

УДК 537.61; 537.611.3

ОСОБЕННОСТИ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ СОЕДИНЕНИЙ RFeTi (R=Tb,Dy) С ВЫСОКИМ СОДЕРЖАНИЕМ ЖЕЛЕЗА

А.Г. Грушичев, М.Б. Ляхова, Е.М. Семенова

Тверской государственный университет,
кафедра магнетизма

При исследовании доменной структуры (ДС) сплавов $R_3(Fe,Ti)_{29}$ ($R = Tb, Dy$) и монокристаллов на их основе наблюдались релаксационные процессы, сопровождающиеся перестройкой ДС при неизменных внешних условиях в отсутствие внешнего магнитного поля. Высказано предположение, что данное явление может быть связано с магнитоупругими эффектами, возникающими при механическом воздействии на поверхность наблюдения.

Соединения $R_3(Fe,Ti)_{29}$, имеющие моноклинную структуру, впервые были обнаружены в 1992 г. [1] в системе сплавов Nd-Fe-Ti. В течение последних лет появились сообщения о получении таких соединений и в других системах R-Fe-Ti ($R=Y, Ce, Pr, Sm, Gd, Tb, Dy$) [2–5]. Эти сплавы представляют интерес не только с точки зрения материалов, перспективных для применения в постоянных магнитах, но и с точки зрения фундаментальных физических свойств, так как демонстрируют сложное магнитное поведение, включающее наличие спин-переориентационных переходов и процессы намагничивания первого рода (FOMP – first order magnetization processes).

В качестве объектов исследования в данной работе были выбраны составы $R_3(Fe,Ti)_{29}$ ($R = Tb, Dy$). Впервые эти материалы были синтезированы и описаны в работах [2] и [3]. Однако все исследования были выполнены на поликристаллических образцах, содержащих от 10 до 40% вторых фаз, таких, как $R(Fe,Ti)_{12}$, $R_2(Fe,Ti)_{17}$, Fe_2Ti и α -Fe. Очевидно, что магнитные измерения, выполненные на поликристаллических образцах, могут значительно отличаться от результатов, полученных на монокристаллах тех же соединений. Пример подобного несоответствия наглядно продемонстрирован в работе [5], где было показано, что спин-переориентационный переход, наблюдаемый в фазе $R_3(Fe,Ti)_{29}$ ($R = Ce, Pr, Nd$) на поликристаллических образцах отсутствует на монокристаллах того же состава, что объясняется присутствием незначительного количества фазы 1:12 в исходных сплавах.

Поэтому на первом этапе была отработана методика получения монокристаллических образцов. Исходные сплавы приготавливались из высокочистых материалов методом индукционной плавки в атмосфере аргона. Рентгеноструктурный анализ полученных слитков показал присутствие фазы со структурой $ThMn_{12}$. Монокристаллы выращивались из расплава по режиму: нагрев до температуры плавления, выдержка в течение 30–60 мин., охлаждение до температуры ниже температуры плавления на 50–150°, выдержка в течение 12 ч. с последующим охлаждением. В результате в центральной части слитка формировались монокристаллы, которые имели форму вытянутых четырехгранных столбиков длиной до 5 мм с c -осью, направленной вдоль наибольшей грани. Образцы ориентировались методом Лауэ.

Наблюдение доменной структуры (ДС) проводилось на поляризационном металлографическом микроскопе НЕОРНОТ-30 методом полярного эффекта Керра, магнитного коллоида (Акулова–Биттера) и с помощью безгистерезисной пленки феррита–граната, у которой в отсутствие внешнего поля намагниченность лежит в плоскости пленки. Приготовление шлифов производилось методом механической полировки на алмазных пастах в сочетании с электролитической полировкой поверхности.

