

## ФИЗИКА МАГНИТНЫХ ЯВЛЕНИЙ

УДК 537.622; 537.611.3

### МАГНИТНАЯ ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА МОНОКРИСТАЛЛОВ

#### DyFe<sub>11</sub>Ti

Ю.Г. Пастушенков<sup>1</sup>, Х. Бартоломе<sup>2</sup>, А. Ларреа<sup>2</sup>, К.П. Скоков<sup>1</sup>, Т.И. Иванова<sup>3</sup>,  
М.Б. Ляхова<sup>1</sup>, Е.М. Семенова<sup>1</sup>, Л.В. Лебедева<sup>1</sup>, А.Г. Грушичев<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Тверской государственный университет,  
*кафедра магнетизма*

<sup>2</sup>Сарагосский университет (Испания)

<sup>3</sup>Московский государственный университет,  
*кафедра общей физики*

Исследована магнитная доменная структура (ДС) на плоскостях (110), (001) и произвольно ориентированных поверхностях монокристаллов DyFe<sub>11</sub>Ti в широком диапазоне температур от комнатной до 4,2 К. Изучено влияние магнитоупругого вклада в энергию анизотропии и отклонений от стехиометрии 1:12 на характер ДС и ориентационные фазовые переходы.

Магнитные свойства и спин-переориентационные фазовые переходы (СПП) в интерметаллическом соединении DyFe<sub>11</sub>Ti исследовались достаточно широко [1–10]. Было установлено, что плавное отклонение оси легкого намагничивания от кристаллографического направления [001] начинается при температурах спин-переориентационного фазового перехода второго рода  $T_{SR1} \approx 200$  К [1] или  $T_{SR1} \approx 220$  К [3]. Более точный анализ на основе экстраполяции зависимости квадрата угла отклонения намагниченности  $\theta$  от оси [001] как функции температуры  $T$  дал значение температуры фазового перехода  $T_{SR1} = 191$  К [6]. Согласно работе [2], второй фазовый переход в соединении DyFe<sub>11</sub>Ti наблюдается при  $T_{SR2} = 58$  К [6] и является переходом первого рода, при котором вектор намагниченности скачком переходит от угла  $\theta = 40^\circ$  к  $\theta = 90^\circ$ . Другой взгляд на низкотемпературный фазовый переход представлен в работе [3]: при температуре  $T_{SR2} \approx 120$  К изменяется наклон кривой  $\theta(T)$ , что свидетельствует о фазовом переходе второго рода, однако угол  $\theta$  не достигает  $90^\circ$ ; его максимальное значение составляет  $80^\circ$ . В результате детального анализа температурной зависимости угла  $\theta$  в работе [5] интерпретация низкотемпературного СПП, данная в [3], была названа ошибочной, а фазовый переход отнесен к переходам первого рода. Было установлено наличие двух фаз, соответствующих минимумам энергии анизотропии, в которых угол  $\theta_1 = 40^\circ$  и  $\theta_2 = 90^\circ$ . Минимума энергии при промежуточных значениях  $\theta$  в этой работе не обнаружено. В [5] также высказано предположение о том, что механизм фазового перехода обусловлен дипольным магнитным взаимодействием. Альтернативная модель фазовых переходов в соединении DyFe<sub>11</sub>Ti, достаточно хорошо согласующаяся с большинством экспериментальных результатов, опирается на возможность изменения магнитных свойств соединения DyFe<sub>11</sub>Ti при отклонении стехиометрии соединения от номинальной [10].

Цель настоящей работы – исследовать причины противоречивости данных о типе и температурах СПП в соединениях  $DyFe_{11}Ti$ , полученных различными научными группами. Для ответа на этот вопрос наряду с традиционными методами магнитных измерений в работе использованы низкотемпературные наблюдения магнитной доменной структуры (ДС).

