

05

Зависимость коэрцитивной силы от скорости развертки магнитного поля в сплавах (PrDy)(FeCo)B

© Е.И. Куницына¹, О.В. Коплак¹, В.В. Кучеряев², Д.В. Королев², В.П. Пискорский²,
А. Безверхний³, Р.Б. Моргунов^{1–3,¶}

¹ Институт проблем химической физики РАН,
Черноголовка, Россия

² Всероссийский институт авиационных материалов,
Москва, Россия

³ Тамбовский государственный технический университет,
Тамбов, Россия

¶ E-mail: morgunov2005@yandex.ru

(Поступила в Редакцию 31 января 2017 г.)

В спеченных магнитах $(Pr_{1-x}Dy_x)_{13}(Fe_{1-y}Co_y)_{79}B_8$ обнаружена зависимость коэрцитивной силы от среднего времени записи петли гистерезиса. Установлено, что в диапазоне средней скорости заметания петли гистерезиса $1.1 \cdot 10^2 - 3 \cdot 10^5$ Ое/мин коэрцитивная сила увеличивается с ее ростом на 22%, подчиняясь логарифмической зависимости от скорости прохождения петли с насыщением при малых скоростях. Методом магнитной силовой микроскопии установлены изменения доменной структуры, вызываемые магнитным полем в процессе намагничивания.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 11.1 „Термостабильные магнитотвердые материалы и математические модели расчета их температурных характеристик для навигационных приборов нового поколения“ („Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 г.“) и при поддержке гранта 3.1992.2017/ПЧ в рамках конкурса научных проектов, выполняемых научными коллективами исследовательских центров и (или) научных лабораторий образовательных организаций высшего образования.

DOI: 10.21883/FTT.2017.08.44751.24

1. Введение

Магнитожесткие магнитные сплавы RE–TM–B (RE — редкоземельный металл, TM — переходный металл) в настоящее время широко используются в различных устройствах благодаря большой величине их максимального энергетического произведения $(BH)_{\max}$, где B — индукция магнитного поля, пропорциональная остаточной намагниченности M_{rem} , а H — напряженность магнитного поля, пропорциональная коэрцитивной силе H_c [1]. По этой причине усовершенствование постоянных магнитов в основном сводится к попыткам увеличения двух упомянутых величин (коэрцитивной силы и остаточной намагниченности). В технологиях изготовления постоянных магнитов считается значительным успехом увеличение одной из них на 10–20%. В то же время величины M_{rem} и H_c зависят от метода их измерения. В частности, в различных типах магнитов величина коэрцитивной силы зависит от времени прохождения петли магнитного гистерезиса [2–4], которое может варьироваться от нескольких секунд до нескольких часов. Это явление обусловлено конкуренцией между магнитной релаксацией, которая успевает частично протекать во время записи петли гистерезиса, и процессом намагничивания-размагничивания, который определяется динамикой зарождения обратной фазы и скоростью движения доменных стенок. Магнитная

релаксация определяется динамикой зарождения фазы обратной намагниченности и временем ожидания открепления доменных стенок от препятствий. Количественной мерой магнитной релаксации является магнитная вязкость $S = dM/d \ln t$, которая характеризует временную зависимость намагниченности M для случая равномерного распределения потенциальных барьеров размагничивания по высоте. Магнитная релаксация в ферромагнитных материалах определяет результат измерения магнитного момента и зависит от длительности этого измерения, что редко принимается во внимание и обсуждается в литературе. В частности, релаксация влияет на параметры петли магнитного гистерезиса в зависимости от времени ее заметания, температуры и других условий эксперимента. Магнитный гистерезис записывается различными методами (с помощью эффекта Керра, в импульсном и переменном магнитном поле, на вибро- или СКВИД-магнитометрах и др.). Все эти методы характеризуются различной длительностью прохождения петли гистерезиса в диапазоне от нескольких секунд до нескольких часов. В этом же диапазоне лежат и времена релаксации в сплавах RE–TM–B в зависимости от приложенного магнитного поля и температуры, как показано в наших работах [5–8]. Поэтому можно ожидать, что в магнитожестких магнитах семейства RE–TM–B, где магнитная вязкость в значительной степени определяет намагниченность,

коэрцитивная сила также будет зависеть от скорости заметания магнитного поля при получении петли магнитного гистерезиса. Цель настоящей работы заключается в установлении степени чувствительности коэрцитивной силы к скорости развертки магнитного поля при прохождении петли гистерезиса в спеченных магнитах $(\text{Pr}_{1-x}\text{Dy}_x)_{13}(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{79}\text{B}_8$, а также в установлении взаимосвязи этих параметров с величиной магнитной вязкости и изменением доменной структуры магнитов.

