Искусство — это абстракция, извлекайте её из природы, фантазируя на её основе, и думайте больше о процессе творчества, нежели о результате.

Поль Гоген



Винсент Ван Гог «Звездная ночь» (1889)

# Секция 2. Процессы намагничивания и перемагничивания

# Магнитная динамика никелевых плёнок с полосовой зубчатой структурой при импульсном акустическом воздействии

#### Голов А.В.

к.ф.-м.н., доцент кафедры радиофизики и электроники, Сыктывкарский государственный университет

#### Котов Л.Н.

д. ф.-м.н., профессор, зав. кафедрой кафедры радиофизики и электроники, Сыктывкарский государственный университет

#### Наяк Ч.

кандидат наук, доцент, Веллурский Технологический Институт, Индия

Аннотация. Работа посвящена исследованию условий магнитного переключения в никелевых нанопленках зубчатой полосой структуры при прохождении через них коротких акустических импульсов. Моделирование осуществлялось при помощи специализированного пакета микромагнитного моделирования MuMax3. Результаты работы могут быть применены при разработке современных компактных и энергоэффективных устройств магнитной записи.

**Ключевые слова:** ферромагнетики, плёнки с полосовой зубчатой структурой, акустические импульсы, перемагничивание

### Magnetic dynamics of nickel films with a square stripe structure under excitation by acoustic pulses

Golov A.V.

Ph.D., associate professor at the department of Radiophysics and electronics, Syktyvkar State University

#### Kotov L.N.

Dr. Sc., professor, head of department of Radiophysics and electronics, Syktyvkar State University

#### Nayak Ch.

Ph.D., professor (associate), Vellore Institute of Technology, India

**Annotation.** The work is dedicated to the micromagnetic modeling of possibility of magnetization switching in nickel striped film induced by a propagation of short acoustic pulses through it. The micromagnetic simulations was carried out using the MuMax3 software package. The results of the work can be used in the development of modern compact and energy-efficient magnetic recording devices.

Keywords: ferromagnets, films with a toothed strip structure, acoustic pulses, magnetization reversal

В настоящее время управление магнитным состоянием наноферромагнетиков и их нелинейная магнитная динамика представляет собой большой интерес как в практической

плоскости при проектировании компактных и энергоэффективных устройств электроники и спинтроники, так и в контексте фундаментальных исследований возможностей создания магнитных наноячеек памяти сложной конфигурации для энергонезависимого хранения и обработки информации [1]. В данной работе при помощи специализированного пакета микромагнитного моделирования MuMax3 [2] исследовался процесс переключения вектора намагниченности в никелевых наноплёнках полосовой зубчатой структуры при прохождении через них коротких акустических импульсов. В последние десятилетия появилась возможность построения на таких физических явлениях различных устройств благодаря очень быстрому развитию нанотехнологий, удешевлению и минимизации лазерных технологий, позволяющих применять достаточно мощные фемтосекундные лазеры для генерации ультракоротких акустических импульсов. Импульсная деформация в кристаллах при таком облучении может достигать очень высоких значений в единицы процентов, что достаточно близко к пределу пластичности твердых тел [3].

В микромагнитном моделировании использовалась модель движения векторов намагниченности каждой из кубических ячеек, на которые разбивалась никелевая плёнка. Для изучения динамики движения векторов намагниченности в каждой из кубических ячеек никелевой наноплёнки численно решалось уравнение Ландау-Лифшица

$$\frac{d\boldsymbol{m}}{dt} = -\frac{\gamma}{1+\alpha^2} \Big( \big[ \boldsymbol{m} \times \boldsymbol{B}_{ef} \big] + \alpha \, \big[ \boldsymbol{m} \times \big[ \boldsymbol{m} \times \boldsymbol{B}_{ef} \big] \big] \Big), \tag{1}$$

где  $\alpha$  – коэффициент диссипации,  $\gamma$  – гиромагнитное отношение электрона, m – единичный вектор намагниченности ячейки, для которой вычислялась магнитная динамика в данный момент,  $B_{ef}$  – эффективное магнитное поле, определяемое как функциональная производная плотности магнитной энергии, представленная в данном исследовании суммой следующих плотностей энергии:

$$F = F_Z + F_{ex} + F_d + F_{me}(t) \tag{2}$$

где  $F_Z$  – плотность зеемановской энергии или энергии внешнего постоянного магнитного поля **B**, приложенного в плоскости XY под углом  $\varphi$  к оси Ox (рис. 1a);  $F_{ex}$  – плотность обменной энергии между соседними ячейками плёнки; F<sub>d</sub> – плотность энергии размагничивающего поля, или энергии диполь-дипольного взаимодействия между соседними *F<sub>me</sub>(t)* – плотность магнитоупругой энергии, которая задается воздействием ячейками: наносекундного акустического импульса гауссовой формы, приложенного вдоль оси Ох [4]. Плотность энергии F<sub>d</sub> является наиболее ресурсоёмкой для расчётов в микромагнитном моделировании, так как необходимо учесть взаимодействие каждой из всех ячеек разбиения друг с другом на каждом шаге моделирования, а количество этих ячеек может достигать нескольких миллионов единиц. В качестве объекта моделирования бралась тонкая плёнка из поликристаллического никеля, не обладающего магнитокристаллической анизотропией, что позволяло оценить влияние формы плёнки на её магнитную динамику. Благодаря разбиению плёнки на отдельные кубические однодоменные ячейки отпадает нужда в вычислении тензора размагничивающих коэффициентов для плёнки такой сложной формы. Размеры сплошной плёнки в виде кубоида, были следующие: 2560 x 2560 x 40 нм<sup>3</sup>. Размеры рёбер кубической однодоменной ячейки разбиения составляли 5 x 5 x 5 нм<sup>3</sup>. Количество ячеек вдоль каждой из сторон плёнки было кратно степеням двойки, что позволяло использовать быстрое преобразование Фурье при ускорении расчётов. Для задания неоднородности формы в плёнке создавались вырезы глубиной h и шириной a (рис. 1, б). Количество этих вырезов и периодичность их следования можно варьировать. При расчётах магнитной динамики рассматривалась плёнка с восемью вырезами (рис. 2). Были построены петли гистерезиса для нормированной на значение насыщения величины вектора намагниченности плёнки в зависимости от величины постоянного магнитного поля для различных углов приложения внешнего поля  $\varphi$  для вырезов глубиной в  $\eta = 50\%$  по отношению к толщине пленки (рис. 2, *a*). Глубина выреза  $\eta$  определялась как отношение глубины вырезоввысоты зуба *h* к толщине плёнки, т.е. для сплошной плёнки без вырезов  $\eta = 0\%$ .



Рис. 1. Геометрия задачи, профиль (а) и расположение пленки (б)

Было получено, что для таких полосатых зубчатых плёнок наблюдается наибольшая коэрцитивность, когда внешнее магнитное поле приложено точно перпендикулярно полоскам плёнки. Затем коэрцитивность принимает минимальное из рассмотренных значение при угле  $\varphi = 30^{\circ}$  и далее медленно нарастает по мере поворота внешнего постоянного магнитного поля по направлению параллельного полоскам. Также были построены петли гистерезиса для магнитного поля, направленного только вдоль оси Ox, т.е. перпендикулярно полоскам, но при разной глубине вырезов h (рис. 2,  $\delta$ ). Наибольшей коэрцитивной силой в этом случае обладает плёнка, у которой глубина вырезов доходит до середины по толщине, т.е. это наиболее трудная из рассмотренных, геометрия плёнки для её перемагничивания. Наипростейшая — перемагничивание отдельных полосок при полном отсутствии перемычек между полосками, т.е. случай  $\eta = 100\%$ . Асимметрия петель гистерезиса для выбранной симметричной структуры плёнки объясняется тем, что в начальный момент времени в отсутствие постоянного магнитного поля вектор намагниченности плёнки был направлен вдоль оси Oy. Отдельно изучалась внутренняя магнитная структура, описываемая векторным полем намагниченностей в каждой из ячеек разбиения плёнки.



*Рис. 2. Петли гистерезиса для суммарной намагниченности плёнки никеля в зависимости от угла \varphi приложения магнитного поля при \eta = 50\% (a) и от величины выреза \eta при \varphi = 0^{\circ} (б)* 

В зависимости от длительности акустического импульса и от его конечной величины, после прохождения акустического импульса, портрет распределения векторов намагниченностей ячеек сильно различался, что может быть вызвано большой вариацией возможных конечных состояний для такого значительного числа ячеек разбиения – порядка 2 млн. ячеек. Но при этом результирующая намагниченность всей плёнки в большинстве случаев была направлена вдоль полосок с тенденцией к согласованности направлений вектора намагниченности у соседних полосок.

Таким образом, в данной работе с использованием пакета MuMax3 было проведено микромагнитное моделирование магнитного переключения в никелевых наноплёнках зубчатой полосовой структуры при прохождении в них коротких акустических импульсов. Были построены петли гистерезиса для различных направлений поля и форм плёнок, а также рассмотрены спектры колебаний намагниченности плёнки в момент прохождения акустического импульса. Результаты работы могут быть использованы при разработке компактных и энергоэффективных устройств электроники и спинтроники, а также при разработке современных устройств магнитной записи.

Исследования выполнены за счёт гранта Российского научного фонда, проект № 21-72-20048.

#### Список использованных источников:

1. Власов В.С., Голов А.В., Котов Л.Н. и др. Современные проблемы сверхбыстрой магнитоакустики (Обзор) // Акустический журнал. – 2022. – Т. 68, № 1. – С. 22–56.

2. Vansteenkiste A. *et al.* The design and verification of MuMax3 // AIP Advances. -2014. - V.4 No 10. -P.107133.

3. Chang C.L. *et al.* Selective Excitation of Localized Spin-Wave Modes by Optically Pumped Surface Acoustic Waves // Phys. Rev. Applied. – 2018. – V. 10 № 3. – P. 034068.

4. Голов А.В. и др. // Челябинский физико-математический журнал. – 2023. – Т. 8 № 1. – С. 92– 103.

# Особенности ориентационных фазовых переходов в двухосных магнитных плёнках с плоскостной анизотропией

#### Матюнин А.В.

к.ф.-м.н., старший преподаватель, кафедра общей физики физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова

#### Николадзе Г.М.

ведущий электроник, кафедра общей физики физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова

#### Поляков П.А.

д.ф.-м.н., профессор, кафедра общей физики физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова

Аннотация. В данной работе исследован ориентационный фазовый переход из состояния однородного намагничивания в состояние с магнитной доменной структурой под воздействием внешнего вращающегося в плоскости магнитной плёнки поля. Выявлено, что в рассматриваемой пленке области углов, в которых имеет место доменная структура, в двух взаимно противоположных направлениях (повернутых друг относительно друга на 180°) практически совпадают. Однако же эти две области, которые повернуты друг относительно друга на 90°, сами по себе сильно отличаются (примерно в 2 раза). Данное обстоятельство связано со сложным видом энергии анизотропии.

**Ключевые слова:** магнитооптические исследования, анизотропия, плёнки ферритовгранатов, доменная структура

#### Features of orientation phase transitions in biaxial magnetic films with planar anisotropy

#### Matyunin A.V.

Ph.D, senior lecturer, Chair of General Physics, Faculty of Physics, M.V. Lomonosov Moscow State University

#### Nikoladze G.M.

Leading electronic, Chair of General Physics, Faculty of Physics, M.V. Lomonosov Moscow State University

#### Polyakov P.A.

Dr.Sc., professor, Chair of General Physics, Faculty of Physics, M.V. Lomonosov Moscow State University

**Annotation.** In this paper, the orientational phase transition from a state of homogeneous magnetization to a state with a magnetic domain structure under the influence of an external field rotating in the plane of the magnetic film is investigated. It was revealed that in the considered film, the areas of angles in which the domain structure takes place practically coincide in two mutually opposite directions (rotated 180° relative to each other). However, these two regions, which are rotated relative to each other by 90°, themselves differ greatly (by about 2 times). This circumstance is associated with a complex type of anisotropy energy.

Keywords: magneto-optical investigations, anisotropy, ferrite-garnet films, domain structure

В работе исследован ориентационный фазовый переход в магнитной плёнке из состояния однородного намагничивания в состояние с магнитной доменной структурой под воздействием внешнего вращающегося в плоскости плёнки магнитного поля. Использовался образец феррит-гранатовой плёнки состава (YLuBi)<sub>3</sub>(FeGa)<sub>5</sub>O<sub>12</sub> с плоскостной анизотропией и при наличии в плоскости плёнки двухосной и одноосной анизотропии [1], совпадающей по направлению с одной из осей двухосной анизотропии. Плотность энергии анизотропии определяется выражением

$$W = \frac{H_{K_2}M_S}{8}\sin^2 2\varphi + \frac{H_{K_1}M_S}{2}\sin^2 \varphi,$$
 (1)

где  $H_{K2} = 36 \ \Im$  — эффективное поле двухосной анизотропии,  $H_{K1} = 4 \ \Im$  — эффективное поле одноосной анизотропии,  $M_S = 14 \ \Gamma c$  — намагниченность насыщения.

Магнитная структура в плёнке наблюдалась посредством магнитооптического эффекта Фарадея. Поляризованный свет, проходя через намагниченную область плёнки, имеющую небольшой наклон (порядка 15°) поворачивает свою плоскость поляризации на некоторый угол, пропорциональный проекции вектора намагниченности на направление луча света. Величина этой проекции будет зависеть от направления намагниченности в плоскости плёнки. При наблюдении плёнки через поляроид будет фиксироваться разная интенсивность света, прошедшего через области плёнки с различной ориентацией намагниченности, то есть будет регистрироваться доменная структура плёнки или состояние однородного намагничивания (рис. 1).



*Рис. 1. Магнитная структура исследуемой плёнки: а) плёнка однородно намагничена, б) наблюдается доменная структура.* 

Схема экспериментальной установки и методика эксперимента изложена в работах [2,3]. Перед началом измерения пленка была однородно намагничена магнитным полем величиной  $H_0 = 4$  Э, направленным горизонтально слева направо (вдоль оси лёгкого намагничивания). Освещённость плёнки была полностью равномерной. Далее магнитное поле квазистатически поворачивалось против часовой стрелки в плоскости плёнки на угол 360°. В результате было обнаружено, что в некоторой области углов происходит разрушение однородного намагничивания и возникает доменное упорядочение, то есть происходит ориентационный фазовый переход. При дальнейшем повороте в пределах некоторого диапазона углов наблюдается наличие доменного упорядочения, которое пропадает при некотором значении угла поворота вектора напряжённости магнитного поля, после чего восстанавливается состояние однородного намагничивания (то есть происходит второй ориентационный фазовый переход). Всего при повороте вектора напряжённости магнитного

поля на угол 360° наблюдалось четыре области с наличием доменной структуры и восемь значений углов поворота, при которых происходил ориентационный фазовый переход из состояния однородного намагничивания к состоянию с доменным упорядочением и наоборот. Эти четыре угловых интервала, в которых возникали состояния доменного упорядочения, ориентированы относительно друг друга приблизительно на 90° и сосредоточены в направлениях трудных осей. При увеличении модуля напряженности и повороте его на угол 360° происходили аналогичные явления, но области углов, при которых наблюдалось доменное упорядочение, сужалась.

На рис. 2 представлены графики изменения этих угловых областей при различных значениях величины напряжённости магнитного поля. Из рис. 2 следует, что в рассматриваемой пленке области углов, в которых имеет место доменная структура, в двух взаимно противоположных направлениях (повернутых друг относительно друга на 180°) практически совпадают. Однако же эти две области, которые повернуты друг относительно друга на 90°, сами по себе сильно отличаются (примерно в 2 раза). Это обусловлено наличием в плёнке сложного вида энергии анизотропии (1): в одном направлении эффективное поле анизотропии составляет  $H_{K2} + H_{K1} = 40$  Э, а в направлении, повернутом относительно первого на 90°, составляет  $H_{K2} - H_{K1} = 32$  Э.



Напряжённость перемагничивающего поля Н<sub>р</sub>, Э

Рис. 2. Зависимость диапазона углов, при которых происходит ориентационный фазовый переход из состояния однородного намагничивания к состоянию с доменным упорядочением, от величины перемагничивающего поля H<sub>p</sub>. На легенде отражены значения углов ориентации магнитной плёнки относительно оси лёгкого намагничивания.

#### Список использованной литературы:

- 1. Ильичева Е.Н., Дурасова Ю.А., Ильяшенко Е.И., Матюнин А.В., Рандошкин В.В. Исследование магнитной анизотропии типа «легкая плоскость» и распределения намагниченности в эпитаксиальных пленках феррит-гранатов с ориентацией (100) // Вестник Московского Университета, Серия З. Физика. Астрономия. 2006. № 4. С. 30-34.
- 2. Николадзе Г. М., Матюнин А. В., Поляков П. А. Разрушение состояния с однородной намагниченностью в магнитных пленках с одноосной анизотропией при их перемагничивании // Физика твердого тела. 2024. Т. 66 № 1. С. 77–81.
- 3. Матюнин А.В., Николадзе Г.М., Поляков П.А. Особенности экспериментального исследования процессов квазистационарного намагничивания пленок ферритовгранатов // Известия РАН. Серия физическая. — 2022. — Т. 86 - № 9. — С. 1239–1242.

УДК 537.624.9

### Анизотропия намагниченности насыщения в интерметаллических соединениях P3M-3d металл

### Незнахин Д.С.

к.ф.-м. н., научный сотрудник НИИ физики и прикладной математики УрФУ

#### Говорина В.

лаборант-исследователь НИИ физики и прикладной математики УрФУ

#### Болячкин А.С.

к.ф.-м. н., научный сотрудник НИИ физики и прикладной математики УрФУ

#### Барташевич М.И.

д.ф.-м. н., профессор кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов УрФУ

Аннотация. В чистых 3d металлах наблюдается анизотропия намагниченности насыщения, когда M<sub>s</sub>, определенная вдоль оси легкого намагничивания, больше значения M<sub>s</sub>, полученной вдоль оси трудного намагничивания. Однако этот эффект составляет всего до 0,1 %. В случае высокоанизотропных интерметаллических соединений P3M-3d металл анизотропия намагниченности насыщения может быть в 100 раз сильнее. Для достоверного ее наблюдения необходимо использовать магнитные поля выше полей анизотропии интерметаллических соединений. С помощью феноменологических подходов показана роль насыщения анизотропии намагниченности определении констант в магнитокристаллической некоторых высокоанизотропных анизотропии бинарных интерметаллических соединений РЗМ-3d металл.