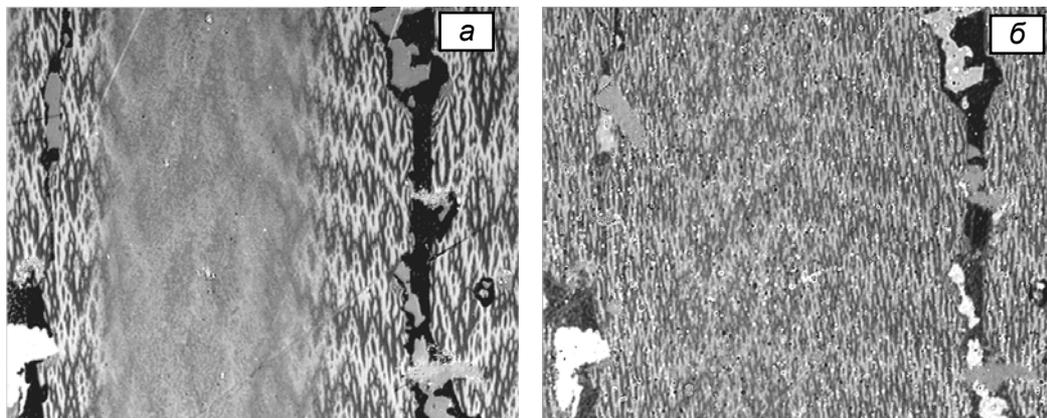


Рис. 1. Доменная структура, выявленная на поверхности образца сплава $Tb_3Fe_{27}Ti_3$ методом полярного эффекта Керра: *a* – после механической полировки поверхности; *б* – после нагревания

Ранее в работе [6] упоминалось о некоторых особенностях ДС структуры, выявленной на поверхности сплавов $R_3(Fe,Ti)_{29}$ ($R = Tb, Dy$), а именно: при наблюдении на базисной плоскости шлифов в центральной части зерен присутствовали области с «размытой» ДС, в которых ее очертания едва проступают через некую «завесу» (рис. 1, *a*). Это явление впервые было обнаружено на образцах, подвергнутых механической полировке. Применение других методов полировки никак не повлияло на качество изображения ДС. Было высказано предположение, что наличие этих областей связано с локальными напряжениями, возникающими на поверхности шлифа при обработке поверхности. В его пользу свидетельствует тот факт, что соединения с Tb и Dy относятся к группе материалов с высоким значением констант магнитострикции. Нагрев шлифа до температуры выше $100\text{ }^\circ\text{C}$ позволил снять напряжения, вызванные механическим воздействием алмазных паст на поверхность, и восстановить равновесную ДС, типичную для образцов с анизотропией типа «легкая ось» (рис. 1, *б*). На этой микрофотографии видно, что область, в которой ранее наблюдалась «размытая» структура, заполнена ДС типа «звездочки». Качество изображения хуже, чем на предыдущем снимке, из-за того, что в результате нагрева на поверхности шлифа появились продукты окисления. Окисленный слой не был удален, т.к. это могло привести к повторным напряжениям поверхности.

Изучение этого явления было продолжено на монокристаллических образцах $Tb_3(Fe,Ti)_{29}$ и $Dy_3(FeTi)_{29}$. На рис. 2 и 3 представлена ДС, выявленная

методом полярного эффекта Керра на базисной плоскости образцов. Видно (рис. 2, а, 3, а), что на снимках, сделанных сразу после механической полировки ДС не выявляется. Керровский контраст отсутствует, из чего можно предположить, что намагниченность лежит в плоскости шлифа. С помощью безгистерезисной пленки феррита–граната, которая позволяет визуализировать поля рассеяния не только поверхностных доменов, но и более глубоких слоев образца, были получены картины ДС типа «звездочки», что указывает на то, что магнитная структура объема образца имеет тип анизотропии «легкая ось», а изменения магнитной структуры, вызванные механической полировкой, имеют место только в тонком приповерхностном слое.

В процессе работы было обнаружено, что картины ДС имеют свойство значительно изменяться с течением времени при неизменных внешних условиях в отсутствие магнитных полей. В связи с этим мы провели отдельные исследования, направленные на изучение этого явления.

Картины ДС фиксировались через разные промежутки времени. Съемка производилась с одного и того же участка шлифа, чтобы иметь возможность провести сравнительный анализ доменной структуры на разных этапах ее преобразования. На рис. 2, а и 3, а представлены микрофотографии, полученные через короткое время после механической полировки поверхности. Видно, что методом полярного эффекта Керра ДС не выявляется. В то же время с помощью пленки феррита–граната выявляется структура замыкающих доменов, типичная для базисной плоскости одноосных магнетиков. Можно сделать вывод, что на поверхности образца образовался слой, в котором намагниченность параллельна базисной плоскости образца.

