

## МЕХАНИЗМ ПЕРЕМАГНИЧИВАНИЯ И ЧАСТНЫЕ ЦИКЛЫ МАГНИТНОГО ГИСТЕРЕЗИСА ПОСТОЯННЫХ МАГНИТОВ НА ОСНОВЕ СПЛАВОВ НЕОДИМ—ЖЕЛЕЗО—БОР И САМАРИЙ—ЦИРКОНИЙ—КОБАЛЬТ—ЖЕЛЕЗО—МЕДЬ

Д. Д. Мишин, С. Ораби,<sup>1</sup> С. М. Егоров

Все постоянные магниты при сборке магнитной системы и в процессе работы в устройствах испытывают воздействия внешнего магнитного ( $H_1$ ) и собственного размагничивающего ( $H_2$ ) полей. Характер воздействия полей  $H_1$  и  $H_2$  на постоянные магниты идентичен, несмотря на их различное происхождение, что экспериментально может быть обнаружено при изучении частных циклов магнитного гистерезиса [1—3]. Отсюда ясно, что исследование частных циклов магнитного гистерезиса имеет большое практическое значение и, кроме того, дает дополнительные сведения о процессах перемагничивания.

Целью данной работы было изучение частных циклов магнитного гистерезиса высокоэнергетических магнитотвердых материалов на основе сплавов неодим—железо—бор и самарий—цирконий—кобальт—железо—медь.

### Методика проведения эксперимента

Сплавы типа Nd—Fe—B и Sm—Zr—Co—Cu—Fe были приготовлены методом высокочастотной индукционной плавки в атмосфере особо чистого аргона. В качестве исходных материалов использовались неодим, тербий, самарий, цирконий, кобальт, железо чистотой 99.9% и медь чистотой 99.99%. Бор вводится в сплав в виде лигатуры Fe<sub>2</sub>B. Размол сплавов осуществлялся в центробежно-планетарной мельнице. В качестве среды размол использовался этиловый спирт. Порошковые брикеты получены методом «влажного» прессования с приложением внешнего магнитного поля  $H = 1200$  кА/м (15 кЭ) перпендикулярно усилию прессования. Спекание и термообработка образцов проводились в печах сопротивления в интервале температур 400—1200 °С в вакууме или среде инертного газа. Более подробно методика получения порошковых постоянных магнитов описана в [4, 5].

Измерения магнитных свойств массивных образцов размерами 12×10×8 мм выполнены на холловском гистерииографе в неполностью замкнутой магнитной цепи в полях до 2240 кА/м (28 кЭ). Перед измерением гистерезисных характеристик образцы намагничивались до насыщения в импульсном поле до 8000 кА/м (100 кЭ). Металлографические исследования микроструктуры и доменной структуры порошковых магнитов выполнены на металлографическом микроскопе НЕОРНОТ-30. Шлифы на базисных плоскостях образцов готовились вручную с применением алмазных паст. Микроструктура выявлялась химическим травлением в 1%-ном спиртовом растворе концентрированной азотной кислоты. Наблюдение доменной структуры на базисных плоскостях образцов осуществлялось методом магнитооптического полярного эффекта Керра.

<sup>1</sup> Сирия, университет в г. Хомс.

В работе исследованы процессы перемagnичивания порошковых постоянных магнитов на основе сплавов  $Nd_{16}Fe_{76}B_8$ ,  $(Nd_{0.95}Tb_{0.05})_{16}Fe_{76}B_8$  и  $Sm_{0.85}Zr_{0.15} \cdot (Co_{0.68}Cu_{0.08}Fe_{0.24})_{6.1}$ . Выбор составов обусловлен различием механизмов перемagnичивания в материалах типа Nd—Fe—B (задержка зародышеобразования [6]) и Sm—Co (задержка смещения доменных границ), а также желанием охватить больший интервал значений коэрцитивной силы  $H_{c1}$  исследуемых образцов. На рис. 1 представлены размагничивающие части петель гистерезиса и циклы возврата порошкового магнита на основе сплава  $Nd_{16}Fe_{76}B_8$  до термической обработки (ТО) (рис. 1, а) и после ТО при температурах 500 °С