Ключевые слова: магнитная анизотропия, анизотропия намагничивания, монокристаллы

#### Saturation magnetization anisotropy in R-3d metal intermetallic compounds

#### Neznakhin D.S.,

Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Research fellow of the Institute of Physics and Applied Mathematics, Ural Federal University

#### Govorina V.,

Research assistant of the Institute of Physics and Applied Mathematics, Ural Federal University

#### Bolyachkin A.S.,

Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Research fellow of the Institute of Physics and Applied Mathematics, Ural Federal University

#### Bartashevich M.I.,

Doctor of physical and mathematical Sciences, Professor of the Department of Magnetism and Magnetic Nanomaterials, Ural Federal University

Annotation. There is an anisotropy of saturation magnetization in pure 3d metals when the  $M_S$  determined along the easy magnetization axis is larger than the  $M_S$  value obtained along the hard magnetization axis. However, this effect is only up to 0.1%. In the case of high anisotropic R-3d metal

intermetallic compounds, the anisotropy of the saturation magnetization can be 100 times stronger. For its reliable observation it is necessary to use magnetic fields higher than the anisotropy fields of intermetallic compounds. The role of saturation magnetization anisotropy in determining the magnetocrystalline anisotropy constants of some high anisotropic binary intermetallic compounds *R*-3d metal is shown using phenomenological approaches.

Keywords: magnetic anisotropy, magnetization anisotropy, single crystal

Кривые намагничивания монокристаллов являются источником важных для практического применения магнитных характеристик, таких как значения намагниченности насыщения, поля анизотропии, констант анизотропии. Эти характеристики позволяют определить потенциал материала в качестве постоянного магнита, источника спинполяризованного тока и др. Развитие высокоточной измерительной аппаратуры привело к тому, что в литературе все чаще встречаются кривые намагничивания, на которых выше поля анизотропии намагниченности насыщения не совпадают вдоль разных кристаллографических направлений [1,2]. Это явление называют анизотропией намагниченности насыщения, величина которой определяется параметром  $p = (M_{OЛH} - M_{OTH})/M_{OЛH}$ , где  $M_{OЛH}$  и  $M_{OTH}$  – величины намагниченности насыщения, определенные вдоль оси легкого (ОЛН) и трудного (ОТН) намагничивания, соответственно. Данное явление встречается в ферромагнетиках как в чистых 3d-металлах [3,4], так и в интерметаллических соединениях на их основе [5]. В первом случае параметр р равен 0.01-0.1 %, во втором случае может достигать огромных значений вплоть до 20% [6].

Явление анизотропии намагниченности и необходимость его описания и учета важны по двум причинам. Во-первых, в работах [7,8] показано, что параметр *p* влияет на результаты определения констант магнитокристаллической анизотропии методом Саксмита-Томпсона. Во-вторых, неучет явления анизотропии намагниченности при модельном описании материала может приводить к несовпадению результатов натурных и компьютерных экспериментов и требовать разработки новых модельных подходов и представлений о материалах, вместо введения соответствующей поправки. Понимание природы анизотропии намагниченности насыщения важно не только с точки зрения прикладного магнетизма, но и с точки зрения установления новых закономерностей формирования магнитного момента как в рамках модели зонного, так и локализованного магнетизма.

В данной работе представлена обобщенная форма метода Саксмита-Томпсона. Она учитывает несколько особенностей процесса намагничивания: спонтанную анизотропию намагниченности, парамагнитный процесс и размагничивающие поля. Также получены скорректированные выражения поля анизотропии для магнитной анизотропии типа ось легкого намагничивания. Модифицированный подход был подтвержден измерениями намагниченности монокристаллических LaCo<sub>5</sub> и YFe<sub>3</sub> [8].

Используя монокристалл Y<sub>2</sub>Co<sub>7</sub>, который является одноосным высокоанизотропным ферромагнетиком с параметром анизотропии равным 7.4% при 300 К, экспериментально показано, что намагниченность насыщения сильно зависит от направления приложения внешнего магнитного поля и подчиняется формуле  $M_S(\theta)=M_{OJH}(1-p\cdot\sin^2\theta)$  [9].

Исследованы зонные ферромагнетики LuCo<sub>3</sub> и YCo<sub>3</sub>, находящиеся в низкоспиновом состоянии [10]. Проанализированы кривые намагничивания, измеренные на монокристаллах, вдоль ОЛН и ОТН, при температурах от 2 К до  $T_C$ . В этих соединениях обнаружено ярко выраженное явление анизотропии намагниченности насыщения, когда  $M_S$  вдоль разных кристаллографических осей имеет различное значение. Учет анизотропии намагниченности насыщения и парамагнитной восприимчивости приводит к сильным изменениям значений константы анизотропии  $K_2$ , определенной методом Саксмита-Томпсона, в то время как константа  $K_1$  меняется несущественно. Показано, что метод кривых Белова-Аррота плохо

применим для одноосных ферромагнетиков при определении их температуры Кюри, поскольку при измерении вдоль ОЛН и ОТН данным методом получаются разные значения на монокристаллах и эта разница коррелирует с величиной анизотропии намагниченности насыщения.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта РНФ №24-22-00313.

#### Список использованной литературы:

- Politova G.A., Tereshina I.S., Gorbunov D.I., Paukov M.A., Andreev A.V., Grechishkin R.M., Rogacki K. Magnetic and magnetocaloric properties of single crystal (Nd<sub>0.5</sub>Pr<sub>0.5</sub>)<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. // J. Alloys Compd. – 2018. – Vol. 751. – P. 283-288.
- Maskova-Cerna S., Klicpera M., Svoboda P., Andreev A.V., Skourski Y., Reehuis M., Hoffmann J.-U., Andre G., Havela L. New type of magnetic structure in the R<sub>2</sub>T<sub>2</sub>X group: Tb<sub>2</sub>Pd<sub>2</sub>In. // J. Physics: Condens. Matter. – 2020. – Vol. 32. – P. 345801.
- 3. Aubert G., Escudier P. Anisotropic magnetization of nickel at low temperature // J. de Physique. 1971. Vol. 32. P. 543-544.
- 4. Pauthenet R. The magnetization of a single crystal of cobalt under high magnetic fields // Comptes rendus de l academie des sciences 1983, Serie II, 297, 13-16. (in Franch)
- Kuz'min M.D., Skokov K.P., Radulov I., Schwöbel C.A., Foro S., Donner W., Werwiński M., Rusz J., Delczeg-Czirjak E., Gutfleisch O. Magnetic anisotropy of La<sub>2</sub>Co<sub>7</sub> // J. Appl. Phys. – 2015. – Vol. 118. – P. 053905.
- Karpenkov D.Y., Skokov K.P., Lyakhova M.B., Radulov I.A., Faske T., Skourski Y., Gutfleisch O. Intrinsic magnetic properties of hydrided and non-hydrided Nd<sub>5</sub>Fe<sub>17</sub> single crystals // J. Alloys Compd. – 2018. – Vol. 741. – P. 1012-1020.
- Alameda J.M., Givord D., Lemaire R., Lu Q. Co energy and magnetization anisotropies in RCo<sub>5</sub> intermetallics between 4.2 K and 300 K // J. Appl. Phys. – 1981. Vol. 52. – P. 2079.
- Bolyachkin A.S., Neznakhin D.S., Bartashevich M.I. The effect of magnetization anisotropy and paramagnetic susceptibility on the magnetization process // J. Appl. Phys. - 2015. – Vol. 118. – P. 213902.
- Neznakhin D.S., Bolyachkin A.S., Bartashevich M.I., Diop L.V.B., Gutfleisch O., Skokov K.P. Angular dependence of saturation magnetization in single crystals with uniaxial magnetic anisotropy // J. Magn. Magn. Materials. – 2022. – Vol. 547. – P. 168947.
- Neznakhin D.S., Bartashevich A.M., Volegov A.S., Andreev A.V., Bartashevich M.I., Magnetic anisotropy in RCo<sub>3</sub> (R = Lu and Y) single crystals // J. Magn. Magn. Materials. - 2021. - Vol. 539. - P. 168367.

# Петли гистерезиса композитных плёнок (CoFeB+SiO<sub>2</sub>) с различной микроструктурой в магнитных полях ±5 Тл при температурах 2-400 К

#### Котов Л.Н.

профессор, зав. кафедрой радиофизики и электроники, Сыктывкарский государственный университет

#### Уткин А.А.

старший преподаватель, Сыктывкарский государственный университет

#### Калинин Ю.Е.

профессор, профессор кафедры твердотельной электроники, Воронежский государственный технический университет

#### Ситников А.В.

профессор, профессор кафедры твердотельной электроники, Воронежский государственный технический университет

Аннотация. Исследованы магнито-полевые зависимости намагниченности (петли гистерезиса) композитных пленок (CoFeB+SiO2) в интервале магнитных полей от -5 до 5 Тл при температурах 2, 100, 300, 400 К. Обнаружена сильная зависимость намагниченности и коэрцитивной силы от концентрации металлического сплава, особенно в области перколяции. Концентрационная зависимость коэрцитивной силы связана с изменением микроструктуры композитных плёнок: от гранулированной до гранулярно-перколяционной структуры и далее к металлической матрице с включением диэлектрических частиц и областей.

**Ключевые слова:** гистерезис, намагниченность, гранулированная, перколяционная микроструктура, композитные металл-диэлектрические плёнки

#### Hysteresis loop of composite films (CoFeB+SiO<sub>2</sub>) with different microstructures in magnetic fields ±5 T at temperatures 2-400 K

Kotov L.N. Professor, head Department of Radiophysics and Electronics, Syktyvkar State University

> Utkin A.A. Senior lecturer, Syktyvkar State University

#### Kalinin Yu.E.

Professor, professor of the Department of Solid State Electronics, Voronezh State Technical University

#### Sitnikov A.V.

Professor, professor of the Department of Solid State Electronics, Voronezh State Technical University

Annotation. The magnetic field dependences of magnetization (hysteresis loops) of composite films (CoFeB+SiO2) were studied in the range of magnetic fields from -5 to 5 T at temperatures of 2, 100,

300, 400 K. A strong dependence of magnetization and coercive force on the concentration of the metal alloy was discovered, especially in the area of percolation. The concentration dependence of the coercive force is associated with a change in the microstructure of composite films: from granular to granular-percolation structure and then to a metal matrix with the inclusion of dielectric particles and regions.

*Keywords:* hysteresis, magnetization, granular, percolation microstructure, composite metaldielectric films

В современном мире изучение магнитных свойств материалов играет важную роль в различных научных и технологических областях, таких как магнитоэлектроника, магнитные носители информации, и многие другие. Композитные плёнки, состоящие из различных магнитных и немагнитных материалов, привлекают особое внимание благодаря их магнитоэлектрическим характеристикам, которые предоставляют новые возможности для создания устройств взаимодействующих с электрическими и магнитными полями. Как правило, композитные плёнки обладают высокой магнитной чувствительностью и регулируемостью, что позволяет контролировать их характеристики при изменении внешних условий. В данной работе исследованы магнито-полевые зависимости намагниченности (петли гистерезиса) композитных пленок (CoFeB+SiO<sub>2</sub>) в интервале магнитных полей от -5 до 5 Тл при температурах 10,100, 300, 400 К.

Напыление плёнок осуществлялось на лавсановый лист с размерами 210×295 мм<sup>2</sup> методом ионной бомбардировки мишеней из металлического сплава CoFeB и диэлектрика SiO<sub>2</sub> [1]. Измерения химического состава и толщины композитных плёнок проводились на сканирующем электронном микроскопе TESCAN MIRA3 LMH. Измерения магнитного момента плёнок в интервале температур 2-400 К и в интервале магнитных полей от -9 до 9 Тл. проводились в Центре диагностики функциональных материалов для медицины, фармакологии и наноэлектроники Научного парка СПбГУ с использованием измерительного комплекса MPMS 3 SQUID VSM Quantum Design и сверхпроводящим электромагнитом.

Анализ результатов эксперимента был сделан с учётом изображений магнито-фазового контраста (МФК) поверхности композитных плёнок, полученных с помощью атомносилового микроскопа NT-MDT (Россия) (рис. 1). Изучение структуры плёнок на основе полученных изображений МФК показало, что композитные плёнки с малой концентрацией металлического сплава x = 0.45 - 0.49 обладают гранулярной структурой (рис. 1, *a*), а при x = 0.62 - 0.76 гранулярно-перколяционной структурой, которая может иметь полосовую магнитную структуру ( $\delta$ ). При больших концентрациях x = 0.78 - 0.88 структура плёнок представляет собой металлическую матрицу с внедрёнными в неё диэлектрическими частицами и областями ( $\epsilon$ ).



*Рис. 1. Изображения магнито-фазового контраста плёнок (CoFeB+SiO<sub>2</sub>) с x* = 0.49 (3), 0.64 (6), 0.83 (10). Номера изображений соответствуют номерам плёнок.

В работе были получены зависимости намагниченности от величины постоянного магнитного поля (петли гистерезиса) при температурах 2, 100, 300 и 400 К (рис. 2). При

температурных исследованиях магнитного момента плёнок было установлено, что намагниченность насыщения плёнок с высоким содержанием металлического сплава x = 0.76, 0.81 и 0.91 практически не изменятся с ростом температуры. В то же время, у плёнок с меньшей концентрацией x = 0.44, 0.50, 0.58, находящихся в области перколяции, намагниченность насыщения уменьшается с ростом температуры. При низких значениях температуры 2 К плёнки (CoFeB+SiO<sub>2</sub>) показывают сильную зависимость коэрцитивной силы от концентрации металлического сплава x (рис. 3). Для плёнок с увеличением x коэрцитивная сила уменьшается, выходя на плато при x = 0.76. При увеличении температуры до 100 К и выше, коэрцитивная сила для всех плёнок (CoFeB+SiO<sub>2</sub>) слабо зависит от концентрации металлического сплава x.



Рис. 2. Зависимости намагниченности плёнок (CoFeB+SiO<sub>2</sub>) от величины приложенного постоянного магнитного поля при температуре 300 К с концентрациями x = 0.45 (кривая 1), 0.44 (2), 0.49 (3), 0.64 (5), 0.68 (7), 0.77 (8), 0.83 (10) в масштабах ±5 Тл (а), ±5 тГл (б). Номера кривых соответствуют номерам исследованных плёнок.



Рис. 3. Зависимость коэрцитивной силы композитных плёнок (CoFeB+SiO2) от их номера. Синей пунктирной линией показано изменение концентрации металлической фазы. Температуры плёнок, при которых проведены измерения петель гистерезиса, приведены возле соответствующей кривой.

Полученные результаты исследований показали, что на намагниченность и коэрцитивную силу гранулированных композитных плёнок (CoFeB+SiO<sub>2</sub>) большое влияние оказывает микроструктура плёнок. Зависимости коэрцитивной силы от концентрации металлического сплава x можно разбить на три области концентраций x. Первая область малых концентраций x соответствует плёнкам с гранулированной структурой, вторая область соответствует плёнкам, имеющих металлическую матрицу с диэлектрическими включениями. Наибольшую чувствительность к постоянному магнитному полю проявляют плёнки вблизи порога перколяции с объёмной долей металлического сплава 0.44, 0.50 и 0.58.

### Исследования выполнены за счёт гранта Российского научного фонда, проект № 21-72-20048

#### Список использованных источников:

1. Котов Л.Н., Уткин А. А., Калинин Ю. Е., Ситников А. В. Магнитные, проводящие и магнитопроводящие свойства композитных плёнок (CoFeB+SiO2+N2) в интервале температур 2-400 К и магнитных полей 0, 1 и 5 Тл // Вестник ЮУрГУ. Серия «Математика. Механика. Физика». – 2023. – Т. 15, № 4. – С. 85-92.

### Магнитная микроструктура нанокристаллических плёнок Fe-Ti-B Харин Е.В.

к.т.н., старший научный сотрудник, ИМЕТ РАН

#### Шефтель Е.Н.

д.т.н., главный научный сотрудник, ИМЕТ РАН

#### Теджетов В.А.

к.ф.-м.н., научный сотрудник, ИМЕТ РАН

#### Гридин Д.М.

аспирант, Физический факультет, МГУ им. М.В. Ломоносова

#### Попов В.В.

к.ф.-м.н., с.н.с., Физический факультет, МГУ им. М.В. Ломоносова

#### Каминская Т.П.

к.ф.-м.н., н.с., Физический факультет, МГУ им. М.В. Ломоносова

#### Грановский А.Б.

д.ф.-м.н., профессор, Физический факультет, МГУ им. М.В. Ломоносова

Аннотация. Плёнки химического состава Fe<sub>72.4</sub>Ti<sub>5.4</sub>B<sub>19.2</sub>O<sub>3.0</sub> получены магнетронным осаждением с последующим вакуумным отжигом при температуре 200°C в течение 1 ч. Методами XRD, AFM, MFM и VSM изучено влияние состава образующегося твёрдого раствора аFe(Ti) и размера зерна этой фазы, магнитной анизотропии внутри зерна, обменного взаимодействия между зёрнами, а также шероховатости поверхности плёнки на статические магнитные свойства плёнок. Дана согласованная картина структуры и магнитных свойств.

**Ключевые слова:** магнитно-мягкие плёнки, петля гистерезиса, корреляционная магнитометрия, модель случайной магнитной анизотропии

#### Magnetic structure of nanocrystalline Fe-Ti-B films

#### Harin E.V.

Ph.D., senior researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science RAS

#### Sheftel E.N.

Dr.Sc., professor, chief reseacher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science RAS

#### **Tedzhetov V.A.**

Ph.D., researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science RAS

#### Gridin D.M.

Ph.D student, Faculty of Physics, Lomonosov Moscow State University

Popov V.V.