Последующие преобразования магнитной структуры на поверхности образца фиксировались через произвольные интервалы времени до восстановления равновесной одноосной ДС. Видно (рис. 2, 3), что с течением времени основная ДС как бы «выходит» на поверхность, постепенно проступая через наведенный поверхностный слой. При этом первыми проступают контуры основных доменов (на рис. 2, б можно наблюдать лабиринтную ДС), что соответствует максимальным полям рассеяния, а затем становятся различимыми контуры замыкающих доменов («звездочек») (рис. 2, в–д, 3, в–д). Заполнение поверхностного слоя одноосной ДС всегда начинается на границе зерна или монокристалла и заканчивается в его центральной части. Подобная закономерность может быть связана с наличием тонкой микроструктуры в центральной части зерен, реализованной на наноуровне. Дефекты поверхности, приобретенные в процессе полировки (например, царапины), никак не влияют на этот процесс, т.е. не становятся центрами образования дополнительных доменов. Это подтверждает предположение о том, что восстановление магнитной структуры приповерхностного слоя происходит последовательно из объема образца к поверхности наблюдения. Т.е. магнитная структура, наведенная на поверхности шлифа в результате механической полировки, постепенно вытесняется равновесной магнитной структурой, характерной для всего объема образца. Таким образом, имеют место релаксационные процессы, направленные на восстановление «одноосной» анизотропии тонкого поверхностного слоя, сопровождающиеся преобразованием ДС.

