

УДК 537.622

СКАЧКООБРАЗНЫЕ ПРОЦЕССЫ ПЕРЕМАГНИЧИВАНИЯ В МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА $GdCo_4Cu$

© 2024 г. Ю. В. Кузнецова^{1,*}, О. Б. Дегтева¹, А. Ю. Карпенков¹, Е. М. Семенова¹,
М. А. Белявский¹, Е. Б. Митина¹

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«Тверской государственный университет», Тверь, Россия

* E-mail: kuznetsova.yv@tversu.ru

Поступила в редакцию 04.12.2023

После доработки 20.12.2023

Принята к публикации 29.01.2024

Приведены результаты исследования особенностей процессов намагничивания и перемагничивания в монокристаллических образцах сплава $GdCo_4Cu$. В зависимости от магнитной предыстории наблюдается сосуществование двух механизмов гистерезиса. Наряду со значительной магнитной вязкостью наблюдается скачкообразное перемагничивание. Обсуждается связь гистерезисных процессов со структурным состоянием образцов.

Ключевые слова: редкоземельные сплавы, магнитный гистерезис, магнитная вязкость, скачки намагниченности

DOI: 10.31857/S0367676524050212, EDN: QDQHPY

ВВЕДЕНИЕ

Гистерезисные процессы в квазибинарных соединениях типа $RCo_{5-x}Cu_x$ (R – редкоземельный элемент (РЗМ)) характеризуются рядом специфических особенностей: высокими значениями коэрцитивной силы H_c , большой магнитной вязкостью, сосуществованием при определенных условиях двух механизмов перемагничивания — затруднения развития или возникновения зародышей обратной магнитной фазы и затруднения смещения доменных границ по всему объему монокристалла; аномальным поведением коэрцитивной силы вблизи точек магнитной компенсации. Особенности магнитного гистерезиса весьма чувствительны к химическому составу (виду РЗМ, типу и концентрации замещающего элемента Cu), структурному состоянию образцов и температуре [1–3].

Наиболее высокими значениями H_c при комнатной температуре характеризуются монокристаллы квазибинарных соединений на основе гадолиния (а также самария и церия). Специфической особенностью перемагничивания данных соединений является наличие ярко выраженного эффекта магнитного последствия с временами установления равновесных значений намагничивающих и размагничивающих полей до нескольких часов и суток. В силу этого обстоятельства основные гистерезисные характеристики: коэрцитивная сила, остаточная намагниченность, форма петли гистерезиса и т. д., становятся функциями скорости изменения внешнего магнитного поля и не отражают

магнитного состояния образцов [2]. Для устранения такой неопределенности процессы перемагничивания приближают к равновесным, т. е. фиксация значений намагниченности в постоянном намагничивающем и размагничивающем полях производится только при полном завершении релаксационных процессов или при приближении к насыщению.

При малых концентрациях меди перемагничивание происходит путем практически беспрепятственного смещения доменных границ, затем с увеличением содержания этого металла начинается процесс затруднения смещения доменных границ по всему объему монокристалла, что сопровождается усилением эффекта магнитного последствия. Размагничивание образцов $GdCo_{5-x}Cu_x$ может происходить в зависимости от магнитной и структурной предыстории либо путем релаксационного движения доменных границ в размагничивающем поле, равном по модулю критическому полю смещения доменных границ H_k , либо одним скачком намагниченности в некотором поле H_0 , большем H_k .

Величина скачка намагниченности и поля H_0 зависят от степени совершенства внутренней структуры образцов, состояния их поверхностного слоя, величины намагничивающего поля и температуры измерения. Скачкообразный характер перемагничивания происходит вследствие затруднения образования и (или) роста зародышей обратной магнитной фазы на дефектах кристаллической структуры образцов. Коэрцитивная сила смещения доменных границ

бинарных соединений RCo_5 много меньше поля H_0 . В связи с этим, целью работы являлось изучение скачкообразного изменения намагниченности, которое наблюдается при перемагничивании образцов монокристаллов сплава GdCo_4Cu .

