На правах рукописи

Незнахин Дмитрий Сергеевич

ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ И ГИСТЕРЕЗИСНЫЕ МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА НАНО- И МИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ РЗМ-3d-МЕТАЛЛ-БОР ПРИ ТЕРМИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЯХ И ГИДРОСТАТИЧЕСКОМ ДАВЛЕНИИ

Специальность 01.04.11 – **Физика магнитных явлений**

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Екатеринбург – 2016

Работа выполнена в отделе магнетизма твердых тел НИИ физики и прикладной математики и на кафедре магнетизма и магнитных наноматериалов Института естественных наук Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

Научный руководитель – доктор физико-математических наук,
старший научный сотрудник,
Кудреватых Николай Владимирович

Официальные оппоненты – **Лилеев Алексей Сергеевич,**
действительный член Российской академии естественных наук, доктор физико-математических наук, профессор, ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», профессор кафедры физического материаловедения

Терёшина Ирина Семёновна,
доктор физико-математических наук, ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова», ведущий научный сотрудник кафедры физики твердого тела

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тверской государственный университет»

Защита состоится « 22 » июня 2016 г. в 12.00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.285.24 на базе ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по адресу: 620000, г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51, комн. 248 (зал заседаний диссертационного совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», http://lib.urfu.ru/mod/data/view.php?d=51&rid=256307

Автореферат разослан « » _____ 2016 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,
доктор физико-математических наук, профессор Овчинников А.С.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Интерес к нанокристаллическим сплавам на основе фазы $Nd_2Fe_{14}B$ обусловлен перспективами создания магнитотвердых материалов (МТМ) с большей величиной максимального энергетического произведения $(B\cdot H)_{max}$, чем это достигнуто к настоящему времени ($(B\cdot H)_{max}$~ 59,6 МГс·Э [1]). Однако до сих пор не решен целый ряд вопросов касающихся синтеза нанокристаллических сплавов и изучения их свойств при внешних воздействиях, отличных от нормальных условий.

1. Не найдены условия оптимального синтеза. Большинство производителей используют метод спиннингования расплава. Однако получаемые таким способом МТМ являются изотропными. В этой связи поиск оптимальных режимов технологии синтеза продолжается до сих пор.

2. Не определены с высокой степенью достоверности величины фундаментальных магнитных констант (намагниченность насыщения (спонтанная намагниченность) – M_s, константы магнитокристаллической анизотропии (МКА) – K_i (i=1,2,3,…) и др.). Например, экспериментально установлено, что для интерметаллида $Nd_2Fe_{14}B$ температура спонтанного спин-переориентационного перехода зависит от размера его зерен [2], что возможно в том случае, если константы МКА являются размернозависимыми.

3. Не достаточно хорошо исследованы энергетические характеристики интерфейсов между фазовыми компонентами - магнитотвердой фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$ и магнитомягкой фазы α-Fe, часто присутствующей в нанокристаллических системах, обладающих реальной перспективой создания композитных МТМ, с $(B\cdot H)_{max}$>60 МГс·Э.

4. Не исследованы их гистерезисные магнитные свойства в условиях сильного охлаждения (до гелиевых и ниже температур), что важно для оценки их работы в специальной технике (например, в космических аппаратах) и построения физических моделей, адекватно описывающих в них магнитный гистерезис и его природу. Следует отметить, что в области низких температур нами обнаружены эффекты [3], которые невозможно объяснить в рамках существующих представлений о механизмах перемагничивания, разработанных для сплавов с микрокристаллической структурой.

5. Все более широкое использование постоянных магнитов приводит к тому, что они начинают применяться в различных устройствах, находясь при этом под действием давления со стороны других элементов таких устройств. Однако, до сих пор очень мало работ, посвященных изучению магнитных гистерезисных свойств интерметаллида $Nd_2Fe_{14}B$ при наложении гидростатического давления [4, 5]. В этой связи, несомненна актуальность такого рода исследований.