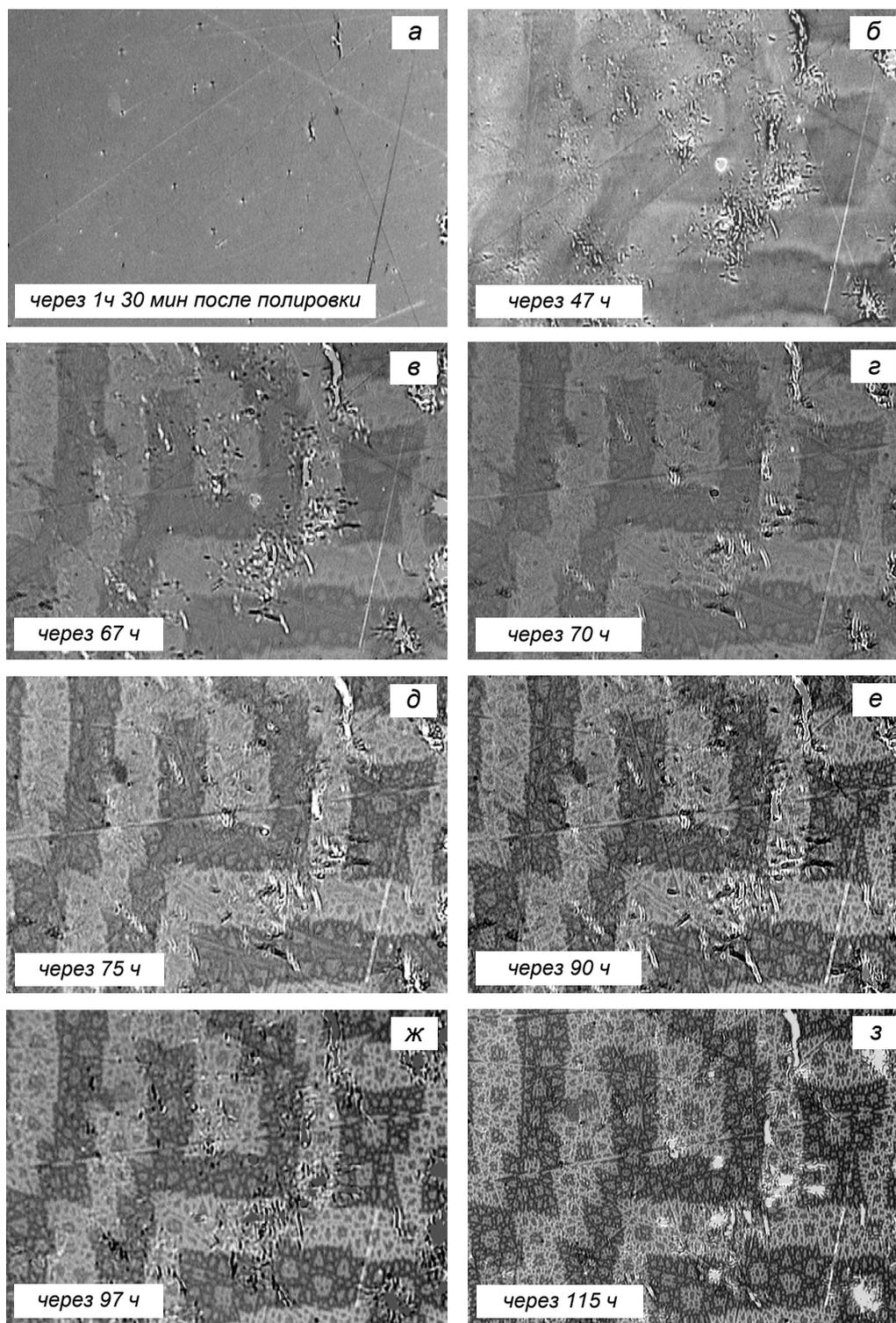


Рис. 2. Перестройка ДС на базисной плоскости $Dy_{1.08}Fe_{10.56}Ti_{1.47}$ с течением времени (объектив $\times 25$, окуляр $\times 8$)

