

УДК 537.622

Е.Н. Каблов<sup>1</sup>, О.Г. Оспенникова<sup>1</sup>, И.И. Резчикова<sup>1</sup>, Р.А. Валеев<sup>1</sup>,  
А.В. Бузенков<sup>1</sup>, Е.И. Куницына<sup>2</sup>, А.И. Дмитриев<sup>2</sup>, Р.Б. Моргунов<sup>1,2</sup>

## ПРЕРЫВИСТОЕ РАЗМАГНИЧИВАНИЕ СПЛАВОВ (SmNdDy)(FeCo)B

DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-S2-51-54

*Исследована временная стабильность сплавов (SmNdDy)(FeCo)B. Обнаружены скачки размагничивания на временных зависимостях релаксации намагниченности в обратном постоянном магнитном поле со значениями, меньшими коэрцитивной силы. Эксплуатация исследованных сплавов требует высокой временной стабильности, в рамках которой наличие скачков перемагничивания недопустимо. Для их устранения предложены меры гомогенизации пространственного перемагничивания сплавов.*

**Ключевые слова:** магнитный материал, размагничивание, коэрцитивная сила, легирование, кобальт.

*The temporal stability of (SmNdDy)(FeCo)B alloys was investigated. The bounds of demagnetization in the temporal dependencies of relaxation of the magnetic susceptibility in reverse permanent magnetic field with values less than the coercivity, were revealed. Exploitation of the investigated alloys requires high temporal stability in the frame of which the presence of the bounds of the magnetic susceptibility is inadmissible. The measures of homogenizing of the spatial remagnetization of alloys have been proposed to eliminate these bounds.*

**Keywords:** magnetic material, demagnetization, coercivity, alloying, cobalt.

<sup>1</sup>Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation] E-mail: admin@viam.ru

<sup>2</sup>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем химической физики РАН [Federal State Budgetary Science establishment Institute of Problems of Chemical Physics, Russian Academy of Sciences] E-mail: director@icp.ac.ru

### Введение

Редкоземельные магниты типа RE–TM–B (RE – редкоземельные металлы, TM – переходные металлы) имеют наибольшие по сравнению с другими видами магнитов значения остаточной магнитной индукции и максимального энергетического произведения [1–7]. Существенным их недостатком является высокая чувствительность этих параметров к температуре. Температурный коэффициент остаточной магнитной индукции (ТКИ) у данного вида магнитов является наибольшим по сравнению с другими видами магнитов. Ранее в работе [8] установлено, что введение в сплав (NdDy)(FeCo)B небольших добавок (1–3%) примеси самария существенно улучшают термостабильность этих магнитов, позволяя использовать их в прецизионных приборах. В работах [9, 10] показано, что добавки самария в сплав (NdDy)(FeCo)B приводят к изменению магнитной анизотропии и обменных взаимодействий, поскольку они создают конкуренцию анизотропии «легкая ось» и «легкая плоскость» и приводят к смене основного механизма магнитного гистерезиса при понижении температуры [11].

Помимо термостабильности существенной эксплуатационной характеристикой магнитов является временная стабильность. В частности, важную роль играют процессы при размагничивании сплавов. До настоящего времени остается неясным, какой вклад в размагничивание сплавов типа RE–TM–B вносят

механизмы открепления доменных стенок и зародышеобразования. Не установлено также, какими факторами управляется термическая и временная стабильность магнитных сплавов. Ранее сообщалось, что при низких температурах (~4 К) могут наблюдаться скачки намагниченности, отвечающие локальному перегреву наноструктурированных сплавов типа NdFeB [12]. Эти наблюдения свидетельствуют о непростых физических процессах, определяющих размагничивание, и необходимости их детального изучения. Наличие случайных скачков перемагничивания делает плохо прогнозируемыми магнитные свойства сплавов и требует развития методики их подавления путем гомогенизации процессов перемагничивания.

Цель работы – исследование скачкообразной релаксационной магнитной динамики в спеченных постоянных магнитах (NdDy)(FeCo)B, легированных самарием.