6. Значительный интерес представляют и сведения о кратковременном термическом воздействии на структуру и магнитные характеристики вышеуказанных систем, что весьма ценно для прогнозирования их временной стабильности и поиска возможности дальнейшего повышения их функциональных свойств посредством таких воздействий.

Исследование физических свойств нанокристаллических сплавов при экстремальных воздействиях (низкие температуры, действие гидростатического давления) позволяет достовернее оценивать перспективы использования этих материалов в специальных приложениях и сформировать наиболее адекватные модели процессов перемагничивания. Также важным направлением исследования является уточнение уже существующих сведений о фундаментальных магнитных константах (константы МКА, намагниченность насыщения), которые дают достоверную информацию о магнетике и возможностях создания на его основе передовых функциональных материалов.

Цель работы и задачи исследования

Целями настоящей диссертационной работы являлись: экспериментальное исследование процессов необратимого перемагничивания, а также их роли в формировании гистерезисных магнитных свойств нанокристаллических сплавов на основе фазы $R_2Fe_{14}B$ (R=Nd, Pr); проведение исследований магнитных гистерезисных свойств таких материалов под действием гидростатического давления; апробация новых технологических приемов получения нанокристаллических сплавов типа РЗМ-3d-металл-бор, которые могут найти применение в технологиях производства постоянных магнитов на основе указанной системы сплавов.

Для достижения указанных целей в работе решались следующие задачи:

- выбор, синтез и аттестация объектов исследования;
- экспериментальное исследование гистерезисных магнитных свойств нано- и микрокристаллических сплавов системы R-Fe-B (R=Nd, Pr) в области состава фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$ в широких диапазонах магнитных полей, температур и гидростатических давлений;
- исследование в указанных объектах необратимых процессов перемагничивания в диапазоне температур их существования;
- установление степени влияния гидростатического давления на величины констант магнитокристаллической анизотропии фазы $Nd_2Fe_{14}B$;
- определение констант магнитокристаллической анизотропии в соединениях $Nd_2Fe_{14}B$ и $Y_2Fe_{14}B$ с учетом анизотропии намагниченности и парапроцесса;
- выявление особенностей формирования структуры достехиометрического сплава $Nd_9Fe_{74}B_{12}Ti_4C$, получаемого спиннингованием расплава при одновременном пропускании электрического тока по струе расплава и влияния этого

тока на магнитные свойства материала как непосредственно после закалки, так и в результате последующих отжигов.

Научная новизна работы

1. Впервые на предельных кривых размагничивания нанокристаллических быстрозакаленных сплавов на основе фазы $R_2Fe_{14}B$ (R=Nd, Pr) при температурах ниже 4 К обнаружено явление необратимого изменения намагниченности через скачки намагниченности. Показано, что данное явление может быть объяснено в рамках адаптированной на случай нанокристаллических сплавов модели двухстадийного перемагничивания.
2. Усовершенствован и опробован метод определения величин констант магнитокристалической анизотропии одноосного магнетика (K_1 и K_2), с учетом явлений анизотропии намагниченности насыщения и парапроцесса при намагничивании магнетика вдоль осей легкого и трудного направления.
3. Экспериментально показано отсутствие зависимости величин констант магнитокристаллической анизотропии соединения $Nd_2Fe_{14}B$ от приложенного гидростатического давления в диапазоне давлений p=0 ÷ 7.5 кбар, что объясняет факт отсутствия зависимости температуры спонтанного спин-переориентационного перехода от приложенного давления, установленного другими исследователями.
4. Обнаружен факт влияния гидростатического давления на гистерезисные магнитные свойства нанокристаллических сплавов на основе фазы $R_2Fe_{14}B$ (R=Nd, Pr). Показано, что в случае R=Nd рост величины коэрцитивной силы обусловлен ослаблением межзеренного обменного взаимодействия.
5. Показано, что пропускание электрического тока через расплав состава $Nd_9Fe_{74}B_{12}Ti_4C$ в процессе спиннингования способствует более быстрому охлаждению затвердевшего продукта и, как следствие, реализации в нем более стабильного аморфного состояния. Кратковременные тепловые воздействия на такой материал приводят к формированию в нем достаточно выраженной «веерной» текстуры наноразмерных зерен фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$.