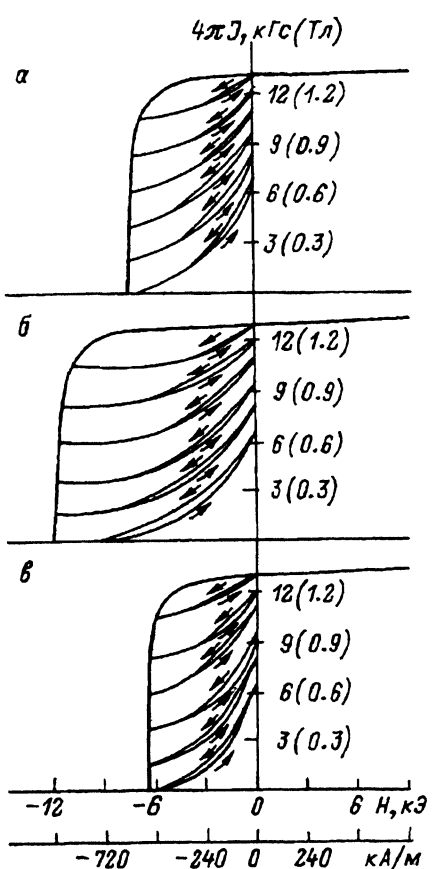


Рис. 1. Размагничивающие части петель гистерезиса и циклы возврата порошкового магнита  $Nd_{16}Fe_{76}B_8$  до (а) и после ТО при 500 (б) и 700 °С (в).

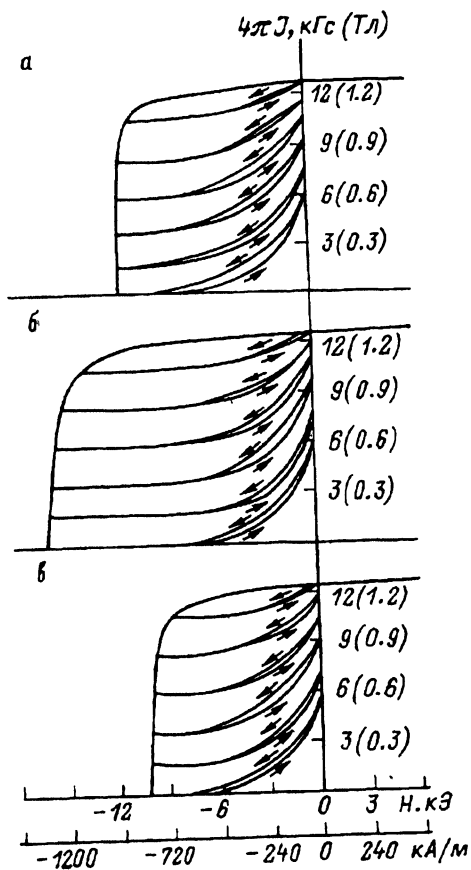


Рис. 2. Размагничивающие части петель гистерезиса и циклы возврата порошкового магнита  $(Nd_{0.95}Tb_{0.05})_{16}Fe_{76}B_8$  до (а) и после ТО при 500 (б) и 700 °С (в).

(рис. 1, б) и 700 °С (рис. 1, в). Видно, что влияние ТО на процессы перемagnичивания этого образца сводится к изменению величины коэрцитивной силы. Характер кривых возврата практически не изменяется, однако необходимо отметить, что для образцов, термообработанных при 500 °С, на кривых возврата появляется горизонтальный участок в полях  $< -720$  кА/м ( $-9$  кЭ) [7]. Увеличение внешнего магнитного поля выше этого значения приводит к росту намагниченности образца.

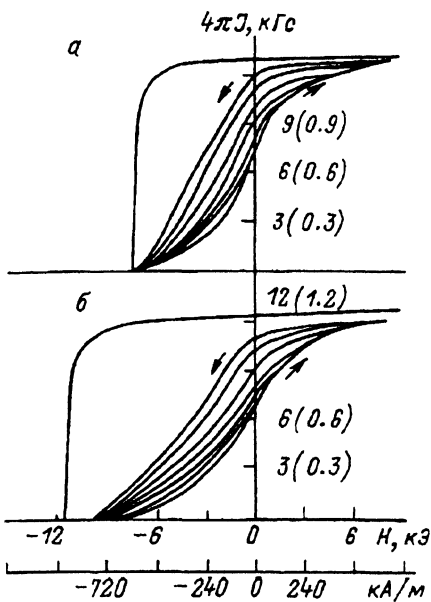


Рис. 3. Размагничивающие части петель гистерезиса и циклы возврата образцов  $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$  (а) и  $(\text{Nd}_{0.95}\text{Tb}_{0.05})_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$  (б) до ТО.