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве объектов исследования выбраны монокристаллы сплавов GdCo_4Cu после выплавки гомогенизирующих отжигов при температуре 1100°C в течение 5 ч. Исходные сплавы получены методом индукционной плавки в атмосфере аргона. Отжиги производились в вакууме не ниже 10^{-3} – 10^{-4} мм. рт. ст. Образцы получали из крупных зерен поликристаллических слитков путем механической обработки. Исследования микроструктуры выполнялись на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-6610 LV, а измерение гистерезисных характеристик и скачкообразных процессов намагниченности — на автоматизированном вибрационном магнитометре в полях до 2.5 Тл.

Проведенное исследование образцов методом рентгеновской дифрактометрии показало, что образцы находятся в однофазном состоянии. Все максимумы на дифрактограмме соответствуют структурному типу CaCu_5 .

На рисунке 1 приведены изображения микроструктуры образцов сплавов GdCo_4Cu , выявленные методом растровой электронной микроскопии, в состоянии после отжига. Видно, что в режиме фазового контраста наблюдаются области двух типов. Темно-серая область представляет собой основную фазу соответствующего состава со стехиометрией 1:5, а светлые включения, занимающие около 3% поля зрения, соответствуют окислам гадолиния. Эти данные показывают, что высокотемпературный отжиг образцов позволяет добиться практически однофазного состояния. На этом же рисунке приведены результаты микроанализа различных участков поверхности образца и спектры распределения химических элементов на этих участках. В таблице 1 представлены результаты микроанализа поверхности

и расчета химических составов выделенных областей. Видно, что на отдельных участках поверхности образца GdCo_4Cu наблюдаются незначительные различия в содержании меди, составляющие десятые доли атомных процентов. Подобные области на поверхности образцов можно рассматривать как микронеоднородности, служащие центрами закрепления доменных границ при намагничивании и перемагничивании во внешнем магнитном поле.

Сравнение кривых намагничивания образцов соединений типа $\text{RCo}_{5-x}\text{Cu}_x$, находящихся в состоянии после выплавки и гомогенизации, показывает, что изменение их структурного состояния, в частности, полное или частичное устранение выделений второй фазы приводит к изменению характера процессов перемагничивания [2–4]. Намагничивание образцов в исходном состоянии характеризуется большей магнитной восприимчивостью в слабых магнитных полях, чем для гомогенизированных, насыщение намагниченности которых достигается в полях, на много больших критического поля необратимого смещения доменных границ H_k . Эффект магнитного последствия при намагничивании выражен слабее, чем в гомогенизированных образцах [3–6]. Гомогенизация образцов соединений на основе гадолиния повышает величину критического поля H_k .

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Скачкообразное перемагничивание монокристалла GdCo_4Cu наблюдается уже после намагничивания полем $H_{\text{max}} \approx 3 \text{ кЭ}$ [7–9] и происходит в поле, значения которого находятся в интервале $H_{\text{max}} - H_0$. Для образцов сплава $\text{GdCo}_{5-x}\text{Cu}_x$ при $x < 1.0$ скачок происходит практически мгновенно, а при $x = 1.25$ он происходит в течение нескольких секунд. По мере увеличения x значения критического поля H_k возрастают в большей степени, чем значения H_0 , и при $x > 1.25$ время перемагничивания составляет несколько минут. В случаях концентраций меди более 1.75 ат. ед. скачки перемагничивания в кристаллах не наблюдаются, коэрцитивная сила смещения монотонно убывает.

Таблица 1. Результаты энергодисперсионного анализа выделенных участков поверхности образца сплава GdCo_4Cu после отжига при 1100°C в течение 5 ч

Участок поверхности	Содержание элементов, ат. %			Состав
	Gd	Co	Cu	
Спектр 1	15.3	59.9	24.8	$\text{GdCo}_{3,92}\text{Cu}_{1,62}$
Спектр 2	15.3	59.7	25.1	$\text{GdCo}_{3,90}\text{Cu}_{1,64}$
Спектр 3	14.9	59.7	25.4	$\text{GdCo}_{4,00}\text{Cu}_{1,70}$
Спектр 4	15.2	59.4	25.4	$\text{GdCo}_{3,91}\text{Cu}_{1,67}$
Спектр 5	14.7	60.0	25.3	$\text{GdCo}_{4,08}\text{Cu}_{1,72}$
Спектр 6	15.1	60.3	24.6	$\text{GdCo}_{3,99}\text{Cu}_{1,63}$

