

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Уральский федеральный университет имени
первого Президента России Б.Н. Ельцина»

На правах рукописи



Алексеев Игорь Викторович

Влияние межзёренного обменного взаимодействия на формирование
гистерезисных свойств нанокристаллических сплавов типа Nd-Fe-B

1.3.12 Физика магнитных явлений

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург – 2026

Работа выполнена на кафедре магнетизма и магнитных наноматериалов ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

Научный руководитель: кандидат физико-математических наук, доцент
Волегов Алексей Сергеевич

Официальные оппоненты:

Кольчугина Наталья Борисовна, доктор технических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (г. Москва), ведущий научный сотрудник лаборатории физикохимии тугоплавких и редких металлов и сплавов

Савченко Александр Григорьевич, доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (г. Москва), заведующий кафедрой физического материаловедения

Королев Александр Васильевич, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук (г. Екатеринбург), ведущий научный сотрудник лаборатории перспективных магнитных материалов

Защита состоится «20» января 2026 г. в 12⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета УрФУ 1.3.04.16 по адресу: 620000, г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51, комн. 248 (зал заседаний диссертационного совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», <https://dissovet2.urfu.ru/mod/data/view.php?d=12&rid=7947>

Автореферат разослан « » декабря 2025 г.

Ученый секретарь диссертационного совета
доктор физико-математических наук, доцент

 Овчинников А.С.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Нанокристаллические сплавы используются в качестве основного компонента при создании постоянных магнитов методом горячей деформации (hot-deformed) или магнитопластов, а в последнее время стали особенно актуальны в связи с развитием аддитивных технологий и изделий из функциональных магнитных материалов, полученных с помощью этих технологий. Получение магнитотвердых материалов методом селективного лазерного спекания требует изменения размера зёрен этих сплавов с учётом дальнейших обработок. Управление микроструктурой на нанометровом масштабе необходимо для получения заданных гистерезисных свойств и подразумевает обязательный учёт взаимодействий между зёrnами. Магнитостатическое взаимодействие способствует формированию размагниченного состояния магнитной системы, в то время как обменное взаимодействие стремится упорядочить магнитные моменты близлежащих зёрен. Так, преобладание обменного взаимодействия в ансамбле частиц со случайной ориентацией осей лёгкого намагничивания приводит к увеличению остаточной намагниченности и как следствие максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$. В теоретической работе [1] показана возможность достижения максимального энергетического произведения $(BH)_{max} \approx 120$ МГсЭ (что в 2 раза больше нынешнего рекорда, полученного в соединении Nd₂Fe₁₄B при комнатной температуре) при использовании лишь 5 вес. % редкоземельного элемента.

С другой стороны, обменное взаимодействие между зёrnами приводит к уменьшению коэрцитивной силы. При комнатной температуре современные постоянные магниты типа Nd-Fe-B имеют достаточную для большинства технических применений коэрцитивную силу, однако существенная часть таких применений подразумевает эксплуатацию магнитов при повышенных температурах и в размагничивающих полях. Невысокая температура Кюри соединения Nd₂Fe₁₄B (~ 585 K) и высокий температурный коэффициент коэрцитивной силы магнитов на его основе (~ минус (0.5 – 0.6) %/K) приводят почти к двукратному уменьшению коэрцитивной силы при нагреве до 370 K. Ослабление обменного взаимодействия между зёrnами позволяет увеличить коэрцитивную силу, расширив диапазон рабочих температур постоянных магнитов типа Nd-Fe-B. Для достижения этого может быть использована технология инфильтрации легкоплавкой добавки, которая, проникая в межзёренное пространство, создаёт парамагнитную прослойку между зёrnами, что приводит к уменьшению обменного взаимодействия между зёrnами. Рекордное на данный момент увеличение H_c достигнуто в тонких плёнках с 14 до 30 кЭ [2]. Установление основных закономерностей процесса инфильтрации нанокристаллических сплавов в перспективе позволит адаптировать подходы к микрокристаллическим спечённым сплавам и магнитным системам, получаемым с применением аддитивных технологий.

Помимо практической значимости явления взаимодействия между зёrnами, интерес представляет его влияние на процессы намагничивания и перемагничивания, так как на данных момент нет единого мнения касательно основного механизма перемагничивания нанокристаллических сплавов Nd-Fe-B. С этой точки зрения представляет интерес изучить влияние магнитной истории, предшествующей намагничиванию, на микромагнитное состояние и как следствие на обменное взаимодействие между зёrnами.

Степень разработанности темы исследования

В настоящий момент в научной литературе представлены противоречивые экспериментальные результаты исследования механизма перемагничивания быстрозакалённых сплавов на основе соединения Nd₂Fe₁₄B. Перемагничивание может осуществляться как за счёт задержки смещения доменной границы на межёренной границе или задержки образования домена обратной намагниченности, так и за счёт комбинации этих механизмов. Однако при рассмотрении механизмов перемагничивания не учитывается явление межёренного обменного взаимодействия (МОВ), которое, с одной стороны, влияет на процессы перемагничивания, и, с другой стороны, может быть использовано для изучения процессов перемагничивания.

Влияние инфильтрации на магнитные свойства исследовано в различных магнитных системах: тонких плёнках, горячедеформированных и спечённых магнитных материалах, изотропных быстрозакалённых сплавах. В качестве легкоплавких добавок использованы бинарные сплавы на основе Nd, Pr и Cu, металлические стёкла. Однако, несмотря на основной вывод об ослаблении взаимодействия между зёrnами, не проведено систематического изучения изменения МОВ при инфильтрации. Также автору неизвестны работы, посвящённые изучению кинетики инфильтрации.

Наиболее используемой методикой оценки взаимодействий между зёrnами в нанокристаллических материалах является зависимость Келли (зависимость $\delta M(H)$). Как показано в многочисленных работах, вид кривых Келли зависит от множества факторов, в частности, от ширины распределения размера зёren, температуры, типа магнитокристаллической анизотропии, собственного размагничивающего поля. Тем не менее, во множестве экспериментальных работ суждения о взаимодействиях между зёrnами несут лишь качественный характер без глубокого анализа процессов перемагничивания и учёта вышеупомянутых факторов. Помимо вопросов интерпретации качественных методик, наблюдается потребность в количественной оценке обменного взаимодействия между зёrnами. Существует несколько методов, в том числе разработанные на кафедре магнетизма и магнитных наноматериалов (КММН) и в отделе магнетизма твёрдых тел Научно-исследовательского института физики и прикладной математики Института естественных наук и математики (ОМТТ НИИ ФПМ ИЕНИМ) УрФУ, однако есть вопрос оценки достоверности полученных результатов, т.к. методы опираются на разные физические процессы и наблюдается нехватка данных для сравнения. Также недостаток количественной оценки МОВ приводит к ограничениям в описании магнитных свойств нанокристаллических сплавов в первую очередь с помощью микромагнитного моделирования.

Объект и предмет исследования

В качестве объектов исследования выступают:

- быстрозакалённые сплавы Nd₁₂(Fe_{1-x}Co_x)₈₂B₆ (стехиометрический состав Nd₂(Fe_{1-x}Co_x)₁₄B), где $x = 0; 0.2; 0.5$;
- инфильтрованные сплавы MQP-B_{1-x} + (Nd₇₅(Cu_{0.25}(Fe_{0.93}Co_{0.07})_{0.75})₂₅)_x, где $x = 0; 10; 17; 30; 40$ вес. %;

Быстрозакалённые сплавы в виде лент, используемые в качестве объекта исследования магнитной системы с МОВ, получены методом быстрой закалки и подвергнуты рекристаллизационному отжигу. Инфильтрованные образцы, используемые в качестве объекта исследования магнитной системы с ослабленным МОВ, получены путём спекания при температуре 773 К измельчённой смеси, состоящей из фрагментов лент быстрозакалённого сплава марки MQP-B и

инфильтрирующей добавки в виде порошка, полученной методом индукционной плавки с последующим размолом в ступке в среде ацетона.

Цель работы и задачи

Цель настоящей работы заключается в установлении закономерностей формирования магнитных гистерезисных свойств нанокристаллических сплавов типа Nd-Fe-B со случайной ориентацией осей лёгкого намагничивания зёрен и их связи с межзёренным обменным взаимодействием.

Для достижения цели поставлены и выполнены следующие задачи:

- 1) синтез объектов исследования;
- 2) исследование фазового состава, кристаллической структуры быстрозакалённых сплавов;
- 3) исследование фазового и элементного состава, кристаллической структуры инфильтрованных сплавов;
- 4) установление особенностей процессов намагничивания в обменносвязанных быстрозакалённых сплавах при варьировании концентрации кобальта в сплаве с использованием различных магнитометрических методик;
- 5) установление с помощью различных магнитометрических методик особенностей процессов намагничивания и размагничивания в инфильтрованных сплавах при варьировании концентрации инфильтрирующей добавки и условий синтеза;
- 6) разработка метода количественной оценки величины межзёренного обменного взаимодействия.

Методология и методы научного исследования

Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ проведён с использованием дифрактометра Bruker D8 Advance в излучение CuKa. Микроструктурные исследования и элементный анализ выполнены соответственно методом сканирующей электронной микроскопии и методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии посредством Zeiss Gemini Supra 40. Микроструктурные исследования, выполненные методом магнитно-силовой микроскопии, проведены с помощью Bruker Dimension Icon. Магнитные измерения проведены с использованием магнитоизмерительной установки PPMS DynaCool с опцией вибрационного магнитометра, магнитоизмерительной установки на основе сверхпроводящего интерференционного датчика MPMS-XL7 и вибрационного магнитометра КВАНС-1 в полях напряжённостью до 90, 70 и 26 кЭ соответственно.