Исследовались три образца соединения  $DyFe_{11}Ti$ : монокристалл, выращенный методом Чохральского в Естественнонаучной лаборатории г. Амстердам [4] (образец 1), и монокристаллы, препарированные из крупнозернистых сплавов, полученных медленным охлаждением в Межвузовской лаборатории постоянных магнитов ТвГУ [9] (образцы 2 и 3).

Магнитная доменная структура (ДС) образца 1, выявленная методом порошковых фигур при комнатной температуре, показана на рис. 1. ДС образцов 2 и 3 выявлялась методом полярного эффекта Керра [11].

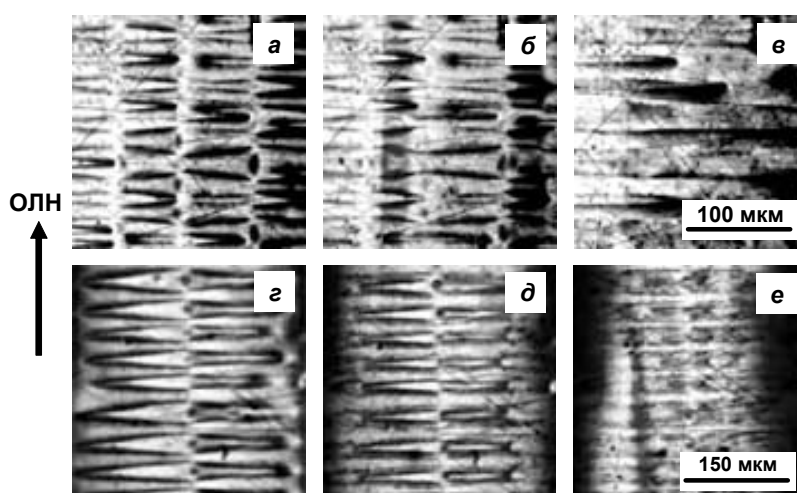


Рис. 1. Доменная структура на плоскости (110) монокристалла  $DyFe_{11}Ti$  (образец 1).  $H = 0$  (а, с);  $H \parallel$  ОЛН (б, в);  $H \perp$  ОЛН (д, е);  $H(\text{б}, \text{д}) < H(\text{в}, \text{е})$ .  $T = 293$  К

В образце 1 на плоскости (110) видны полосовые домены, ориентированные вдоль оси легкого намагничивания (ОЛН), которой при комнатной температуре является тетрагональная ось  $c$  (направление [001]) (рис. 1). Однако выявляются также и замыкающие домены, намагниченность которых перпендикулярна ОЛН. Это подтверждается их поведением в магнитном поле, параллельном (рис.1, б, в) и перпендикулярном (рис.1, д, е)  $c$ -оси. В одноосном магнетике на поверхности (110) замыкающие домены возникать не должны, так как в этом случае намагниченность лежит в плоскости образца. Особенности ДС, показанной на рис. 1, можно объяснить, допустив наличие в поверхностном слое образца комбинированной магнитокристаллической анизотропии (МКА), например, сосуществование ОЛН и плоскости осей легкого намагничивания.

Расположение границ основных доменов в объеме монокристалла и доменов на его поверхности для этого случая показано на рис. 2. Как следует из рисунка, границы основных доменов расположены между зигзагообразными

границами доменов в поверхностном слое образца. Тот факт, что поверхностная ДС обусловлена напряженным состоянием поверхностного слоя образца, с очевидностью следует из наблюдений ДС монокристалла  $Du_{1,08}Fe_{10,56}Ti_{1,47}$ , результаты которых приведены на рис. 3.