Ph.D., senior researcher, Faculty of Physics, Lomonosov Moscow State University

#### Kaminskaya T.P.

Ph.D., researcher, Faculty of Physics, Lomonosov Moscow State University

#### Granovsky A.B.

Dr.Sc., professor, Faculty of Physics, Lomonosov Moscow State University

Annotation. Films with a chemical composition of  $Fe_{72.4}Ti_{5.4}B_{19.2}O_{3.0}$  were prepared by magnetron deposition followed by 1-h vacuum annealing at 200°C. X-ray diffraction analysis, atomic force microscopy, magnetic force microscopy, and vibrating-sample magnetometry are used to study the effect of formed  $\alpha Fe(Ti)$  solid solution composition, the phase grain size, magnetic anisotropy within grain, exchange interaction between grains, and surface roughness of films on their static magnetic properties. The interrelation between the structure and magnetic properties is highlighted.

Keywords: soft magnetic films, hysteresis loop, correlation magnetometry, random anisotropy model

Магнитные свойства нанокристаллических плёночных ферромагнетиков определяются магнитной микроструктурой и структурой материала (размер зерна), формирующимися при получении материала. В этой связи исследования, направленные на количественную оценку этих характеристик, а также их взаимосвязи, имеют важное научное и прикладное значение для создания плёночных материалов, обеспечивающих требуемые современной электроникой свойства [1] Для решения такой задачи можно использовать (і) микроскопические методы, наблюдения поверхностной магнитной структуры, пригодные лля Лоренцевская микроскопия, Керровская микроскопия, магнитно-силовая микроскопия (МСМ) и магнитное малоугловое рассеивание нейтронов; (ii) метод корреляционной магнитометрии, основанный на анализе приближения намагниченности к насыщению [2], позволяющий описать объёмную магнитную микроструктуру, (iii) метод рентгеновской дифракции (РД), позволяющий определить размер зерна материала, микродеформацию в зерне и уровень макронапряжений в плёнке.

В нанокристаллических ферромагнетиках макроскопическая магнитная анизотропия объясняется моделью случайной магнитной анизотропии (МСМА) [2]. Согласно МСМА в условиях, когда размер зерна  $2R_c$  меньше длины обменного взаимодействия  $R_L$ , произвольно ориентированная локальная магнитная анизотропия  $D^{1/2}H_a$  (на масштабе  $2R_c$ ), подавляется обменным взаимодействием на масштабе стохастического домена  $2R_L$ , размер которого определяется конкуренцией локальной магнитной анизотропии  $D^{1/2}H_a$  и обменного взаимодействия. Следует отметить, что в случае отсутствия в магнитной структуре других источников магнитной анизотропии, кроме  $D^{1/2}H_a$ , которыми могут быть макронапряжения, неоднородности обменной энергии и др, может выполняться равенство коэрцитивной силы и поля анизотропии  $D^{1/2} < H_a >$  на масштабе  $2R_L$ :  $H_c \approx D^{1/2} < H_a > [2]$ .

Согласно развиваемому авторами научно обоснованному подходу к выбору составов сплавов [3] нанокристаллические плёнки которых, полученные методом магнетронного осаждения с последующим отжигом, способны обеспечить требуемый уровень магнитных свойств, сплавы системы Fe-Ti-B являются перспективными [3], что определило выбор плёнок этой системы для достижения поставленной в работе цели.

Сопоставление магнитных свойств пленок системы Fe-Ti-B с их объемной и поверхностной магнитной микроструктурой, а также сопоставление результатов оценки объёмной магнитной структуры, полученных методом корреляционной магнитометрии, с доменной структурой поверхности плёночного ферромагнетика, исследованной методом МСМ, является целью настоящей работы.

Пленки Fe-Ti-В получены магнетронным распылением составных мишеней, представляющих собой Fe диск (площадь 110 см<sup>2</sup>), равномерно покрытый сегментами керамики TiB<sub>2</sub> (полученной методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза) общей площадью 21 см<sup>2</sup>. Плёнки осаждали на стеклянные подложки в течение 10 мин в среде Аг при давлении 0.3 Па, напряжении на катоде 500 В и силе тока 1.5 А. Температура подложкодержателя в конце осаждения была 205°С. Отжиг плёнок проводили при температуре 200°С в течение 1 ч в вакууме 2·10<sup>-4</sup> Па. Температура отжига выбрана так, чтобы получить наибольшую намагниченность насыщения за счёт обеднения твёрдого раствора титаном и одновременно сохранить низкие значения коэрцитивной силы.

Химический состав (Fe 72.4, Ti 5.4, B 19.2, O 3.0 ат.%) и толщина плёнок (*d* = 0.52±0.03 мкм) определены с помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi S3400N.

Тонкая кристаллическая структура плёнок была определена методом рентгеновской дифракции с использованием дифрактометра Rigaku Ultima IV. Определение размера зерна было выполнено по формуле Шеррера.

МСМ была получена с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) НТ-МДТ Смена в полуконтактном режиме с использованием кантилевера с Со покрытием с резонансными частотами 47-90 кГц и силовой константой 1-5 Н/м в двухпроходном режиме, второй проход на высоте 100 нм над поверхностью. МСМ-изображения обрабатывались в программе NOVA с помощью модуля обработки изображений Image Analysis P9.

Петли магнитного гистерезиса были измерены в поле до 16 кЭ с помощью вибрационного магнитометра LakeShore 7407. Магнитное поле прикладывали в плоскости пленки. Все измерения выполнены при комнатной температуре.

РД демонстрирует в осажденных плёнках один широкий максимум, центрируемый в угловом интервале около 44°, соответствующем положению линии (110) αFe с кубической объемно-центрированной кристаллической решеткой, и в отожжённых плёнках второй широкий диффузный максимум, центрированный вблизи 20~55°.

Рассчитанный по угловому положению первого максимума период решётки фазы на основе  $\alpha$ Fe в плёнках после осаждения составляет 2.873±0.003 Å и 2.870±0.003 Å после отжига. Это указывает на формирование в осажденных плёнках твёрдого раствора Ti в  $\alpha$ Fe,  $\alpha$ Fe(Ti), его незначительное обеднение по Ti в отожжённых плёнках, что согласуется с отсутствием или очень незначительным увеличением размера зерна этой фазы от 7±1 до 11±2 нм в отожжённых по сравнению с осаждёнными плёнками. Второй широкий максимум, центрированный вблизи 20~55°, наблюдаемый на отожжённых плёнках, скорее всего, отражает образование при отжиге чрезвычайно мелких частиц фазы со стехиометрией Fe<sub>3</sub>B. Основанием для такого предположения является известный факт образования в сплавах с метастабильным фазовым состоянием (плёнки, полученные магнетронным осаждением) фаз, состав которых в равновесных условиях соответствует более высокому содержанию второго компонента, в частности B.

Форма петли гистерезиса изученных плёнок (низкая относительная остаточная намагниченность около 0.14 и почти линейный участок петли гистерезиса в полях выше коэрцитивного) указывает на наличие сильной одноосной магнитной анизотропии, которая, по всей видимости, связана со столбчатой структурой. В результате отжига петля гистерезиса претерпела заметные изменения в области приближения к насыщению (выше 1000 Э) и вблизи начала координат. Коэрцитивная сила  $H_c$  и намагниченность насыщения  $M_s$  увеличились в пределах точности измерения от  $25\pm2$  до  $30\pm2$  Э и от  $1400\pm80$  до  $1600\pm110$  Гс после отжига. Отметим, что в результате отжига на петле гистерезиса в окрестности 10 Э появилась особенность в виде излома, что указывает на наличие двух магнитных фаз с различной коэрцитивной силой. Такое поведение, по всей видимости, связано с образованием при отжиге второй ферромагнитной фазы Fe<sub>3</sub>B.

Статистическая обработка рельефа поверхности плёнки после отжига при 200°С, полученного методом ACM, показала среднюю высоту шероховатости  $p = 7\pm 2$  нм, что сравнимо с размером зерна. Средний размер поверхностных неоднородностей 60±10 нм указывает на выход на поверхность колонной структуры из агломератов зёрен. Эта колонная структура может влиять на форму петли гистерезиса. Рельеф на поверхности плёнки создаёт дополнительные размагничивающие поля [4], которые имеют поле анизотропии  $H_u = 4\pi^2 M_s p^2/(\lambda d)$ , где  $\lambda$  – преобладающая длина волны шероховатости (удвоенный размер неоднородности), d – толщина плёнки. Для измеренных величин  $H_u = 32\pm 22$  Э, что близко к основной величине  $H_c$ .

Контраст на MCM изображениях показывает градиент магнитного поля над поверхностью пленки, то есть отражает относительное распределение проекции намагниченности по нормали к поверхности без внешнего поля. Поэтому чёткий контраст на MCM означает наличие компоненты намагниченности выходящей из плоскости плёнки, которая может отражаться на петлях гистерезиса. Статистическая обработка МСМ дала ширину полосовых доменов 420±20 нм.

Для анализа обменного взаимодействия между ферромагнитными зёрнами в плёнках была выполнена количественная оценка параметров магнитной структуры: среднеквадратичная флуктуация поля эффективной локальной магнитной анизотропии D<sup>1/2</sup>H<sub>a</sub> (на масштабе ферромагнитного зерна  $2R_c$ ), обменное поле  $H_R$ , относительный размер стохастического домена R<sub>L</sub>/R<sub>c</sub> и среднеквадратичная флуктуация поля эффективной магнитной анизотропии стохастического домена  $D^{1/2} < H_a >$ . С этой целью, согласно теории корреляционной магнитометрии [2], экспериментально измеренная кривая намагничивания в сильных полях (вставка на рис. 4) была аппроксимирована выражением  $M(H) = M_s [1 - (1/2)(D^{1/2}H_a)^2 / (H^2 + H^{1/2}H_R^{3/2})].$ (1)

Из выражения (1) определены величины  $M_s$ ,  $D^{1/2}H_a = 2500$  до отжига и  $1200\pm130$  Э после отжига плёнок, а также  $H_R = 5600$  и  $7400\pm920$  Э, соответственно ( $H_R = 2A/M_sR_c^2$ , где A – эффективная обменная энергия). Согласно [2], поле  $H_R$  является пороговой величиной поля  $D^{1/2}H_a$ . При  $D^{1/2}H_a < H_R$  обменное взаимодействие между зёрнами приводит к образованию стохастических доменов. Величина D, дисперсия лёгких осей магнитной анизотропии, зависит от симметрии локальной магнитной анизотропии, и для одноосной анизотропии D = 1/15.

Зная величины  $D^{1/2}H_a$  и  $H_R$ , можно оценить  $D^{1/2} < H_a > = (D^{1/2}H_a)^4 / H_R^3 = 5 \pm 3$  Э для плёнки после отжига. Эта величина близка к величине поля, при котором наблюдается изгиб на петле гистерезиса после отжига, отражающего коэрцитивную силу более магнитно-мягкой магнитной фракции.

Относительный размер стохастических доменов  $R_L/R_c = (H_R/D^{1/2}H_a)^2 = 39\pm14$ . В данной плёнке  $D^{1/2}H_a < H_R$ , и поэтому  $R_L/R_c > 1$ , что указывает на наличие обменного взаимодействия между ферромагнитными зёрнами. С учётом размера зерна  $2R_c = 11\pm2$  нм после отжига, размер стохастического домена равен  $2R_L = 430\pm30$  нм. Эта величина достаточно близка к результату из данных МСМ.

Почти линейная петля гистерезиса, имеющая поле насыщения  $H_s = 1100\pm100$  Э после отжига, в сочетании с полосовой доменной структурой указывает на то, что плёнка находится в «закритическом» состоянии, т.е. её толщина больше критической  $L_{cr} = 2\pi (A/K_p)^{1/2}$ , где  $K_p$  – перпендикулярная магнитная анизотропия [5]. При толщине плёнки менее  $L_{cr}$  размагничивающее поле и обменное взаимодействие удерживают всю намагниченность в плоскости плёнки. Зная величину  $H_s$ , можем оценить  $K_p = (1\pm0.1)\cdot10^6$  эрг/см<sup>3</sup> из следующего уравнения:  $H_s = (2K_p/M_s)[1-(L_{cr}/d)(1+K_p/(2\pi M_s^2))^{-1/2}]$  [5]. Тогда  $L_{cr} = 63\pm3$  нм при этом значении  $K_p$ .

Зная величину  $K_p$ , можем оценить ширину полосовых доменов:  $D_m = d^{1/2} [\pi A(K_p + 2\pi M_s^2)/(2K_p M_s^2)]^{1/4}$  [5]. Полученная величина  $D_m = 130 \pm 3$  нм меньше, чем результат из МСМ. Это связано с тем, что наблюдаемая в эксперименте перпендикулярная анизотропия не является идеально перпендикулярной [5] и с возможным наличием магнитной анизотропии в плоскости пленки, так как, согласно МСМ, ориентация полосовых доменов меняется по поверхности пленки на масштабе нескольких микронов.

#### Список использованной литературы:

1. Scheunert G., Heinonen O., Hardeman R., et al. A review of high magnetic moment thin films for microscale and nanotechnology applications // Appl. Phys. Rev. -2016. -V. 3. -011301.

2. Iskhakov R.S., Komogortsev S.V. Magnetic Microstructure of Amorphous, Nanocrystalline, and Nanophase Ferromagnets // Phys. of Metals and Metallography. – 2011. - V. 112. – p. 666-681.

3. Sheftel E.N., Tedzhetov V.A., Kiryukhantsev-Korneev Ph.V., Harin E.V., Usmanova G.Sh., Zhigalina O.M. Russian Journal of Non-Ferrous Metals. – 2020. - v. 61. – P. 753–761.

4. Schlömann E. Demagnetizing Fields in Thin Magnetic Films Due to Surface Roughness // Journal of Applied Physics. – 1970. – Vol. 41 – Iss. 4. – p. 1617-1623.

5. Komogortsev S.V., Vazhenina I.G., et al. Advanced Characterization of FeNi-Based Films for the Development of Magnetic Field Sensors // Sensors. – 2022. – V. 22. – art. 3324.

УДК 537.632

# Влияние температуры на спектр индуцированного сигнала напряжения в аморфных микропроводах

#### Акунья Перес А.

аспирант кафедры Технологии Материалов Электроники, ИНМиН, НИТУ МИСИС

#### Панина Л.В.

д.ф.-м.н., профессор кафедры Технологии Материалов Электроники, ИНМиН НИТУ МИСИС

#### Ушаков А.Г.

#### студент, ИНМиН, НИТУ МИСИС

Аннотация. Исследование посвящено изучению влияния температуры на спектральные характеристики индуцированного сигнала напряжения, возникающего при перемагничивании аморфных микропроводов. Были использованы два типа микропровода с составами  $Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_{9}Mo_{0.08}$  (Tc = 61°C) u  $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$  (Tc = 360°C) c разной температурой Кюри (Tc) и различными типами магнитной анизотропии. Первый микропровод с низкой Тс имеет положительную магнитострикцию, что приводит к легкому направлению намагниченности вдоль оси. Второй микропровод имеет отрицательную магнитострикцию, которая вызывает циркулярное легкое намагничивание. Результаты исследования показали, что гармоники высоких порядков в этих двух микропроводах имеют противоположное поведение при повышении температуры. В микропроводах с осевой анизотропией и низкой температурой Кюри амплитуды гармоник уменьшаются с повышением температуры вследствие уменьшения намагниченности насыщения. Однако в микропроводах с циркулярной анизотропией и высокой температурой Кюри амплитуды гармоник увеличиваются с повышением температуры, что обусловлено изменением магнитострикции и наклона кривой гистерезиса. Эти результаты могут быть полезны для разработки бесконтактных датчиков температуры.

**Ключевые слова:** температура Кюри, магнитная анизотропия, быстрое преобразование Фурье, ферромагнитный микропровод

#### Effect of temperature on spectral characteristics of the induced voltage in amorphous microwires

#### Acuna Perez A.

Ph.D. student of the Department of Electronics Materials Technology, Institute of Novel Materials and Nanotechnology of MISIS – National University of Science and Technology

#### Panina L. V.

Doctor of physical and mathematical Sciences, Professor of the Department of Electronics Materials Technology, Institute of Novel Materials and Nanotechnology of MISIS – National University of Science and Technology

#### Ushakov A. G.

student of Institute of Novel Materials and Nanotechnology of MISIS – National University of Science and Technology

**Annotation.** The research is dedicated to study the influence of temperature on spectral characteristics in the voltage signal induced during magnetization reversal in amorphous microwires. Two types of microwires with compositions of  $Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$  ( $Tc = 61^{\circ}C$ ) and  $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$  ( $Tc = 360^{\circ}C$ ) with different Curie temperatures (Tc) and

different types of magnetic anisotropy were used. The first microwire with low Tc has a positive magnetostriction which leads to easy axial anisotropy. The second microwire has negative magnetostriction which causes circular anisotropy. The findings revealed that the high harmonics of these two microwires had opposite behaviors as the temperature increased. In microwires with axial anisotropy and low Curie temperature, the harmonic amplitudes decrease with increasing temperature following the reduction in saturation magnetization. However, in microwires with circular anisotropy and high Curie temperature, the harmonic amplitudes increase with increasing temperature owing to change in magnetostriction and slope of magnetic hysteresis. These results may be useful for the development of contactless temperature sensors.

Keywords: Curie temperature, magnetic anisotropy, fast Fourier transform, ferromagnetic microwire

Аморфные и нанокристаллические ферромагнитные микропровода привлекают большое внимание благодаря их потенциалу в разработке магнитных датчиков. Микропровода используются для измерения температуры, механических напряжений, положения и других физических величин [1–4]. Микропровода на основе Со обычно используются в качестве датчиков слабого магнитного поля, поскольку они обладают большим и чувствительным эффектом магнитоимпеданса [3–5]. Выбор состава зависит от конкретного применения, но обычно в сплав входят Fe, Co, Ni. Кроме того, металлоиды Si и B используются для содействия формированию аморфной фазы, а Cr и Mo - для стабилизации аморфной структуры [5–8]. Для многих применений датчиков важна температурная стабильность, что требует использования материалов с высокими температурами Кюри (Tc). Однако для измерений температуры в области до 80 C требуется использование материалов с низкими температурами Кюри. Вблизи Tc магнитные свойства значительно изменяются, что приводит к модификации магнитной структуры [5,6,9–11].