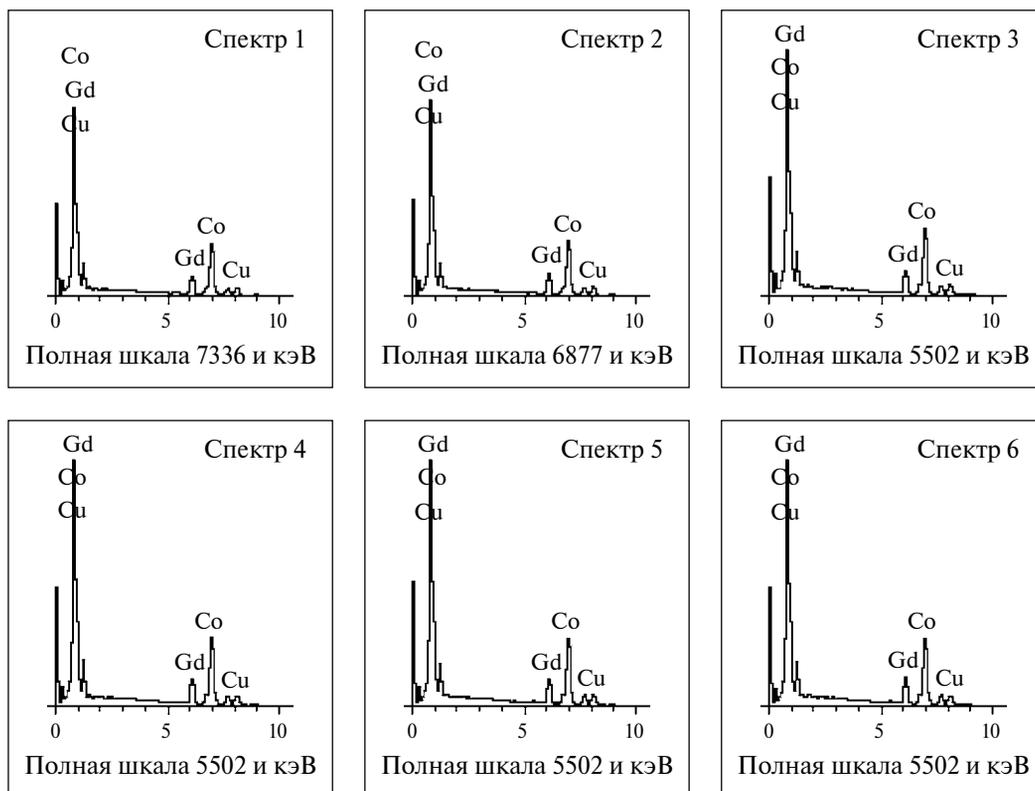
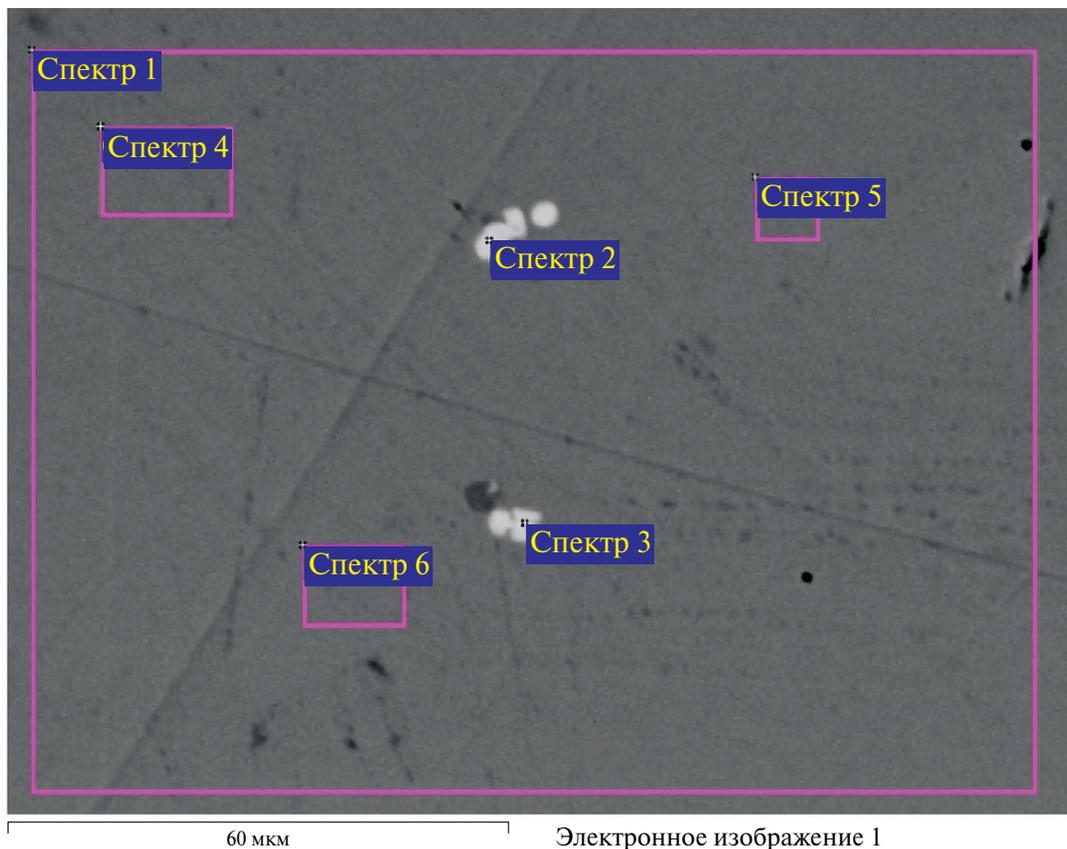