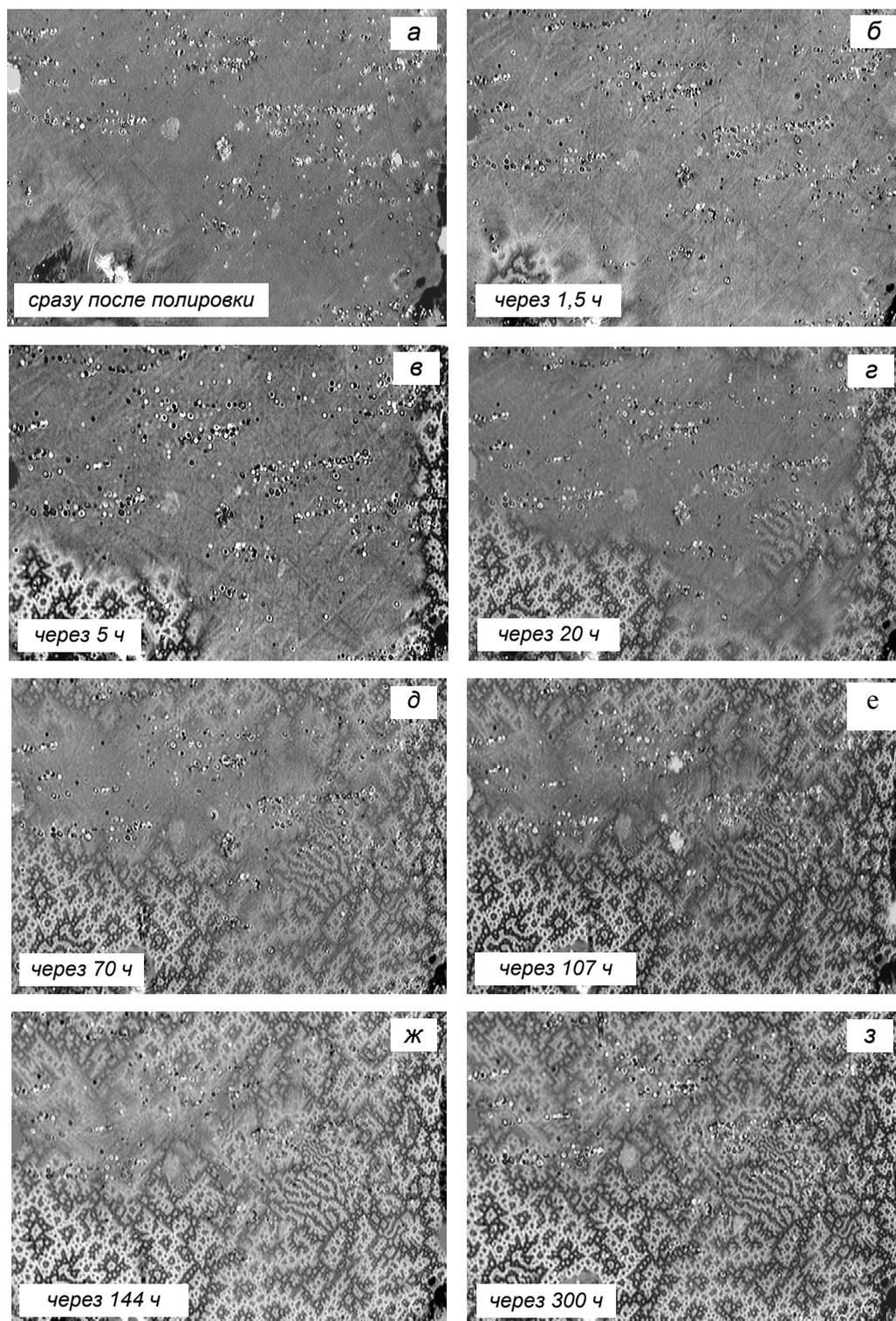


Рис. 3. Перестройка ДС на базисной плоскости $\text{Du}_{1.08}\text{Fe}_{10.56}\text{Ti}_{1.47}$ с течением времени (объектив $\times 25$, окуляр $\times 8$)

Время, необходимое для восстановления равновесной доменной структуры на поверхности и, следовательно, для изменения типа анизотропии приповерхностного слоя образца составляет приблизительно 115 ч. для состава $Dy_3(Fe,Ti)_{29}$ и 300 ч. для $Tb_3(Fe,Ti)_{29}$. Следует отметить, что время релаксации зависит не только от химического состава материала, но и заметно отличается для образцов одной серии, что возможно связано с размерами образца, а также способом и длительностью обработки поверхности.

Можно предположить, что в результате механического воздействия на поверхность шлифа возникли сильные магнитоупругие эффекты в тонком поверхностном слое образца, вследствие чего в этом слое изменился тип анизотропии от «легкой оси» к «легкой плоскости». В этом случае, стадии постепенного восстановления основной («одноосной») ДС образца от «лабиринтов» до «звездочек» можно объяснить тем, что наведенный слой, намагниченность которого лежит в плоскости шлифа, выполняет ту же роль, что и пленка феррита–граната, являясь индикатором размагничивающих полей магнитной доменной структуры образца. Когда толщина наведенного слоя начинает уменьшаться, то выявляются основные домены (лабиринты), поля рассеяния которых пересекают слой. При дальнейшем уменьшении толщины слоя можно наблюдать появление замыкающих доменов с малыми полями рассеяния.

Таким образом, небольшие механические напряжения исследуемых соединений могут приводить к изменению типа анизотропии с одноосной на анизотропию «легкая плоскость». Данный эффект наглядно демонстрирует влияние внешних воздействий на тип МКА магнетиков с конкурирующими вкладками РЗМ и $3d$ -подрешеток в результирующую магнитокристаллическую анизотропию.

Работа выполнена при поддержке гранта Президента РФ (проект НШ-205.2003.2) и грантов РФФИ № 05-02-17197 и 05-02-16361.

Список литературы

1. Collocott S.J., Day R.K., Dunlop J.B., Davis R.L. //Proc. 7th Intern. Symp. Magnetic Anisotropy and Coercivity in R-T Alloys. Canberra, July 1992. P. 437–453.
2. Ibarra M.R., Morellon L., Blascot J., Pareti L., Algarabel P.A., Garcia J., Albertini F., Paoluzi A., Turilli G. Structural and magnetic characterization of the new ternary phase $Tb_3(Fe_{1-x}Ti_x)_{29}$ //J. Phys.: Condens. Matter. 1994. V. 6. L717–L723.
3. Margarian A., Hong-Shuo Li, Dunlop J.B., Cadogan J.M. Structural and magnetic properties of the novel compound $Dy_3(Fe,Ti)_{29}$ //J. Alloys and Comp. 1996. V. 239. P. 27–30.
4. Hu G., Rao G., Qiao Z., Liang J., Tang W., Shen B. Structure and magnetic properties of $Gd_3(Fe_{1-x}Ti_x)_{29}$ ($x = 0,011–0,034$) //J. Alloys and Comp. 1998. V. 270. P. 47–52.
5. Mendoza W.A., Shaheen S.A. Magnetic properties of as-grown $R_3(Fe,Ti)_{29}$ crystals (R= Ce, Pr, Nd) //J. Magn. Magn. Mater. 1999. V. 195. P. 136–140.
6. Грушичев А.Г., Хохолков А.Г. Магнитные свойства соединений R-Fe-Ti (R = Y, Dy, Tb) в области гомогенности //Вестник ТвГУ. Сер. Физ. 2004. № 4(6). С. 5–10.