Теоретическая и практическая значимость работы

Получены надежные экспериментальные данные о гистерезисных магнитных свойствах образцов магнитотвердых нанокристаллических сплавов системы РЗМ-3d-элемент-бор в условиях охлаждения до температуры 1,8 К и при действии гидростатического давления величиной до 7 кбар.

Найденные режимы получения быстрозакаленных сплавов систем РЗМ-3d-металл-бор могут быть использованы при производстве магнитотвердых порошковых наполнителей для изготовления магнитопластов и магнитоэластов с повышенными магнитотвердыми характеристиками.

Установленный в работе факт эффективности электротокового спиннингования для достижения более стабильного аморфного состояния в быстрозакаленном сплаве, позволяет при последующем отжиге достигать лучшей структурной однородности материала и повышать его функционально полезные свойства.

Соответствие диссертации паспорту специальности

Диссертация соответствует паспорту специальности 01.04.11 – Физика магнитных явлений: **формуле специальности** « область науки, занимающаяся изучением: взаимодействий веществ и их структурных элементов…, обладающих магнитным моментом, между собой или с внешними магнитными полями; явлений, обусловленных этими взаимодействиями, а также разработкой материалов с заданными магнитными свойствами,…» и **областям исследования** п.1 «Разработка теоретических моделей, объясняющих … изменение магнитного состояния и магнитных свойств под влиянием различных внешних воздействий», п.2 «Экспериментальные исследования магнитных свойств и состояний веществ различными методами, установление взаимосвязи этих свойств и состояний с химическим составом и структурным состоянием, выявление закономерностей их изменения под влиянием различных внешних воздействий» и п.5 «Разработка различных магнитных материалов, технологических приемов, направленных на улучшение их характеристик, …».

Личный вклад автора

Автор принимал активное участие в постановке задач, методическом обеспечении экспериментов и их проведении. Практически все магнитные измерения проведены автором лично. Им выполнена большая часть обработки экспериментальных данных и их физической интерпретации. Также автор активно участвовал в обсуждении и осмыслении результатов исследований и подготовке публикаций по теме диссертации.

На защиту выносятся:

1. Впервые обнаруженное явление необратимого изменения намагниченности через скачки намагниченности на предельных кривых размагничивания нанокристаллических быстрозакаленных сплавов на основе фазы $R_2Fe_{14}B$ (R=Nd, Pr) при температурах ниже 4 К. Объяснение природы данного явления в рамках адаптированной на случай нанокристаллических сплавов модели двухстадийного перемагничивания.
2. Результаты опробования метода определения констант магнитокристалической анизотропии одноосного магнетика (K_1 и K_2) с учетом явлений анизотропии намагниченности насыщения и парапроцесса при его намагничивании в легком и трудном направлениях. Сведения о величинах этих констант для соединений

$Nd_2Fe_{14}B$ и $Y_2Fe_{14}B$ и температурных зависимостях K_1 и K_2 в интервале температур от 4,2 К до температуры Кюри.

3. Экспериментальное доказательство постоянства величин констант магнитокристаллической анизотропии K_1 и K_2 соединения $Nd_2Fe_{14}B$ в интервале приложенных внешних гидростатических давлений 0÷ 7,5 кбар в диапазоне температур 4,2–300 К, объясняющее факт отсутствия зависимости температуры спонтанного спин-переориентационного перехода от приложенного давления, установленного другими исследователями.
4. Результаты исследования влияния гидростатического давления на гистерезисные магнитные свойства нанокристаллических сплавов на основе фазы $R_2Fe_{14}B$ (R=Nd, Pr). Установление факта роста коэрцитивной силы сплавов с Nd на 6-11% в зависимости от температуры измерения при приложении давления величиной 7,5 кбар, и его объяснение, как следствие ослабления энергии межзеренного обменного взаимодействия.
5. Результаты исследования структуры и гистерезисных магнитных свойств сплава $Nd_9Fe_{74}B_{12}Ti_4C$, синтезированного спиннингованием расплава при одновременном пропускании электрического тока через струю расплава. Экспериментальное доказательство повышения скорости закалки затвердевшего продукта и, как следствие, реализации в нем более стабильного аморфного состояния. Нахождение режима отжига такого материала, приводящего к формированию в нем достаточно выраженной «веерной» текстуры наноразмерных зерен фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$.

