

# Температурная зависимость гигантской магнитострикции субмикрористаллического диспрозия

© Х.Я. Мулюков, И.З. Шарипов, Г.Ф. Корзникова

Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук,  
450001 Уфа, Россия

E-mail: llgiz@anrb.ru

(Поступила в Редакцию 24 ноября 1998 г.

В окончательной редакции 25 февраля 1999 г.)

Проведены измерения температурной зависимости магнитострикции  $Du$  в различных структурных состояниях. Субмикрористаллическое состояние создавалось методом интенсивной пластической деформации на наковальнях Бриджмена. Промежуточное и крупнозернистое состояния получались отжигом образца в вакууме при 573 и 873 К соответственно. В крупнозернистом состоянии на кривых зависимости магнитострикции от температуры наблюдается излом около 85 К, свидетельствующий о магнитном фазовом переходе ферромагнетизм–геликоидальный антиферромагнетизм. В субмикрористаллическом состоянии эти кривые не имеют изломов и плавно уменьшаются до нуля при больших температурах, что интерпретируется как отсутствие геликоидального антиферромагнитного порядка в образце.

В предыдущих работах было показано значительное отличие некоторых магнитных свойств редкоземельных (РЗ) ферромагнетиков в субмикрористаллическом (СМК) и крупнозернистом (КЗ) состояниях структуры. Так, например, было установлено, что в  $Du$  с СМК структурой намагниченность уменьшается примерно в 10 раз [1], коэрцитивная сила увеличивается от нуля в КЗ состоянии до 200 кА/м [2], и геликоидальный антиферромагнитный (ГАФМ) порядок, обычно наблюдаемый в интервале температур 85–179 К [3], не образуется [1,2]. На отсутствие ГАФМ порядка в СМК  $Du$  указывают и результаты исследования зависимости гигантской магнитострикции от состояния структуры [4]. Полученная в той же работе сложная петля гистерезиса магнитострикции, соответствующая промежуточному структурному состоянию, была интерпретирована как возможность одновременного сосуществования ферромагнитного (ФМ) и ГАФМ порядков в некотором интервале температур. Кроме того, обнаружено значительное изменение температуры магнитных фазовых превращений в РЗ ферромагнетиках с СМК структурой [5,6].

Для выяснения физического механизма формирования магнитных свойств  $Du$  представляет интерес изучение температурной зависимости его магнитострикции в различных структурных состояниях. В данной работе приводятся результаты этих исследований.

## 1. Методика эксперимента

Исследования проводились на образцах, изготовленных из  $Du$ , чистотой 99.9%. СМК структура была получена методом интенсивной пластической деформации пластин  $Du$  на наковальнях Бриджмена под давлением 0.5 GPa при комнатной температуре. Промежуточное и крупнозернистое состояния получались отжигом в вакууме  $1.3 \cdot 10^{-3}$  Pa при 573 и 873 К соответственно.

Измерения продольной магнитострикции проводились на одном и том же образце на установке, принцип которой описан в работе [7]. Длина исследуемого образца составляла 7.8 mm. Температура измерялась при помощи медного термосопротивления, намотанного на измеряемый образец. Температурные зависимости магнитострикции ( $\lambda(T)$ ) были получены вычитанием значений теплового расширения образца, снятого до воздействия магнитного поля, из значений его теплового расширения в магнитном поле.