### Материалы и методы

Образцы  $(Nd_{0,62}Dy_{0,33}Sm_{0,05})_{16,2}(Fe_{0,77}Co_{0,23})_{78,1}B_{5,7}$  получены путем спекания монокристаллических частиц сплава в высоковакуумной печи. Подробно методика их приготовления и результаты химического и фазового анализа приведены в работах [8, 13]. Исследование неоднородности материалов и локального химического состава фаз про-

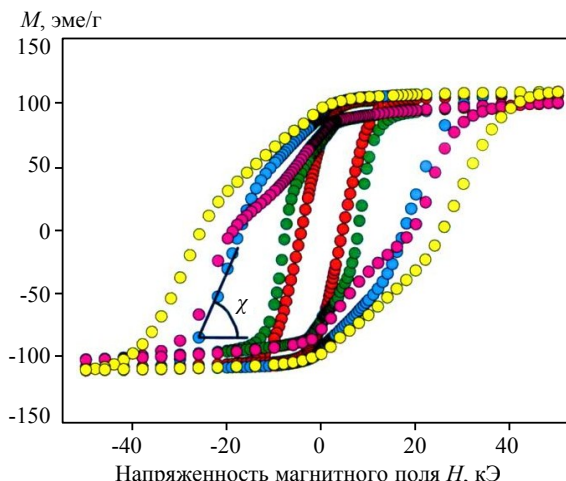


Рис. 1. Петли магнитного гистерезиса образца при различных температурах 120 (●), 150 (●), 200 (●), 300 (●), 350 К (●) ( $\chi$  – магнитная восприимчивость)

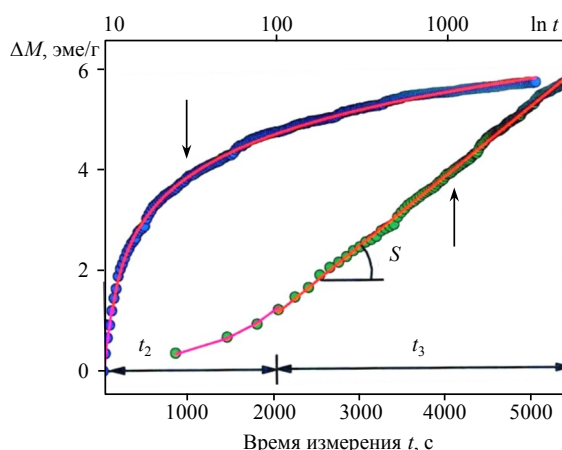


Рис. 2. Временная зависимость изменения магнитного момента  $\Delta M(t)$  при температуре 300 К в магнитном поле напряженностью 10 кЭ, направленном против вектора магнитного момента образца (●), а также зависимость в полулогарифмических координатах (●)

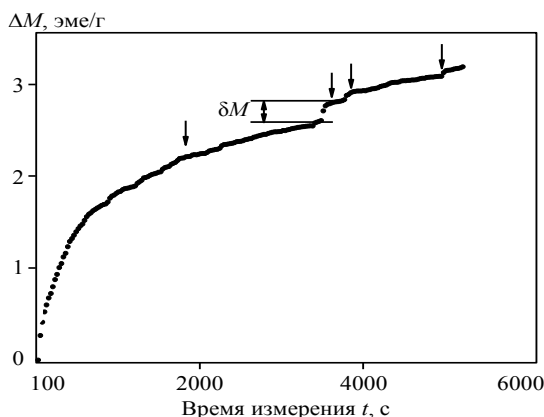


Рис. 3. Временная зависимость изменения магнитного момента  $\Delta M(t)$  при температуре 300 К в магнитном поле напряженностью 5 кЭ (стрелками отмечены скачки перемагничивания  $\delta M$ )

водили методом микрорентгеноспектрального анализа с помощью анализатора JСМА-733. Образцы состояли из двух фаз –  $(\text{NdDySm})_2(\text{FeCo})_{14}\text{B}$  и  $(\text{NdDySm})_2(\text{FeCo})_2\text{B}$ , доли которых составляли 85 и 15% соответственно.

Для образцов, имеющих форму пластины размером  $0,5 \times 2 \times 4$  мм, с помощью магнитометра MPMS 5XL Quantum Design при температуре 300 К получены петли магнитного гистерезиса в интервале напряженностей магнитного поля  $H = -50 \div +50$  кЭ. Получены также временные зависимости намагниченности  $M(t)$  в различных магнитных полях ( $H = 1-17$  кЭ) и при температуре 300 К.