2. Методика

Образцы $(\text{Pr}_{1-x}\text{Dy}_x)_{13}(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{79}\text{B}_8$ были получены путем спекания частиц размером 500–600 μm в высокотемпературной вакуумной печи. Методика получения, а также химический и фазовый анализ подробно описаны в работе [9]. Параметры тетрагональной ячейки основной магнитной фазы близки к параметрам сплава $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (2-14-1), для которого $a = 8.80 \text{ \AA}$, $c = 12.20 \text{ \AA}$ [2]. Объем элементарной ячейки $V_0 = 944.768 \text{ \AA}^3$, общее число элементарных ячеек в объеме образца составляет $N_C = V/V_0 \approx 2.8 \cdot 10^{18}$.

Для образцов, имеющих форму пластинки размером $0.5 \times 1.5 \times 3.5 \text{ mm}$, были выполнены измерения магнитного момента в интервале магнитных полей от -50 до $+50 \text{ kOe}$. Изображения доменной структуры в предварительно намагниченных образцах были получены с помощью атомного силового микроскопа Aist-NTSmartSPM (MFM) в отсутствие магнитного поля. Измеряемые значения магнитной силы, пропорциональные градиенту магнитного поля вблизи поверхности образца, были также пропорциональны частотному сдвигу вибрирующего кантилевера на основе CoCr с коэрцитивной силой 400 Oe в режиме „tapping-lift“. Силовая константа и резонансная частота кантилевера были равны 5 N/m и 196 kHz соответственно. Расстояние кантилевера от поверхности составляло 80 nm и было одинаковым во всех опытах.

Все измерения магнитного момента образцов проводились при температуре $T = 300 \text{ K}$, в процессе измерения температура образца поддерживалась с точностью 0.1 K . Внешнее магнитное поле было направлено вдоль легкой оси намагничивания образца. Намагниченность в постоянном магнитном поле M была измерена двумя способами с разной скоростью развертки магнитного поля: в области скоростей заметания $v = 1.1 \cdot 10^2 - 3 \cdot 10^3 \text{ Oe/min}$ с помощью магнитометра MPMS 5XL Quantum design. В области скоростей заметания $v = 3 \cdot 10^3 - 3 \cdot 10^5 \text{ Oe/min}$, с помощью гистерезисографа Permagraph C-300. В первом случае вариация средней скорости заметания достигалась за счет сокращения числа точек при измерении петли гистерезиса образца в СКВИД-магнитометре, во втором — путем увеличения скорости изменения подаваемого тока в соленоиде гистерезисографа.

3. Экспериментальные результаты и обсуждение

Доменная структура образца была исследована как в режиме атомно-силовой микроскопии (АСМ), так и в режиме сканирования градиента магнитного поля вблизи поверхности образца — магнитно-силовой микроскопии (МСМ) (рис. 1). На рис. 1 результаты АСМ, содержащие царапины, не показаны. Образец, используемый в этих опытах, имел тонко шлифованную поверхность и позволял поддерживать удаление кончика кантилевера от поверхности на уровне 100 nm . На рис. 1 представлены МСМ-сканы поверхности до и после воздействия на нее магнитного поля в течение различного времени. Рельефы АСМ и МСМ были различны, что свидетельствует о том, что магнитное изображение обусловлено не перепадами высоты микрорельефа, а отражает распределение намагниченности доменной структуры и зерен. На фотографиях видны полосовые домены со средним линейным размером $\sim 10 \mu\text{m}$. Домены расположены внутри зерен, которые отчетливо различаются в виде округлых областей со средним размером $40 \times 40 \mu\text{m}$. Аналогичные по конфигурации полосовые домены были ранее обнаружены в образцах семейства Nd–Fe–B в [10].