Положения, выносимые на защиту

1 Инфильтрация добавки $Nd_{75}(Cu_{0.25}(Fe,Co)_{0.75})_{25}$ в нанокристаллические сплавы типа Nd-Fe-B со случайной ориентацией осей лёгкого намагничивания зёрен приводит к формированию межзёренной прослойки, которая вызывает снижение обменного взаимодействия между соседними зёrnами.

2 Константа межзёренного обменного взаимодействия в нанокристаллических сплавах $Nd_2(Fe_{1-x}Co_x)_{14}B$ немонотонно зависит от содержания кобальта.

3 Константа межзёренного обменного взаимодействия в нанокристаллических сплавах со случайной ориентацией осей лёгкого намагничивания зёрен может быть оценена из результатов измерений необратимой магнитной восприимчивости с использованием компьютерного моделирования.

Научная новизна

Предложена интерпретация процессов намагничивания и перемагничивания обменносвязанных нанокристаллических сплавов $Nd_2(Fe_{1-x}Co_x)_{14}B$ с максимальным содержанием кобальта до $x = 0.5$, которая заключается в описании влияния способа получения начального магнитного состояния на распределение квазидоменных границ.

На основе систематического исследования процесса инфильтрации быстрозакалённых сплавов типа Nd-Fe-B с использованием инфильтрирующей добавки $Nd_{75}(Cu_{0.25}(Fe,Co)_{0.75})_{25}$ продемонстрирована зависимость гистерезисных магнитных свойств и кривых Келли от концентрации добавки и условий синтеза. Показана кинетика инфильтрации и особенности процессов намагничивания и размагничивания на разных этапах инфильтрации. Получены оценки скорости инфильтрации при различных интенсивных и экстенсивных термодинамических параметрах.

Предложен новый метод оценки константы МОВ на основе измерений необратимой магнитной восприимчивости при намагничивании и размагничивании.

Теоретическая и практическая значимость работы

Результаты работы дополняют теоретические знания о связи гистерезисных магнитных свойств и процессов перемагничивания с МОВ в нанокристаллических сплавах. В работе экспериментально показано влияние обменного взаимодействия между наноразмерными зёренами на магнитные гистерезисные свойства быстрозакалённых сплавов. Определены условия и скорости инфильтрации добавки в нанокристаллических сплавах.

Практическая значимость работы заключается в:

- установлении зависимости магнитных гистерезисных свойств от соотношения основного магнитотвердого сплава и инфильтрирующей добавки и термодинамических условий инфильтрации;
- разработке и опробовании метода оценки константы МОВ, основанного на анализе необратимых магнитных восприимчивостей при намагничивании и размагничивании.

Степень достоверности полученных результатов

Синтез исследованных образцов проведён на современном оборудовании ОМТТ НИИ ФПМ ИЕНиМ УрФУ и КММН ИЕНиМ УрФУ, имеющих богатый опыт в получении и исследовании широкого спектра магнитных материалов и исследовании их свойств. Рентгенофазовые, рентгеноструктурные и микроструктурные исследования, магнитные измерения выполнены с использованием высокоточного оборудования мирового уровня. Часть магнитных измерений выполнена на оригинальной установке, составными частями которой являлись высокоточные измерительные приборы. Полученные результаты не противоречат данным, опубликованным в современной научной литературе.

Апробация работы

Результаты работы представлены на 8 международных и всероссийских конференциях:

- Международная молодёжная научная конференция «Физика. Технологии. Инновации» (Екатеринбург, 2018, 2019 гг.)
- Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (Екатеринбург, 2016, 2019 гг.)
- Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых учёных (Екатеринбург, 2017 г.)

- Moscow International Symposium on Magnetism (Moscow, 2017 г.)
- Новое в магнетизме и магнитных материалах (Москва, 2017 г.)
- Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism» (Ekaterinburg, 2019 г.)

Публикации

По теме диссертации опубликовано 11 научных работ, из них 3 статьи в рецензируемых научных журналах, определённых ВАК РФ и индексируемых в международных базах данных WoS и Scopus, а также 8 тезисов всероссийских и зарубежных международных конференций. Список публикаций приведён в конце авторефера.

Личный вклад автора

Магнитные измерения выполнены на базе КММН ИЕНИМ УрФУ и ОМТТ НИИ ФПМ ИЕНИМ УрФУ, микроструктурные исследования и элементный анализ выполнены в университете Бремена (Германия), рентгенофазовые и рентгеноструктурные исследования выполнены на кафедре физики конденсированного состояния и наноразмерных систем ИЕНИМ УрФУ.

Выбор направления исследования, постановка целей и задач, а также обсуждение результатов исследования проводились совместно с научным руководителем к.ф.-м.н., доц. Волеговым Алексеем Сергеевичем.

Быстроизакалённые и инфильтрованные сплавы получены совместно с Андреевым Сергеем Витальевичем.

Рентгенофазовые измерения и пробоподготовка для измерений выполнены к.ф.-м.н. Селезнёвой Надеждой Владимировной. Анализ и обработка рентгенограмм выполнены автором. Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ), энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (energy-dispersive X-ray spectroscopy – EDX), магнитно-силовая микроскопия (МСМ) и пробоподготовка для этих исследований выполнена Волеговым А.С. Анализ и обработка СЭМ снимков, EDX профилей, МСМ снимков проведены автором.

Магнитные измерения на измерительных установках PPMS T9, MPMS XL 7, вибромагнитометре КВАНС-1 и пробоподготовка для измерений проведены автором. Обработка, структурирование и анализ результатов измерений проведены автором.

Автором сформулирована идея о методе оценки константы МОВ на основе измерений необратимой магнитной восприимчивости при намагничивании и размагничивании. Компьютерная программа для моделирования разработана к.ф.-м.н. Болячкиным Антоном Сергеевичем. Расчёты, обработка данных и анализ результатов проведены автором.

Автором совместно с научным руководителем выполнена подготовка и оформление результатов исследования для публикации.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из оглавления, введения, пяти глав, заключения, списка обозначений и сокращений, списка литературы, списка публикаций автора по теме диссертации. Общий объем диссертации включает 138 страниц, 63 рисунка, 6 таблиц и список цитированной литературы из 139 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность тематики исследования, сформулированы цель и задачи, продемонстрирована научная новизна работы, теоретическая и

практическая значимость, приведена методология и методы научного исследования, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

Первая глава является обзором литературы по теме исследования. В ней представлены основные сведения о магнитных характеристиках и кристаллической структуре соединения $Nd_2Fe_{14}B$. Описано явление МОВ и его влияние на гистерезисные магнитные свойства. Приведены распространённые методы оценки МОВ, а также основные факторы, влияющие на трактование результатов, полученных этими методами. Описаны способы увеличения коэрцитивной силы магнитотвердых материалов типа Nd-Fe-B. Приведены основные мировые результаты по тематике инфильтрации легкоплавкой добавки.

Во второй главе описаны объекты исследования и методы их получения, использованное оборудование, методы исследования фазового и элементного состава, магнитных свойств и микроструктуры.

В третьей главе представлены результаты исследования магнитных гистерезисных свойств и зависимостей Келли (зависимостей $\delta M(H)$) при варьировании концентрации Со в обменносвязанных сплавах состава $Nd_{12}(Fe_{1-x}Co_x)_{82}B_6$ (стехиометрический состав $Nd_2(Fe_{1-x}Co_x)_{14}B$) с максимальной концентрацией $x = 0.5$; результаты исследования влияния магнитной предыстории образцов на зависимости Келли и процессы намагничивания.

В таблице 1 представлены магнитные свойства образцов быстрозакалённых сплавов после оптимального отжига, выбранных для дальнейшего исследования. Под оптимальным отжигом понимается совокупность высокой остаточной намагченности, высокой коэрцитивной силы, высокой прямоугольности петли гистерезиса и начальной кривой намагничивания с низкой магнитной восприимчивостью в малых магнитных полях.

В качестве исходного состояния для анализа МОВ и процессов перемагничивания служили размагниченные состояния, полученные разными способами:

- терморазмагниченное состояние (TD случай);
- размагниченное состояние, полученное приложением знакопеременного магнитного поля с убывающей амплитудой к образцу в состоянии остаточной намагченности (AC случай);
- размагниченное состояние, полученное однократным приложением размагничающего магнитного поля к образцу в состоянии остаточной намагченности (DC случай);
- образец в состоянии остаточной намагченности, ориентированный таким образом, что намагничивание происходит в направлении, перпендикулярном направлению остаточной намагченности (σ_r случай).