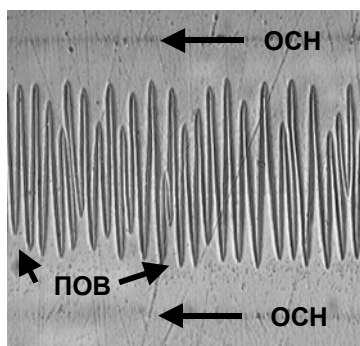


Рис. 2. Доменная структура на плоскости (110) монокристалла  $DyFe_{11}Ti$ . Стрелками «ОСН» показано положение доменных границ, разделяющих основные 180-градусные полосовые домены в объеме образца. Стрелками «ПОВ» отмечена граница доменов, возникающих в напряженном поверхностном слое

Как видно из этого рисунка, поверхностная ДС с зигзагообразными границами наблюдается непосредственно после механической полировки поверхности образца (рис. 3, а). С течением времени неравновесная ДС на поверхности образца исчезает и в образце выявляется полосовая ДС, характерная для высокоанизотропного одноосного магнетика (рис. 3, б).

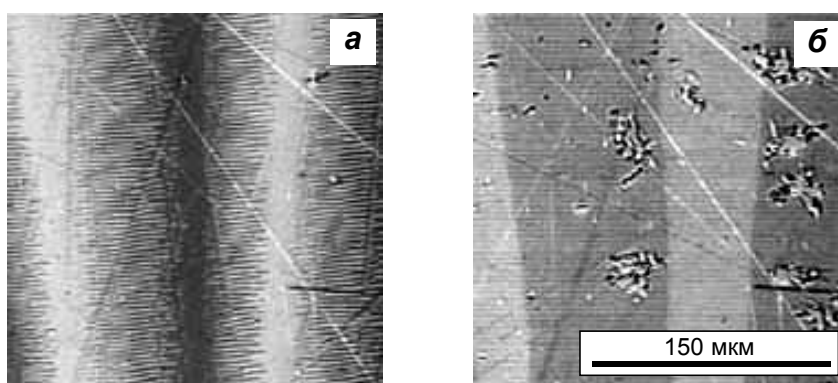


Рис. 3. Доменная структура образца  $Du_{1,08}Fe_{10,56}Ti_{1,47}$  сразу после механической полировки (а) и спустя 48 часов (б) (полярный эффект Керра)

На рис. 4 и 5 показана перестройка ДС на базисной (рис. 4) и произвольной плоскости (рис. 5) образцов 2 и 3 при понижении температуры в области СПП. Рис. 4, а соответствует типу МКА «ось легкого намагничивания» (ОЛН), рис. 4, б – конусу осей легкого намагничивания (ЛК), рис. 4, в – плоскости осей легкого намагничивания (ЛП). Первое значительное изменение ДС происходит при  $T = 260$  К.

Это изменение аналогично обнаруженному ранее в монокристалле  $Nd_2Fe_{14}V$  в области фазового перехода ЛО–ЛК [12]. Второе существенное изменение ДС происходит между 155 и 110 К. При более низких температурах

значительных изменений не наблюдается. Отметим, что изменение ДС, соответствующее фазовому переходу ОЛН–ЛК происходит при более высокой температуре, чем это следует из данных магнитных измерений. Кроме того, в отдельных участках образца при комнатной температуре наблюдается ДС, соответствующая начальной стадии перехода ОЛН–ЛК. Этот факт можно связать с наличием напряжений в поверхностном слое образца. При низких температурах магнитоэластические деформации могут вызывать появление в образце с плоскостным типом МКА областей, намагниченных под углом к плоскости (001). Эти области имеют на рис. 4, *e* более высокий керровский контраст.

В образце 3 в области высокотемпературного фазового перехода изменений характера ДС не обнаружено (рис. 3, *a, б*), в то время как в районе низкотемпературного СПП такие изменения происходят (рис. 3, *в–д*). Ниже 120 К ДС практически не меняется (рис. 3, *д–е*). В этой области температур границы доменов имеют зигзагообразный вид, что свойственно доменным структурам в материалах с высоким уровнем напряжений.