## 2. Экспериментальные результаты

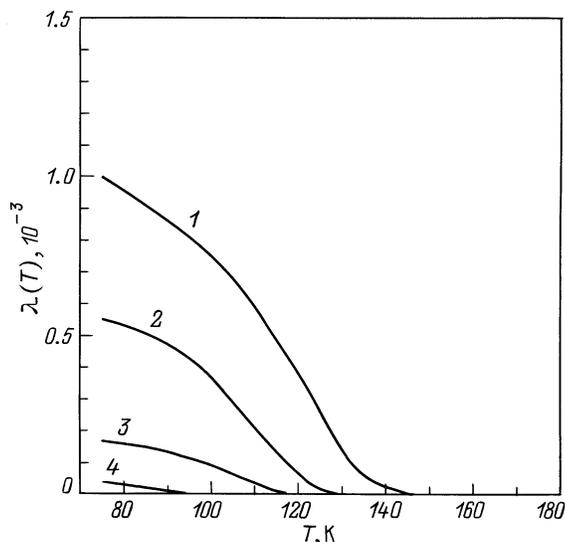
Кривые  $\lambda(T)$  для СМК состояния, записанные при различных значениях напряженности магнитного поля ( $H$ ), приведены на рис. 1. Характер всех кривых практически одинаков. Разница заключается в том, что с увеличением напряженности магнитного поля происходит рост как величины  $\lambda$ , так и температуры, при которой магнитострикция обращается в нуль.

Отжиг образца при 573 К приводит к радикальным изменениям хода кривых  $\lambda(T)$  (рис. 2). Во-первых, наблюдается заметный рост величины  $\lambda$ . Во-вторых, снижаясь при некоторой температуре почти до нуля,  $\lambda$  снова начинает увеличиваться, проходит через пологий максимум и окончательно становится равной нулю уже при температуре, близкой к 180 К. Как и в предыдущем случае повышение напряженности магнитного поля вызывает значительное увеличение  $\lambda$  и температуры, при которой она уменьшается до нуля в первый раз. Однако при всех значениях  $H$  после прохождения максимума  $\lambda$  достигает нуля практически при одной температуре. На кривых 1 и 2 при 85 К наблюдается слабый изгиб.

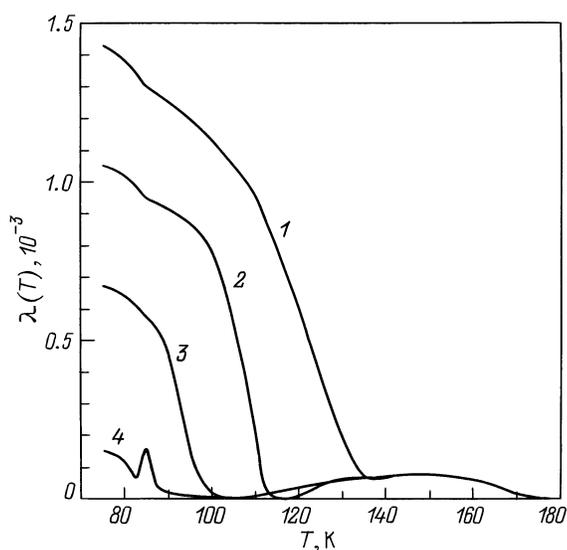
Зависимости  $\lambda(T)$  после высокотемпературного (873 К) отжига образца (рис. 3) отличаются от подобных кривых, рассмотренных выше. Отличия в основном сводятся к следующему. Изгиб на кривых 1 и 2

при 85 К становится явно выраженным. Температуры, при которых  $\lambda$  равна нулю, сдвигаются к меньшим значениям. Здесь в отличие от предыдущего состояния структуры дополнительный максимум не наблюдается.