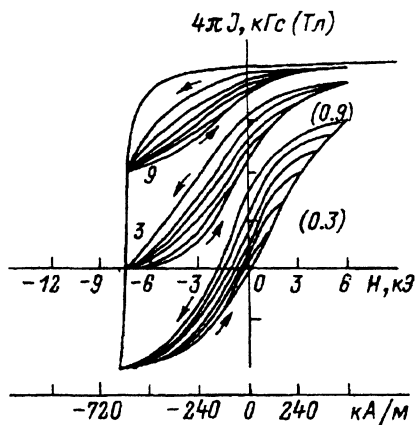


Рис. 4. Размагничивающая часть петли гистерезиса и циклы возврата образца  $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$  до ТО.

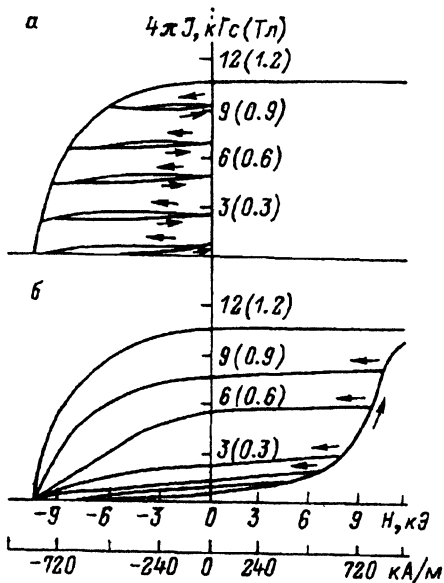


Рис. 5. Размагничивающие части петель гистерезиса и циклы возврата образца  $\text{Sm}_{0.85}\text{Zr}_{0.15}(\text{Co}_{0.68}\text{Cu}_{0.08}\text{Fe}_{0.24})_{6.1}$ .

Тот факт, что появление горизонтального участка на кривых возврата не связано с проведением термической обработки при  $500^\circ\text{C}$ , подтверждается исследованием процессов перемагничивания постоянного магнита  $(\text{Nd}_{0.95}\text{Tb}_{0.05})_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$  (рис. 2), величина коэрцитивной силы которого была  $H_{c1} > 800 \text{ кА/м}$  (10 кЭ). Для этого образца на кривых возврата горизонтальный участок наблюдается до и после ТО.

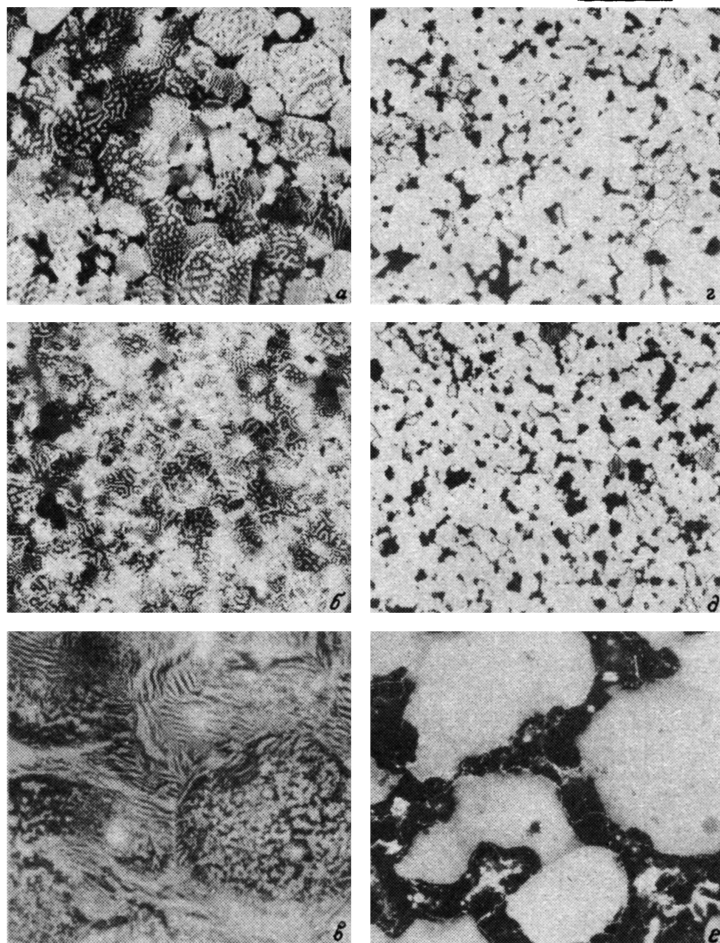


Рис. 6. Поверхностная доменная структура (а–в) и микроструктура (г–е) на базисных плоскостях образцов на основе сплавов  $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$  (а, г),  $(\text{Nd}_{0.95}\text{Tb}_{0.05})_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$  (б, д) и  $\text{Sm}_{0.85}\text{Zr}_{0.15}(\text{Co}_{0.68}\text{Cu}_{0.08}\text{Fe}_{0.24})_{6.1}$  (в, е).