Это согласуется с данными о том, что магнитоэластичность соединения  $\text{DyFe}_{11}\text{Ti}$  высока и имеет аномалии в области СПП и температуры Кюри [3; 13; 16]. Таким образом, в образце 2 в области низких температур сосуществуют области, ДС которых соответствуют разным типам МКА (ЛП и ЛК), что наблюдалось нами ранее на монокристалле  $\text{DyFe}_{10}\text{CoTi}$  [11]. В образце 3 этого не наблюдается.

Важной особенностью соединений  $\text{RFe}_{11}\text{Ti}$  является широкая область гомогенности фазы со структурой  $\text{ThMn}_{12}$ . При исследовании системы  $\text{R}_3\text{Fe}_{29-x}\text{Ti}_x$  нами было показано [17], что температуры СПП могут значительно смещаться при изменении состава соединения, в то время как его структура  $\text{ThMn}_{12}$  не меняется. Это наглядно показывают особенности температурной перестройки ДС монокристалла  $\text{Dy}_3\text{Fe}_{26}\text{Ti}_3$  (рис. 6). По данным рентгеноструктурного и термического магнитного анализов данный монокристалл является однофазным и имеет структуру  $\text{ThMn}_{12}$ .

При рассмотрении ДС на базисной плоскости монокристалла  $\text{Dy}_3\text{Fe}_{26}\text{Ti}_3$  уже при комнатной температуре можно выделить области В с пониженным керровским контрастом по сравнению с областями А (рис. 6, *a*). ДС в областях В соответствует начальной стадии процесса спиновой переориентации типа ОЛН–ЛК. Различия становятся более заметными при понижении температуры образца. Рис. 6, *б* показывает ДС того же участка кристалла при  $T = 100$  К. Видно, что области А имеют ДС, характерную для магнетиков с МКА типа ЛК, а в областях В наблюдается ДС, свойственная МКА типа ЛП.

Изучение поведения ДС во всем температурном интервале магнитного упорядочения соединения  $\text{Dy}_3\text{Fe}_{26}\text{Ti}_3$  позволяет сделать вывод, что области А имеют только один СПП при  $T_{\text{SR1A}} = 120$  К, а области В характеризуются двумя СПП при  $T_{\text{SR1B}} = 175$  К и  $T_{\text{SR2B}} = 125$  К. Магнитные измерения в этом случае показывают наличие двух СПП: при  $T_{\text{SR1}} = 275$  К и  $T_{\text{SR2B}} = 125$  К.

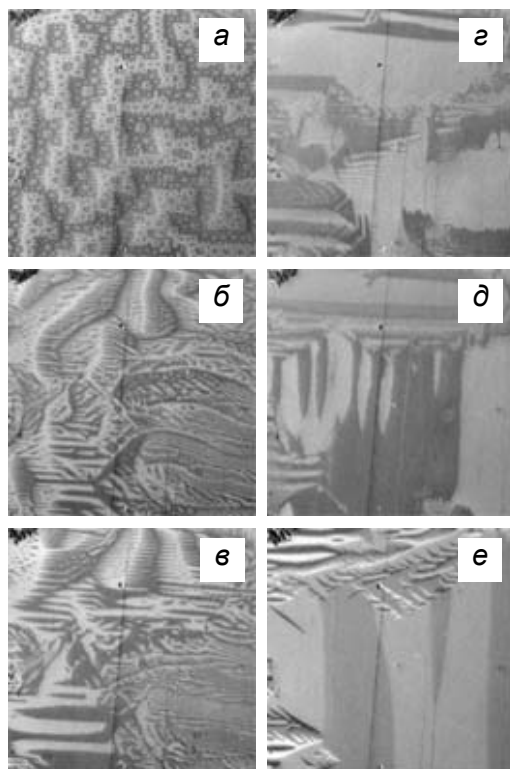


Рис. 4. ДС на плоскости (001) монокристалла  $\text{DyFe}_{11}\text{Ti}$  (образец 2) в области СПП:  $T = 290$  (а), 260 (б), 245 (в), 218 (г), 195 (д) и 9 К (е). Полярный эффект Керра

