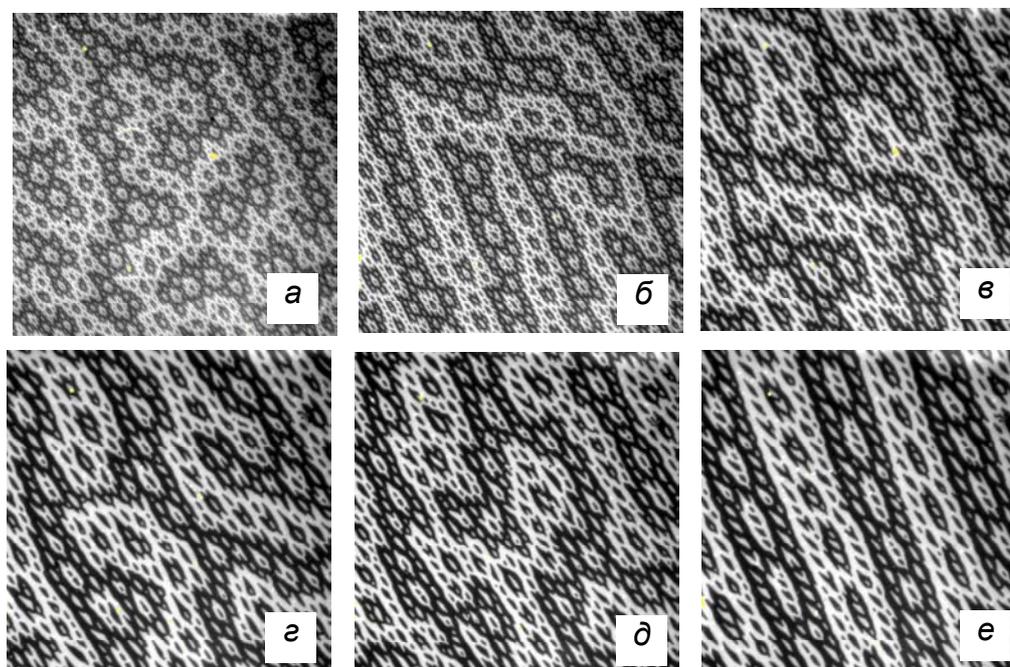


Рис. 6. Доменная структура монокристалла $\text{HoFe}_{11}\text{Ti}$. $T=300$ (а), 120 (б), 54 (в), 35 (г), 25 (д) и 7 К (е)

В заключение следует отметить, что в результате выполненных температурных исследований ДС соединений $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{R}(\text{Fe},\text{Co})_{11}\text{Ti}$ ($\text{R} = \text{Tb}, \text{Dy}, \text{Ho}, \text{Er}$) установлен характер распределения намагниченности в соединениях $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и $\text{R}(\text{Fe},\text{Co})_{11}\text{Ti}$ в диапазонах температур, соответствующих типам анизотропии легкая ось, легкий конус, легкая плоскость и метастабильных состояний, уточнены температуры и тип переходов, показана роль магнитной доменной структуры в процессах спиновой переориентации и выполнены количественные оценки влияния особенностей микроструктуры образцов на характер и температуру переходов.

Работа выполнена при поддержке грантов Президента РФ (проект НШ-205.2003.2), немецкой службы академических обменов DAAD, программы «Университеты России» (проект УР 01.01.054) и РФФИ № 02-02-16523.

Литература

1. Белов К.П., Звездин А.К., Кадомцева А.М., Левитин Р.З. Ориентационные переходы в редкоземельных магнетиках. М.: Наука, 1984.
2. Никитин С.А. Магнитные свойства редкоземельных металлов и их сплавов. М.: МГУ, 1989.
3. Pastushenkov Yu.G., Forkl A., Kronmüller H. Temperature dependence of the domain structure in $\text{Fe}_{14}\text{Nd}_2\text{B}$ single crystals during the spin-reorientation transition // *J. Magn. Magn. Mater.* 1997. V. 174. P. 278-288.
4. Pastushenkov Yu., Suponev N.P., Skokov K.P., Liakhova M.B., Forkl A., Kronmüller H. The domain structure of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ and $\text{TbFe}_{11-x}\text{Co}_x\text{Ti}$ single crystals in the spin reorientation region // *Proc. 10th Intern. Symp. Magn. Anisotropy and Coercivity in RE-Me Alloys. Dresden, 1998.* P. 191-197.
5. Пастушенков Ю.Г. Доменная структура монокристалла $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в области спин-переориентационного фазового перехода / Сб. тр. XVI Межд. школы-семинара НМММ-1998. М.: МГУ, 1998.
6. Pastushenkov Yu.G., Suponev N.P., Dragon T., Kronmüller H. The magnetic domain structure of $\text{Fe}_{14}\text{Nd}_2\text{B}$ single crystals between 135 and 4 K and the low-temperature magnetization reversal process in Fe-Nd-B permanent magnets // *J. Magn. Magn. Mater.* 1999. V. 196/197. P. 856-858.
7. Lyakhova M.B., Skokov K.P., Pastushenkov Yu.G., Suponev N.P., Ivanova T.I. DS of the $\text{Tb}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Co}_x\text{Ti}$ tetragonal magnetics with nonuniaxial magneto-crystalline anisotropy // *Proc. MISM'99. Moscow, MSU Part 2.* P. 356-359.
8. Ivanova T.I., Nikitin S.A., Tokareva T.D., Telegina I.V., Pastushenkov Yu.G., Skokov K.P., Suski W., Skourski Yu. The magnetization processes, spin reorientation transitions and magnetic domain structure in $\text{DyFe}_{10}\text{CoTi}$ single crystal // *J. Magn. Magn. Mater.* 2002. V. 238. P. 215-220.
9. Pastushenkov Y.G. Magnetic domain structure and spin reorientation process // *Z. Metallkunde.* 2002. V. 10. P. 991-996.
10. Лебедева Л.В., Скоков К.П., Пастушенков Ю.Г., Иванова Т.И. ДС и ориентационные фазовые переходы в монокристаллах интерметаллических соединений RFe_xTi ($\text{R} = \text{Er}, \text{Ho}$) / Сб. тр. XIX Межд. школы-семинара НМММ-2004. М.: МГУ. 2004. С. 801-803.