Таблица 1 – Магнитные свойства и размер зёрен образцов сплавов $Nd_2(Fe_{1-x}Co_x)_{14}B$

Номинальный состав	$Nd_2Fe_{14}B$	MQP-B ($Fe_{0.93}Co_{0.07}$)	$Nd_2(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{14}B$	$Nd_2(Fe_{0.5}Co_{0.5})_{14}B$
$\sigma_s, Гс\cdotсм^3/г$	149	169	160	146
$\sigma_r, Гс\cdotсм^3/г$	84	95	91	79
$H_c, кЭ$	8.9	9.6	8.3	6.5
$H_r, кЭ$	9.3	10.1	8.7	6.8
$L, нм$	42	34	45	68

На рисунке 1 представлены начальные кривые намагничивания образцов быстрозакалённых сплавов серии $Nd_2(Fe_{1-x}Co_x)_{14}B$. Для всех сплавов характерна тенденция к наибольшей из всех случаев начальной магнитной восприимчивости при намагничивании из DC размагниченного состояния, меньшей магнитной восприимчивости при намагничивании из терморазмагниченного состояния и далее σ_r и AC случаи, соответственно. Подобное поведение связано с характерным для каждого начального состояния распределением доменных границ. В нанокристаллических сплавах с изотропным распределением осей лёгкого намагничивания однодоменных невзаимодействующих частиц процессы намагничивания и размагничивания должны осуществляться согласно модели Стонера-Вольфарта, так как доменной границе энергетически невыгодно образовываться и находиться внутри зерна в равновесном состоянии [3, 4]. Однако доменная граница существует и оказывается вытеснена на межзёренную границу [5, 6]. Наличие МОВ приводит к образованию обменных доменов – областей с общей проекцией векторов намагнченности, превышающих размер зерна, с доменной границей, локализованной на границе зёрен [6, 7]. Таким образом в процесс перемагничивания включается механизм задержки смещения доменных границ, а в качестве центра задержки выступают межзёренные границы. Стоит отметить, что ввиду практически прямого контакта между зёrnами, разориентации векторов намагнченности соседних зёрен, присутствия МОВ и наличия дефектов на границах зёрен, нельзя говорить о классической доменной границе Блоха. Поэтому более корректно говорить о квазидоменной границе, которая может быть как уже классической доменной границы Блоха, так и характеризоваться меньшим углом поворота векторов намагнченности. Поле, необходимое для смещения квазидоменной границы, зависит от коэрцитивной силы близлежащего зерна. Эта коэрцитивная сила, в свою очередь, связана с величиной энергетического барьера, препятствующего прохождению квазидоменной границы через зерно. В отсутствии внешнего магнитного поля величина энергетического барьера будет обусловлена суммой энергии МОВ, магнитостатической энергии, энергии магнитокристаллической анизотропии, энергии тепловых флуктуаций. Способ, которым получено исходное магнитное состояние, влияет на распределение векторов намагнченности и как следствие меняет соотношение энергий. Это влияет на величину энергетического барьера и коэрцитивную силу отдельных зёрен, что, в свою очередь, отражается на процессе намагничивания. Проходя через точку Кюри во время охлаждения, ансамбль частиц принимает состояние с локальным минимумом энергии и соответствующим распределением доменных границ. В процессе AC размагничивания квазидоменные границы локализуются уже в местах, индуцированных большим магнитным полем. Поле способствует тому, что доменная граница попадает в более глубокую энергетическую яму ввиду наличия добавочной энергии Зеемана. Это приводит к тому, что требуется большее магнитное поле при намагничивании, чтобы преодолеть энергетический барьер и сместить квазидоменную границу. Поэтому намагничивание AC размагниченного образца будет характеризоваться меньшей начальной магнитной восприимчивостью относительно терморазмагниченного образца. В процесс DC размагничивания включаются низкокоэрцитивные зерна, поэтому энергетический барьер, который необходимо преодолеть квазидоменной границе, чтобы «перескочить» через зерно, меньше, чем в случае терморазмагниченного состояния. Более того, оставшиеся высококоэрцитивные зёरна за счёт МОВ создают эффективное обменное поле, действующее на низкокоэрцитивные зёрна, что приводит к ещё большему уменьшению поля, необходимого для смещения квазидоменной границы при намагничивании. Поэтому намагничивание из DC размагниченного состояния будет

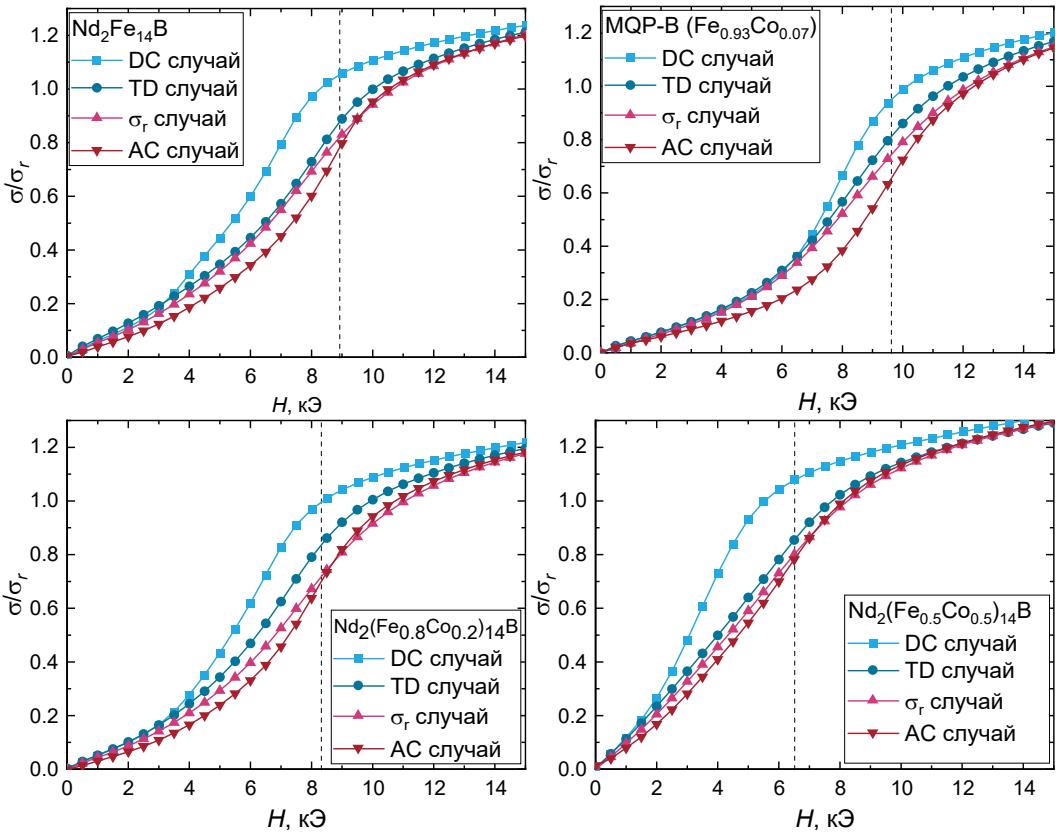


Рисунок 1 – Начальные кривые намагничивания образцов сплавов $\text{Nd}_2(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{14}\text{B}$, находящихся в различных начальных состояниях. Пунктирной линией обозначена коэрцитивная сила

характеризоваться наибольшей начальной магнитной восприимчивостью из всех случаев. Случай σ_r наиболее интересный. С одной стороны, уменьшение магнитной восприимчивости в малых намагничающих полях может быть связано с изменением эффективного угла между парами зёрен, что приводит к уменьшению энергии МОВ и увеличению энергетического барьера, который необходимо преодолеть квазидоменной границе, что выражается в уменьшении начальной магнитной восприимчивости. С другой стороны, наблюдаемые изменения могут быть связаны с изменением характера перемагничивания. Состояние остаточной намагченности характеризуется отсутствием квазидоменных границ внутри материала, поэтому после поворота образца намагничивание начнётся только с процессов вращения векторов намагченности. При достаточно малом магнитном поле вектора намагченности будут обратимо отклоняться от первоначальных положений к направлению поля. После достижения определённого критического поля, зерно с наименьшей коэрцитивной силой необратимо перемагнитится, а вокруг зерна сформируется квазидоменная граница. При этом направление намагченности соседних зёрен может несколько измениться. Так как квазидоменной границе энергетически невыгодно образовываться и находиться внутри зерна, её распространение будет обусловлено только необратимым перемагничиванием соседних зёрен. Дальнейшее увеличение поля может быть недостаточно, чтобы перемагнитить соседние зерна, поэтому до некоторого нового критического поля процесс перемагничивания будет сопровождаться обратимым вращением векторов намагченности. При достижении некоторого нового критического поля может произойти необратимое перемагничивание как одного из соседних зёрен, так и кооперативное перемагничивание группы зёрен. При этом квазидоменная граница «прокочит» через зёра и продолжит распространение. В

терморазмагниченном состоянии изначально есть квазидоменные границы, поэтому, вероятно, задержка образования зародыша обратной намагниченности с последующей задержкой смещения квазидоменных границ и является причиной более трудного намагничивания в σ_r случае.

На рисунке 2 представлены зависимости Келли исследуемых сплавов, полученные из разных начальных магнитных состояний. Для всех сплавов характерны следующие тенденции: положение положительного пика δM при измерении из различных начальных состояний находится примерно в одном поле, близком к коэрцитивной силе; наибольшее значение δM убывает по порядку $\delta M_{DCmax} > \delta M_{TDmax} > \delta M_{grmax} > \delta M_{ACmax}$. Для всех сплавов была оценена суммарная доля необратимо перемагниченных частиц в поле H_{peak} , в котором наблюдается наибольшее значение δM_{max} . На рисунке 3 представлены зависимости δM_{max} от доли перемагниченных частиц исследуемых сплавов. Зависимости всех образцов линейны и отчётливо показывают, что чем больше частиц перемагнитено необратимо при намагничивании, тем больше максимальное значение δM в соответствующем поле. С другой стороны, чем меньше энергетический барьер, который необходимо преодолеть для смещения квазидоменных границ, иными словами, чем меньше задержка смещения квазидоменной границы, тем больше доля перемагниченных частиц. На основе этих результатов можно сделать вывод, что величина максимального значения δM косвенно зависит от степени задержки смещения квазидоменной границы обменносвязанных доменов, поэтому стоит крайне аккуратно связывать максимальное значение δM с величиной обменного взаимодействия.