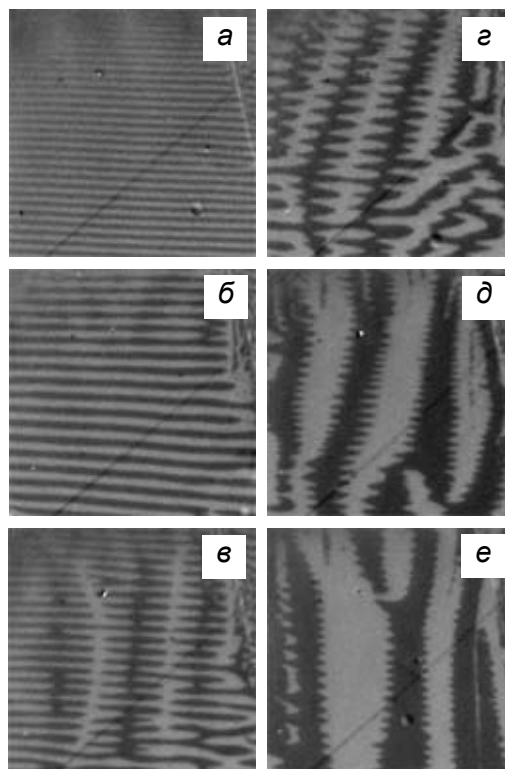


Рис. 5. ДС на произвольно ориентированной плоскости монокристалла  $\text{DyFe}_{11}\text{Ti}$  (образец 3) в области СПП:  $T = 309$  (а), 195 (б), 150 (в), 135 (г), 100 (д) и 68 К (е). Полярный эффект Керра

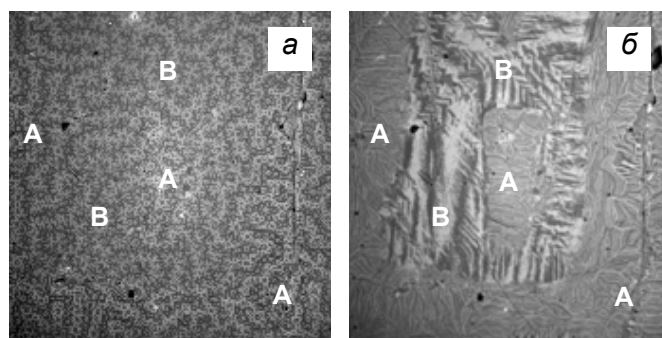


Рис. 6. ДС на базисной плоскости монокристалла  $\text{Dy}_3\text{Fe}_{26}\text{Ti}_3$ .  $T = 290$  К (а), 100 К (б)

Таким образом, результаты температурных исследований ДС показывают, что отклонения от стехиометрии 1:12 и упругие напряжения следует принимать во внимание при анализе процессов спиновой переориентации в соединениях типа  $\text{RFe}_{11}\text{Ti}$ .