Рис. 1. Изображения микроструктуры на базисной поверхности шлифа монокристалла сплава $GdCo_4Cu$ после отжига при $1100\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 5 часов, выявленные методом РЭМ, а также спектры энергодисперсионного анализа, соответствующие выделенным участкам.

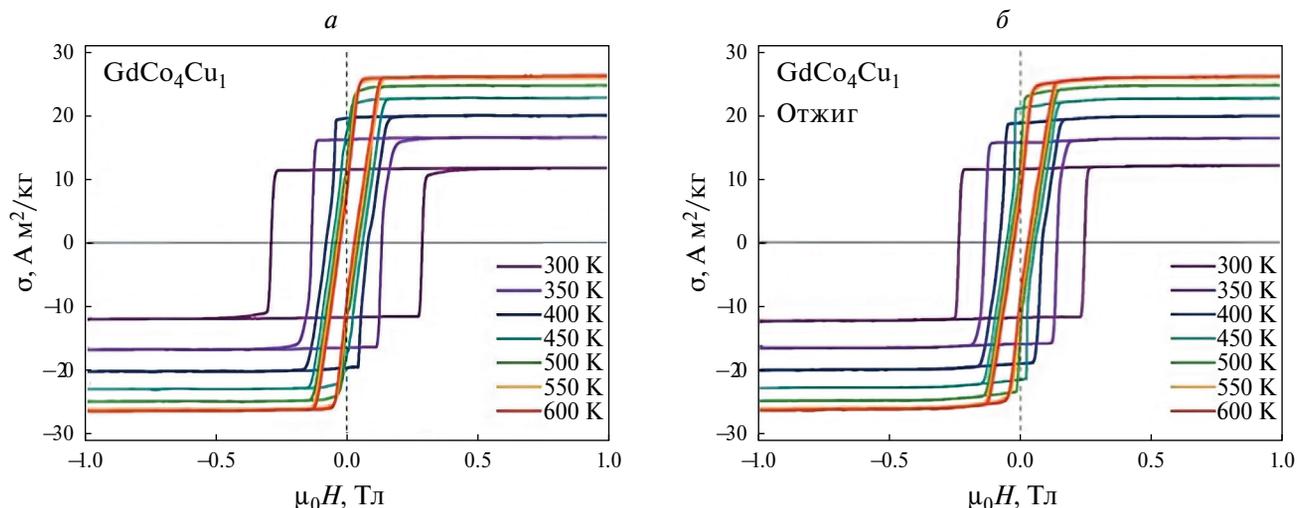


Рис. 2. Изображения петель гистерезиса для монокристалла сплава GdCo_4Cu_1 в состояниях после выплавки (а) и отжига (б), полученные методом вибрационного магнитометра в диапазоне температур 300—600 К.

Особенности проявления эффекта магнитного последствия при намагничивании и перемагничивании образцов квазибинарных соединений $\text{RCo}_{5-x}\text{M}_x$ обусловлены спецификой механизма смещения их доменных границ, в частности, характером распределения потенциальных барьеров, затрудняющих их движение. Изменение концентрации замещающего металла приводит к изменению величины критического поля смещения доменных границ, степени однородности протекания процессов перемагничивания, что влияет на релаксационные процессы.

В соединениях на основе гадолиния последствие протекает очень интенсивно и наблюдается в относительно узком интервале размагничивающих полей. Это указывает на высокую степень однородности распределения центров закрепления доменных границ по объему образца.

В предыдущих исследованиях процессов перемагничивания, перестройки доменной структуры, магнитного последствия в интерметаллидах типа $\text{R}(\text{Co}, \text{M})_5$ [8—12] установлено, что макроскопические особенности этих процессов обусловлены наличием в сплавах микрообластей с различной концентрацией