Отдельно рассмотрено влияние концентрации Со на вид зависимости Келли. Зависимости Келли из терморазмагниченного состояния при разном содержании кобальта в сплаве представлены на рисунке 4. Наибольшее значение δM имеет немонотонный характер в зависимости от концентрации кобальта: наибольшее значение δM постепенно растёт с увеличением содержания Со в сплаве, однако при $x = 0.5$ значительно снижается. Это расходитя с ожиданиями, так как по мере замещения Fe на Со в сплавах $Nd_2(Fe_{1-x}Co_x)_{14}B$ температура Кюри монотонно увеличивается ввиду увеличения межатомного обменного взаимодействия в зёдрах основной магнитотвердой фазы. Согласно результатам рентгенофазового анализа в сплаве с максимальным содержанием Со обнаружено присутствие свободного железа. Формирование фазы железа на границе зёрен или в виде отдельных включений вызывает искажение кристаллической решётки основной фазы вблизи границы зёрен, которое приводит к ослаблению обменного взаимодействия между зёренами и уменьшению максимального значения δM . Также по мере увеличения концентрации Со в сплаве растёт вероятность образования фазы Nd_2Co_{17} , которая также приводит к искажению кристаллической решётки и ослаблению обменного взаимодействия между зёренами. Хотя рентгенофазовые исследования не выявили наличие этой фазы, вероятно, она формируется именно на границах зёрен, размер которых слишком мал для детектирования методами рентгенографии [8]. С другой стороны, увеличенный размер зёрен этого сплава приводит к уменьшению отношения площади границ к его объёму, что приводит к преобладанию магнитокристаллической анизотропии над МОВ. Однако аналогичная немонотонная зависимость наибольшего значения δM по мере замещения Fe на Со в сплавах $Nd_2(Fe_{1-x}Co_x)_{14}B$ наблюдалась ранее в работе [9]. В упомянутой работе исследуемые сплавы являлись однофазными, а размер зёрен оставался практически одинаковым при всех концентрациях Со. Это косвенно указывает на то, что причина уменьшения наибольшего значения δM связана с изменением концентрации Со в основной фазе, что, вероятно, приводит к изменению

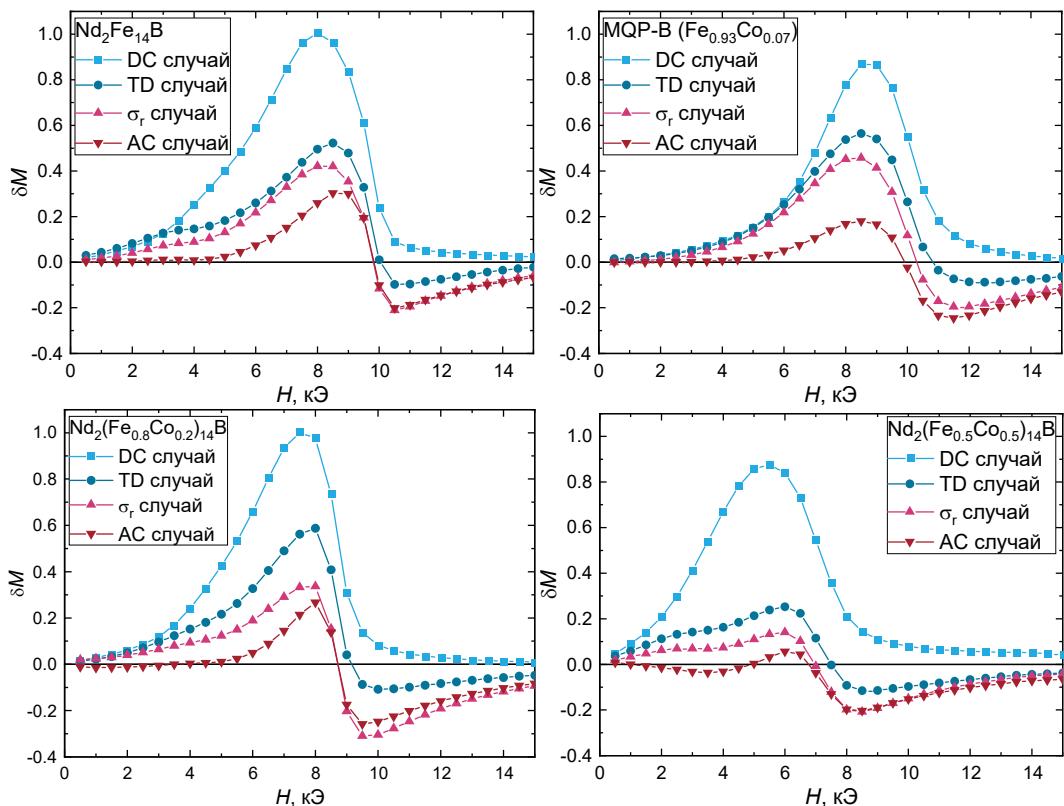


Рисунок 2 – Зависимости Келли образцов сплавов $\text{Nd}_2(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{14}\text{B}$, находящихся в различных начальных состояниях

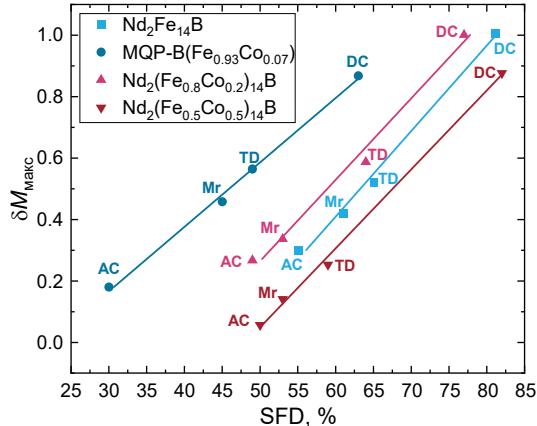


Рисунок 3 – Зависимость величины δM_{\max} от доли перемагниченных частиц в поле H_{peak}

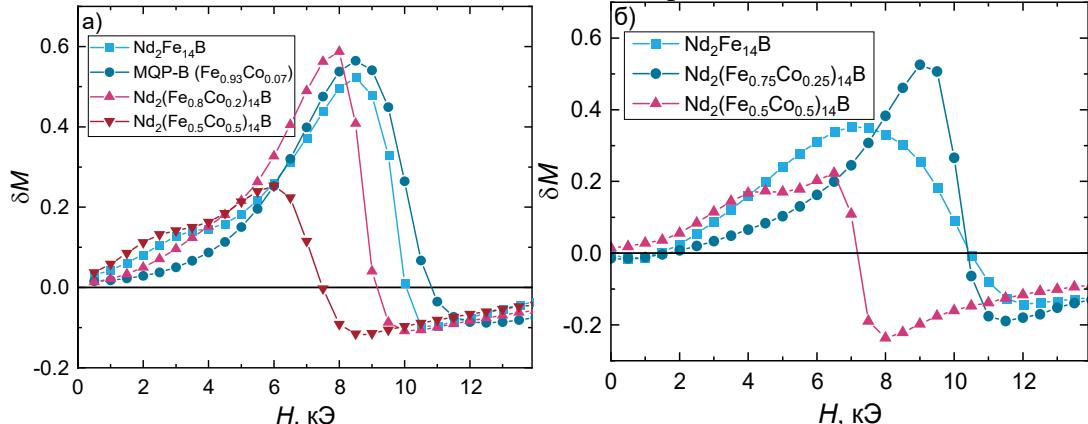


Рисунок 4 – Зависимости Келли образцов сплавов $\text{Nd}_2(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{14}\text{B}$: а – текущая работа, б – данные из работы [9]

химического состава и структуры межзёренных границ. Для уточнения этого предположения необходимы дальнейшие исследования с использованием методов высокоразрешающей микроскопии и элементного анализа.

Четвёртая глава посвящена изучению влияния инфильтрации добавкой $Nd_{75}(Cu_{0.25}(Fe,Co)_{0.75})_{25}$ на микроструктурное состояние и магнитные свойства быстрозакалённого сплава на основе соединения $Nd_2Fe_{14}B$. В качестве объекта исследования выбран коммерчески выпускаемый сплав марки MQP-В ввиду однородности его магнитных свойств в большом объёме материала и высокой временной стабильности. Доля добавки, замещающей основную фазу, варьировалась от 10 до 40 вес. %. Далее для удобства обозначение «вес.» будет опущено и концентрация добавки будет обозначаться только в %.

На основе рентгенофазового анализа во всех инфильтрованных сплавах с различной концентрацией добавки после оптимального отжига обнаружена фаза $Nd_2(Fe,Co)_{14}B$, а также нестехиометрические оксиды NdO_x и Nd_2O_3 с кубической кристаллической решёткой, которые, по всей видимости, являются твёрдыми растворами Nd и элементов (Fe, Co, Cu, O). Последние способствуют образованию и стабилизации такой кристаллической структуры. Под оптимальным отжигом подразумевается такой, что при последующем увеличении длительности отжига не происходит изменение гистерезисных свойств.

На рисунке 5 представлены СЭМ изображения инфильтрованных образцов с различным содержанием добавки и длительностью отжига. Крупные тёмно-серые области являются частицами исходного сплава (обозначены цифрой 1), светлые области – инфильтрирующая добавка (обозначены цифрой 3). Сначала рассмотрим образец с 40 % добавки после 30 минут отжига (рисунок 5 (б, в)). При большом количестве добавки уже через 30 минут отжига заметно активное протекание инфильтрации. Отчётливо видно инфильтрованную часть крупных частиц порошка MQP-В (светлая область, отмеченная красными стрелками либо цифрой 2). Крупные частицы исходного сплава приобретают «core-shell» структуру. Некоторые частицы порошка (отмечены жёлтыми стрелками либо цифрой 4) с размером менее 4 мкм имеют однородный светлый оттенок, что говорит о том, что они полностью инфильтрованы. После двухчасового отжига образец с 40 % добавки показывает однородный оттенок всех частиц порошка, что указывает на завершение процесса инфильтрации в материале (рисунок 5 (г)). В случае образца с наименьшим содержанием добавки картина иная (рисунок 5 (а)). Даже после 7 суток отжига инфильтрованной оказывается лишь внешняя часть частиц порошка основной фазы (отмечены красными стрелками). Таким образом, скорость процесса инфильтрации и объём инфильтрации зависит от концентрации инфильтрирующей добавки. На основе полученных СЭМ изображений оценена скорость инфильтрации путём деления ширины инфильтрованной области на длительность отжига. Скорости инфильтрации образцов с 10 %, 17 %, 30 % и 40 % добавки равны 0.002; 0.3; 1.3 и 3.7 мкм/ч соответственно при температуре 773 К (500 °C).