Достоверность научных результатов

Достоверность результатов достигается за счет применения всесторонней структурной аттестации исследовавшихся образцов, использованием современного высокоточного измерительного оборудования, согласованием полученных результатов с уже имеющимися в литературе данными, представлением и обсуждением результатов на научных мероприятиях разного уровня, а также их опубликованием в рецензируемых научных международных и российских журналах.

Апробация работы

Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на следующих международных и всероссийских конференциях:

1. Всероссийская молодежная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества – 2009, 2010, 2012, 2015 (Екатеринбург, Россия);
2. Международная конференция по постоянным магнитам – 2009, 2011, 2013, 2015 (Суздаль, Россия);
3. Euro-Asian Symposium «Trends in Magnetism» - 2010 (Екатеринбург, Россия), 2013 (Владивосток, Россия);

4. Moscow International Symposium on Magnetism – 2011 (Москва, Россия);
5. International Symposium on metastable, Amorphous and nanostructured materials - 2012 (Москва, Россия);
6. International Baikal Scientific Conference - 2012 (Иркутск, Россия);
7. Конференция нанотехнологического общества России – 2012 (Москва, Россия);
8. International Workshop on Rare-Earth and Future Permanent Magnets and Their Aplications - 2014 (Анаполис, США).

Публикации

По теме диссертации опубликовано 6 научных статей в ведущих рецензируемых научных российских и зарубежных журналах, входящих в перечень ВАК. Тезисов докладов, опубликованных в сборниках трудов российских и международных конференций – 21.

Структура диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы. Общий объем диссертации – 138 страниц, содержит 56 рисунков, 11 таблиц и список цитированной литературы из 105 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, определены цели исследования, сформулированы основные результаты работы и их научная новизна.

В первой главе представлен обзор научных исследований, посвященных теме диссертации. Глава состоит из шести разделов, в которых описываются: общие представления о кристаллической структуре и фундаментальных магнитных свойствах интерметаллида $Nd_2Fe_{14}B$; анизотропия намагниченности в монокристаллах ферромагнетиков; межзеренное обменное взаимодействие; необратимые процессы перемагничивания; влияние давления на магнитные свойства твердых тел и получение редкоземельных магнитотвердых нанокристаллических материалов путем быстрой закалки.

Во второй главе приведены сведения об образцах и использованных методах исследования.

Объектами исследования являются нанокристаллические сплавы марок MQP-B, MQP-B+ и MQP-16-7 стехиометрии $R_2T_{14}B$ (R = Nd, Pr; T – 3d-металл), синтезированные по технологии спиннингования, сплав $Nd_9Fe_{14}B_{12}Ti_4C$, полученный методом электротокового спиннингования, изотропный и анизотропный постоянные магниты на основе фазы $Nd_2Fe_{14}B$ и монокристаллы интерметаллических соединений $Nd_2Fe_{14}B$ и $Y_2Fe_{14}B$.

Фазовый состав образцов быстрозакаленных сплавов (БЗС) исследован методом рентгеноструктурного анализа (РСА). Морфология образцов БЗС изучалась с

применением оптического микроскопа. Микроструктура сплавов изучена как методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) высокого разрешения, так и методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Элементный состав исследуемых образцов определялся с помощью энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализатора.

Экспресс измерения полевых зависимостей удельной намагниченности проводились с помощью вибрационного магнетометра КВАНС-1, прошедшего калибровку. Определение намагниченности насыщения осуществлено методом приближения намагниченности к насыщению с использованием установки импульсных магнитных полей. Температура Кюри определена из температурных зависимостей магнитной восприимчивости образца в переменном магнитном поле и по изменению намагниченности в поле напряженностью 1 кЭ. Полевые и температурные зависимости намагниченности измерены с помощью магнитоизмерительных установок MPMS-XL-7 EC и MPMS-XL-5 (Quantum Design, USA) с первичным преобразователем на основе СКВИДа и установки PPMS-14 с опцией вибрационного магнетометра (Quantum Design, USA).