Исследования проводились с аморфными микропроволоками в стеклянной оболочке для следующих двух составов:  $Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$  (образец №1) и  $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$  (образец №2) с различными температурами Кюри. Температура Кюри образца № 1 составляет 61 °C, а образца № 2 – 360 °C. Кроме того, образец № 1 имеет осевую анизотропию из-за положительной магнитострикции ( $\lambda s > 0$ ), однако образец № 2 имеет циркулярную анизотропию с отрицательной магнитострикцией ( $\lambda s < 0$ ). Микропровода были приготовлены по методу Тейлора-Улитовского [12]. Образец № 2 - общий диаметр D<sub>1</sub> = 29,2 мкм и диаметр металлического сердечника d<sub>1</sub> = 18 мкм, а образец № 2 - общий диаметр D<sub>2</sub> = 41,9 мкм и диаметр металлического сердечника d<sub>2</sub> = 29,2 мкм.

Петли гистерезиса измерялись индуктивным методом. В измерительной установке использовались две дифференциальные катушки с внутренним диаметром 3 мм. Образцы намагничивались полем с амплитудой 12,5 Э и частотой 500 Гц. Чтобы изучить влияние нагрева петли гистерезиса, дифференциальные катушки с образцом помещались на В теплоизолированную камеру, в которой создавался равномерный нагрев. Для измерения температуры рядом с катушкой с образцом устанавливалась термопара. В процессе нагрева камеры используется тепловая пушка, которая автоматически управляется Arduino Uno. Также, чтобы получить петли гистерезиса, была выполнена нормализация до максимума сигнала при комнатной температуре, при интегрировании индуцированного напряжения.



Рис. 1. Петли гистерезиса при различных температурах для микропроводов состава:  $Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$  (образец № 1) (a); и  $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$  (образец № 2) (б)

Петли гистерезиса исследуемых образцов при различных температурах показаны на рис. 1. Форма петель гистерезиса образцов различна. Но форма петли гистерезиса каждого образца в отдельности слабо меняется с повышением температуры. Однако для образца № 2 происходит некоторое уменьшение наклона петли, что обусловлено частичной релаксацией внутренних напряжений, возникших из-за разницы коэффициентов теплового расширения стекла и металла. Константа магнитострикции остается отрицательной, но уменьшается по абсолютной величине. Образец № 1 имеет прямоугольную петлю гистерезиса при всех температурах, что свидетельствует о сохранении положительного знака магнитострикции вплоть до Тс (рис. 1а). Таким образом, характер анизотропии не меняется во всем диапазоне температур. Однако значение Hc (коэрцитивной силы) уменьшается, что связано с уменьшением магнитострикции вблизи температуры Кюри.



Рис. 2. Нормализованная амплитуда гармоник микропроводов состава при различных температурах: Со<sub>64.82</sub>Fe<sub>3.9</sub>B<sub>10.2</sub>Si<sub>12</sub>Cr<sub>9</sub>Mo<sub>0.08</sub> (образец № 1) (а); и Со<sub>66.6</sub>Fe<sub>4.28</sub>B<sub>11.51</sub>Si<sub>14.48</sub>Ni<sub>1.44</sub>Mo<sub>1.69</sub> (образец № 2) (б)

Магнитные материалы с высокой магнитной восприимчивостью обладают способностью генерировать резкий импульс напряжения при перемагничивании низкочастотным магнитным полем. Нормированная амплитуда частотного спектра для импульса напряжения показана на рис. 2, этот сигнал содержит гармоники частоты возбуждения (500 Гц), и их амплитуды меняются с повышением температуры. Для аморфных микропроводов с низкой температурой Кюри, сохраняющих прямоугольную петлю гистерезиса (образец № 1), амплитуды гармоник уменьшаются с повышением температуры, как показано на рис. 2а. Кроме того, температурные изменения более выражены для гармоник с меньшими номерами. Напротив, в аморфных микропроводах с наклонной петлей гистерезиса и высокой температурой Кюри (образец № 2)

амплитуды гармоник увеличиваются с повышением температуры, как показано на рис. 26, и гармоники с более высокими номерами оказываются более чувствительными к изменению температуры.

В исследовании изучено поведение аморфных ферромагнитных микропроводов в качестве датчиков температуры. Аморфные микропроволоки состава  $Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$  (Tc =  $61^{\circ}C$  и  $\lambda s > 0$ ) и  $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$  (Tc =  $360^{\circ}C$  и  $\lambda s < 0$ ) использовались для демонстрации влияния температуры на спектральные характеристики сигнала индуцированного напряжения. Выявление высших гармоник возможно с высокой точностью благодаря хорошему отношению сигнал/шум, т. к. обычный шум и 1/f шум существенно подавляются на этих частотах. Следовательно, подобные системы могут использоваться в качестве беспроводных датчиков с дистанционным опросом, будучи установленными на поверхности изделий либо размещенными внутри материалов.

#### Список использованных источников:

- Hristoforou E., Ktena A., Gong S. Magnetic Sensors: Taxonomy, Applications, and New Trends // IEEE Transactions on Magnetics. – 2019. – Vol. 55, – № 7.
- Panina L. V. Magnetic properties of amorphous microwires at microwaves and applications // Magnetic Nano- and Microwires: Design, Synthesis, Properties and Applications. – 2020. – P. 889– 917.
- Zhukova V. et al. Development of Magnetic Microwires for Magnetic Sensor Applications // Sensors. - 2019. - Vol. 19. - № 21. - P. 4767.
- 4. Zhukova V. et al. Development of Magnetically Soft Amorphous Microwires for Technological Applications // Chemosensors. 2022, Vol. 10. № 1. P. 26.
- Panina L.V. et al. Temperature effects on magnetization processes and magnetoimpedance in low magnetostrictive amorphous microwires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2018.
  Vol. 459. – P. 147–153.
- 6. Alam J. et al. Effect of temperature on magnetoimpedance in amorphous microconducts Co27.4Fe5Ni43.08B12.26Si12.26 // Physics of the Solid State. 2023. Vol. 65. № 2.
- Sarkar P. et al. Structural and Giant Magneto-impedance properties of Cr-incorporated Co–Fe–Si–B amorphous microwires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2012. – Vol. 324. – № 8. – P. 1551–1556.
- Herzer G. Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials // Acta Mater. 2013. – Vol. 61, – № 3. – P. 718–734.
- Alam J. et al. High-Frequency Magnetic Impedance in (CoFeNi)BSi and (CoFeCrMo)BSi Amorphous Microwires in a Glass Sheath near the Curie Temperature // Physics of Metals and Metallography. – 2023. – Vol. 124. – № 1. – P. 1–7.
- 10. Panina L. et al. Soft Magnetic Amorphous Microwires for Stress and Temperature Sensory Applications // Sensors. 2019. Vol. 19. № 23. P. 5089.
- 11. Dzhumazoda A. et al. Controlling the Curie temperature in amorphous glass coated microwires by heat treatment // Journal of Alloys and Compounds. 2019. Vol. 802. P. 36–40.
- 12. Chiriac H. Preparation and characterization of glass covered magnetic wires // Materials Science and Engineering. 2001. Vol. 304–306. № 1–2. P. 166–171.

УДК 538.955

### Изучение процессов намагничивания отрезков аморфных ферромагнитных микропроводов на основе кобальта с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра

#### Данилов Г.Е.

инженер научного проекта, Научно-исследовательский технологический университет «МИСИС»

#### Гребенщиков Ю.Б.

к.ф.-м.н., с.н.с., доцент, Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н. В. Пушкова Российской академии наук (ИЗМИРАН)

#### Попова А.В.

н.с., Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н. В. Пушкова Российской академии наук (ИЗМИРАН)

#### Гудошников С.А.

к.ф.-м.н., доцент, Научно-исследовательский технологический университет «МИСИС»

Аннотация. В работе, с помощью сканирующего ГМИ магнитометра, проведены измерения и визуализация магнитных полей рассеяния над отрезками кобальтовых аморфных ферромагнитных микропроводов в широком диапазоне внешних продольных магнитных полей. Путем сопоставления измеренных профилей рассеянных полей с теоретическими, рассчитанными в рамках модели макроскопического диполя, проанализировано распределение продольной компоненты намагниченности исследуемых микропроводов.

**Ключевые слова:** аморфные ферромагнитные микропровода на основе Со, сканирующий ГМИ-магнитометр, распределение магнитного поля, петля гистерезиса

#### Study of magnetization processes of Co-rich amorphous ferromagnetic microwires using scanning GMI magnetometer

#### Danilov G.E.

Research Engineer, National University of Science and Technology "MISIS", Moscow, Russia

#### Grebenshchikov Yu.B.

Ph.D., Senior Research Officer, Associate Professor, Pushkov Institute of Terrestrial Magnetism, Ionosphere and Radio Wave Propagation, IZMIRAN, Troitsk, Moscow, Russia

#### Popova A.V.

Research Officer, Pushkov Institute of Terrestrial Magnetism, Ionosphere and Radio Wave Propagation, IZMIRAN, Troitsk, Moscow, Russia

#### Gudoshnikov S.A.

Ph.D., Associate Professor, National University of Science and Technology "MISIS", Moscow, Russia **Annotation.** The work is dedicated to the measurement and visualization of magnetic stray fields over segments of Co-rich amorphous ferromagnetic microwires conducted using a scanning GMI magnetometer in a wide range of external longitudinal magnetic fields. By comparing the measured profiles of magnetic stray fields with the theoretical ones calculated within the framework of the macroscopic dipole model, the distribution of the longitudinal component of magnetization of the studied microwires was analyzed.

**Keywords:** Co-rich amorphous ferromagnetic microwires, scanning GMI-magnetometer, stray magnetic fields distribution, hysteresis loop

Аморфные ферромагнитные микропровода, покрытые стеклянной оболочкой, с 10-30 диаметром металлической жилы микрометров, обладают уникальными электродинамическими характеристиками. В частности, в микропроводах на основе кобальта может наблюдаться эффект гигантского магнитного импеданса (ГМИ) [1], на основе которого развиваются технологии создания миниатюрных высокочувствительных датчиков (ГМИдатчиков) для измерения магнитных полей [2]. Характеристики ГМИ-датчиков в значительной степени определяются процессами намагничивания в области магнитных полей меньше поля анизотропии микропровода, На. В данной работе, при изучении процессов намагничивания используется метод сканирующей ГМИ-магнитометрии, который позволяет получать распределения локальных магнитных полей рассеяния вблизи отрезков кобальтовых микропроводов при их намагничивании внешними продольными полями. Показано, что сопоставление полученных экспериментальных данных с теоретическими, рассчитанными в рамках модели макроскопического диполя, позволяет анализировать распределение намагниченности микропровода.

В качестве исследуемых образцов использовались аморфные ферромагнитные микропровода на основе кобальта, покрытые стеклянной оболочкой. Микропровода были изготовлены в НИТУ МИСиС по технологии Улитовского-Тейлора из сплава состава CoFeCrBSi. Отрезки исследуемых образцов имели диаметр металлической жилы 17.3 мкм, полный диаметр 28.2 мкм и длину ~ 8 мм. Петли гистерезиса отрезков микропроводов измерялись с помощью индукционного метода и метода вибрационной магнитометрии и характеризовались полем анизотропии  $H_a \sim 100$  А/м и практически линейным участком в области магнитных полей ±  $H_a$ .

Измерения распределений локальных магнитных полей рассеяния отрезков микропроводов проводились с использованием сканирующего ГМИ-магнитометра [3], в котором чувствительным элементом являлся ГМИ-датчик, измеряющий перпендикулярную компоненту магнитного поля с чувствительностью ~10 нТл. Задание продольных намагничивающих полей, в диапазоне ± 350 А/м, осуществлялось с помощью системы колец Гельмгольца (КГ). Для ослабления влияния магнитного поля Земли и сетевых помех частотой 50 Гц, измерения проводились внутри магнитного экрана с коэффициентом экранирования ~ 500.

При измерениях методом сканирующей ГМИ-магнитометрии были получены изображения магнитных полей рассеяния образцов микропроводов в различных внешних продольных магнитных полях. В качестве примера на рисунке 1 приведено пространственное изображение  $B_z(x,y)$  компоненты магнитного поля над микропроводом длиной 8 мм (черный отрезок в центре), на расстоянии 0.1 мм между образцом и ГМИ-датчиком. Данное магнитное изображение было получено при воздействии магнитного поля КГ, величиной + 350 А/м, направленного вдоль оси микропровода (слева направо), в котором микропровод намагничивался до состояния близкого к насыщению. Как следует из представленных данных, при максимальном значении подмагничивающего поля (350 А/м), положительный и

отрицательный экстремумы  $B_z(x,y)$  компоненты магнитного поля локализованы вблизи концов микропровода. При уменьшении подмагничивающего поля от + 350 А/м до 0 амплитуда экстремумов уменьшалась до нуля. При смене знака и увеличении подмагничивающего поля до -350 А/м магнитные экстремумы меняли знак на противоположный, а их амплитуда увеличивалась до максимального значения.



Рис. 1. Трехмерное изображение распределения намагниченности отрезка АФМ в продольном магнитном поле 200 А/м

Для сравнения, на рисунке 2 приведены петля гистерезиса образца того же микропровода длиной 8 мм, измеренная с помощью индукционного метода и профили нормальной компоненты поля над микропроводом (вставки 1–4), измеренные с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра на высоте ~ 0,1 мм, при значениях подмагничивающего поля, указанных соответствующими точками на петле гистерезиса.



Рис. 2. Петля гистерезиса образца микропровода длиной 8 мм. Вставки 1-4 показывают профили B<sub>z</sub>(x), вдоль оси микропровода на высоте 0,1 мм при разных полях (точки 1–4 на петле гистерезиса), измеренные с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра.

В ходе измерений последовательности магнитных профилей при изменении внешнего

поля был установлен ряд особенностей их эволюции. Оказалось, экстремумы вблизи концов отрезка кобальтового микропровода довольно сильно размыты даже в относительно больших внешних полях. Причем, форма и положение экстремумов при уменьшении внешнего поля от больших значений до сравнительно малых меняются слабо. Уменьшается только их амплитуда. Во внешних полях, меньших поля магнитной анизотропии,  $H < H_a$ , заметны магнитные особенности в центральной области микропровода. При изменении направления внешнего поля на обратное, профили индукции меняют знак, почти не изменяясь по форме. Следует отметить, что форма экстремумов индукции над концами микропроводов мало меняется от одного отрезка микропровода к другому, особенности же в центральной части образца являются индивидуальными признаками каждого микропровода. По-видимому, эти особенности связаны с наличием протяженных дефектов в структуре образца. В области слабых внешних полей (несколько процентов от максимальной величины в эксперименте), определяющим фактором формирования распределения намагниченности становятся дефекты структуры материала, в том числе и небольшой величины, и соответствующие профили индукции имеют более сложную форму.

При интерпретации полученных экспериментальных данных предполагалось, что намагниченность имеет, в основном, две компоненты: азимутальную и продольную, последняя из которых возникает и растет с увеличением внешнего продольного поля. Расчеты распределения магнитных полей над микропроводом проводились в рамках модели макроскопического диполя, согласно которой для каждого значения внешнего поля подбиралось распределение плотности магнитного заряда  $\rho_m(x)$  внутри образца, обеспечивающее профиль индукции рассеянного поля, совпадающий с измеренным с хорошей точностью [4]. Рассматривались распределения заряда, соответствующие кусочно-линейным распределениям намагниченности J(x). Анализ показал, что длина неоднородности намагничения на концах отрезка определяется отношением внешнего поля *H* к *J*. Так как в однородных кобальтовых микропроводах намагниченность вдали от концов приблизительно пропорциональна H, то указанное отношение не меняется с изменением внешнего поля, во всяком случае в области  $H < H_a$ . Поэтому, мало меняется и форма распределения индукции над концами образца и над крупными дефектами при изменении внешнего поля. Подчеркнем, что во всем диапазоне внешних полей, используемых в эксперименте, не обнаружено периодических структур в распределении намагниченности, во всяком случае с периодом более 0,1 мм.

Исследования выполнены в рамках программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030», проект СП1-П01.

#### Список использованных источников:

1. Panina L. V., Mohri K. Magneto-impedance effect in amorphous wires // Applied physics letters. – 1994. – T. 65. – №. 9. – C. 1189-1191.

 Gudoshnikov S. et al. Highly sensitive magnetometer based on the off-diagonal GMI effect in Co-rich glass-coated microwire // physica status solidi (a). – 2014. – T. 211. – №. 5. – C. 980-985.
Gudoshnikov S. et al. Scanning magnetic microscope based on magnetoimpedance sensor for measuring of local magnetic fields // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2020. – T. 510. – C. 166938.

4. Danilov G. et al. Measurements of Stray Magnetic Fields of Fe-Rich Amorphous Microwires Using a Scanning GMI Magnetometer // Metals. – 2023. – T. 13. – №. 4. – C. 800.