элемента М, формирующихся в результате спинодального распада [8,12]. Области характеризуются различными значениями локальной коэрцитивности, и их наличие необходимо для достижения высококоэрцитивного состояния сплавов. Высказаны предположения, что они же являются эффективными центрами задержки смещения доменных границ при намагничивании и перемагничивании и ответственны за проявление значительной магнитной вязкости в указанных сплавах.

Петли гистерезиса образца сплава GdCo_4Cu (рис. 2) в состояниях после выплавки и отжига получены в интервале температур 300—600 К методом вибрационного магнитометра. Все петли гистерезиса характеризуются высокой степенью прямоугольности.

Из анализа полученных данных измерений характеристик петель гистерезиса для образцов серии сплавов $\text{GdCo}_{5-x}\text{Cu}_x$ ($x = 1-3$) можно заключить, что наибольшей коэрцитивной силой $H_c = 0.3$ Тл при комнатной температуре обладает сплав GdCo_4Cu .

На рисунке 3 представлены температурные зависимости коэрцитивной силы образцов сплава GdCo_4Cu , полученных после их выплавки и отжига. Величина H_c уменьшается с увеличением температуры. Для исходного и отожженного образцов ход зависимостей $H_c(T)$, начиная с температуры 400 К и выше, совпадает. Так как коэрцитивная сила является структурно-чувствительной характеристикой, полученные данные свидетельствуют об изменении внутренней структуры дефектов кристаллической решетки, инициированном повышенной температурой.

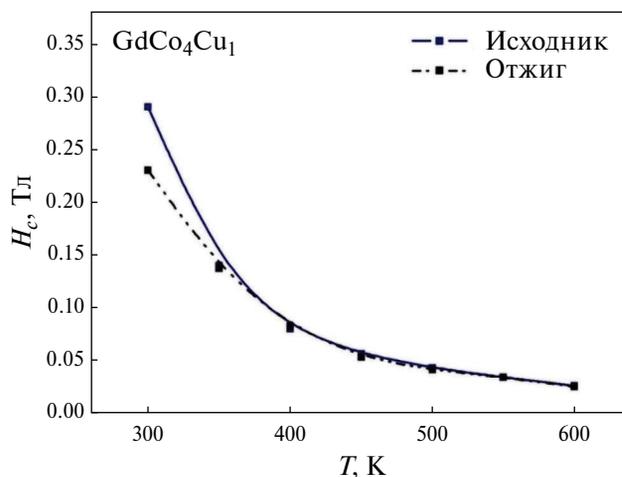


Рис. 3. Температурные зависимости коэрцитивной силы образцов сплава GdCo_4Cu в состоянии после выплавки и отжига.