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. Hu B.-P., Li H.-S., Gavigan J.P., Coey J.M.D. Intrinsic magnetic properties of the iron-rich ThMn<sub>12</sub>-structure alloys RFe<sub>11</sub>Ti //J. Phys. Cond. Matter. 1989. V. 1. P. 755–770.
2. Hu B.-P., Li H.-S., Coey J.M.D., Gavigan J.P. Magnetization of a DyFe<sub>11</sub>Ti single crystal //Phys. Rev. B. 1990. V. 41. P. 2221–2228.
3. Andreev A.V., Bartashevich M.I., Kudrevatykh N.V., Razgonyaev S.M., Sigaev S.S., Tarasov E.N. Magnetic and magnetoelastic properties of DyFe<sub>11</sub>Ti single crystals //Physica B. 1990. V. 167. P. 139–144.
4. García L.M., Bartolomé J., Algarabel P.A., Ibarra M.R., Kuz'min M.D. Spontaneous and field induced spin reorientation transitions of DyFe<sub>11</sub>Ti single crystal //J. Appl. Phys. 1993. V. 73. P. 5908–5910.
5. Algarabel P.A., Ibarra M.R., Bartolomé J., García L.M., Kuz'min M.D. Magnetic anisotropy and magnetic phase transitions in a DyFe<sub>11</sub>Ti single crystal //J. Phys. Cond. Matter. 1994. V. 6. P. 10551–10566.
6. Bartolomé J. In Interstitial Intermetallic Alloys, V. E-281 of NATO ASI, Ser. E: Physics, ed. by G.J. Long, F. Grandjean, and K.H.J. Buschow (Kluwer, Dordrecht, 1995), Ch. 24, p. 601.
7. Boltich E.B., Ma B.M., Zhang L.Y., Pourarian F., Malik S.K., Sankar S.G., Wallace W.E. Spin reorientations in RTiFe<sub>11</sub> systems (R = Tb, Dy and Ho) //J. Magn. Magn. Mater. 1989 V. 78. P. 364–370.
8. Guslenko K.Yu., Cou X.C., Groessinger R. Magnetic anisotropy and spin-reorientation transitions in RFe<sub>11</sub>Ti (R = Nd, Tb, Dy, Er) rare-earth intermetallics //J. Magn. Magn. Mater. 1995. V. 150. P. 383–392.
9. Tereshina I.S., Nikitin S.A., Skokov K.P., Pastushenkov Yu.G. //Proc. MISM. 1999. Part 2. P. 364.
10. Kuzmin M.D., García L.M., Artigas M., Bartolomé J. AC susceptibility of a DyFe<sub>11</sub>Ti single crystal //Phys. Rev. B. 1996. V. 54. P. 4093–4100.
11. Ivanova T.I., Nikitin S.A., Tokoreva D.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<sub>10</sub>CoTi single crystal //J. Magn. Magn. Mater. 2002. V. 238. P. 215–220.
12. Pastushenkov Yu., Forkl A., Kronmueller H. Temperature dependence of the domain structure in Fe<sub>14</sub>Nd<sub>2</sub>B single crystals during the spin-reorientation transition //J. Magn. Magn. Mater. 1997. V. 174. P. 278–288.
13. Nikitin S.A., Tereshina I.S., Pankratov N.Yu. Magnetostriction in the vicinity of spin-reorientation phase transitions in single crystal DyFe<sub>11</sub>Ti //Phys.Sol. St. 1999. V. 41. P. 1508.
14. Zubenko V.V., Tereshina I.S., Telegina I.V., Tereshina E.A., Luchev D.O., Pankratov N.Yu. Specific features in thermal expansion of RFe<sub>11</sub>Ti single crystals //Phys. Sol. St. 2001. V. 43. P. 1273.
15. Hubert A. Der Einfluß der Magnetostriktion auf die magnetische Bereichsstruktur einachsiger Kristalle, insbesondere des Kobalts //Phys. Stat. Sol. 1967. V. 22. P. 709.
16. НИКИТИН С.А., ИВАНОВА Т.И., ПАНКРАТОВ Н.Ю., ПАСТУШЕНКОВ Ю.Г., СКОКОВ К.П. Спин-переориентационные переходы и доменная структура в монокристаллах соединений TbFe<sub>11-x</sub>Co<sub>x</sub>Ti //Физ. тверд. тела. 2005. Т. 47, вып. 3. С. 501–505.
17. Skokov K., Grushichev A., Khokholkov A., Pastushenkov Yu., Pankratov N., Ivanova T., Nikitin S. Structural and magnetic properties of R<sub>3</sub>F<sub>29-x</sub>Ti<sub>x</sub> alloys and R<sub>3</sub>Fe<sub>33-x</sub>Ti<sub>3</sub> single crystals, R = Y, Gd, Tb, Dy, Ho, Er //J. Magn. Magn. Mater. 2005. V. 290–291. P. 647–650