На рисунке 6 (б) представлен EDX профиль вдоль красной стрелки приведённого на рисунке 6 (а) СЭМ изображения. Для наглядного наблюдения границ инфильтрованной и неинфильтрованной областей на рисунке 6 (в) представлен увеличенный фрагмент соответствующего EDX профиля. Можно видеть, что более тёмная область соответствует неинфильтрованной части с большим содержанием Fe. Помимо этого, отчётливо видна повышенная концентрация Nd в инфильтрованной

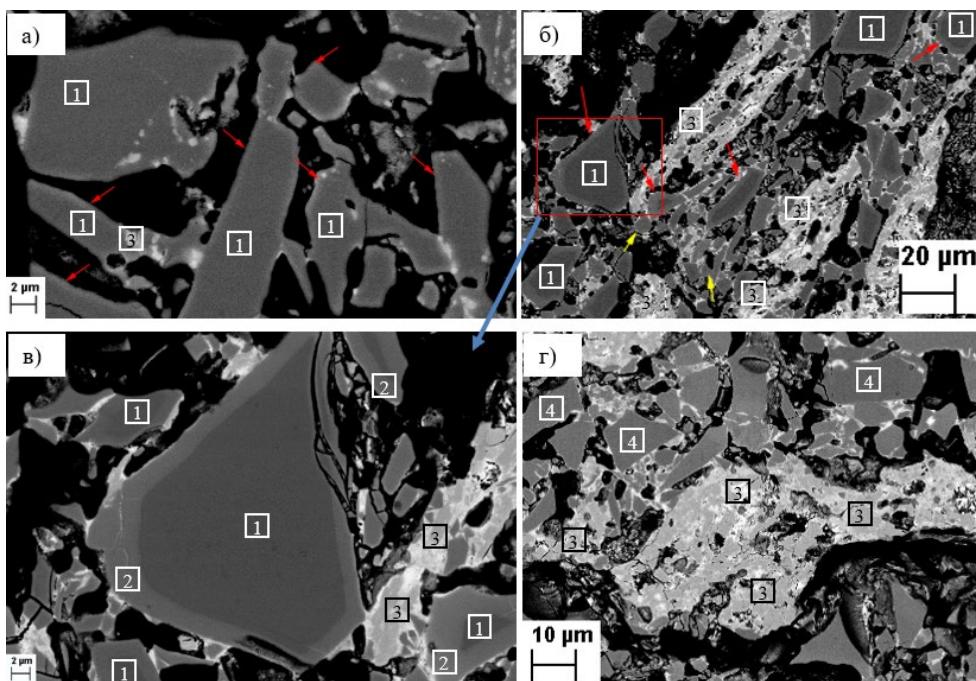


Рисунок 5 – СЭМ изображения инфильтрованных образцов: 10 % добавки, отжиг 7 суток (а); 40% добавки, отжиг 30 минут (б); 40% добавки, отжиг 30 минут (увеличенный фрагмент) (в); 40% добавки, отжиг 2 часа (г). 1 – неинфильтрованная часть исходного сплава. 2 – инфильтрованная часть исходного сплава. 3 – инфильтрирующая добавка. 4 – полностью инфильтрованный исходный сплав

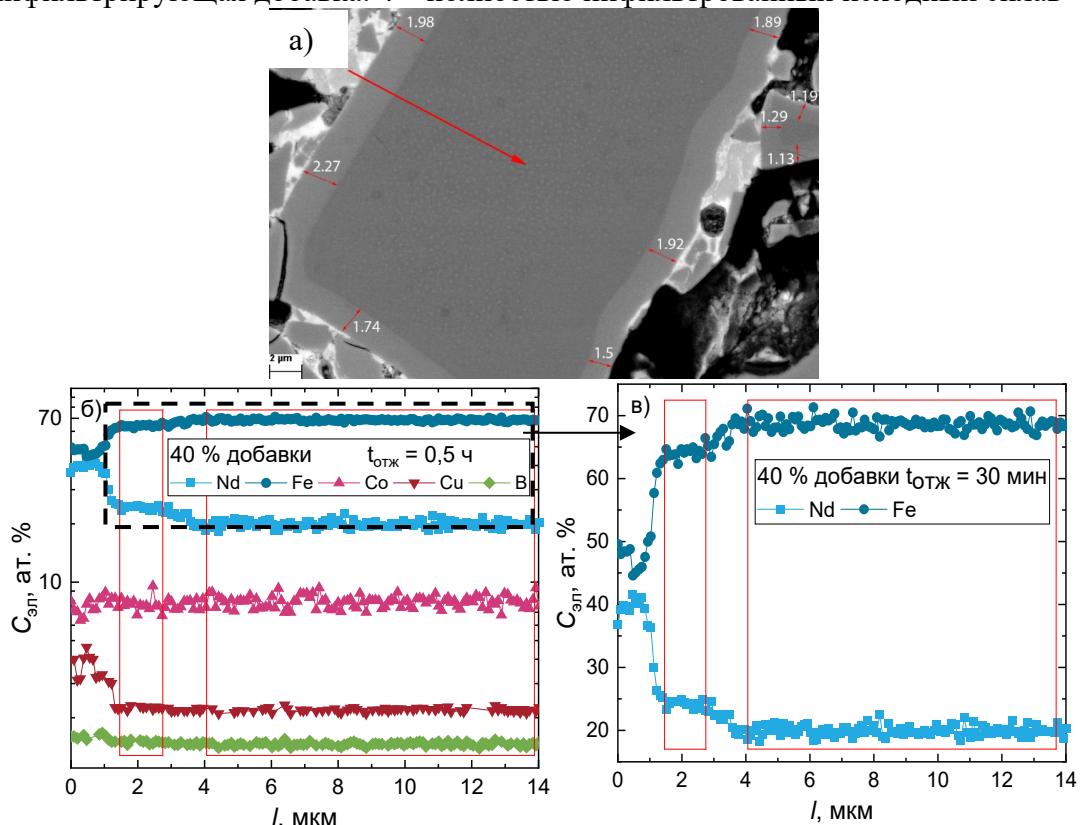


Рисунок 6 – СЭМ изображение (а) и соответствующие EDX профили (б, в) инфильтрованного сплава с концентрацией добавки 40 % после отжига в течение 30 минут. Красные линии очерчивают границы инфильтрованной и неинфильтрованной областей

области, в то время как концентрации Со, Су, В остаются неизменными в обеих областях материала. На основе EDX профилей, полученных от образцов с различной долей добавки, определены составы неинфильтированной и инфильтрованной областей в атомных процентах: Nd_{19.92}Fe_{68.80}Co_{7.91}Cu_{1.86}B_{1.51} и Nd_{24.53}Fe_{63.68}Co_{7.74}Cu_{2.38}B_{1.65} соответственно.

На рисунке 7 представлены начальные кривые намагничивания из терморазмагнченного состояния и предельные кривые размагничивания инфильтрованных образцов с разным количеством добавки. Здесь и далее представлены магнитные свойства инфильтрованных образцов с разным количеством добавки после оптимального отжига. По мере увеличения концентрации инфильтрирующей добавки происходит пропорциональное уменьшение остаточной и спонтанной намагниченности. Это связано с уменьшением доли основной фазы в образце и увеличением содержания парамагнитной фазы. Наблюдается постепенное увеличение коэрцитивной силы от 9.5 кЭ (неинфильтированный сплав) до 25 кЭ (сплав с 40 % добавки). Величина коэрцитивной силы практически не меняется при концентрации добавки более 30 %. Стоит отметить наличие перегиба на предельной кривой размагничивания у образца с 10 % добавки в области коэрцитивной силы. Перегиб обусловлен тем, что не во всём объёме образца прошла инфильтрация. В неинфильтированной части образца сохранилось исходное состояние с коэрцитивной силой около 9.5 кЭ, а коэрцитивность инфильтрованной части составляет $H_c \approx 16$ кЭ. Такая величина коэрцитивности указывает на то, что между отдельными зёренами в инфильтрованном объёме образца сохраняется обменное взаимодействие ввиду слишком тонкой или несплошной прослойки между зёренами.

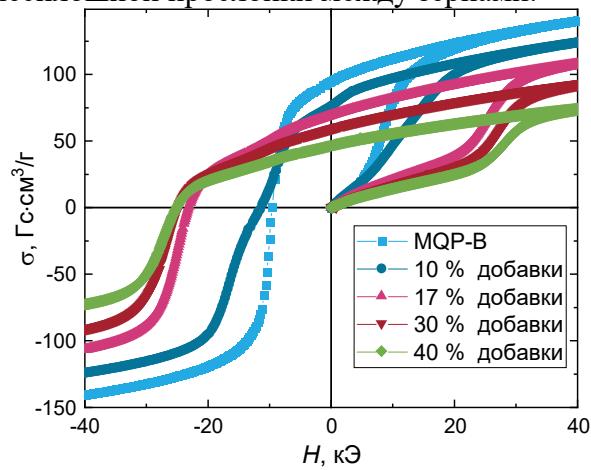


Рисунок 7 – Начальные кривые намагничивания и предельные кривые размагничивания инфильтрованных образцов с разным количеством добавки

Для оценки изменения МОВ при инфильтрации было использовано несколько методик, основанных на разных физических процессах. На рисунке 8 представлены кривые Келли инфильтрованных образцов в зависимости от концентрации добавки (а) и в зависимости от длительности отжига образцов с 17% добавки (б). Данный метод основан на анализе необратимых процессов перемагничивания. Неинфильтированный сплав демонстрирует положительный пик, который принято связывать с преобладанием обменного взаимодействия между зёренами. При инфильтрации добавкой с концентрацией 10 % видно, что к отчётливо выраженному δM пику основной фазы добавляется ещё один, смешённый относительно первого в область больших магнитных полей. Это снова указывает на то, что инфильтрация прошла не во всём объёме материала. Положение первого пика совпадает с положением пика, характерного для исходного сплава и соответствует неинфильтированному объёму, а

второй пик, соответствующий перемагничиванию инфильтрованного объёма образца, находится в районе H_c этого образца. При увеличении количества добавки положение второго пика (в правой части кривой) смещается в область ещё больших полей, а его интенсивность уменьшается, пока пик полностью не исчезает при концентрации добавки более 30%. В целом зависимость Келли трансформируется в широкую «ступеньку» с ненулевым значением δM , меньшее исходного до 6 раз. Это указывает на ослабление МОВ, однако неполное его подавление. По мере увеличения длительности отжига (рисунок 8 (б)) и инфильтрации добавки вдоль границ зёрен наблюдается аналогичная тенденция: пик основной фазы, соответствующий неинфильтированному объёму образца, уменьшается, в то время как появляется второй пик, соответствующий перемагничиванию инфильтрованного объёма образца. Второй пик постепенно увеличивается, что связано с тем, что увеличивается инфильтрованный объём и, соответственно, доля частиц, перемагниченных в больших магнитных полях. Наблюдается перегиб между двумя пиками, который сглаживается в процессе инфильтрации.