Для определения роли магнитного поля в формировании доменной структуры к исходному (не намагниченному преднамеренно) образцу после первого контрольного измерения, выявляющего первоначальную доменную структуру (рис. 1, *a*), подносили постоянный магнит, обеспечивавший в месте расположения образца магнитное поле $\sim 100 \text{ Oe}$. После выдержки образца в таком магнитном поле его положение в микроскопе сохранялось, так что последующий скан (после удаления магнита) получался для того же участка поверхности (рис. 1, *b*). Из рис. 1, *b* видно, что после первой экспозиции в магнитном поле в течение 3 min произошло перераспределение доменов, расположение доменов изменялось и при последующем поднесении магнита, обеспечившем длительность экспозиции 9 min (рис. 1, *c*). В нашей работе не было возможности измерить изменения распределения намагниченности *in situ* в магнитном поле, однако статичные изображения, изменяющиеся при каждом намагничивании, указывают на зависимость процесса намагничивания от времени экспозиции в магнитном поле в минутной временной шкале. Можно сделать вывод, что за магнитную релаксацию ответственны домены, а не зародыши обратной намагниченности, что соответствует результатам работы [5], полученным другими косвенными методами.

На рис. 2 представлены фрагменты петель гистерезиса образца, полученные на СКВИД-магнитометре при различной скорости развертки магнитного поля. С увеличением скорости развертки магнитного поля увеличивается значение коэрцитивной силы, подобный эффект наблюдался в [3]. Поскольку СКВИД-магнитометр не позволяет записывать петлю гистерезиса со скоростью,

большей $3 \cdot 10^3$ Oe/min, экспериментальные точки для больших скоростей были получены с помощью гистерезисографа. Обобщенная зависимость коэрцитивной

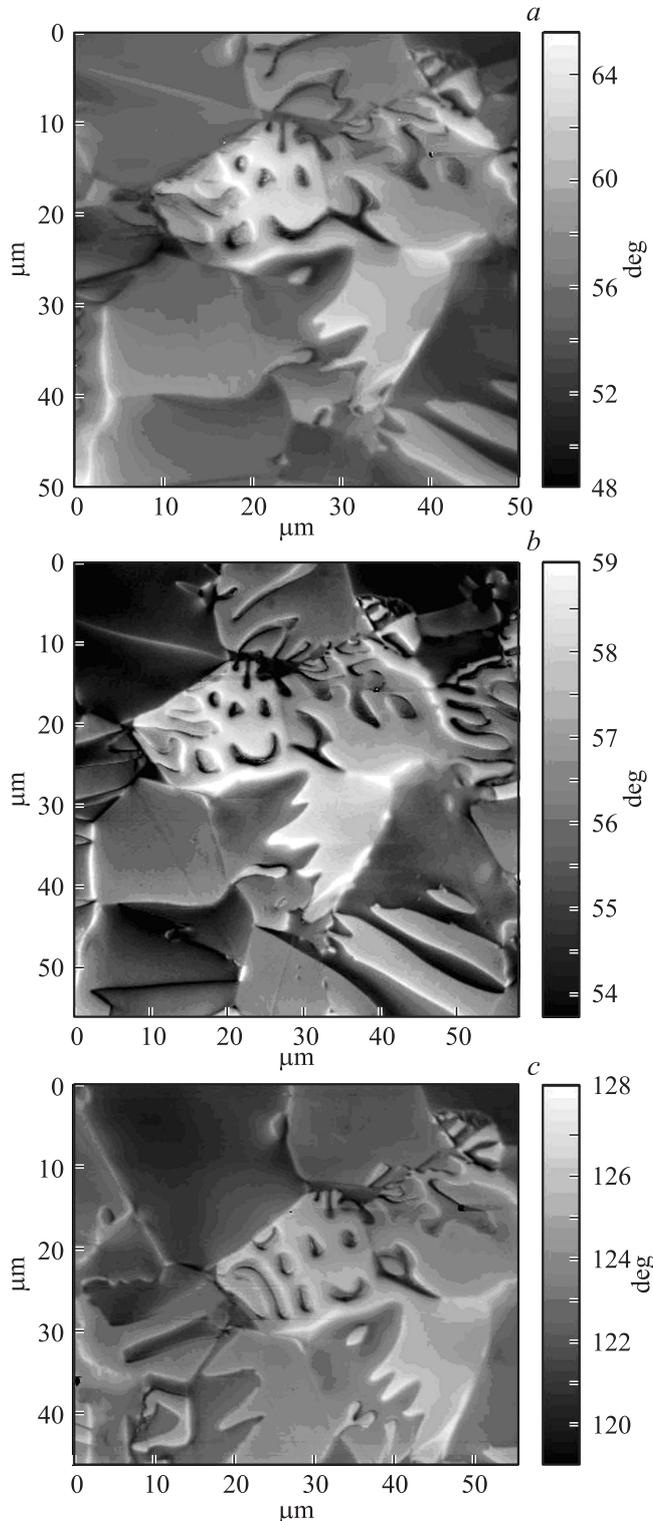


Рис. 1. Распределение вертикального градиента магнитного поля, создаваемого образцом вблизи его поверхности. *a* — исходное состояние образца; *b* и *c* — после воздействия магнитного поля в течение 3 и 9 min соответственно.