Измерение намагниченности магнитных материалов, находящихся под действием гидростатического давления, проводилось в ячейке давления Pressure Cell 10 (EasyLab, Великобритания).

Исследованные нанокристаллические сплавы марок MQP-B, MQP-B+ и MQP-16-7 представляют собой порошки – фрагменты лент. Основным редкоземельным элементом сплавов MQP-B и MQP-B+ является Nd, в то время как в MQP-16-7 – Pr. По результатам РСА установлено, что сплавы MQP-B, MQP-B+ являются практически однофазными с основной фазой типа $Nd_2Fe_{14}B$, а сплав MQP-16-7 – двухфазным. В нем помимо фазы $Pr_2Fe_{14}B$ присутствует фаза α-Fe. Определенные значения параметров решетки фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$ в сплаве MQP-B (a=8,803 Å, c=12,208 Å) близки к литературным данным для фазы $Nd_2Fe_{14}B$. Из уширения рентгеновских пиков по формуле Селякова-Шеррера определен размер зерен магнитотвердой фазы типа $R_2Fe_{14}B$, который получился равным ≈25 нм.

Полученный спинингованием сплав $Nd_9Fe_{14}B_{12}Ti_4C$ имеет форму ленты толщиной 30-40 микрометров, у которой различают две поверхности: контактную (поверхность ленты, сформировавшуюся при контакте расплава с закалочным диском) и свободную (поверхность ленты, не контактирующую с закалочным диском в процессе спинингования). В процессе спиннингования пропускался электрический ток величиной I=-25 А («токовый» образец) и I=0 А («бестоковый» образец). Отрицательный потенциал был приложен к закалочной поверхности. Рентгенограммы «токового» сплава от свободной и контактной поверхностей идентичны. Во всем диапазоне углов на них отсутствуют четко выраженные пики. На основании этого можно заключить, что полученный сплав является рентгеноаморфным. В случае «бестокового» сплава, с контактной стороны сплав является рентгеноаморфным, а рентгено-

грамма со свободной стороны указывает на присутствие аморфной фазы, фазы $Nd_2Fe_{14}B$ и линий неустановленной фазы. На основании магнитных измерений установлено, что образцы обоих сплавов имеют низкие значения коэрцитивной силы, $H_c \approx 0{,}1$ кЭ. Однако петли гистерезиса «токового» и «бестокового» сплавов отличаются друг от друга: в первом случае ее площадь меньше, чем во втором, что свидетельствует о том, что сплав, полученный с пропусканием электрического тока, содержит меньше кристаллической фазы.

Фазовый состав спеченных постоянных магнитов исследован методом РСА. Основной фазой изотропного и анизотропного постоянных магнитов является фаза типа $Nd_2Fe_{14}B$. В материале анизотропного магнита обнаружено присутствие фазы металлического Nd. Для получения анизотропных постоянных магнитов использовалась шихта застехиометрического состава по редкоземельному элементу в сравнении с фазой $Nd_2Fe_{14}B$. При этом избыточное количество Nd «уходит» на формирование прослойки между зернами магнитотвердой фазы $Nd_2Fe_{14}B$.

Монокристаллические образцы интерметаллида $Nd_2Fe_{14}B$ по данным рентгеновских исследований представляли собой сростки кристаллических зерен фазы $Nd_2Fe_{14}B$ с разориентацией кристаллографических осей менее 2-3°. Анализ многих микрофотографий показал, что в образцах присутствовали включения других фаз, объем которых не превышал 3% от объема образца. На основании проведенного энергодисперсионного анализа установлено, что состав матрицы в точности соответствует стехиометрическому соотношению химических элементов в соединении $Nd_2Fe_{14}B$. Соотношение основных элементов во включениях в атомных процентах составило Nd/Fe/B=60/25/15.