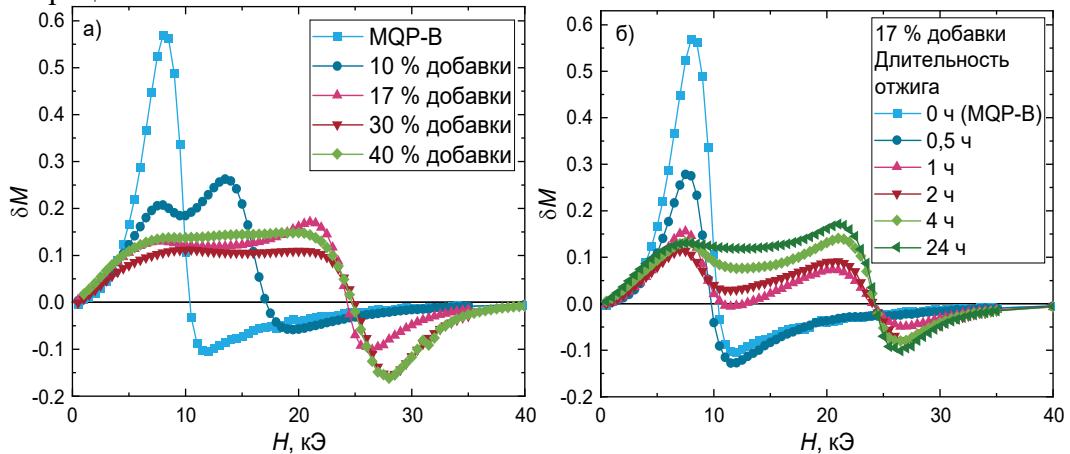


Рисунок 8 – Кривые Келли инфильтрованных образцов в зависимости от концентрации добавки (а) и в зависимости от длительности отжига у образцов с 17% добавки (б)

Для оценки изменения величины МОВ с помощью метода, основанного на анализе обратимых процессов перемагничивания, были выбраны образцы с минимальным (10 %) и максимальным (40 %) содержанием добавки. Данный метод заключается в том, что магнитная восприимчивость изотропного ансамбля одноосных однодоменных невзаимодействующих частиц также изотропна. Преобладающее обменное взаимодействие ферромагнитного типа приводит к уменьшению продольной магнитной восприимчивости (измеренной вдоль направления остаточной намагниченности) χ_p относительно поперечной магнитной восприимчивости χ_t и, соответственно, увеличению отношения χ_t/χ_p . Полученные результаты представлены в таблице 2. Также для сравнения в таблице представлены результаты, полученные при исследовании обменносвязанного образца сплава Nd₂(Fe_{0.8}Co_{0.2})₁₄B. Обменносвязанный образец сплава Nd₂(Fe_{0.8}Co_{0.2})₁₄B характеризуется отношением $\chi_t/\chi_p = 1.46$. Инфильтрованные образцы демонстрируют уменьшение этого отношения до значений 1.24 и 1.09 у образцов с 10 и 40 % добавки соответственно. Вместе с этим происходит уменьшение константы МОВ с 13.5 эрг/см² у обменносвязанного образца (без учёта магнитостатического взаимодействия и размагничивающего фактора) до 5.7 эрг/см² у образца с максимальной долей добавки. Это подтверждает, что в процессе инфильтрации происходит уменьшение обменного взаимодействия между зёрнами. Однако обменное взаимодействие подавлено не полностью, что согласуется с результатами анализа зависимостей Келли.

Таблица 2 – Результаты оценки межзёренного обменного взаимодействия образцов после инфильтрации с помощью метода обратимых магнитных восприимчивостей

Образец	MQP-B + 40% добавки, $t_{\text{анн}} = 2$ ч	MQP-B + 10% добавки, $t_{\text{анн}} = 7 \times 24$ ч	$\text{Nd}_2(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{14}\text{B}$ [10]
Продольная обратимая восприимчивость, χ_p , $\text{см}^3/\text{г}$	$4.07 \cdot 10^{-3}$	$9.22 \cdot 10^{-3}$	$1.93 \cdot 10^{-2}$
Поперечная обратимая восприимчивость, χ_l , $\text{см}^3/\text{г}$	$4.43 \cdot 10^{-3}$	$1.14 \cdot 10^{-2}$	$2.82 \cdot 10^{-2}$
χ_l/χ_p	1.09	1.24	1.46
$J_{\text{МОВ}}$, эрг/ см^2	5.7	12.5	13.5

Изменение процессов перемагничивания при инфильтрации было изучено на основе анализа обратимых и необратимых восприимчивостей, зависимости коэрцитивной силы частных петель гистерезиса от максимальной величины приложенного магнитного поля, феноменологического описания и компьютерного моделирования. Рассмотрим первый способ как самый наглядный. В процессе измерений определяются значения остаточной намагниченности $\sigma_r(H)$ после приложения к термически размагниченному образцу последовательно увеличивающегося намагничающего магнитного поля H и значения остаточной намагниченности $\sigma_d(H)$ после приложения к намагниченному образцу последовательно увеличивающегося размагничающего магнитного поля H . Дифференцирование этих зависимостей по полю позволяет рассчитать необратимую магнитную восприимчивость при намагничивании $\chi_{\text{необр}}(H) = d\sigma_r(H)/dH$ (размагничивании $\chi_{\text{необр}}(H) = d\sigma_d(H)/dH$), которая позволяет оценить вклад необратимых процессов перемагничивания при приложении магнитного поля. При вычитании необратимой магнитной восприимчивости из полной магнитной восприимчивости можно оценить вклад обратимых процессов при намагничивании (размагничивании):

$$\chi_{\text{обр}}(H) = \chi_{\text{полн}}(H) - \chi_{\text{необр}}(H) = \frac{d\sigma(H)}{dH} - \frac{d\sigma_{r(d)}(H)}{dH}. \quad (1)$$

На рисунке 9 представлены зависимости от приложенного поля полной, необратимой и обратимой восприимчивостей при намагничивании и размагничивании инфильтрованных сплавов. Необратимая восприимчивость неинфилtrованного сплава (рисунок 9 (а)) и при намагничивании, и при размагничивании в малых полях почти равна нулю, а основным процессом изменения намагниченности в этих условиях является обратимое вращение векторов намагниченности. Обратимая восприимчивость превосходит необратимую в диапазоне напряжённости магнитного поля от 0 до приблизительно 3.5 кЭ (0.4 H_c) при намагничивании и от 0 до минус 5.5 кЭ (0.6 H_c) при размагничивании. Разница в диапазоне напряжённости магнитных полей свидетельствует о преобладании МОВ, которое стремится выстроить магнитные моменты соседних зёрен параллельно, что выражается в более лёгком намагничивании. С другой стороны, МОВ стремится сохранить параллельную ориентацию магнитных моментов соседних зёрен, что выражается в более трудном размагничивании в малых магнитных полях. Постепенное уменьшение обратимой восприимчивости и превалирование необратимой восприимчивости говорит о преобладании процессов, связанных с необратимым вращением векторов намагниченности и движением квазидоменных границ. При инфильтрации добавкой с концентрацией 10 % (рисунок 9 (б)) вид кривой обратимой восприимчивости в малых полях качественно совпадает с таковым неинфилtrованного образца. Граница диапазона напряжённости