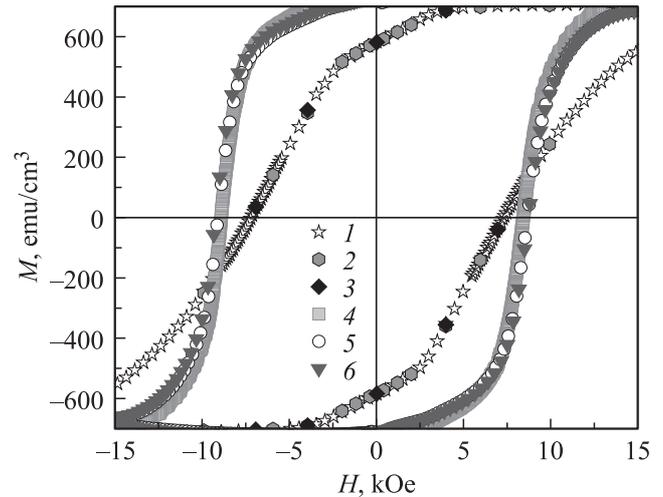


Рис. 2. Фрагменты петель магнитного гистерезиса образца, записанные со скоростью развертки поля 0.3 (1), 1.8 (2), 3.8 (3), 19.5 (4), 88.7 (5) и 213 kOe/min (6).

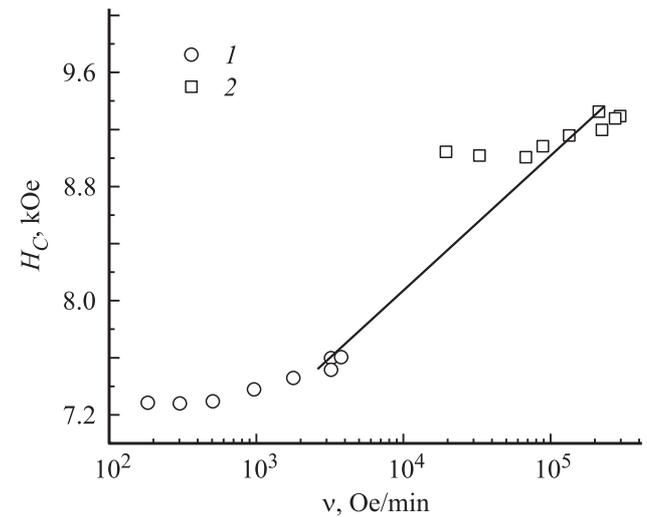


Рис. 3. Зависимость коэрцитивной силы образца от скорости развертки поля. 1 — точки, полученные с помощью СКВИД-магнитометра, 2 — точки, полученные с помощью гистерезисографа. Сплошной линией показана аппроксимация логарифмической зависимостью.

силы от скорости развертки магнитного поля представлена на рис. 3. В полулогарифмических координатах зависимость $H_C(v)$ при $v > 5 \cdot 10^2$ Oe/min может быть аппроксимирована логарифмической зависимостью для определения магнитной вязкости. При этом используют так называемую приведенную вязкость S_v , не зависящую от формы образца [3],

$$S_v = S(1 - N\chi_{rev})/\chi_{irr}, \tag{1}$$

где χ_{rev} и χ_{irr} — необратимая и обратимая части магнитной восприимчивости, N — размагничивающий фактор плоской пластинки.

С учетом полученных ранее значений χ_{rev} , χ_{irr} и N [8] приведенная вязкость была определена нами из наклона кривой $H_C(\lg v)$ (рис. 3) в соответствии с формулой [3]

$$S_v = (H_{C1} - H_{C2}) / \ln[(dH_1/dt)/(dH_2/dt)], \quad (2)$$

где H_{C1} и H_{C2} — значения коэрцитивной силы, полученные при скоростях заметания магнитного поля $v_1 = dH_1/dt$ и $v_2 = dH_2/dt$ соответственно.