## Выводы

Определенные особенности имеют частные циклы перемагничивания образцов  $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$  и  $(\text{Nd}_{0.95}\text{Tb}_{0.05})_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$ . Во внешних полях более  $-720$  кА/м ( $-9$  кЭ) эти циклы характеризуются гистерезисом, причем ширина цикла определяется в основном диапазоном изменения внешнего магнитного поля (рис. 1–5). Появление гистерезиса свидетельствует о наличии необратимых процессов при перемагничивании в полях более  $-720$  кА/м ( $-9$  кЭ), а характер кривых возврата образцов в магнитных полях меньшей величины — о наличии обратимых процессов перемагничивания.

На рис. 4 приведены кривые семейств частных циклов возврата, полученные из различных магнитных состояний А, В, С образца  $(\text{Nd}_{0.95}\text{Tb}_{0.05})_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$ , термообработанного при  $T = 500^\circ\text{C}$ . Состояние А — это частично размагниченное, В — полностью размагниченное, а С — частично перемагниченное. Из рисунка следует, что горизонтальные участки, соответствующие обратимым процессам, присутствуют на кривых возврата из состояния А в полях  $+3 \dots +6$  кЭ

из состояния  $C$  в полях  $-10.5 \dots -9$  кЭ. Во всем остальном диапазоне положительных и отрицательных полей имеет место необратимость процессов перемагничивания для всех состояний —  $A, B, C$ . Наиболее существенно необратимость процессов перемагничивания проявляется на образце из состояний  $A, B$  в отрицательных полях и состояния  $C$  в интервале полей  $-6 \dots +6$  кЭ.

Поскольку вид кривых возврата порошковых магнитов определяется механизмом перемагничивания, то определенный интерес представляет исследование кривых возврата [5] и частных циклов возврата постоянных магнитов на основе сплавов  $Sm-Zr-Co-Cu-Fe$  (рис. 5). Иной механизм перемагничивания в этих материалах по сравнению со сплавами типа  $Nd-Fe-B$  приводит к существенному изменению вида кривых возврата. Наклон кривых значительно уменьшается, а ширина циклов определяется не только амплитудой изменения внешнего магнитного поля, как это наблюдается для образцов типа  $Nd-Fe-B$  (рис. 1–4), но и величиной остаточной индукции (рис. 5, б).

На рис. 6 приведены микрофотографии доменной структуры и микроструктуры на плоскости, перпендикулярной оси текстуры образцов  $Nd_{16}Fe_{76}B_8$ ,  $(Nd_{0.95}Tb_{0.05})_{16}Fe_{76}B_8$  и  $Sm_{0.85}Zr_{0.15}(Co_{0.68}Cu_{0.08}Fe_{0.24})_{6.1}$ . Наблюдаются конфигурации «звездочек», «лабиринтных структур», «полосовых структур». Это типичная доменная структура, присущая всем высокоанизотропным ферромагнетикам. Однако в образцах на основе сплавов  $Nd-Fe-B$  существуют участки с парамагнитными включениями, соответствующие фазе типа  $Nd_{1.1}Fe_4B_4$ , на которых доменная структура отсутствует. Для матричной фазы типа  $Nd_2Fe_{14}B$  характерны указанные выше типы доменной структуры. В образцах на основе сплавов  $Sm-Zr-Co-Cu-Fe$  парамагнитных фаз нет, однако существует магнитомягкая фаза, обогащенная цирконием. Две основные ферромагнитные фазы в этих образцах занимают 85–90% объема. Отличия доменной структуры образцов  $Nd-Fe-B$  и  $Sm-Zr-Co-Cu-Fe$  обусловлены особенностями их фазового состава и тонкой структуры. Кроме основных отличий (контраст и взаимное расположение основных фаз) необходимо отметить, что на образцах типа  $Nd-Fe-B$  межзеренные прослойки очень тонкие, поэтому не во всех случаях их удается выявить химическим травлением. Напротив, в магнитах на основе сплавов  $Sm-Zr-Co-Cu-Fe$  они уверенно выявляются.