УДК 537.62

# Исследование влияния структурных особенностей металлической жилы на динамику движения доменных границ в ферромагнитных микропроводах

#### Колесникова В.Г.

младший научный сотрудник НОЦ «Умные материалы и биомедицинские приложения, БФУ им. И. Канта

#### Савин В.В.

инженер-исследователь НОЦ «Умные материалы и биомедицинские приложения, БФУ им. И. Канта

#### Андреев Н.В.

к.ф.-м. н., научный сотрудник ЦКП «Материаловедение и металлургия», НИТУ «МИСИС»

#### Игнатов А.А.

инженер-исследователь НОЦ «Умные материалы и биомедицинские приложения, БФУ им. И. Канта

#### Сергеев Е.Д.

лаборант НОМЦ им. С. Ковалевской, БФУ им. И. Канта

#### Панина Л.В.

д.ф.-м.н., профессор кафедры технологии материалов электроники, НИТУ «МИСИС»

#### Родионова В.В.

к.ф.-м. н., директор НОЦ «Умные материалы и биомедицинские приложения, БФУ им. И. Канта

Аннотация. Работа посвящена исследованию влияния структурных особенностей ферромагнитных микропроводов из сплавов на основе Fe на динамику движения доменных границ при перемагничивании. В работе уделено внимание исследованию подвижности доменных границы в зависимости от степени наличия дефектов структурного типа в аморфной матрице (наличие кристаллитов при изготовлении), а также наличию структурных механических дефектов, нанесённых с внешней стороны металлической жилы – со стороны стеклянного покрытия. Было выявлено, что чем больше дефектов, как внутри, так и снаружи, металлической жилы, тем подвижность доменной границы больше.

**Ключевые слова:** микропровода, магнитные свойства, доменная граница, магнитомягкий материал

## Study of the influence of structural features of a metal core on the domain wall dynamics in ferromagnetic microwires

#### Kolesnikova V.G.

junior researcher of REC "Smart materials and biomedical applications", Immanuel Kant Baltic Federal University

#### Savin V.V.

research engineer of REC "Smart materials and biomedical applications", Immanuel Kant Baltic Federal University

#### Andreev N.A.

Dr., researcher, Center for Shared Use "Materials Science and Metallurgy", NUST "MISIS"

#### Ignatov A.A.

research engineer of REC "Smart materials and biomedical applications", Immanuel Kant Baltic Federal University

#### Sergeev E.D.

laboratory assistant, S. Kovalevskaya REMC, Immanuel Kant Baltic Federal University

#### Panina L.V.

Prof., Department of Electronics Materials Technology, NUST MISIS

#### Rodionova V.V.

Dr, Head of REC "Smart materials and biomedical applications", Immanuel Kant Baltic Federal University

Annotation. This work is devoted to studying the influence of the structural features of ferromagnetic Fe-based microwires on the domain wall dynamics during magnetization reversal process. The work pays attention to the study of the mobility of domain boundaries depending on the degree of presence of structural type defects in the amorphous matrix (presence of crystallites during manufacturing), as well as the presence of external structural mechanical defects from the side of the glass coating. It was found that the more defects both inside and outside the metal core, the larger value of the domain wall mobility of the microwire.

Keywords: microwires, magnetic properties, domain wall, soft magnetic material

Ферромагнитные провода, покрытые стеклянной оболочкой и достигающие десятков микрон в диаметре, нашли применение в различных отраслях жизни человека. Благодаря уникальным магнитомягким свойствам и скорости распространения доменной границы, микропровода используются в устройствах считывания и кодирования информации, датчиков малых изменений величин магнитных полей, а также в качестве магнитных пинцетов для биомедицинских приложений [1–5]. Не смотря на наличие широких применений в технике, до сих пор, одной из перспективных задач, является задача исследования корреляции структурных и магнитных свойств микропроводов с целью создания концептуально новых и точных элементов устройств на их основе [6,7]. В соответствии с конкретным применением их магнитные и механические свойства могут быть отрегулированы различными способами, как и при изготовлении методом Улитовского-Тейлора, так и при постобработке (прикладыванием или снятием внешних напряжений, применением термообработки и прочего) [8,9]. Для приложений кодирования и записи информации чаще всего применяются аморфные микропровода из сплавов на основе Fe. Такие микропровода обладают большим положительным коэффициентом магнитострикции  $\lambda_s \sim 10^{-5}$  [10] и демонстрируют бистабильное поведение с характерной прямоугольной петлей гистерезиса. Бистабильность микропроводов объясняется доменной структуры, состоящей из большого осевого домена (составляющего ~97-99% объема металлической жилы), окруженного малыми доменами с радиальной ориентацией намагниченности (составляющей ~1-3% металлического объема). Из-за незначительного объема внешней доменной оболочки с радиальной намагниченностью основной вклад в процесс намагничивания происходит за счёт перемагничивания осевого домена. Такой механизм процесса перемагничивания происходит путём открепления доменной границы от одного из концов микропровода и последующего распространения доменной границы вдоль всего внутренней жилы [11–13]. Однако, на динамику движения доменных границ, на их форму и подвижность влияет ряд факторов, в том числе и структурные особенности: порядок аморфности, наличие кристаллитов внутри аморфной матрицы и наличие дефектов различного рода.

В данной работе исследовано влияние структурных особенностей ферромагнитных микропроводов, связанных, как и с образованием структуры металлической жилы во время изготовления методом вытяжки провода из расплава, так и с наличием внешних структурных дефектов, нанесённых на поверхность, на динамику движения доменных границ при перемагничивании. Также, уделено внимание влиянию степени кристалличности металлической жилы на подвижность доменных стенок.

В работе исследовались микропровода с металлической жилой трёх составов: Fe<sub>77</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>10</sub>C<sub>3</sub>, Fe<sub>77.5</sub>Si<sub>7.5</sub>B<sub>15</sub> и Fe<sub>45</sub>Co<sub>30</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>15</sub>. Были исследованы микропровода с аморфной металлической жилой, а также с частично-кристаллизованной. Изменение скорости вытяжки образца при охлаждении на воздухе во время изготовления обеспечило различную степень кристаллизации металлической жилы.

Структурные особенности были исследованы с помощью рентгеноструктурного анализа, который позволил определить фазовый состав и размеры сформированных кристаллитов, оценить соотношение аморфной части жилы к кристаллизованной. По результатам просвечивающей электронной микроскопии были получены данные о форме и размере кристаллитов, и об их преимущественном направлении. Для микропроводов Fe45C030Si10B15 были определены технические параметры (скорость вытяжки), при которой была возможность образования одного кристаллита, включенного в аморфную матрицу. Также, стоит отметить, что центры кристаллизации в аморфной матрице для всех исследованных образцов находились не у края металлической жилы, а располагались ближе к оси провода. Магнитные свойства образцов были исследованы с помощью вибрационного и степенью индукционного магнитометров. Была установлена корреляция между кристалличности металлической жилы микропровода и формой петли гистерезиса. Динамика движения доменных границ для всех образцов была исследована с помощью индукционной установки, работающей по принципу метода Сикстуса-Тонкса. Было выявлено, что подвижность доменной границы зависит от степени кристалличности (наличие в аморфной матрице структурных дефектов - кристаллитов), внедрённых в аморфную матрицу. Для микропроводов с наибольшим количеством кристаллизованной фазы подвижность доменной границы наибольшая. Также, в качестве структурных дефектов было рассмотрено влияние дефекта, нанесённого скальпелем со стороны, стекла. В случае внешнего нанесённого дефекта, подвижность доменной границы, также увеличивалась. Более того, было выявлено, что чем больше количество структурных дефектов с внешней стороны микропровода, тем больше подвижность доменной границы внутри металлической жилы.

Таким образом, результатом данной работы является построение модели зависимостей магнитных характеристик, в том числе подвижности доменной границы, от структуры и дефектов металлической жилы для микропроводов из сплавов на основе Fe. Выводы из данной работы могут быть использованы для оптимизации датчиков на основе аморфных и частично кристаллизованных ферромагнитных проводов микронных размеров.

Данное исследование было поддержано из средств программы стратегического академического лидерства «Приоритет 2030» БФУ им. И. Канта, научный проект № 123012700017-2

#### Список использованной литературы:

- [1] M. Yagi, T. Sato, Y. Sakaki, T. Sawa, K. Inomata, Very low loss ultrathin Co-based amorphous ribbon cores, J. Appl. Phys. 64 (1988) 6050–6052. https://doi.org/10.1063/1.342151.
- [2] M. Vázquez, A.P. Zhukov, Magnetic properties of glass-coated amorphous and nanocrystalline microwires, J. Magn. Magn. Mater. 160 (1996) 223–228. https://doi.org/10.1016/0304-8853(96)00212-0.
- [3] A.O. Shuaibov, M.G. Abdurakhmanov, A.G. Magomedova, A. Omelyanchik, V. Salnikov, S. Aga-Tagieva, V. Rodionova, M.K. Rabadanov, F.F. Orudzhev, Sonophotocatalytic degradation of methylene blue with magnetically separable Zn-Doped-CoFe2O4/α-Fe2O3 heterostructures, J. Mater. Sci. Mater. Electron. 35 (2024) 1–14. https://doi.org/10.1007/s10854-024-12252-w.
- [4] M. Han, Y. Jiang, Gigahertz permeability of Fe-Cu-Nb-Si-B ferromagnetic microwires and micromagnetics simulations, Mater. Today Commun. 38 (2024) 107693. https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.107693.
- [5] A. Omelyanchik, A. Gurevich, S. Pshenichnikov, V. Kolesnikova, B. Smolkova, M. Uzhytchak, I. Baraban, O. Lunov, K. Levada, L. Panina, V. Rodionova, Ferromagnetic glass-coated microwires for cell manipulation, J. Magn. Magn. Mater. 512 (2020) 166991. https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.166991.
- [6] A. Talaat, V. Zhukova, M. Ipatov, J.M. Blanco, J. Gonzalez, A. Zhukov, Impact of stress annealing on the magnetization process of amorphous and nanocrystalline co-based microwires, Materials (Basel). 12 (2019). https://doi.org/10.3390/ma12162644.
- [7] I.B. M.Vazquez, R. ElKammouni, V.Rodionova, K.Chichay, N.Perov, Microactuator based on bimagnetic coated core/shell microwires with asymmetric external shell and the use of it, EP17382418.6, 2017.
- [8] I. Baraban, L. Panina, A. Litvinova, V. Rodionova, Effect of glass-removal on the magnetostriction and magnetic switching properties in amorphous FeSiB microwires, J. Magn. Magn. Mater. 481 (2019) 50–54. https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.02.066.
- [9] V. V. Rodionova, I.A. Baraban, L. V. Panina, A.I. Bazlov, N.S. Perov, Tunable Magnetic Properties of Glass-Coated Microwires by Initial Technical Parameters, IEEE Trans. Magn. 54 (2018). https://doi.org/10.1109/TMAG.2018.2855977.
- [10] V. Zhukova, P. Corte-Leon, L. González-Legarreta, A. Talaat, J.M. Blanco, M. Ipatov, J. Olivera, A. Zhukov, Review of domain wall dynamics engineering in magnetic microwires, Nanomaterials. 10 (2020) 1–42. https://doi.org/10.3390/nano10122407.
- [11] L. V. Panina, M. Ipatov, V. Zhukova, A. Zhukov, Domain wall propagation in Fe-rich amorphous microwires, Phys. B Condens. Matter. 407 (2012) 1442–1445. https://doi.org/10.1016/j.physb.2011.06.047.
- [12] S. Leble, V. Rodionova, A domain wall creation paradigm: Realization for amorphous Febased microwires, AIP Adv. 11 (2021) 9–14. https://doi.org/10.1063/9.0000244.
- [13] K. Chichay, V. Rodionova, V. Zhukova, M. Ipatov, N. Perov, M. Gorshenkov, N. Andreev, A. Zhukov, Tunable domain wall dynamics in amorphous ferromagnetic microwires, J. Alloys Compd. 835 (2020) 154843. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154843.

УДК 537.623

### Циркулярная намагниченность в аморфных микропроводах на основе Со

#### Немирович М.А.

инженер научного проекта, Университет науки и технологий МИСИС

#### Нефедова Е.И.

студент, Университет науки и технологий МИСИС

#### Пашнина А.В.

#### студент, Университет науки и технологий МИСИС

#### Панина Л.В.

д. ф-м. н., профессор, Университет науки и технологий МИСИС

Аннотация. Аморфные микропровода на основе кобальта перспективны для детектирования магнитных полей, так как они обладают большим и чувствительным магнитоимпедансным эффектом, что обусловлено циркулярным направлением легкого намагничивания и высокими значениями циркулярной магнитной проницаемости. Между тем циркулярные процессы намагничивания изучены недостаточно. В данной работе исследовано влияние частоты тока возбуждения и осевого магнитного поля на циркулярные процессы намагничивания в аморфных проводах из сплавов на основе Со со стеклянным покрытием. Для выявления роли циркулярной анизотропии использовался отжиг током, с помощью которого контролировалось направление легкой оси анизотропии. Циркулярные петли гистерезиса преобразуются в наклонные, когда ось легкого намагничивания близка к оси провода. Такое же влияние оказывает внешнее магнитное поля. Исследовался также спектр сигнала индуктивного напряжения и показано, что амплитуды высших гармоник уменьшаются в присутствии внешнего поля. Такое поведение имеет потенциал использования в магнитных сенсорах.

**Ключевые слова:** циркулярная намагниченность, магнитный гистерезис, магнитный импеданс, аморфные микропровода

#### **Circular magnetization in Co-based amorphous wires**

#### Nemirovich M.A.

scientific project engineer, University of Science and Technology MISIS

#### Nefedova E.I.

student, MISIS University of Science and Technology

#### Pashnina A.V.

student, MISIS University of Science and Technology

#### Panina L.V.

Dr. Phys.-Math. Sc., professor, MISIS University of Science and Technology

**Annotation.** Amorphous cobalt-based microwires are promising for magnetic field detection due to their large and sensitive magnetoimpedance effect, which is attributed to the circular direction of easy magnetization and high values of circular permeability. However, circular magnetization

processes are not sufficiently studied. In this work, the influence of excitation current frequency and axial magnetic field on circular magnetization processes in amorphous wires of Co-based alloys with glass coating was investigated. To reveal the role of circular anisotropy, current annealing was used to control the direction of the easy axis of anisotropy. Circular hysteresis loops transform into inclined ones when the easy magnetization axis is close to the wire axis. External magnetic fields have a similar effect. The spectrum of the inductive voltage signal was also investigated, showing that the amplitudes of higher harmonics decrease in the presence of an external field. Such behavior has the potential for use in magnetic sensors.

Keywords: circular magnetization, hysteresis, magnetic impedance, amorphous microwires

Аморфные ферромагнитные микропровода (АФМ) имеют внутренние механические напряжения, которые наряду со знаком магнитострикции определяют направление легкой оси намагничивания [1]. В случае отрицательной магнитострикции и растягивающих напряжений в периферийной области устанавливается циркулярное направление легкого намагничивания и, соответственно, кольцевая доменная структура. В этом случае ток, текущий по проводу, создает магнитное поле в направлении легкого намагничивания и приводит к смещению круговых доменных границ, а поле, приложенное вдоль оси, является трудным полем и вызывает вращение намагниченности в доменах. Процессы перемагничивания можно характеризовать циркулярной и продольной петлями намагничивания (в соответствии с направлением намагничивающего поля). Циркулярные петли могут иметь почти прямоугольную форму, а продольные – почти линейную. Циркулярные петли оказываются очень чувствительными к внешнему осевому магнитному полю, и именно этот механизм был предложен для объяснения магнитоимпедансного эффекта [2].

Отжиг в магнитном поле при температурах, меньших температуры Кюри, может вызвать индуцированную анизотропию вдоль направления поля, то есть усилить циркулярную анизотропию. Однако при отжиге меняется и магнитострикция, которая становится положительной, что при больших токах отжига приводит к осевой легкой анизотропии. Таким образом, отжиг током будет оказывать значительное влияние на циркулярные процессы намагничивания. Изменение знака магнитострикции и ослабление механических напряжений в проводе при отжиге приводит к изменению отношения размеров областей существования осевого и круговых доменов. В данной работе представлены зависимости выходного сигнала напряжения, индуцированного циркулярным перемагничиванием под действием поля тока частотой до 250 кГц, для провода до и после термической обработки током, а также изменения петель гистерезиса и высших гармоник [3].

Для анализа магнитоиндуктивных свойств в работе были рассмотренные длинные (10 см) микропровода, покрытые стеклянной оболочкой, состава Co<sub>66,6</sub>Fe<sub>4,28</sub>B<sub>11,51</sub>Si<sub>14,48</sub>Ni<sub>1,44</sub>Mo<sub>1,69</sub>. Диаметр провода со стеклянной оболочкой – 35,35 мкм, диаметр металлической жилы – 24,7 мкм. Микропровода получены методом Улитовского-Тейлора [4]. Для этих сплавов характерна небольшая и отрицательная константа магнитострикции порядка -10<sup>-7</sup> [5].

Для измерения магнитоиндуктивных свойств микропровода была собрана измерительная ячейка, схема которой изображена на рис. 1а. Переменный ток возбуждения подавался с генератора сигналов RIGOL DG4102, обозначенного на схеме цифрой 1, а выходной сигнал Е регистрировался на осциллографе RIGOL DS1104. Для создания гальванической развязки использовался трансформатор 2. Для вычитания активного напряжения в выходном сигнале использовалась мостовая схема из 3х резисторов и реостата.

Образцы микропроводов отжигались током при I = 20 -70 мА в течение 20 мин. Выходной сигнал напряжения, индуцируемый изменением циркулярного магнитного потока, представлен на рис. 16 для исходного провода и после отжига током различной

величины. Анализ амплитуды и ширины пиков позволяет сделать предположение об уменьшении доли круговых доменов в проводе при токовом отжиге I = 70 мА. Также в сигнале отожженных проводов наблюдается увеличение шума в сигнале при увеличении тока отжига.