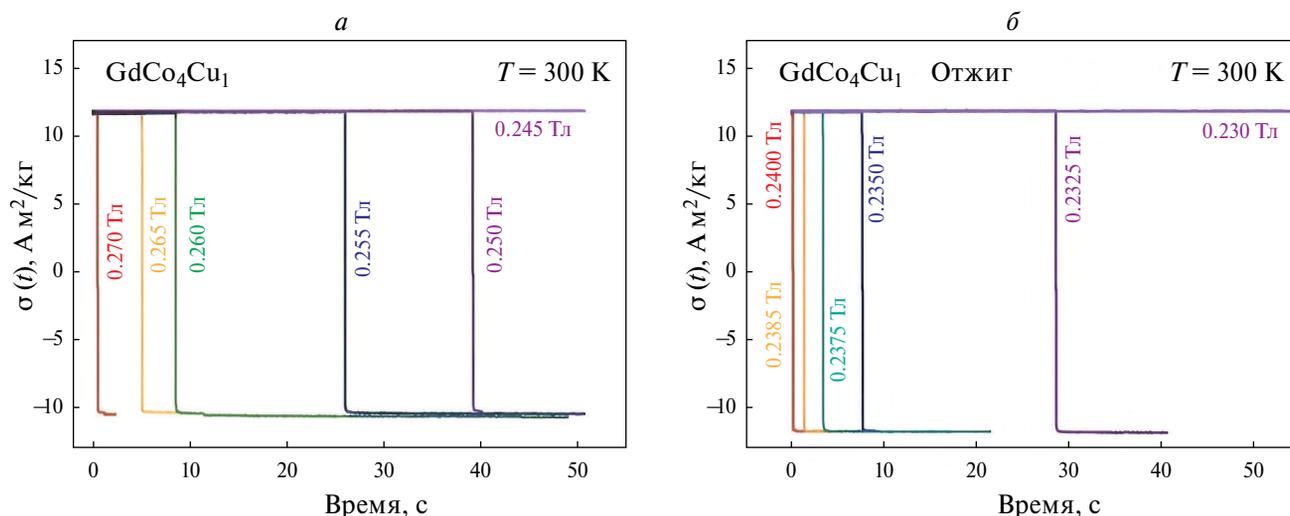


Рис. 4. Временные зависимости скачков удельной намагниченности для монокристаллов GdCo_4Cu_1 в состоянии после выплавки (а) и отжига (б), полученные методом вибрационного магнитометра при комнатной температуре.

Установлено, что в монокристаллах сплава GdCo_4Cu_1 наблюдаются скачки намагниченности в «отрицательных» магнитных полях, по величине близких к коэрцитивной силе (~ 2.7 кЭ). На рисунке 4 приведены временные зависимости скачков намагниченности, измеренные при комнатной температуре и различных значениях отрицательного поля. При фиксации скачка в заданном отрицательном поле каждый раз воспроизводилось одно и то же исходное магнитное состояние — состояние магнитного насыщения образца в направлении оси легкого намагничивания (ОЛН), достигаемое в положительном поле 30 кЭ. Полученные результаты показывают, что при уменьшении абсолютного значения отрицательного поля время скачка намагниченности увеличивается в большей степени на исходных образцах по сравнению с отожженными. В поле, равном коэрцитивной силе, скачок намагниченности происходит практически мгновенно. Наличие скачков намагниченности свидетельствует о высокой степени однородности микроструктуры образцов после отжига и преимущественном механизме перемагничивания, связанном с ростом и развитием зародышей доменов, имеющих противоположное направление вектора намагниченности, закрепившихся на микрообластях с различным содержанием меди, в состоянии магнитного насыщения.

С повышением температуры H_c снижается по нелинейному закону. Это может быть объяснено тем, что с увеличением температуры облегчаются процессы преодоления энергетических барьеров доменными границами. Перемагничивание в этом случае носит термоактивационный характер.