В третьей главе представлены результаты исследований процессов необратимого перемагничивания в нано- и микрокристаллических сплавах, охлажденных до температур ниже температуры кипения жидкого гелия при нормальных условиях.

В случае нанокристаллических образцов при температурах ниже 4 К на предельных кривых размагничивания обнаружены скачки намагниченности подобные скачкам Баркгаузена.

Экспериментально установлены следующие их особенности:

а) обнаружены только на кривых размагничивания (рис. 1), измеренных в области низких температур (<4 К);
б) наблюдаются в магнитных полях близких по величине к коэрцитивной силе;
в) изменение величины коэрцитивной силы немонотонное в области температур, где наблюдаются скачки намагниченности;
г) количество скачков намагниченности увеличивается при уменьшении температуры;
д) их количество уменьшается при уменьшении массы исследуемого образца, а величина возрастает;

е) скорость изменения магнитного поля и отвода тепла от образца оказывают влияние на количество и величину скачков.

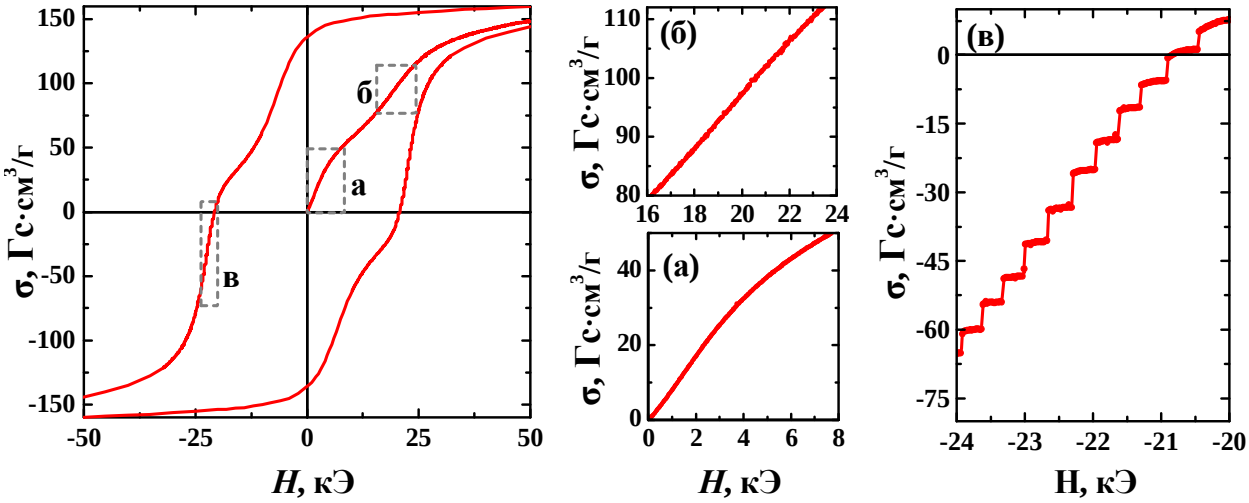


Рисунок 1 – Кривая намагничивания и петля гистерезиса образца сплава MQP-B+ при температуре 2 К

Согласно полученным результатам, скачки намагниченности наблюдаются на частных петлях гистерезиса при приложении намагничивающего поля больше величины коэрцитивной силы, реализующейся на предельной кривой размагничивания.

Установлено, что скачки намагниченности носят случайный характер, они не повторяются при многократном измерении предельной кривой размагничивания ни по величине, ни по напряженности магнитного поля, в котором они появляются.

На основании представленных выше результатов и того, что образец имеет нанокристаллическую структуру можно заключить, что необратимые скачки намагниченности на кривых размагничивания не являются классическими скачками Баркгаузена.

Исследование температурной зависимости магнитной восприимчивости в интервале T=2-6 К указывает на отсутствие в БЗС магнитоупорядоченных фаз с низкими температурами Кюри (например фазы $Nd_{1,1}Fe_4B_4$), которые по мнению ряда авторов [6] могут являться причиной формирования скачков намагниченности.