Вначале образец намагничивали в магнитном поле напряженностью  $H = 50$  кЭ (превышающей значения поля насыщения  $H_s$ ). Продолжительность экспозиции  $t_1$  образца в магнитном поле составляла 300 с. После выдержки образца в магнитном поле напряженностью  $H = 50$  кЭ в течение времени  $t_1 = 300$  с включали поле, направленное против вектора намагниченности образца (время развертки поля составляло  $\sim 90$  с). После установ-

ки отрицательного магнитного поля происходила запись временной зависимости намагниченности образца – длительность  $t_2 + t_3$  измерения зависимостей  $M(t)$  составляла 5200 с.

### Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены петли магнитного гистерезиса образца при различных температурах. Форма петлей близка к прямоугольной. Угловым коэффициентом касательной, проведенной к размагничивающему участку петли, соответствует магнитной восприимчивости  $\chi = dM/dH$ . Намагниченность насыщения в интервале температур 120–350 К почти не зависит от температуры и составляет  $M_s = 105$  эме/г (размерность дана в международной системе единиц – NBS U.S.). Уменьшение температуры ведет к резкому увеличению коэрцитивной силы  $H_{cl}$  – от 4,5 (при 350 К) до 28 кЭ (при 120 К). Статические магнитные свойства в виде температурных и полевых зависимостей намагниченности этих образцов подробно обсуждались ранее в работах [9, 10], поэтому в данной статье на этом вопросе останавливаться не будем.

На рис. 2 показаны зависимости  $\Delta M(t)$  в линейной и логарифмической временных шкалах при температуре 300 К в магнитном поле напряженностью  $H=10$  кЭ, направленном против вектора намагниченности образца. Вид временной зависимости изменения намагниченности образца зависел от временного интервала. Сразу после переключения магнитного поля в промежутке времени  $t_2=100$  с зависимость  $\Delta M(t)$  была близка к линейной. Показана также аппроксимация зависимости  $\Delta M(t)$  на временном интервале  $t_2$  линейной функцией (рис. 2). По истечении времени  $t_2$  величина  $\Delta M$  в интервале времени  $t_3=5100$  с изменялась по закону:

$$\Delta M \sim S \ln t. \quad (1)$$

Видно, что зависимость  $\Delta M(t)$  спрямляется в полулогарифмических координатах. Сплошными линиями показаны аппроксимации, полученные с помощью выражения (1). Тангенс угла наклона зависимости  $\Delta M(t)$  в полулогарифмических координатах (рис. 2) соответствует магнитной вязкости  $S=dM/d(\ln t)$ . Отмечены отрезки продолжительностей  $t_2$  и  $t_3$ , на которых зависимость  $\Delta M(t)$  соответственно не спрямляется и спрямляется в полулогарифмических координатах.

На зависимостях  $\Delta M(t)$  при температуре 300 К в магнитных полях со значениями, меньшими коэрцитивной силы, наблюдались стохастические скачки  $\delta M$  (рис. 3). При многократном прохождении кривой  $\Delta M(t)$  в различных магнитных полях удается различать до четырех скачков. Величина скачка  $\delta M$  составляла 0,05–0,2% от величины намагниченности насыщения  $M_s$ , длительность скачков 20–100 с. Средний объем образца  $\delta V$ , вовлеченного в скачок, можно найти из простого

соотношения:  $\delta V = \delta M m / 2M_{sp}$ , где  $m$  и  $\rho$  – масса и плотность образца соответственно, что дает значения  $(4-16) \cdot 10^{-7}$  см<sup>3</sup>, близкие к типичным значениям объема перемагничивания при скачках Баркгаузена [14]. Однако оцененная в данном случае величина  $\delta V$  на 4–5 порядков выше соответствующего значения  $\delta V = 10^{-12} - 10^{-10}$  см<sup>3</sup>, определенного ранее для различных магнитов типа Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B [15]. С учетом того, что временной шаг в СКВИД-магнитометре был довольно длительным (~20 с), можно полагать, что регистрируемые крупные скачки являются огибающими большого числа более мелких скачков, недоступных для обнаружения в рамках данной методики по причине большого значения постоянной времени измерения. Средняя длительность скачка Баркгаузена обычно составляет  $\sim 2 \cdot 10^{-4}$  с [14]. Это означает, что каждый скачок, отмеченный стрелкой на рис. 3, может соответствовать серии  $\sim 5 \cdot 10^5$  отдельных скачков.