Методом вибрационного магнитометра измерены скачкообразные изменения намагниченности при различных значениях размагничивающих полей и комнатной температуре (рис. 4). В случае фиксации

скачка в заданном «отрицательном» поле каждый раз воспроизводилось одно и то же исходное состояние магнитного насыщения образца в направлении ОЛН, достигаемое в положительном поле 30 кЭ. Полученные результаты показывают, что при уменьшении абсолютного значения «отрицательного» поля время скачка намагниченности увеличивается в большей степени на исходных образцах по сравнению с отожженными. В поле, равном коэрцитивной силе, скачок намагниченности происходит практически мгновенно.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, установлено, что наличие скачков перемагничивания свидетельствует о высокой степени однородности микроструктуры образцов после отжига и преимущественном механизме перемагничивания, связанном с ростом и развитием зародышей доменов с противоположным направлением вектора намагниченности, закрепившихся на микрообластях с различным содержанием меди, в состоянии магнитного насыщения.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Coey J.M.D. // Engineering. 2020. V. 6. No. 2. P. 119.
2. Бирюков В.С. Магнитные свойства квазибинарных соединений на основе редкоземельных металлов и кобальта. Автореф. дисс... канд. физ.-мат. наук. Калинин: Калининский гос. ун-т, 1982.
3. Лилеев А.С. // Изв. РАН. Сер. физ. 2007. Т. 71. № 11. С. 1560; Lileev A.S. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2007. V. 71. No 11. P. 1515.
4. Никитина Ю.В., Гуслов М.Е., Дегтева О.Б. // В сб. науч. тр. «Физика магнитных материалов», Тверь: ТвГУ, 1999. С. 56.

5. *Crew D.C., McCormick P.G., Street R.* // J. Magn. Magn. Mater. 1998. V. 177—181. P. 987.
6. *Thompson P.J., Street R.* // J. Magn. Magn. Mater. 1997. V.171. P. 163.
7. *Grossinger R., Tellez-Blanco J.C., Sato Turtelli R. et al.* // Phys. B. 2001. V. 294—295. P. 194.
8. *Кузнецова Ю.В., Супонев Н.П., Дегтева О.Б., Салев П.С.* // Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтрон. исслед. 2011. № 11. С. 1; *Kuznetsova Y.V., Suponev N.P., Degteva O.B., Salev P.S* // J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech. 2011. No. 5. P. 1107.
9. *Дегтева О.Б., Супонев Н.П., Чирков П.А., Кузнецова Ю.В.* // Вестн. ТвГУ. Сер. физ. 2004. № 4(6). С. 6.
10. *Penton-Madrigal A., de Oliveira L.A.S., Sinnecker J.P. et al.* // Phys. B. 2013. V. 414. P. 67.
11. *Penton A., Estevez E., Lora R. et al.* // J. Alloys Compounds. 2007. V. 429. P. 343.
12. *Кузнецова Ю.В.* Магнитные релаксационные процессы в редкоземельных интерметаллидах R(Co, M)₅ и R-Zr-Co-Cu-Fe Автореф. дис. ... канд. физ.-мат. наук. Тверь: Тверской гос. ун-т, 2011.

Abrupt processes of remagnetization reversal processes in single crystals of GdCo₄Cu alloy

**Yu. V. Kuznetsova^{1,*}, O. B. Degteva¹, A. Y. Karpenkov¹, E. M. Semenova¹,
M. A. Belyavsky¹, E. B. Mitina¹**

¹ *Tver State University, Tver, 170100, Russia*

** e-mail: kuznetsova.yv@tversu.ru*

The results of the study of the features of the magnetization and remagnetization processes in single-crystal samples of the GdCo₄Cu alloy are presented. Depending on the magnetic background, the coexistence of two hysteresis mechanisms is observed. Along with a significant magnetic viscosity, abrupt remagnetization is observed. The relationship of hysteresis processes with the structural state of samples is discussed.

Keywords: rare earth alloy, magnetic hysteresis, magnetic viscosity, magnetization jump