Рис. 1 – (а) Схема измерительной ячейки индуцированного переменного напряжения с мостовой схемой и (б) сигнал индуктивного напряжения для исходных проводов и прошедших отжиг

Для более точного анализа были измерены петли гистерезиса для микропровода при помощи ВН-метра. В установке использовались две дифференциальные катушки с внутренним диаметром 3 мм. Поле намагничивания имело частоту 500 Гц. Полученный сигнал электрического напряжения во всех случаях оцифровывался, и выполнялось численное интегрирование для восстановления петель гистерезиса. Петли продольного гистерезиса представлены на рис. 2a, а циркулярного на рис. 2б. При циркулярной анизотропии, продольная петля магнитного гистерезиса имеет наклонную форму с малым значением остаточной намагниченности. Изменения в направлении легкой оси анизотропии можно заметить по изменению наклона, коэрцитивной силе и коэффициенту прямоугольности. На рис. 2а можно наблюдать увеличение наклона петли гистерезиса вследствие уменьшения циркулярной анизотропии в результате отжига током менее 60 мА (и увеличения магнитной проницаемости), в то время как отжиг при большей величине тока приводит к обратному эффекту. При 70 мА резкое изменение формы петли может быть вызвано изменением знака магнитострикции с отрицательного на положительный, что приводит к формированию лёгкой оси анизотропии вдоль провода. Соответственно, это приводит к уменьшению амплитуды напряжения, индуцируемого циркулярным намагничиванием, что можно наблюдать на рис. 1б.



*Рис. 2 – Петли (а) осевого гистерезиса микропровода при разных величинах токового отжига и (б) циркулярного гистерезиса неотожженного провода на разных частотах возбуждающего тока* 

Форма петель циркулярного гистерезиса (см. рис. 26) свидетельствует о том, что поле насыщения не было достигнуто. Однако увеличить циркулярное поле в проводе сложно,

Анализ спектральных характеристик (рис. 3) свидетельствует об экспоненциальном уменьшении амплитуды высших гармоник сигнала напряжения, представленного на рис. 16.



Рис. 3 – (a) – высшие гармоники сигнала неотожженного провода на разных частотах, (б) – отношение гармоник для неотожженного провода при приложении внешнего магнитного поля

Эксперименты подтвердили, что изменения в структуре микропроводов, например, вызванные токовым отжигом, оказывают существенное влияние на циркулярные процессы намагничивания. С увеличением тока отжига наблюдалось уменьшение амплитуды сигнала индуцированного напряжения, что свидетельствует об уменьшении соответствующей восприимчивости. Наибольшие значения индуцированного напряжения наблюдались у микропроводов с маленьким значением коэффициента прямоугольности. Была установлена зависимость индуцированного напряжения от частоты пропускаемого переменного тока. Интерес для дальнейшего исследования представляет зависимость циркулярного гистерезиса и спектральных характеристик для проводов с измененной структурой путем токового отжига.

#### Список использованных источников:

насыщения и лучшей температурной стабильностью.

- 1. Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials // Helmut Kronmüller, Stuart Parkin. H.: Wiley, 2007. pp. 2193-2226
- 2. L.V. Panina, K. Mohri. // Appl. Phys. Lett., -1994, -v. 65, -No 9, -p. 1189-1191
- 3. I. Betancourt, Magnetization Dynamics of Amorphous Ribbons and Wires Studied by Inductance Spectroscopy. *Materials*, -2011, -4, pp. 37-54.
- Zhukov, A. Domain wall propagation in a Fe-rich glass coated amorphous microwire // Applied Physics Letters. – 2001, – v. 78, – p. 3106.
- 5. Zhukov A., Churyukanova M., Kaloshkin S. et al. Magnetostriction of Co-Fe-based amorphous soft magnetic microwires // J. Electron. Mater. –2016. v. 45. pp. 226-234.
- Nematov M. G., Baraban I., Yudanov N. A. et al. Evolution of the magnetic anisotropy and magnetostriction in Co-based amorphous alloys microwires due to current annealing and stress-sensory applications // Journal of Alloys and Compounds. 2020. – v. 837. – pp. 155584.

УДК 537.624

# Влияние термоиндуцированного магнитоупругого эффекта на поле переключения микрочастиц, имеющих конфигурационную анизотропию

#### Бизяев Д.А.

к. ф.-м. н., старший научный сотрудник лаборатории физики и химии поверхности, Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского ФИЦ Казанский научный центр РАН

#### Бухараев А.А.

д. ф.-м. н., профессор, главный научный сотрудник лаборатории физики и химии поверхности, Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского ФИЦ Казанский научный центр РАН

#### Нургазизов Н.И.

к. ф.-м. н., старший научный сотрудник лаборатории физики и химии поверхности, Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского ФИЦ Казанский научный центр РАН

#### Чукланов А.П.

к. ф.-м. н., старший научный сотрудник лаборатории физики и химии поверхности, Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского ФИЦ Казанский научный центр РАН

Аннотация. В работе изучалось влияние термоиндуцированного магнитоупругого эффекта на поле переключения планарных Ni микрочастиц, имеющих форму квадрата с вогнутыми сторонами. Методами магнитно-силовой микроскопии было показано, что такие микрочастицы имеют квазиоднородную структуру намагниченности и их поле переключения может быть существенно снижено за счет нагрева образца до 100 °C.

**Ключевые слова:** термоиндуцированный магнитоупругий эффект, микрочастицы, поле переключения, магнитно-силовая микроскопия

#### Influence of thermo-induced magnetoelastic effect on switching field of microparticles with configuration anisotropy

#### **Bizyaev D.A.**

Dr., senior researcher fellow of the laboratory of surface physics and chemistry, Zavoisky Physical-Technical Institute, FRC Kazan Scientific Center of RAS

#### Bukharaev A.A.

Dr.Sc., professor, chief researcher fellow of the laboratory of surface physics and chemistry, Zavoisky Physical-Technical Institute, FRC Kazan Scientific Center of RAS

#### Nurgazizov N.I.

Dr., senior researcher fellow of the laboratory of surface physics and chemistry, Zavoisky Physical-Technical Institute, FRC Kazan Scientific Center of RAS

#### Chuklanov A.P.

Dr., senior researcher fellow of the laboratory of surface physics and chemistry, Zavoisky Physical-Technical Institute, FRC Kazan Scientific Center of RAS **Annotation.** Influence of the thermally induced magnetoelastic effect on the switching field of planar Ni microparticles with a shape of the square with concave sides was studied. By magnetic force microscopy, it was shown that such microparticles have a quasi-uniform magnetization and its switching field can be significantly reduced by heating the sample up to 100 °C.

**Keywords:** thermo-induced magnetoelastic effect, microparticles, switching field, magnetic force microscopy

Для хранения информации часто используется магнитная среда, в которой в качестве одного бита выступает направление намагниченности какой-то небольшой области или отдельного домена. Два взаимно противоположных направления намагниченности соответствуют двум значениям этого бита, а запись информации происходит за счет внешнего магнитного поля. При этом хранение информации требует высокой коэрцитивной силы для увеличения помехоустойчивости и сроков хранения, а запись, наоборот низкой коэрцитивной силы для снижения затрачиваемой энергии. Снизить коэрцитивную силу магнитной среды в небольшой области можно, например, за счет ее нагрева с помощью лазерного излучения. В методе термоассистируемой магнитной записи информации (Heat-Assisted Magnetic Recording - HAMR) для этого используется сфокусированный импульс, что позволяет достичь довольно высокой плотности записи информации [1]. Однако для существенного снижения величины магнитного поля для записи информации область, отвечающую за один бит, необходимо нагреть до большой температуры. В то же время для снижения коэрцитивной силы можно использовать не только нагрев, но и магнитоупругий эффект [2]. Причем для создания этого эффекта можно использовать термическое расширение подложки. Кроме того, среда для записи информации может быть не сплошной, а состоять из отдельных микро или наночастиц. В этом случае магнитные свойства частиц будут зависеть и от их формы, и, подбирая ее, можно будет, например, добиться большего снижения значения поля необходимого для записи информации, по сравнению со сплошной средой, или, наоборот, увеличить коэрцитивную силу частиц во время ее хранения.

В данной работе было исследовано влияние термоиндуцированного магнитоупругого эффекта на поле переключения Ni микрочастиц, имеющих конфигурационную анизотропию. Для создания микрочастиц использовались монокристаллические подложки из ниобата лития LiNbO<sub>3</sub> (далее CLN). Данные подложки имеют разные коэффициенты термического расширения по разным кристаллическим осям, что при изменении температуры приводит к созданию в микрочастицах на их поверхности одноосных механических напряжений. При этом на CLN подложках величина наводимых напряжений составляет около 1.5 МПа/К [3].

Для исследования магнитных свойств микрочастиц использовался сканирующий зондовый микроскоп Ntegra, работающий в режиме магнитно-силового микроскопа (МСМ). Исследуемые Ni микрочастицы имели форму квадрата с вогнутыми сторонами (рис. 1a). Диагональ квадрата имела размер около 1.2 мкм. Для формирования массива из 30 микрочастиц использовался метод напыления металла через полимерную маску, которая была изготовлена методами зондовой литографии с помощью того же C3M [4]. Микрочастицы были сформированы при температуре 60 °С и ориентированы относительно осей подложки таким образом, что при охлаждении до комнатной температуры ось магнитоупругой анизотропии формировалась вдоль направления внешнего магнитного поля, а при нагреве выше этой температуры перпендикулярно ему. Для интерпретации получаемых МСМ изображений и определения распределения локальной намагниченности в микрочастице проводилось компьютерное моделирование при помощи программы ООММF. Было установлено, что микрочастицы находятся в состоянии квазиоднородной намагниченности (рис. 16, г). Когда на микрочастицу не действует механическое напряжение (при 60 °C) поле переключения (усредненное) составило 12.6 мГл (рис. 1д, е). При охлаждении до 30 °C оно увеличивается до

14.9 мТл. При нагреве до 100 °С - снижается до 10.9 мТл. Во время переключения направления намагниченности микрочастицы под действием внешнего магнитного поля локальное распределение намагниченности становиться практически однородным (рис. 1в), после снятия внешнего поля происходит небольшое разупорядочивание, но общий вектор намагниченности сохраняется (рис. 1г).

Таким образом было продемонстрировано, что за счет конфигурационной анизотропии удается сохранять квазиоднородную структуру намагниченности в микрочастицах при их достаточно больших размерах. За счет выбора ориентации таких частиц на монокристаллической подложке и температуры их формирования на подложке можно как увеличить их поле переключения (что важно при хранении информации), так и снизить его (что важно при записи информации).



Рис. 1. АСМ изображение Ni микрочастицы (a). МСМ изображения этой микрочастицы (вверху) и соотвествующее смоделированное распределение локальной намагниченности (внизу), иллюстрирующие процесс ее перемагничивания: в поле 0 мТл, после намагничивания в поле -40 мТл (б), в поле +16 мТл при 100 °С (в), в поле 0 мТл после понижения температуры до комнатной (г). Размер скана 2×2 мкм. Зависимость количества частиц (N), переключивших направление намагниченности (д), от внешнего магнитного поля и температуры образца и производная по полю (dN/dB) этой зависимости (е). Фигурами показаны экспериментальные данные, линиями — аппроксимация для соответствующих

температур.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (грант № 23-29-00085).

#### Список использованной литературы:

- Kryder M. H., Gage E. C., McDaniel T. W. et al. // Proceedings of the IEEE. 2008. 96 – 11. – 1810.
- 2. Бухараев А. А., Звездин А. К., Пятаков А. П., Фетисов Ю. К. // УФН. 2018. 188. с. 1288-1330.
- Нургазизов Н. И., Бизяев Д. А., А.А. Бухараев А. А. и др. // ФТТ. 2022. 64. № 9. – с. 1316-1323.
- Бизяев Д. А., Бухараев А. А., Морозова А. С. и др. // ЖТФ. 2023 93. № 7. с. 913-920.

УДК 537.624.9

# Роль Ga в формировании высококоэрцитивного состояния спеченных магнитов Re-(Fe,Co)-Ga-B (Re=Nd,Pr,Dy)

Колодкин Д.А.

к.ф.-м. н., ИФМ им. М.Н. Михеева УрО РАН, ИЕНиМ УРФУ

Протасов А.В.

к.ф.-м. н., ИФМ им. М.Н. Михеева УрО РАН, ИЕНиМ УРФУ

Головня О.А.

к.ф.-м. н., ИФМ им. М.Н. Михеева УрО РАН, ИЕНиМ УРФУ

Сташкова Л.А.

к.ф.-м. н., ИФМ им. М.Н. Михеева УрО РАН

Василенко Д.Ю.

Уральский электромеханический завод

#### Братушев Д.Ю.

Уральский электромеханический завод

#### Шитов А.В.

ИФМ им. М.Н. Михеева УрО РАН, Уральский электромеханический завод

#### Солтус А.Р.

ИЕНиМ УРФУ, ИФМ им. М.Н. Михеева УрО РАН

Аннотация. Спеченные магниты двух типов составов (Nd,Dy)-(Fe,Co)-Ga-B и (Nd,Pr)-(Fe,Co)-Ga-B изготовлены по низкокислородной технологии с применением сплавов stripcasting. Достижение высокого уровня температурной стабильности магнитов достигалось частичным замещением Fe на Co. Повышение значения H<sub>cJ</sub>>20 кЭ получено в результате частичного замещения Nd на Pr и Dy и легирования сплавов галлием. Исследование влияния параметров низкотемпературной обработки на магнитные гистерезисные свойства и микроструктуру магнитов позволило выявить два различных механизма структурнофазовых превращений при формировании высококоэрцитивного состояния магнитов двух типов составов. В обоих случаях удалось установить определяющую роль галлия в улучшении магнитной изоляции зерен.

**Ключевые слова:** магнитные гистерезисные свойства, микроструктура, структурнофазовые превращения, температурная стабильность

### The role of Ga in the formation of the highly coercive state of Re-(Fe,Co)-Ga-B (Re=Nd,Pr,Dy) sintered magnets

#### Kolodkin D.A.

Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Miheev Institute of Metal Physics, Ural Federal University

#### **Protasov A.V.**

Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Miheev Institute of Metal Physics, Ural Federal University

#### Golovnya O.A.

Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Miheev Institute of Metal Physics, Ural Federal University

#### Stashkova L.A.

Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Miheev Institute of Metal Physics

#### Vasilenko D.Yu.

Ural Electromechanical Plant

#### Bratushev D.Yu.

Ural Electromechanical Plant

#### Shitov A.V.

Miheev Institute of Metal Physics, Ural Electromechanical Plant

#### Soltus A.R.

#### Ural Federal University, Miheev Institute of Metal Physics

Annotation. Sintered magnets of two types of compositions (Nd,Dy)-(Fe,Co)-Ga-B and (Nd,Pr)-(Fe,Co)-Ga-B are manufactured using low-oxygen technology using strip-casting alloys. Achieving a high level of temperature stability of magnets was achieved by partially replacing Fe with Co. An increase in the value of HcJ>20 kOe was obtained by partially replacing Nd with Pr and Dy and doping the alloys with gallium. The study of the influence of low-temperature treatment parameters on the magnetic hysteretic properties and microstructure of magnets made it possible to identify two different mechanisms of structural-phase transformations during the formation of the highly coercive state of magnets of two types of compositions. In both cases, it was possible to establish the decisive role of gallium in improving the magnetic insulation of grains.

*Keywords:* magnetic hysteresis properties, microstructure, structural-phase transformations, temperature stability

Постоянные магниты Nd-Fe-B широко применяются в магнитных системах различных высокотехнологичных устройств. Основным их недостатком, ограничивающим область их применения в условиях высоких температур, является низкая температурная стабильность магнитных свойств вследствие невысокой температуры Кюри  $T_c$  фазы Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. Для ее повышения и снижения абсолютного значения температурного коэффициента индукции обычно применяют частичное замещение в сплаве Fe на Co [1]. С другой стороны, для повышения  $H_c$  применяют замещение части Nd на Dy [2] и дополнительное легирование сплава (Nd,Dy)-(Fe,Co)-B галлием [3]. Кроме того, исследования последних лет [4,5] показали еще один способ повышения  $H_c$  магнитов Nd-Fe-B, согласно которому, Nd частично замещается не на тяжелые редкоземельные элементы, а на Pr. При этом дополнительное исходный сплав (Nd,Pr)-Fe-B легируется малым количеством Ga.

В настоящей работе исследованы магнитные гистерезисные свойства и структура спеченных магнитов, легированных галлием с частичным замещением Nd: (Nd,Dy)-(Fe,Co)-Ga-B и (Nd,Pr)-(Fe,Co)-Ga-B. Оптимизированы параметры низкотемпературной обработки. Установлена определяющая роль Ga в формировании высококоэрцитивного состояния

магнитов обоих составов при низкотемпературной обработке. Анализ микроструктуры позволил определить преимущественную локализацию Ga в границе зерна и тройных стыках. Определена связь повышения  $H_c$  магнитов с изменениями состава межзёренной фазы при обработке магнитов в диапазоне температур  $T_2$ =530-630 °C. Анализ фазового состава, температурных зависимостей магнитной восприимчивости и микроструктуры магнитов обоих составов позволил выявить два различных механизма структурно-фазовых превращений при формировании высококоэрцитивного состояния.

Повышение *H*<sub>c</sub> магнитов (Nd,Dy)-(Fe,Co)-Ga-B связано с образованием в тройных стыках зерен и, частично, в границе зерна включений немагнитной фазы состава (Nd,Dy)(Fe,Co,Ga)<sub>2</sub>. В микроструктуре магнита без содержания Ga установлено образование на границах зерен включений ферромагнитных фаз Лавеса ((Nd,Dy)(Fe,Co)<sub>2</sub>), которые ухудшают их магнитную изоляцию.

Установлено, что повышение  $H_c$  магнитов (Nd,Pr)-(Fe,Co)-Ga-В происходит за счет формирования при оптимальной  $T_2$  включений фазы (Nd,Pr)<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Ga. Образование этой фазы требует большого количества атомов Fe и Nd/Pr, которое она заимствует из соседних фаз, обогащенных редкоземельными элементами, в тройных стыках зерен, а также из ферромагнитных фаз по границам зерен. В результате такого структурно-фазового перестроения снижается намагниченность фаз по границам зерен, ослабевает межзёренное обменное взаимодействие и это в итоге способствует повышению  $H_c$  магнитов.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 24-12-20025).