### Заключение

На временных зависимостях намагниченности  $M(t)$  при температуре 300 К в магнитных полях со значениями, меньшими коэрцитивной силы, обнаружены стохастические скачки перемагничивания, природа которых может быть обусловлена эффектом Баркгаузена в спеченных магнитах типа (Nd<sub>0,62</sub>Dy<sub>0,33</sub>Sm<sub>0,05</sub>)<sub>16,2</sub>(Fe<sub>0,77</sub>Co<sub>0,23</sub>)<sub>78,1</sub>B<sub>5,7</sub>. Очевидно, что подавление скачков Баркгаузена требует создания равномерного распределения системы стопоров, обуславливающих отрыв доменных стенок и уменьшение роли коллективных процессов. В качестве метода подавления скачкообразного перемагничивания можно рекомендовать термообработку образцов, однако конкретные детали этой методики могут стать ясными после дополнительных экспериментов.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33.
2. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // *Труды ВИАМ*. 2013. №2. Ст. 01 (viam-works.ru).
3. Каблов Е.Н., Сиваков Д.В., Гуляев И.Н., Сорокин К.В., Федотов М.Ю., Гончаров В.А. Методы исследования конструкционных композиционных материалов с интегрированной электромеханической системой // *Авиационные материалы и технологии*. 2010. №4. С. 17–20.
4. Каблов Е.Н., Морозов Г.А., Крутиков В.Н., Муравская Н.П. Аттестация стандартных образцов состава сложнолегированных сплавов с применением эталона // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №2. С. 9–11.
5. Чабина Е.Б., Алексеев А.А., Филонова Е.В., Лукина Е.А. Применение методов аналитической микроскопии и рентгеноструктурного анализа для исследования структурно-фазового состояния материалов // *Труды ВИАМ*. 2013. №5. Ст. 06 (viam-works.ru).
6. Cook J.S., Rossiter P.L. Rare-earth iron boron supermagnets // *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*. 1989. V. 15. P. 509–550.
7. Burzo E. Permanent magnets based on R–Fe–B and R–Fe–C alloys // *Rep. Prog. Phys.* 1998. V. 61. P. 1099–1266.
8. Herbst J.F. R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B materials: Intrinsic properties and technological aspects // *Reviews of Modern Physics*. 1991. V. 63. P. 819–904.
9. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Пискорский В.П. и

- др. Аномальное влияние добавок Sm на магнитные свойства интерметаллидов  $(Nd_{1-x}Sm_xDy)(FeCo)B$  // ЖЭТФ. 2015. Т. 148. №3. С. 493–502.
10. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Пискорский В.П. и др. Конкуренция механизмов намагничивания в сплавах  $(NdDy)(FeCo)B$ , легированных самарием // Физика низких температур. 2016. Т. 42. №1. С. 60–66.
  11. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Kablov D.E. et al. Bifurcation of magnetic anisotropy caused by small addition of Sm in  $(Nd_{1-x}Sm_xDy)(FeCo)B$  magnetic alloy // J. Appl. Phys. 2015. V. 117. P. 243903.1–243903.5.
  12. Neznakhin D.S., Bolyachkin A.S., Volegov A.S., Markin P.E., Andreev S.V., Kudrevatykh N.V. Magnetization jumps in nanostructured Nd–Fe–B alloy at low temperatures // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2015. V. 377. P. 477–479.
  13. Пискорский В.П., Валеев Р.А., Назарова Н.В., Чабина Е.Б., Давыдова Е.А. Влияние самария на магнитные свойства и фазовый состав материалов NdDy–Fe–Co–B // Горный информационно-аналитический бюллетень. Функциональные материалы: тематическое приложение. 2007. С. 185–191.
  14. Рудяк В.М. Эффект Баркгаузена // Успехи физических наук. 1970. Т. 101. С. 429–462.
  15. Thompson P.J., Street R. Magnetic viscosity and Barkhausen noise in NdFeB-type permanent magnets // J. Magn. Magn. Mater. 1997. V. 171. P. 153–162.