Для всех исследуемых сплавов произведены оценки объемов образца, перемагничивающихся одним скачком. Они оказались равными от 10^{-7} до 10^{-4} см^3. Размер зерен основной магнитотвердой фазы, исходя из данных по уширению рентгеновских пиков и формулы Селякова-Шеррера, составляет примерно 25 нм. На основании этого рассчитано количество отдельных зерен фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$, перемагничивающихся в ходе одного скачка намагниченности; их число составляет 10^{10}-10^{13} штук. По результатам проведенных оценок можно сделать вывод, что скачком перемагничиваются области, равные по объему нескольким десяткам отдельных порошинок. В случае измельчения порошка характер скачков намагниченности изме-

няется – их количество уменьшается, что связано с изменением условий распространения тепла по образцу.

Для подтверждения этой версии проведены измерения температуры образца в процессе его перемагничивания при 2 К (рис. 2). Обнаружено, что перемагничивание скачком сопровождается большим выделением тепла, которое фиксируется прикрепленным к поверхности образца термодатчиком. Нагрев составляет 3-6 К.

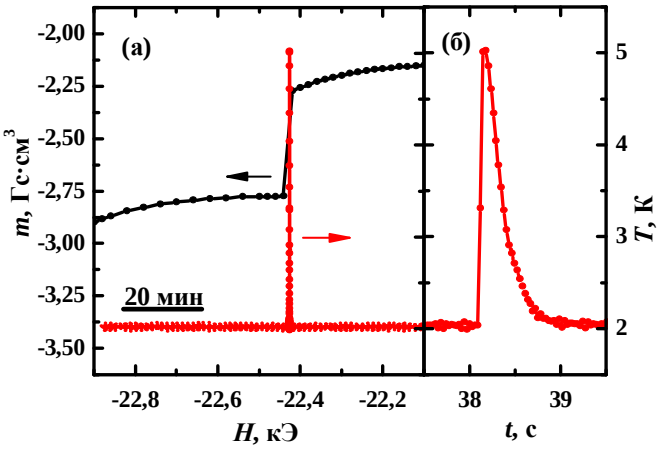


Рисунок 2 – Зависимость магнитного момента от напряженности размагничивающего поля (а) и изменение температуры поверхностного слоя образца (а, б) во время необратимого перемагничивания

Поскольку скачки намагниченности сопровождаются нагревом, то были предприняты попытки инициировать их путем принудительного подогрева образца. Для этого в медную капсулу с исследуемым БЗС помещалась нихромовая проволока, через которую пропускался электрический ток. При определенных значениях тока (50-75 мА) и длительности 30 с удалось инициировать процесс перемагничивания через скачок намагниченности, подобный скачкам, возникающим при изменении магнитного поля. При больших значениях электрического тока скачки не наблюдаются, а процесс перемагничивания происходит плавно.

На основании проведенных исследований можно заключить, что в формировании процесса необратимого перемагничивания через скачки намагниченности важную роль играет тепло, выделяемое в ходе самого скачка намагниченности.

Поскольку скачки намагниченности обнаружены на кривых размагничивания микрокристаллических постоянных магнитов системы Nd-Fe-B [7-9], то исследование БЗС, находящихся в микрокристаллическом структурном состоянии, должно позволить лучше понять роль размера зерен в формировании скачков намагниченности и, как следствие, причины их формирования.

Путем отжига в температурном интервале 650-1100°С получены сплавы с различным размером зерен магнитотвердой фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$. Для отожженных сплавов определено значение температур, при которых наблюдаются скачки намагниченности на предельных кривых размагничивания. Причем массы образцов подбирались максимально близкими друг к другу, поскольку, как сообщалось выше, количество скачков намагниченности зависит от массы образцов.

Увеличение размера зерен магнитотвердой фазы приводит к понижению критической температуры, при которой скачки намагниченности еще могут наблюдаться (рис. 3).