#### Список использованной литературы:

- 1. Matsuura Y., Hirosawa S., Yamamoto H., Fujimura S., Sagawa M. Magnetic properties of the Nd<sub>2</sub>(Fe<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub>)<sub>14</sub>B system // J. Appl. Phys. Lett. 1985. 46. P. 308-310.
- 2. Herbst J.F. R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B materials: Intrinsic properties and technological aspects // Reviews of Modern Physics. 1991. 63. P. 819-898.
- Popov A.G., Kolodkin D.A., Gaviko V.S., Vasilenko D.Yu., Shitov A.V., Vlasyuga A.V., Govorkov M.Yu., Bratushev D.Yu. High-power (Nd,Dy)-(Fe,Co)-B magnets with a low temperature coefficient of induction // Physics of Metals and Metallography. - 2017. - 118. - P. 935-945.
- Sasaki T., Ohkubo T., Takada Y., Sato T., Kato A., Kaneko Y., Hono K. Formation of non-ferromagnetic grain boundary phase in a Ga-doped Nd-rich Nd-Fe-B sintered magnet // Scripta Mater. – 2016. – 113. – P. 218-221.
- Huang Q., Jiang Q., Shi Y., Rehman S. Ur., Wei X., Li Z., Shi D., Xu D., Zhong Z. Enormous improvement of the coercivity of Ga and Cu co-doping Nd-Fe-B sintered magnet by post-sinter annealing // Journal of Alloys and Compounds. – 2022. – 894. -162418.

УДК 537.622.6

### Магнитный гистерезис в слоистых изинговских ферромагнетиках Fe<sub>0.25</sub>TaS<sub>2-y</sub>Se<sub>y</sub>

#### Баранов Н.В.

д.ф.м.н., профессор, Институт естественных наук и математики УрФУ

#### Носова Н.М.

младший научный сотрудник, Институт естественных наук и математики УрФУ

Аннотация. В работе проведено исследование слоистых соединений  $Fe_{0.25}TaS_{2-y}Se_y$ , интеркалированных атомами железа, при замещении серы селеном. Установлено, что все соединения  $Fe_{0.25}TaS_{2-y}Se_y$  проявляют ферромагнитное поведение и обладают гигантской коэрцитивной силой ( $H_c \sim 40 - 60$  кЭ при низких температурах). Обнаружено, что изменение низкотемпературной (2 К) коэрцитивной силы при замещении серы селеном коррелирует с концентрационной зависимостью температуры Кюри, что свидетельствует об изинговском спиновом состоянии ионов Fe во всем концентрационном интервале ( $0 \le y \le 2$ ). Выявлена зависимость магнитных свойств образцов от условий их термообработок и распределения атомов железа между катионными слоями.

*Ключевые слова:* халькогениды переходных металлов, слоистая кристаллическая структура, интеркаляция, спиновое состояние атомов железа, магнитный гистерезис

#### Magnetic hysteresis in layered Ising ferromagnets Fe0.25TaS2-ySey

#### **Baranov N.V.**

Dr.Sc., professor, Institute of Natural Sciences and Mathematics, UrFU

#### Nosova N.M.

Junior Researcher, Institute of Natural Sciences and Mathematics, UrFU

**Annotation.** In this work, we studied layered  $Fe_{0.25}TaS_{2-y}Se_y$  compounds intercalated with iron atoms when sulfur was replaced by selenium. It was revealed that all  $Fe_{0.25}TaS_{2-y}Se_y$  compounds exhibit ferromagnetic behavior and have a giant coercive field ( $H_c \sim 40 - 60$  kOe at low temperatures). It was found that the change in low-temperature (2 K) coercivity when replacing sulfur with selenium correlates with the concentration dependence of the Curie temperature, which indicates the Ising spin state of Fe ions throughout the concentration range ( $0 \le y \le 2$ ). The dependence of the magnetic properties of the samples on the conditions of their heat treatment and the distribution of iron atoms between the cationic layers was revealed.

*Keywords:* transition metal chalcogenides, layered crystal structure, intercalation, spin state of iron atoms, magnetic hysteresis

Дихалькогениды переходных металлов представляют собой широкий класс слоистых материалов с разнообразными структурными и электронными переходами. Слабые ван-дерваальсовы связи между гексагонально упакованными трехслойными блоками X-T-X (X = халькоген, T = переходный металл) в дихалькогенидах  $TX_2$  позволяют расслаивать такие структуры и получать графеноподобные двумерные системы, но также допускает интеркаляцию других атомов или молекул между сэндвичами X-T-X, что дает возможность получать новые материалы с уникальными физическими свойствами, которые имеют потенциал для практического применения [1]. В частности, внедрение атомов 3d-переходных металлов может приводить к возникновению новых магнитных состояний и свойств соединений, которые можно регулировать, изменяя сорт и концентрацию внедренных атомов, а также выбирая то или иное соединение-матрицу  $TX_2$ .

Установлено, что интеркалированные атомами железа соединения Fe<sub>x</sub>TaS<sub>2</sub> на основе дисульфида тантала при содержании железа 0.2 < x < 0.4 обладают ферромагнитным упорядочением, огромной магнитокристаллической анизотропией и необычно большим магнитным гистерезисом [2]. Максимальная температура ферромагнитного упорядочения  $T_{\rm C} \sim 160$  К достигается при концентрации железа  $x \sim 0.25$ . Обнаружено, что монокристаллы Fe<sub>0.25</sub>TaS<sub>2</sub> обладают большим магнитным гистерезисом при перемагничивании (коэрцитивная сила  $H_{\rm c} \sim 37-70$  кЭ) и огромной магнитокристаллической анизотропией (поле анизотропии  $H_{\rm a} \sim 500$  кЭ) при низких температурах [2,3]. Значительный магнитный гистерезис наблюдался также в системе на основе дихалькогенида титана Fe<sub>x</sub>TiS<sub>2</sub>, интеркалированного атомами железа [4].

Целью настоящей работы являлось изучение влияния замещения в анионной подрешетке на кристаллическую структуру, магнитные и электрические свойства соединений системы  $Fe_{0.25}TaS_{2-y}Se_y$ . Поликристаллические образцы соединений  $Fe_{0.25}TaS_{2-y}Se_y$  с содержанием селена от y = 0 до y = 2 были получены методом твердофазных реакций по одностадийной методике при температуре T = 700 °C. Рентгеновскую аттестацию проводили с использованием дифрактометра Bruker D8 Advance. Намагниченность измерялась с помощью СКВИД-магнитометра при температурах от 2 К до 350 К и в магнитных полях до 70 кЭ. Измерение электросопротивления образцов проводилось четерехконтактным способом в интервале температур от 4 до 300 К в магнитных полях до 100 кЭ.

Получено, что замещение ионов серы селеном в  $Fe_{0.25}TaS_{2-y}Se_y$  сопровождается увеличением объема элементарной ячейки кристалла из-за различия в ионных радиусах серы и селена, а также относительным удлинением структуры в направлении, перпендикулярном плоскости слоев. Последнее приводит к ослаблению поляризации 5d-электронов тантала, с участием которых осуществляется косвенная обменная связь типа РККИ между 3d электронами атомов Fe. В результате замещение серы селеном в этой системе приводит к снижению температуры Кюри от 120 К при y = 0 до 60 К при y = 2.



*Puc.1. Схема кристаллической структуры соединений Fe*<sub>0.25</sub>*TaS*<sub>2-y</sub>*Se*<sub>y</sub> и полевые зависимости намагниченности для Fe<sub>0.25</sub>*TaS*<sub>1.75</sub>*Se*<sub>0.25</sub> в расчете на ион Fe, измеренные при разных температурах.

Из полевых зависимостей намагниченности, измеренных при разных температурах, получены значения коэрцитивной силы для соединений  $Fe_{0.25}TaS_{2-y}Se_y$  с различными концентрациями Se. При T = 2 K значения достигают значений от 40 до 60 кЭ и изменяются немонотонно с концентрацией селена. Установлено, что концентрационная зависимость коэрцитивной силы коррелирует с концентрационной зависимостью температуры Кюри.

Такая зависимость свидетельствует об изинговском спиновом состоянии ионов Fe в этих соединениях, поскольку в изинговских ферромагнетиках коэрцитивная сила определяется обменной энергией, а не энергией магнитокристаллической анизотропии, как в анизотропных ферромагнитных соединениях. При увеличении температуры наблюдается экспоненциальный спад коэрцитивной силы всех соединений, который описывается эмпирической формулой  $H_c(T) = H_c(0) \cdot \exp(-\alpha T)$ , где  $H_c(0)$  – значение, полученное экстраполяцией к абсолютному нулю, а α - константа. Зависимость α(у) является также немонотонной и ведет себя с увеличением концентрации атомов селена противоположным образом по сравнению с кривой  $T_{\rm C}(y)$ . Изменение электросопротивления образцов Fe<sub>0.25</sub>TaS<sub>2-</sub> <sub>у</sub>Se<sub>у</sub> с температурой носит металлический характер ниже температуры Кюри, при которой наблюдается хорошо выраженная аномалия, а в парамагнитной области при нагревании выявлен слабый почти линейный рост. Изотермическое магнитосопротивление Fe0.25 TaS2-vSev при T = 5 К изменяется в пределах  $\pm 4\%$  с максимальными значениями вблизи коэрцитивных полей.

Учитывая возможность частичного перемешивания атомов Fe и Ta в структуре Fe<sub>0.25</sub>TaCh<sub>2</sub> (Ch = S, Se) проведены исследования структуры и магнитных свойств образцов Fe<sub>0.25</sub>TaS<sub>2</sub> (y = 0) и Fe<sub>0.25</sub>TaSe<sub>2</sub> (y = 2), синтезированных двумя методами с использованием различных режимов термообработки. Установлено, что различные способы приготовления и термообработки образцов не оказывают сильного влияния на параметры решетки основной фазы в образцах, но существенно влияют на магнитную критическую температуру и магнитный гистерезис. Показано, что закаленные образцы обладают существенно меньшими (до 28%) значениями температуры Кюри по сравнению с медленно охлажденными. Такое различие в значениях  $T_{\rm C}$  может быть связано с частичным перемешиванием атомов тантала и железа при быстрой закалке, что приводит к размещению атомов железа не только и между *Ch*–Ta–*Ch* сэндвичами, но и в слое тантала, где атомы железа находятся в октаэдрическом и тригонально призматическом окружении и обладают высоко-спиновым и низко-спиновым состояниями, соответственно.

Работа выполнена при поддержке гранта РНФ (грант № 22-13-00158).

#### Список использованных источников:

1. Леднева А.Ю., Чебанова Г.Е., Артемкина С.Б., Лавров А.Н. Кристаллические и наноструктурированные материалы на основе дихалькогенидов переходных металлов: синтез и жлектроные свойства // Журнал структурной химии. – 2022. – Т. 63. – № 2. – С. 109–162. 2. Eibschütz M., Mahajan S., DiSalvo F.J., Hull G.W., Waszczak J.V. Ferromagnetism in metallic intercalated compounds  $Fe_xTaS_2$  (0.20 $\leq x \leq 0.34$ ) // J. Appl. Phys. – 1981. – V. 52. – Р. 2098–2100. 3. Morosan E., Zandbergen H.W., Li L., Lee M., Checkelsky J.G., Heinrich M., Siegrist T., Ong N.P., Cava R.J. Sharp switching of the magnetization in Fe<sub>1/4</sub>TaS<sub>2</sub> // Phys. Rev. B. – 2007. – V. 75. – P. 104401.

4. Selezneva N.V., Baranov N.V., Sherokalova E.M., Volegov A.S., Sherstobitov A.A. Multiple magnetic states and irreversibilities in the  $Fe_xTiS_2$  system // Phys. Rev. B. -2021. - V. 104. - 064411,

5. Nosova N.M., Selezneva N.V., Shishkin D.A., Baranov N.V. Crystal structure, magnetic and transport properties of Fe<sub>0.25</sub>TaSe<sub>2</sub> // Physica B: Condensed Matter. – 2024. – V. 673.

УДК 537.624

### Процессы перемагничивания гетерогенных сплавов Gd<sub>1-x</sub>Sm<sub>x</sub>Co<sub>3</sub>Cu<sub>2</sub> Севрюков В.Е.

студент магистратуры, кафедры физики конденсированного состояния ФТФ ТвГУ

#### Карпенков А.Ю.

к.ф.-м. н., заведующий кафедрой физики конденсированного состояния ФТФ ТвГУ

#### Семенова Е.М.

к.ф.-м. н., доцент кафедры физики конденсированного состояния ФТФ ТвГУ

Аннотация. Высококоэрцитивное состояние в объемных магнитных материалах связано с формированием регулярных микро- или наноструктур, границы которых служат центрами задержки смещения доменных границ или центрами образования зародышей обратной магнитной фазы при перемагничивании. В данной работе проводится анализ процессов перемагничивания квазибинарных интерметаллидов Gd<sub>1-x</sub>Sm<sub>x</sub>Co<sub>3</sub>Cu<sub>2</sub>, с учетом гетерогенной микроструктуры и магнитного последействия (магнитной вязкости).

Ключевые слова: магнитный гистерезис, микроструктура, магнитное последействие

#### Magnetization reversal processes of heterogeneous alloys Gd<sub>1-x</sub>Sm<sub>x</sub>Co<sub>3</sub>Cu<sub>2</sub>

#### Sevrykov V.E.

Graduate student of the Department of condensed matter, Physico-Technical Faculty TSU (Tver)

#### Karpenkov A.Yu.

Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor,

head of the Department of condensed matter, Physico-Technical Faculty TSU (Tver)

#### Semenova E.M.

Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor,

Department of condensed matter, Physico-Technical Faculty TSU (Tver)

**Annotation.** The high value of the coercivity in bulk magnetic materials arises as a result of the formation of regular micro- or nanostructures, which perform pinning of domain walls or become nucleation centers for the during magnetization reversal. In this work, we analyze the magnetization reversal processes of quasi-binary intermetallic compounds  $Gd_{1-x}Sm_xCo_3Cu_2$  taking into account the inhomogeneous microstructure and magnetic after-effect (magnetic viscosity).

Keywords: magnetic hysteresis, microstructure, magnetic after-effect

Сплавы редкоземельных интерметаллидов с тяжелыми и легкими редкоземельными металлами представляют собой группу магнитных материалов, на основе которых создают

высокоэнергоемкие постоянные магниты с повышенной температурной стабильностью коэрцитивной силы и остаточной намагниченности [1-4]. В данной работе в качестве объектов исследования рассматриваются квазибинарные сплавы  $Gd_{1-x}Sm_xCo_3Cu_2$  (x=0,1 – 0,9). Варьирование относительного содержания самария и гадолиния приводит к изменению интервала температурной стабильности гистерезисных характеристик, что имеет важное практическое значение. Особенностью данных сплавов является возможность посредством термических обработок получить высокую коэрцитивную силу на литых образцах [5]. Таким образом, каждое зерно сплава будет демонстрировать значительный гистерезис при перемагничивании. Коэрцитивность в материалах данного типа обеспечивается в основном наличием в составе сплавов меди, которая способствует формированию регулярной микро- и наноструктуры в процессе термических обработок.

Исходные сплавы были синтезированы методом индукционной плавки в атмосфере аргона, после чего гомогенизировались при 1050°С в течение 4 часов. Исследования микроструктуры и количественный анализ фазового состава проведены на растровом электронном JSM-6610LV (Япония). Полевые зависимости микроскопе JEOL намагниченности измерялись методом вибрационного магнитометра в поле до 2,5Т. В работе приводятся и анализируются экспериментально измеренные кривые намагничивания, петли также концентрационные зависимости гистерезисных гистерезиса, а параметров. Установлено, что в исходном состоянии все сплавы имеют микрогетерогенную структуру. Получены корреляционные соотношения между параметрами микроструктуры и структурночувствительными характеристиками петли гистерезиса. Получены релаксационные зависимости намагниченности образцов при различных значениях размагничивающего поля. Установлено, что вблизи коэрцитивного поля в сплавах присутствует выраженный эффект магнитного последействия. Обсуждается механизм перемагничивания с учетом релаксации намагниченности. [6]

#### Список использованной литературы:

- Liu S. Sm–Co high-temperature permanent magnet materials // Chinese Physics B. 2019. V. 28. I. 1. P. 017501.
- Coey J. M. D. Perspective and prospects for rare earth permanent magnets // Engineering. 2020. V. 6. I. 2. P. 119-131
- Semenova E.M., Lyakhova M.B., Lukin A.A., Karpenkov A.Yu., Lukina E.A. Methodology for studying reversal magnetization processes in magnets of the Sm – Co – Fe – Cu – Zr system at high temperatures. // Metal Science Heat Treatment. 2018. V. 60. P. 494–497.
- Semenova E.M., Lyakhova M.B., Ivanova A.I., Ulyanov M.N. Micro- and nanostructures of RCoCuFeZr heterogeneous alloys with high temperature stability // Materials Science Forum. 2016. V.845. P.46-49.
- 5. Севрюков, В.Е., Дегтева О.Б., Карпенков А.Ю., Иванова А.И, Семенова Е.М. Магнитный гистерезис сплавов Sm<sub>1-x</sub>Gd<sub>x</sub>Co<sub>3</sub>Cu<sub>2</sub> // Вестник Московского Университета. Серия 3. ФИЗИКА. АСТРОНОМИЯ. 2023. Т. 78. № 5. Р. 2350501-1–2320501-4.
- 6. Перепелкина А. В. и др. Влияние магнитной вязкости на результаты измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов // Эталоны. Стандартные образцы. 2017. №. 3-4. С. 21-27.

### Исследование минерального состава Fe-Mn образований вулкана Пюи де Фолль рифтовой долины срединно-атлантического хребта методами криогенной магнитометрии

#### Сергиенко Е.С.

к.ф.-м.н., доцент, Санкт-Петербургский государственный университет

Янсон С.Ю., к.г.-м.н., зам. директора ресурсного центра, Аношин Я.В., студент, Дубешко Д.Д., студент,

Санкт-Петербургский государственный университет

#### Харитонский П.В., д.ф.-м.н., в.н.с.,

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН

#### Гареев К.Г., к.т.н., доцент,

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

Аннотация. Исследован минеральный состав Fe-Mn образований вулкана Пюи де Фолль рифтовой долины Срединно-Атлантического хребта. Методами магнитометрии выявлено, что вероятными железосодержащими фазами этих образований являются рентгеноаморфный железосодержащий силикатный агрегат и ферригидрит.