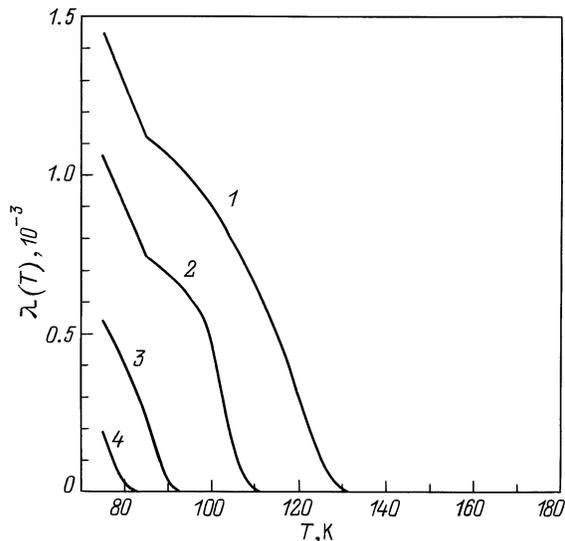
Наконец, следует остановиться на кривых 4 на всех трех рисунках. Эти кривые во всех структурных состояниях снимались после кратковременного наложения магнитного поля напряженностью  $H = 800 \text{ кА/м}$ , т.е. в состоянии остаточной намагниченности. Как видно из рисунков, после воздействия магнитного поля в образце во всех структурных состояниях возникает остаточное удлинение. Если в СМК состоянии оно небольшое, то



**Рис. 1.** Температурные зависимости магнитоэлектричества  $Dy$  в СМК состоянии, снятые в различных полях.  $H, \text{кА/м}$ : 1 — 620, 2 — 320, 3 — 130, 4 — 0 (в состоянии остаточной намагниченности).



**Рис. 2.** Температурные зависимости магнитоэлектричества  $Dy$  после отжига при 573 К, снятые в тех же полях, что и на рис. 1.



**Рис. 3.** Температурные зависимости магнитоэлектричества  $Dy$  после отжига при 873 К, снятые в тех же полях, что и на рис. 1.

после отжига становится значительным. На кривой 4, соответствующей отжигу образца при 573 К (рис. 2), образуется острый максимум при 85 К. Причем пологий максимум, наблюдаемый на кривых 1–3 в области температур 110–180 К, на ней не появляется.

Таким образом, для различных структурных состояний одного и того же образца кривые  $\lambda(T)$  имеют совершенно разный вид. Какова природа этой разницы? Очевидно, она связана с особенностями структуры полученных состояний. Электронно-микроскопический анализ показал, что в СМК состоянии структура состоит из микрокристаллитов размером не более 200 нм, плотность дислокаций составляет  $10^{12} \text{ см}^{-2}$ . Рентгеноструктурный анализ не выявил отличий фазового состава в СМК и КЗ состояниях. Более подробно результаты структурного анализа приведены в работе [1].

### 3. Обсуждение результатов

Прежде всего необходимо отметить, что измерения магнитоэлектричества проводились в полях напряженностью ниже критического значения, поскольку в полях выше критических происходит разрушение ГАФМ порядка (для  $Dy H_{cr} = 880 \text{ кА/м}$  [3]). Это позволяет выявить особенности влияния ГАФМ порядка на магнитоэлектричество  $Dy$  в различных структурных состояниях.

Рассмотрим обычное КЗ состояние. Изломы на кривых 1 и 2, очевидно, связаны с ФМ–ГАФМ переходом. Отличная от нуля магнитоэлектричество выше 85 К возникает благодаря перестройке ГАФМ порядка под действием внешнего магнитного поля. Об этом же свидетельствует и то, что температура, при которой  $\lambda$  уменьшается до нуля, с увеличением  $H$  возрастает. Следовательно, чем

больше  $H$ , тем до больших температур оно удерживает магнитные моменты атомов параллельно полю.

Переходя от обычного КЗ состояния к СМК структуре в первую очередь следует отметить значительное уменьшение  $\lambda$ . Меньшие значения  $\lambda$ , вероятно, свидетельствуют о том, что в СМК структуре в некоторой части объема из-за высокой плотности дефектов ФМ порядок вообще не образуется. Дело в том, что высокая плотность дефектов должна привести к изменению равновесного межатомного расстояния. Флуктуация же межатомного расстояния может вызвать изменение не только величины, но и знака обменного взаимодействия. В результате в среде формируется так называемое "спинстеклоподобное состояние", которое характеризуется хаотическим (неколлинеарным) распределением магнитных моментов атомов [8].