В целом же зависимость $H_C(v)$ имеет немонотонный характер, претерпевая насыщение средней скорости заметания поля $v < 5 \cdot 10^2$ Ое/мин. Ниже этого значения скорости заметания коэрцитивная сила перестает зависеть от скорости изменения магнитного поля, и устанавливается квазистатический режим намагничивания, при котором доменная структура „успевает“ подстраиваться под новое значение магнитного поля в каждой точке петли магнитного гистерезиса.

Для участка зависимости $H_C(v)$, полученного на СКВИД-магнитометре, приведенная магнитная вязкость составила $\mu_0 S_v = 2.1$ мТ, для участка, записанного на гистерезисографе, $\mu_0 S_v = 3.5$ мТ, а среднее значение, определенное для аппроксимации всей зависимости $H_C(v)$ при $v > 5 \cdot 10^2$ Ое/мин, составило 2.8 мТ. Полученные значения $\mu_0 S_v$ близки к величинам магнитной вязкости для наночастиц $BaO_6Fe_2O_3$ в поликристаллах $SmCo_3Cu_2$ [3] и хорошо согласуются с вязкостью, определенной нами ранее для образцов $(SmNdDy)(FeCo)B$ при 300 К в обратном магнитном поле 10 кОе [8]. Отметим, что в [8] значение магнитной вязкости было получено из временной зависимости магнитного момента, т. е. независимым методом.

4. Заключение

В спеченных магнитах $(Pr_{1-x}Dy_x)_{13}(Fe_{1-y}Co_y)_{79}B_8$ наблюдается уменьшение коэрцитивной силы с ростом средней скорости заметания магнитного поля при записи петли магнитного гистерезиса. Расчет магнитной вязкости из зависимости коэрцитивной силы от скорости заметания приводит к величине магнитной вязкости, близкой к значениям, полученным другими независимыми способами. Это свидетельствует о том, что магнитная релаксация в процессе записи гистерезиса является главной причиной чувствительности коэрцитивной силы к скорости изменения магнитного поля. Магнитная силовая микроскопия свидетельствует о зависимости доменной структуры от времени экспозиции образца в магнитном поле в минутной шкале при ~ 100 Ое, что указывает на то, что при 300 К магнитная вязкость определяется движением доменов в образцах.

Список литературы

- [1] J.F. Herbst. Rev. Mod. Phys. **63**, 819 (1991).
- [2] S.J. Collocott, J.B. Dunlop. J. Magn. Magn. Mater. **320**, 2089 (2008).
- [3] R. Grössinger, R. Sato Turtelli, C. Téllez-Blanco. J. Optoelectron. Adv. Mater. **6**, 557 (2004).
- [4] X. Xu, T. Kihara, M. Tokunaga, A. Matsuo, W. Ito, R.Y. Umet-su, K. Kindo, R. Kainuma. Appl. Phys. Lett. **103**, 122406 (2013).
- [5] E.N. Kablov, O.G. Ospennikova, D.E. Kablov, V.P. Piskorskii, E.I. Kunitsyna, A.I. Dmitriev, R.A. Valeev, D.V. Korolev, I.I. Rezchikova, A.D. Talantsev, R.B. Morgunov. J. Appl. Phys. **117**, 243903 (2015).
- [6] E. Kablov, O. Ospennikova, V. Piskorskii, D. Korolev, A. Dmitriev, E. Kunitsyna, R. Morgunov. Eur. Phys. J. Plus **131**, 40 (2016).
- [7] R.B. Morgunov, E.I. Kunitsyna, V.V. Kucheryaev, V.P. Piskorskii, O.G. Ospennikova, E.N. Kablov. Eur. Phys. J. Plus **131**, 344 (2016).
- [8] А.И. Дмитриев, А.Д. Таланцев, Е.И. Куницына, Р.Б. Моргунов, В.П. Пискорский, О.Г. Оспенникова, Е.Н. Каблов. ЖЭТФ **150**, 350 (2016).
- [9] Е.Н. Каблов, О.Г. Оспенникова, В.П. Пискорский, И.И. Резчикова, Р.А. Валеев, Е.А. Давыдова. Авиационные материалы и технологии *S2*, 5 (2015).
- [10] Er. Girt, K.M. Krishnan, G. Thomas, E. Girt, Z. Altounian. J. Magn. Magn. Mater. **231**, 219 (2001).