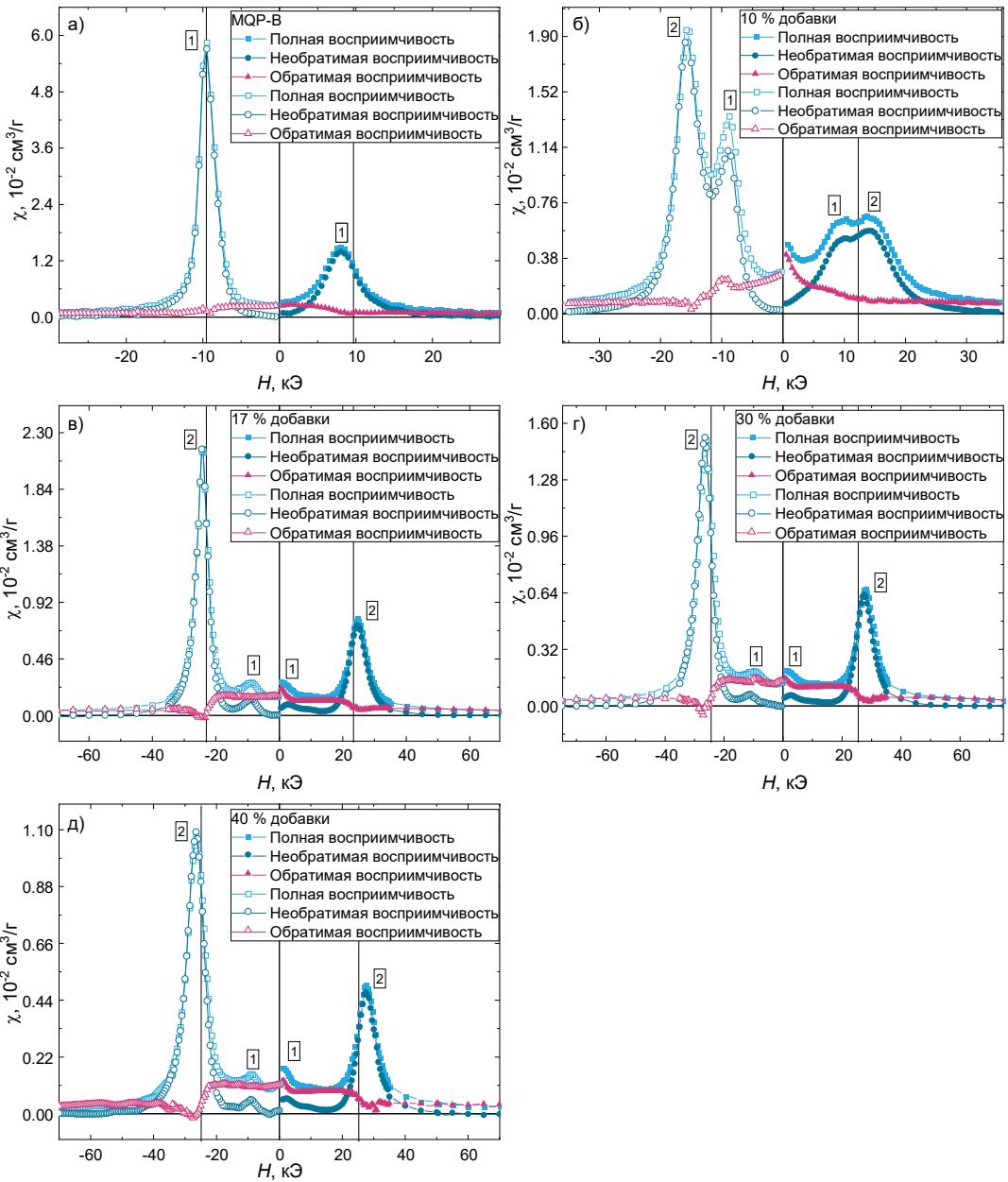


Рисунок 9 – Полные, обратимые и необратимые магнитные восприимчивости при намагничивании и размагничивании инфильтрованных образцов (а – д). Коэрцитивная сила отмечена чёрной вертикальной линией. 1 – пики, соответствующие неинфильрованному объёму, 2 – пики, соответствующие инфильтрованному объёму

магнитного поля, в котором обратимая восприимчивость превосходит необратимую при намагничивании, увеличилась до примерно 4.5 кЭ (0.5 H_c неинфильрованного сплава), что свидетельствует об уменьшении обменного взаимодействия между зёренами. В то время как диапазон напряжённости магнитного поля, в котором обратимая восприимчивость превосходит необратимую при размагничивании, не изменился и составляет примерно от 0 минус до 5.5 кЭ (0.6 H_c неинфильрованного сплава), как у исходного сплава. Положение пика необратимой восприимчивости при размагничивании, который соответствует неинфильрованному объёму, не изменилось (примерно минус 9 кЭ). Кривая необратимой восприимчивости как при намагничивании, так и при размагничивании имеет уже два пика: первый в поле меньшем H_c (указан цифрой 1), второй пик находится в поле, превышающем H_c (указан

цифрой 2). Это, связно с тем, что процесс инфильтрации прошёл лишь частично, поэтому первый пик соответствует неинфилtrированному объёму образца, а второй – инфильтрованному. Дальнейшее увеличение концентрации добавки приводит к преобладанию обратимой восприимчивости над необратимой восприимчивостью при намагничивании вплоть до полей 18.9; 21.9; 21.9 кЭ (0.82; 0.88; 0.87 H_c) и при размагничивании до полей минус 18.8; минус 20.7; минус 20.4 кЭ (0.81; 0.83; 0.82 H_c) у образцов с 17, 30 и 40 % добавки соответственно (рисунок 9 (в, г, д)). Пики полной и необратимой восприимчивостей, связанные уже с перемагничиванием инфильтрованного объёма образца, как при намагничивании, так и при размагничивании находятся примерно в одном поле, превышающем H_c . Стоит обратить внимание на наличие небольших пиков в малых намагничающих полях в районе 2.5 кЭ и размагничающих полях в районе минус 9 кЭ у образцов с содержанием добавки больше 10 %. Положение этих вторичных пиков у всех образцов совпадает. Эти пики соответствуют перемагничиванию основной фазы, где инфильтрация не прошла и между зёрнами, вероятно, сохраняется прямой контакт. Тем не менее, величина вторичного пика необратимой восприимчивости при размагничивании относительно основного пика составляет всего ~ 5 %, что косвенно указывает на то, что МОВ сохранилось лишь в малой части материала.

Преобладание обратимой восприимчивости практически до полей равных коэрцитивной силе образцов и положение пиков необратимой восприимчивости свидетельствует о том, что основным процессом, формирующим высококоэрцитивное состояние в инфильтрованных быстрозакалённых сплавах, является независимое вращение векторов намагнченности, как в ансамбле Стонера-Вольфарта. Однако в этом случае следует ожидать коэрцитивную силу инфильтрованного объёма в районе 35 кЭ. Полученное значение коэрцитивной силы инфильтрованных сплавов, равное 25 кЭ, несколько занижено ввиду влияния полей рассеяния, термических флуктуаций и остаточного взаимодействия между зёрнами.

В пятой главе представлен новый способ оценки величины константы МОВ. В ансамбле Стонера – Вольфарта необратимые восприимчивости при намагничивании χ_r и размагничивании χ_d связаны соотношением $\chi_d(H) = 2\chi_r(H)$. В частности, отношение максимальных значений χ_d и χ_r равно двум, $R = \chi_{d_{\text{пик}}}/\chi_{r_{\text{пик}}} = 2$, а сами пиковые значения находятся в одном поле. Экспериментально наблюдаемое отклонение от этого значения положено в основу представленного метода. Для определения влияния некоторых внешних факторов на величину R было проведено компьютерное моделирование нанокристаллических сплавов, в ходе которого варьировались ширина распределения размера зёрен, выраженная в относительном виде путём деления средневзвешенного по объёму среднеквадратического отклонения размеров зёрен на средневзвешенный по объёму размер зёрен $\sigma_V/\langle D \rangle_V$; величина обменного взаимодействия между зёрнами, выраженная параметром МОВ $\langle a \rangle_V = \langle J_{MOB} S_{tot}/K \rangle_V$, величина магнитостатического взаимодействия, выраженная параметром $\beta = M_s^2/K$; форма образца, выраженная через размагничающий фактор N .

Результаты последовательного варьирования вышеупомянутых параметров представлены на рисунке 10. Увеличение параметра МОВ приводит к увеличению R во всех случаях. При фиксированном значении размагничающего фактора и магнитостатического взаимодействия увеличение ширины распределения зёрен приводит к уменьшению абсолютного значения R , а также смене направления выпуклости кривой. Аналогичная картина наблюдается в ансамблях с фиксированным значением ширины распределения зёрен и магнитостатического взаимодействия, но последовательно увеличивающимся параметром магнитостатического взаимодействия.

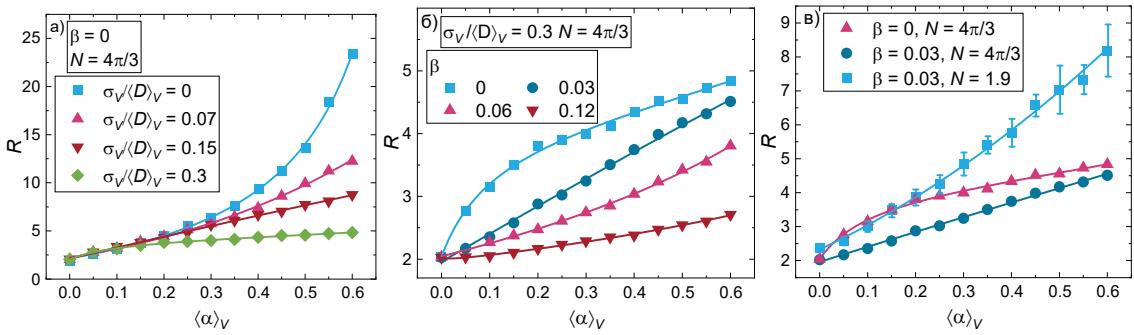


Рисунок 10 – Зависимости R от параметра МОВ при различных $\sigma_V/\langle D \rangle_V$ моделируемого ансамбля без учёта магнитостатического взаимодействия (а); при различных значениях параметра магнитостатического взаимодействия при $\sigma_V/\langle D \rangle_V = 0.3$ (б); при различных значениях параметра магнитостатического взаимодействия и размагничивающего фактора ансамблей при $\sigma_V/\langle D \rangle_V = 0.3$ (в).