Ключевые слова: оксигидроксиды железа, криогенная магнитометрия

### Study of the mineral composition of Fe-Mn formations of the Puy des Folles volcano of the rift valley of the mid-atlantic ridge by cryogenic magnetometry methods

Sergienko E.S., Ph. D., assoc. prof., Yanson S.Yu., Ph. D., deputy director of research center, Anoshin Y.V., student, Dubeshko D.D., student,

Saint Petersburg University

Kharitonskii P.V., Dr. Sci., lead. res.,

Ioffe Institute

Gareev K.G., Ph. D., assoc. prof.,

Saint Petersburg Electrotechnical University

**Annotation.** The mineral composition of Fe-Mn formations of the Puy des Folles volcano of the rift valley of the Mid-Atlantic Ridge has been studied. The methods of magnetometry revealed that the probable iron-bearing phases of these formations are X-ray amorphous iron-rich silicate matter and ferrihydrite.

Keywords: iron oxyhydroxides, cryogenic magnetometry.

Рифтовые долины срединно-океанических хребтов (СОХ) являются выражением оси спрединга в рельефе океанского дна: в срединных частях СОХ происходит новообразование океанической коры, они характеризуются высокими значениями теплового потока, повышенной сейсмичностью, интенсивным магматизмом и часто высокой гидротермальной активностью. Таким образом, там возникают уникальные условия для образования различных минеральных ассоциаций и редких минеральных отдельностей. В работе изучены железомарганцевые образования района подводного вулкана Пюи де Фолль рифтовой зоны Срединно-Атлантического хребта (САХ), одного из крупнейших СОХ. Образец размером 15×15×10 см был отобран в 45-м рейсе научно-исследовательского судна «Профессор Логачев» при проведении исследований ФГУНПП «Полярная морская геологоразведочная экспедиция» в пределах российского разведочного региона САХ. Образец представлен рыхлыми образованиями тонковолокнистой структуры, местами с лимонитом. Одной из отличительных особенностей изученных образцов является их относительно небольшой с геологической точки зрения возраст. По оценкам он может соответствовать современному этапу активации гидротермальной деятельности и составлять первые тысячи лет (до 7 тыс. лет) [1]. Таким образом, данное исследование является актуальным, т.к. может позволить реконструировать эволюцию ультрадисперсных железомарганцевых образований от времени формирования до современного состояния.

При изучении структуры, фазового и химического состава образцов использовались следующие методы: сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) с применением приборов Zeiss Merlin (Zeiss, Германия), QUANTA 200 3D (FEI, США); рентгенофазовый анализ с применением порошкового дифрактометра D2 Phaser (Bruker, США); энергодисперсионная рентгенофлуоресцентная спектрометрия (РФА) с использованием установки EDX-8100P (Shimadzu, Япония). Результаты исследования методом РФА представлены в таблице 1.

Mn	Fe	Si	Cl	Cu	Ca	K	Al	Р	Zn	S	Sr
57,5	25,1	9,9	1,9	1,6	1,4	1,1	0,7	0,2	0,2	0,1	0,1

Таблица 1. Содержание химических элементов в образце (масс. %)

Рентгенофазовый анализ выявил в составе минералы марганца — бернессит и тодоркит, но не позволил определить железосодержащую фазу. Результаты СЭМ представлены на рис. 1. СЭМ-изображения и данные рентгеноспектрального микроанализа (РСМА, табл. 2) демонстрируют в структуре образца трубчатые футляровидные образования глобулярной структуры, представленные, вероятно, рентгеноаморфным железосодержащим силикатным веществом и оксигидроксидами железа. Однозначно определить видовую принадлежность внутреннего заполнения и самих трубок методами РСМА и РФА не удалось.

Таблица 2. Данные рентгеноспектрального микроанализа в точках, обозначенных на рис. 1 (масс. %)

	0	Na	Si	Cl	Fe	Mg	K	Mn
1	66,66	2,57	9,66	0,99	20,13	_	—	—
2	42,31	1,22	17,17	1,75	37,54	—	—	—
3	61,36	1,83	1,13	0,54	_	0,85	0,60	33,69

Далее были выполнены эксперименты по изучению магнитных свойств образцов при комнатной и криогенных температурах (рис. 2).



Рис. 1. СЭМ-изображения образца: 1, 2, 3 — точки, в которых производилось определение элементного состава методом РСМА



Рис. 2. Результаты магнитометрии: (a) — петля гистерезиса при температуре 2 К, на врезке — центральная часть петли; (б) петля гистерезиса, скорректированная за парамагнетизм, на врезке — кривая размагничивания остаточной намагниченности полем обратного знака; (в, г) температурные зависимости намагниченности (пояснения в тексте), на врезках — изображения характерных особенностей в увеличенном масштабе

Три вида магнитных измерений были проведены с помощью установки MPMS 3 (Quantum Design, США) в режиме вибрационного магнитометра: 1) построение петель магнитного гистерезиса в максимальном поле 7 Тл при 2 К (рис. 2а, б) и 295 К (результаты приведены в таблице 3); 2) измерение температурной зависимости индуктивной намагниченности в поле 10 мТл в цикле «нагрев–охлаждение» (ZFC–FC) в диапазоне 1,8–300 К (рис. 2в); 3) измерение температурной зависимости остаточной намагниченности, полученной в поле 5 Тл в цикле «нагрев-охлаждение» в диапазоне 1,8–300 К (рис. 2г).

Значения коэрцитивной силы по остаточной намагниченности  $H_{cr}$  определялись из кривых разрушения остаточной намагниченности, полученной в поле 5 Тл. Петли гистерезиса демонстрируют значительный вклад парамагнитной компоненты. Скорректированные значения гистерезисных параметров приведены в табл. 3. На гистерезисе при 2 К отмечаются изломы петли (см. вставку на рис. 2а). Кроме того, на кривых ZFC–FC для индуктивной намагниченности определяется фаза с температурой блокировки ~ 8 К. Указанные особенности могут свидетельствовать о присутствии ферригидрита [2]. Значения остаточной намагниченности в диапазоне температур 1,8–12 К уменьшаются на три порядка (рис. 2г), что скорее всего связано с большим количеством суперпарамагнитных частиц в образце. В диапазоне температур 60–80 К отмечается локальный максимум, что возможно, говорит о присутствии в образце еще одной магнитоупорядоченной фазы, предположительно относящейся к агрегатам Fe-Si состава.

Таблица 3. Параметры магнитного гистерезиса при температуре 2 К и 295 К

Температура, К	$\mu_0 H_c$ , мТл	<i>µ0Hcr</i> , мТл	$M_s$ , А $\cdot$ м $^2/кг$	$M_{rs}$ , А $\cdot$ м <sup>2</sup> /кг
2	104,0	1100,0	3,1	0,4
295	0,1	230,0	2,9	$4,0.10^{-5}$

Сопоставление полученных результатов и литературных данных (см., например, [2, 3]) позволяет предположить, что железосодержащими фазами Fe-Mn образований района подводного вулкана Пюи де Фолль рифтовой зоны Срединно-Атлантического хребта являются рентгеноаморфный железосодержащий силикатный агрегат и ферригидрит. Они представлены мелкодисперсными частицами, в основном в суперпарамагнитном состоянии, и их кластерами. Большие значения  $H_{cr}$  при криогенных температурах возможно связаны с блокировкой магнитных моментов частиц, образующих цепочки.

Благодарности. Работы выполнены с использованием оборудования ресурсных центров Научного парка СПбГУ: «Центр диагностики функциональных материалов для медицины, фармакологии и наноэлектроники»; «Нанотехнологии»; «Микроскопии и микроанализа»; «Рентгенодифракционные методы исследования», «Инновационные технологии композитных наноматериалов».

#### Список использованных источников:

1. Кузнецов В. Ю., Черкашев Г. А., Леш А. Ю., Бельтенев В. Е., Максимов Ф. Е., Шилов В. В., Тарасенко Д. И. Возраст гидротермальных руд Срединно-Атлантического хребта (по данным 230Th/U-датирования) // Вестник Санкт-Петербургского университета. Науки о Земле. – 2007. – Т. 2. – С. 91-99.

2. Balaev D. A., Krasikov A. A., Dubrovskii A. A., Semenov S. V., Bayukov O. A., Stolyar S. V., Iskhakov R. S., Ladygina V. P., Ishchenko L. A. Magnetic Properties and the Mechanism of Formation of the Uncompensated Magnetic Moment of Antiferromagnetic Ferrihydrite Nanoparticles of a Bacterial Origin // Journal of Experimental and Theoretical Physics. — 2014. V. 119(3). P. 479–487.

3. Mills R. A., Wells D. M., Roberts S. Genesis of ferromanganese crusts from the TAG hydrothermal field // Chemical geology. –2001. – V. 176(1-4). – P. 283-293.

### Исследование механизмов перемагничивания в постоянных магнитах типа Nd-Fe-B и Sm-Co на основе магнитной восприимчивости и обратимого вклада в намагниченность

#### Уржумцев А.Н.

к.ф.-м.н., младший научный сотрудник отдела магнетизма твердых тел НИИ ФПМ ИЕНиМ УрФУ

#### Мальцева В.Е.

аспирант, младший научный сотрудник отдела магнетизма твердых тел НИИ ФПМ ИЕНиМ УрФУ

#### Волегов А.С.

к.ф.-м.н., доцент кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов ИЕНиМ УрФУ

Аннотация. Вопрос о механизмах перемагничивания в спеченных постоянных магнитах (ПМ) типа Nd-Fe-B и Sm-Co остается дискуссионным. Основная причина этого заключается в сложной гетерогенной микро- и нано-структуре, формируемой в процессе спекания, свойства которой сложно описать с помощью структурного анализа и численного моделирования. В работе предложена методика оценки преобладающего механизма гистерезисных свойств ПМ, основанная на магнитных измерениях. Анализ зависимостей обратимого вклада в намагниченность и магнитной восприимчивости позволяет оценить отклик магнитного состояния образца ПМ и детерминировать преобладание механизма задержки смещения доменных границ или задержки зародышеобразования.

**Ключевые слова:** процессы перемагничивания, постоянные магниты, Nd-Fe-B, Sm-Co, коэрцитивная сила, магнитная восприимчивость, гистерезисные свойства

# Study of magnetization reversal processes in Nd-Fe-B and Sm-Co type permanent magnets based on magnetic susceptibility and reversible contribution to magnetization

#### Urzhumtsev A.N.,

Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Junior Researcher, Department of Solid State Magnetism, Research Institute of Physics and Mathematics – Ural Federal University

#### Maltseva V.E.,

Graduate student, Junior Researcher, Department of Solid State Magnetism, Research Institute of Physics and Mathematics – Ural Federal University

#### Volegov A.S.

Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor, Department of Magnetism and Magnetic Nanomaterials – Ural Federal University

Annotation. The question of the mechanisms of magnetization reversal processes in sintered permanent magnets (PM) of the Nd-Fe-B and Sm-Co type remains controversial. The main reason for this is the complex heterogeneous micro- and nano-structure formed during the sintering process, the properties of which are difficult to describe using structural analysis and numerical simulations.

The paper proposes a method for assessing the predominant mechanism of the hysteretic properties of PM, based on magnetic measurements. Analysis of the dependences of the reversible contribution to magnetization and magnetic susceptibility makes it possible to estimate the response of the magnetic state of a PM sample and determine the predominance of the mechanism of pinning or nucleation.

*Keywords:* magnetization reversal processes, permanent magnets, Nd-Fe-B, Sm-Co, coercivity force, magnetic susceptibility, hysteretic properties

Представления о природе формирования гистерезисных свойств спеченных магнитотвердых материалов на основе фазы Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B и Sm<sub>2</sub>Co<sub>17</sub> по состоянию на сегодняшний день являются весьма неоднозначными. Традиционно принято считать, что при комнатной температуре гистерезисные свойства магнитов типа Nd-Fe-B определяется механизмом задержки зародышеобразования [1,2], а магнитов Sm(Co, Fe, Zr, Cu)<sub>z</sub> механизмом задержки смещения доменных границ [3]. Существенное влияние на механизм перемагничивания оказывает межзеренная прослойка, которая обеспечивает магнитную изоляцию соседних зерен [4]. Исследования показали, что даже в случае парамагнитной прослойки между нано- и микроразмерными зернами процессы перемагничивания не могут быть определены однозначно.

Для детального понимания механизмов перемагничивания важно учитывать не только особенности микроструктуры магнита, но и конфигурацию доменной структуры. Магнитооптические методы позволяют ее оценить лишь на небольшом участке хорошо подготовленной поверхности. При данном подходе существенное влияние оказывают поверхностные эффекты. Магнитометрические методы позволяют получить отклик магнитной структуры от всего объема исследуемого образца.

Магнитные измерения проводились на установке MPMS XL 7. Измерения магнитной восприимчивости производятся на терморазмагниченных текстурованных образцах ПМ как во внешнем магнитном поле  $\chi(H)$ , так и после его выключения  $\chi_r(H=0)$  в направлении, совпадающим с магнитным полем и осью текстуры ПМ, как показано на рис. 1. Измерения восприимчивости проводятся для каждой точки на кривой намагниченности  $\sigma(H)$  и остаточной намагниченности  $\sigma_r(H)$ . Напряженность возбуждающего переменного магнитного поля составляет  $h \sim 3,7$  Э с частотой f = 7 Гц. Восприимчивость определяется только синфазной составляющей. Измеренная восприимчивость  $\chi$  фактически состоит только из обратимой составляющей в соответствующих магнитных полях и зависит как от напряженности магнитного поля, так и от магнитной предыстории образца. Более подробно данная методика измерений описана в работах [5,6].

Измерения обратимого вклада в намагниченность  $\Delta \sigma(H)$  выполнены следующим образом, как показано на рис. 1. К текстурированному терморазмагниченному образцу ПМ прикладывается положительное магнитное поле *H*. В этом поле измеряется намагниченность  $\sigma(H)$ . Затем поле выключается и измеряется значение остаточной намагниченности  $\sigma_r(H_m)$ . Зависимость  $\sigma(H)$  содержит все изменения намагниченности образца под действием поля. Зависимость  $\sigma_r(H)$  содержит только необратимые изменения намагниченности. Разность  $\Delta \sigma(H) = \sigma(H) - \sigma_r(H)$  отражает величину обратимого изменения намагниченности. Аналогичные измерения выполнены при перемагничивании при приложении размагничивающего поля.



Рис. 1. Принцип измерения обратимой магнитной восприимчивости χ(H) и χ<sub>r</sub>(H=0) и обратимого вклада в намагниченность Δσ(H) на примере магнита типа Nd-Fe-B марки N48SH.

Сопоставляя результаты предложенных подходов, можно отметить, что образцы ПМ в терморазмагниченном состоянии обладают высоким уровнем магнитной восприимчивости  $\chi_r(H=0)$ , что косвенно указывает на существование незакрепленных доменных стенок, это наблюдается как в ПМ типа Nd-Fe-B, так и Sm-Co [6].

При размагничивании ПМ возможны две ситуации, когда поле приближается к величине коэрцитивной силы  $H_c$ , может наблюдаться, как пик восприимчивости  $\chi_r(H=0)$ , так и практически его отсутствие, что косвенно указывает на механизм задержки смещения доменных стенок или задержку возникновения зародыша обратной магнитной фазы, соответственно. Это процессы связывают с подвижностью доменных границ и возможные варианты их закрепления в межзеренных границах, тройных стыках или их исчезновения. При высоком уровне  $\chi_r(H=0)$  отмечена тенденция роста обратимого вклада  $\Delta \sigma(H)$ , это отражает влияние соседних зерен на уже перемагниченные за счет магнитостатического взаимодействия. Влияние межзеренного магнитостатического взаимодействия на процессы перемагничивания ПМ также отражено в работе [7].

Исследование показало, что рассматриваемый подход по оценке механизма формирования высококоэрцитивного состояния является весьма эффективным инструментом, дополняющим такие методы как микроструктурный анализ и численное моделирование и позволяет спрогнозировать превалирующую роль задержки смещения доменных границ или задержки зародышеобразования. Установлено, что механизмы перемагничивания в спеченных редкоземельных постоянных магнитах могут проявляться весьма разносторонне и во многом определяются предысторией создания данного магнита и отличаются от ПМ того же типа из других партий.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства высшего образования и науки Российской Федерации (Договор №. FEUZ 2023-0020).

#### Список использованной литературы:

1. Grössinger R. et al. The hard magnetic properties of sintered Nd2Fe14B permanent magnets // J. Common Met. 1986. Vol. 118, № 1. P. 167–172.

2. Kronmüller H., Goll D. Micromagnetic analysis of nucleation-hardened nanocrystalline PrFeB magnets // Scr. Mater. 2002. Vol. 47, № 8. P. 551–556.

3. Yuan T. Role of primary Zr-rich particles on microstructure and magnetic properties of 2:17-type Sm-Co-Fe-Cu-Zr permanent magnets // J. Mater. Sci. 2020. P. 9.

4. Sepehri-Amin H. et al. Grain boundary and interface chemistry of an Nd–Fe–B-based sintered magnet // Acta Mater. 2012. Vol. 60, № 3. P. 819–830.

5. Urzhumtsev A., Maltseva V., Volegov A. Magnetization reversal processes in sintered permanent magnets Sm(Co, Fe, Zr, Cu)Z // J. Magn. Magn. Mater. 2022. Vol. 551. P. 169143.

6. Уржумцев А.Н. Высококоэрцитивное состояние и особенности перемагничивания нано- и микрокристаллических сплавов на основе соединений типа Nd2Fe14B и Sm2Co17: дис. канд. физ.-мат. наук. Екатеринбург: Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, 2022. 177 с.

7. Urzhumtsev A.N. et al. A Modified Kondorsky Model for Describing the Magnetization Reversal Processes in Nd–Fe–B Permanent Magnets // Phys. Met. Metallogr. 2022. Vol. 123, № 11. P. 1054–1060.