1. Вид (форма, ширина, наклон) частных циклов магнитного гистерезиса на кривых возврата образцов на основе сплавов типа  $Nd-Fe-B$  и  $Sm-Zr-Co-Cu-Fe$  существенно различен. Для образцов типа  $Nd-Fe-B$  проницаемость, определенная по кривой возврата, при приближении к нулевому значению внешнего магнитного поля возрастает. Для образцов типа  $Sm-Zr-Co-Cu-Fe$  проницаемость практически не меняется в диапазоне полей  $-800 \dots 0$  кА/м ( $-10 \dots 0$  кЭ).

2. На горизонтальных участках циклов возврата для образцов типа  $Nd-Fe-B$  и  $Sm-Zr-Co-Cu-Fe$  процесс перемагничивания является обратимым. При увеличении интервала намагничивающих полей частные циклы возврата для всех исследованных образцов имеют гистерезис, что характерно для необратимых процессов.

3. Обнаружена зависимость формы и ширины частных циклов возврата образца  $(Nd_{0.95}Tb_{0.15})_{16}Fe_{76}B_8$  от магнитного состояния в исследованном интервале полей.

### Список литературы

- [1] Тикадзуми С. Физика ферромагнетизма. М.: Мир, 1983. С. 31–33.
- [2] Постоянные магниты. Справочник / Под ред. Ю.М.Пятина. 1980. С. 28–31.
- [3] Мишин Д.Д. // Магнитные материалы. М.: Высшая школа, 1981. С. 22–25.

- [4] Мишин Д.Д., Егоров С.М., Супонев Н.П. // Физика магнитных материалов. Калинин, 1986. С. 68–73.
- [5] Левандовский В.В., Супонев Н.П. // Физика магнитных материалов. Калинин, 1981. С. 54–62.
- [6] Sagawa M., Fujimura S., Togawa N. et al. // J. Appl. Phys. 1984. Vol. 55. N 6. P. 2083–2087.
- [7] Мишин Д.Д., Егоров С.М., Шаморикова Е.Б. // Физика магнитных материалов. 1988. С. 18–37.

Тверской университет  
Поступило в Редакцию  
26 марта 1991 г.

05; 07

© 1992 г.

Журнал технической физики, т. 62, в. 4, 1992

## СТРУКТУРНЫЕ СВОЙСТВА И НИЗКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ ПЛЕНОК ТЕЛЛУРИДА КАДМИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЖИДКОФАЗНОЙ ЭПИТАКСИИ

*В.Н.Бабенцов, Г.И.Жовнир, Л.В.Рашковецкий*

### Введение

Монокристаллические слои теллурида кадмия высокого структурного совершенства и контролируемого примесно-дефектного состава, определяющего их электрофизические параметры, являются в настоящее время активным конкурентом объемным монокристаллам этого материала. Это обусловлено в первую очередь высокой стоимостью получения объемных монокристаллов большого размера и хорошего качества.

В многочисленных технических применениях CdTe нужно получать в виде монокристаллических слоев площадью более  $1 \text{ см}^2$ . Это относится к приборам оптоэлектроники и интегральной оптики, солнечным элементам-преобразователям энергии, подложкам для эпитаксии узкозонного материала CdHgTe для фотоприемников ИК диапазона.

В связи с решением такой задачи интенсивно развиваются различные методы получения эпитаксиальных слоев высокочистого теллурида кадмия: молекулярно-лучевая эпитаксия [1], химическое осаждение из паров металлоорганических соединений (МОС) [2], методы горячей стенки [3], ультравысоково-вакуумного осаждения [4] и др., а также жидкофазная эпитаксия (ЖФЭ) [5].

Метод ЖФЭ представляется нам достаточно перспективным для получения слоев теллурида кадмия, поскольку он обеспечивает относительно низкие температуры роста пленок  $500\text{--}800^\circ$ , большие площади, высокую производительность и т.д.

В работе [5] сообщается о получении методом ЖФЭ слоев CdTe высокой степени совершенства на подложках из CdTe, однако анализа доминирующих в этих слоях примесей и дефектов в ней не приводится.

Целью настоящей работы были получение монокристаллических гомоэпитаксиальных слоев специально нелегированного теллурида кадмия методом ЖФЭ и исследование их структурных и рекомбинационных свойств в сравнении со свойствами подложки.