Последующий учёт размагничивающего фактора, который выбран равным 1.9 (в системе СГС), исходя из оценки размагничивающего фактора обменносвязанных образцов, исследованных в главе 3, приводит к значительному изменению вида зависимости R от $\langle \alpha \rangle_V$. В пределах погрешности полученная зависимость описывается параболической функцией $R = A\langle \alpha \rangle_V^2 + B\langle \alpha \rangle_V + C$ с коэффициентами $A = 5.40 \pm 1.05$, $B = 6.62 \pm 0.49$ и $C = 2.33 \pm 0.04$. На её основе определён параметр обменного взаимодействия $\langle \alpha \rangle_V$ и рассчитана константа МОВ по формуле $J_{\text{МОВ}} = \langle \alpha \rangle_V K \langle D \rangle_V / 6$ в приближении, что константа анизотропии не подвержена влиянию парадокса Брауна, а перемагничивание данных сплавов осуществляется путём когерентного вращения векторов намагниченности. Последнее допущение можно сделать исходя из результатов измерений магнитной вязкости сплава Nd₂(Fe_{0.8}Co_{0.2})₁₄B [11], на основе которых был определён активационный объем и соответствующий средний активационный размер, равный 12 нм. Это подразумевает, что при приложении поля благодаря термическим флуктуациям в процесс перемагничивания вовлекается область размером порядка 12 нм. Перемагничивание столь малого объёма будет когерентным. В недавнем исследовании показано, что при приложении магнитного поля квазидоменная граница может существовать в зёдрах, размер которых соответствует однодоменному состоянию [12]. Исходя из этого процесс перемагничивания зёрен, превышающих размер абсолютной однодоменности (у Nd₂Fe₁₄B порядка 20 нм), но значительно меньших критического размера однодоменности (у Nd₂Fe₁₄B порядка 150 нм), можно рассматривать как когерентное перемагничивание нескольких зёрен с размером порядка 12 нм, разделённых квазидоменной границей. Полученные значения константы МОВ представлены в таблице 3. Результаты хорошо совпадают с имеющимися немногочисленными данными в литературе, приведёнными так же в таблице 3.

Таблица 3 – Магнитные свойства и константы МОВ сплавов Nd₂(Fe,Co)₁₄B

Характеристика	Nd ₂ Fe ₁₄ B	Nd ₂ (Fe _{0.8} Co _{0.2}) ₁₄ B	Nd ₂ (Fe _{0.5} Co _{0.5}) ₁₄ B
$J_{\text{МОВ}}$, эрг/см ²	8.5	11.3	6.3
$J_{\text{МОВ}}$, эрг/см ² [10]		11	
$J_{\text{МОВ}}$, эрг/см ² [13]		13 (при $K_1 = 43$ МЭрг/см ³)	
$J_{\text{МОВ}}$, эрг/см ² [14]	$> 8.1 \pm 1.2$		
$J_{\text{МОВ}}$, эрг/см ² [15]	3.3 – 7.7		

В заключении сформулированы основные выводы и результаты работы.

1 Показано влияние магнитной предыстории нанокристаллических сплавов типа Nd-Fe-B на зависимости Келли. Данна интерпретация уменьшения максимального значения δM_{\max} на зависимости Келли из-за изменения распределения квазидоменных границ в зависимости от исходного магнитного состояния быстрозакалённых сплавов типа Nd-Fe-B. Величина δM_{\max} в зависимости от способа получения исходного состояния убывает в последовательности: размагничивание однократным приложением поля, противоположным направлению остаточной намагниченности; термическое размагничивание; поворот образца на 90° относительно направления остаточной намагниченности; размагничивание переменным полем с убывающей амплитудой.

2 Установлено, что константа межзёренного обменного взаимодействия в нанокристаллических сплавах $Nd_2(Fe_{1-x}Co_x)_{14}B$ в диапазоне концентрации кобальта до $x = 0.5$ немонотонно зависит от содержания кобальта, что может быть обусловлено зависимостью структуры межзёренной границы от состава основной фазы.

3 Предложен и опробован метод оценки константы межзёренного обменного взаимодействия, основанный на анализе необратимой магнитной восприимчивости при намагничивании и размагничивании. С его помощью определены константы межзёренного обменного взаимодействия быстрозакалённых сплавов $Nd_2(Fe_{1-x}Co_x)_{14}B$, равные 8.5; 11.3; 6.3 эрг/см² при $x = 0; 0.2; 0.5$ соответственно.

4 Дано количественное описание изменения межзёренного обменного взаимодействия с помощью метода, основанного на анализе анизотропии обратимой магнитной восприимчивости в состоянии остаточной намагниченности. Показано, что инфильтрация нанокристаллического сплава типа Nd-Fe-B добавкой $Nd_{75}(Cu_{0.25}(Fe,Co)_{0.75})_{25}$ приводит к нарушению обменного взаимодействия между зёrnами, что выражается в уменьшении константы межзёренного обменного взаимодействия и увеличении коэрцитивной силы.

Перспектива дальнейших исследований

В работе предложена теория, связывающая зависимости Келли с энергией МОВ и процессами намагничивания. Дальнейшим этапом исследований служит экспериментальная проверка теории с использованием магнитной силовой и/или Лоренцевской микроскопии.

Полученные данные о процессе инфильтрации являются основой для дальнейшей технико-экономической оптимизации этого метода в нанокристаллических и микрокристаллических сплавах. В том числе полученные результаты могут стать отправной точкой для создания высококоэрцитивных эластометрических материалов.

Разработанный метод определения величины константы МОВ в дальнейшем может быть расширен для других типов высококоэрцитивных нанокристаллических сплавов.

Публикации в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ:

- 1) Alekseev, I. V. Magnetic viscosity dependence of δM plots for a NdFeB-based alloy / I. V. Alekseev, S. V. Andreev, A. S. Volegov // AIP Conference Proceedings. – 2019. – Vol. 2174, № 1. – P. 020080. 0.30 п.л./0.18 п.л. (Scopus, WoS)
- 2) δM plots of nanocrystalline hard magnetic alloys / A. S. Bolyachkin, I. V. Alekseev, S. V. Andreev, A. S. Volegov // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2021. – Vol. 529. – P. 167886. 0.74 п.л./0.22 п.л. (Scopus, WoS)
- 3) Magnetization processes of exchange coupled $Nd_2(Fe,Co)_{14}B$ alloys in various demagnetized states / I. V. Alekseev, S. V. Andreev, A. S. Volegov, N. V. Selezneva //

Список цитируемой литературы

1. Skomski R. Giant energy product in nanostructured two-phase magnets / R. Skomski, J. M. D. Coey //Physical Review B. – 1993. – Vol. 48, №. 21. – P. 15812
2. Cui W. B. Microstructure optimization to achieve high coercivity in anisotropic Nd–Fe–B thin films / W. B. Cui, Y. K. Takahashi, K. Hono //Acta Materialia. – 2011. – Vol. 59, №. 20. – P. 7768-7775.
3. Skomski, R. Nanomagnetics / R. Skomski // Journal of physics: Condensed matter. – 2003. – Vol. 15, №. 20. – P. R841.
4. Физика магнитных материалов и наноструктур : монография / В. И. Анисимов, Н. В. Баранов, Н. Г. Бебенин [и др.] ; под ред. В. В. Устинова, Н. В. Мушникова, В. Ю. Ирхина. – Екатеринбург : Институт физики металлов имени М. Н. Михеева УрО РАН, 2020. – 664 с.
5. Pinkerton, F. E. Magnetization process in rapidly solidified neodymium-iron-boron permanent magnet materials / F. E. Pinkerton, D. J. Van Wingerden // Journal of Applied Physics. – 1986. – Vol. 60, № 10. – P. 3685-3690.
6. Mishra, R. K. Microstructure of melt-spun Nd-Fe-B magnequench magnets / R. K. Mishra // Journal of magnetism and magnetic materials. – 1986. – Vol. 54. – P. 450-456.
7. Experimental approach to coercivity analysis in hard magnetic materials / D. Givord, Q. Lu, M. F. Rossignol [et al.] // Journal of magnetism and magnetic materials. – 1990. – Vol. 83, № 1-3. – P. 183-188.
8. Structure and Properties of R-(Fe, Co)-B (R= Nd, Dy, Ho) Permanent Magnets with Low Temperature Coefficient of Induction / A. G. Popov, D. A. Kolodkin, V. S. Gaviko [et al.] // Metal Science and Heat Treatment. – 2018. – Vol. 60, № 7. – P. 528-533
9. Алексеев И. В. Межзеренное обменное взаимодействие в наноструктурированных сплавах РЗМ-3д металл : специальность 03.04. 02 «Физика» : магистерская диссертация / Алексеев Игорь Викторович ; Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина. – Екатеринбург, 2016. – 52 с. – Библиог.: с. 51-52.
10. Characterisation of high-anisotropy nanocrystalline alloys based on magnetic susceptibilities in the remanent state / A. S. Bolyachkin, S. Ruta, R. W. Chantrell [et. al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2019. – Vol. 486. – P. 165270.
11. Alekseev, I. V. Magnetic viscosity dependence of δM plots for a NdFeB-based alloy / I. V. Alekseev, S. V. Andreev, A. S. Volegov // AIP Conference Proceedings. – 2019. – Vol. 2174, № 1. – P. 020080.
12. Magnetization reversal processes of nanostructured PrFeB alloys / V. E. Maltseva, S. V. Andreev, N. V. Selezneva [et. al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2024. – Vol. 589. – P. 171585.
13. δM plots of nanocrystalline hard magnetic alloys / A. S. Bolyachkin, I. V. Alekseev, S. V. Andreev, A. S. Volegov // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2021. – Vol. 529. – P. 167886.
14. Volegov, A. S. A new method of intergrain exchange interaction energy determination in nanostructured alloys with spontaneous spin-reorientation transition / A. S. Volegov, A. S. Bolyachkin, N. V. Kudrevatykh // Solid State Phenomena. – 2015. – Vol. 233. – P. 615-618.
15. Evaluation of interlayer exchange coupling in α -Fe (100)/Nd₂Fe₁₄B (001) films / D. Ogawa, K. Koike, H. Kato [et. al.] // Journal of the Korean Physical Society. – 2013. – Vol. 63, № 3. – P. 489-492.