Выше было отмечено, что на кривых  $\lambda(T)$ , соответствующих СМК состоянию, при 85 К изломы отсутствуют и кривые плавно снижаются до нуля при гораздо больших температурах. Отсутствие излома свидетельствует, что в СМК структуре ГАФМ порядок не возникает в исследованном диапазоне температур вплоть до перехода в парамагнитное состояние. Вероятно, это связано с невозможностью формирования такой сложной системы как ГАФМ порядок в кристаллитах столь малых размеров. Аналогичный вывод был получен в работах [1,2,9]. Выше при описании результатов исследования было отмечено, что значения температур, при которых  $\lambda$  уменьшается до нуля, в КЗ и СМК состояниях структуры не совпадают, хотя измерения проводились при одинаковых значениях  $H$ . Так, в СМК состоянии при  $H = 620 \text{ kA/m}$   $\lambda$  уменьшается до нуля при 140 К. Однако эта температура не является точкой Кюри данной магнитной фазы, поскольку она зависит от величины  $H$ . В этом случае преимущественная ориентация магнитных моментов атомов, по-видимому, поддерживается внешним магнитным полем.

Высокотемпературный максимум на кривых  $\lambda(T)$ , наблюдаемый после отжига при 573 К, по всей видимости, обусловлен неоднородностью структуры. В процессе отжига начинается рекристаллизация, приводящая не только к увеличению размеров кристаллитов, но и к совершенствованию их структуры. В кристаллитах соответствующих размеров с совершенной структурой возникают условия для формирования ГАФМ порядка. При этом естественно остается и нерекристаллизованная часть объема образца, в которой еще сохраняется имеющийся до этого ФМ порядок. Максимум магнитоотрицательности, наблюдаемый в интервале температур от 100 до 170 К, по-видимому, обусловлен фазой, появляющейся в указанном интервале температур.

И наконец, подчеркнем, что ход кривых 4 на всех рисунках подтверждает приведенное выше объяснение полученных результатов. Действительно, в крупнозернистом состоянии кривая обращается в нуль при 85 К, т. е.  $\lambda$  обусловлена только остаточной намагниченностью ФМ

порядка. Без внешнего поля разрушение ГАФМ не происходит. В СМК состоянии  $\lambda$  исчезает при температуре выше 85 К. В этом случае исчезновение  $\lambda$  обусловлено не возникновением ГАФМ порядка, а действием температуры на остаточную намагниченность. Образование же острого пика на кривой 4 в промежуточном структурном состоянии пока не совсем понятно.

В заключение выражаем благодарность С.А. Никитину за предоставленный чистый диспрозий.

## Список литературы

- [1] Х.Я. Мулюков, Г.Ф. Корзникова, С.А. Никитин. ФТТ **37**, 8, 2481 (1995).
- [2] Kh.Ya. Mulyukov, G.F. Korznikova, S.A. Nikitin. J. Appl. Phys. **79**, 8584 (1996).
- [3] С.А. Никитин. Магнитные свойства редкоземельных металлов и их сплавов. Изд-во МГУ, М. (1989). 248 с.
- [4] Х.Я. Мулюков, И.З. Шарипов, С.А. Никитин. ФММ **81**, 2, 70 (1996).
- [5] Х.Я. Мулюков, И.З. Шарипов, Г.Ф. Корзникова, С.А. Никитин. ФТТ **38**, 12, 3602 (1996).
- [6] Х.Я. Мулюков, И.З. Шарипов, Г.Ф. Корзникова. ФММ **83**, 1, 89 (1997).
- [7] И.З. Шарипов, Х.Я. Мулюков. ПТЭ **5**, 143 (1996).
- [8] И.Я. Коренблит, Е.Ф. Шендер. Изв. вузов. Физика **10**, 23 (1984).
- [9] Х.Я. Мулюков, И.З. Шарипов, С.А. Никитин. ФТТ **38**, 5, 1629 (1996).