Как показывают данные РСА, в случае сплавов Pr-Fe-B при отжигах происходит не только рост размеров зерен фазы $Pr_2Fe_{14}B$, но и увеличение объемного содержания выделений фазы α-Fe, что приводит к более резкому падению критической температуры в этих сплавах при увеличении размера зерен.

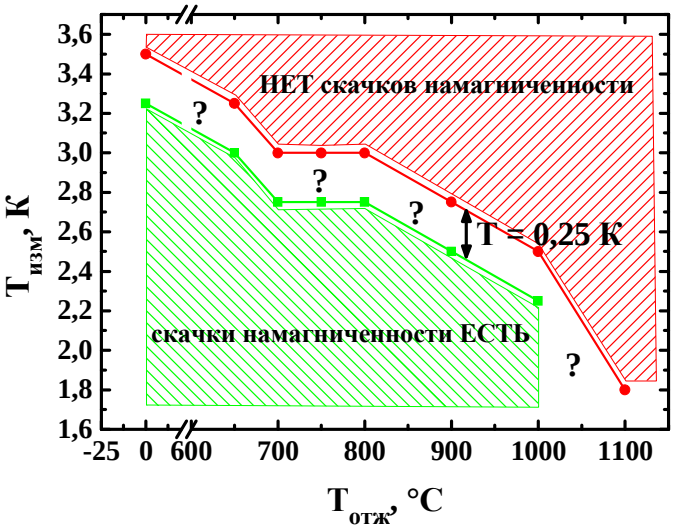
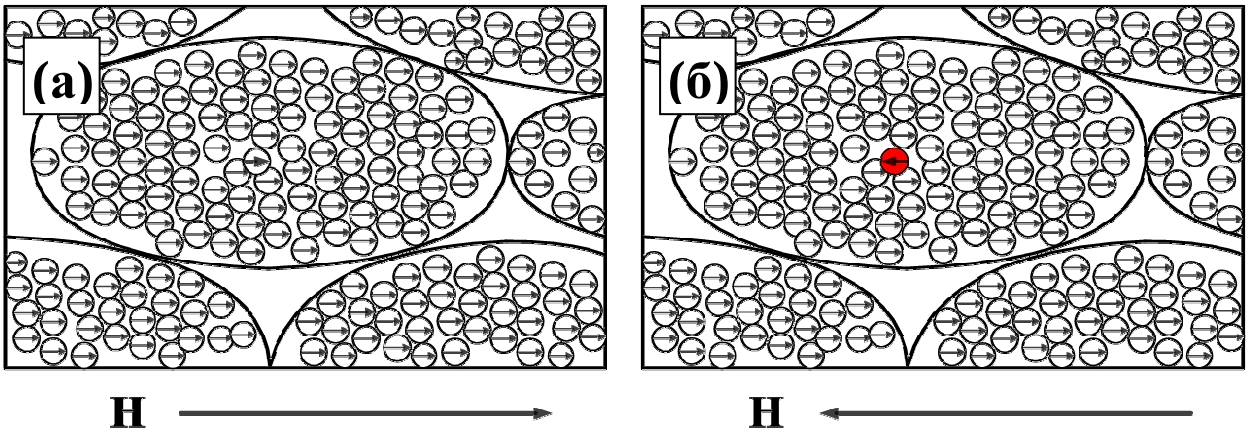


Рисунок 3 – Диаграмма зависимости критической температуры возникновения скачков намагниченности на размагничивающей ветви предельной петли гистерезиса порошкового образца сплава на основе Nd от температуры его кратковременного отжига

Все выше описанные результаты могут быть объяснены в рамках двухстадийной модели перемагничивания: первой стадией является инициирующее локальный нагрев перемагничивание отдельных зерен сплава, а второй – лавинное перемагничивание и сопутствующий нагрев соседних зерен.

В случае нанокристаллических сплавов сценарий процесса перемагничивания скачком можно предствить таким образом: при включении намагничивающего поля происходит выстраивание векторов намагниченности наноразмерных зерен вдоль вектора внешнего магнитного поля (рис 4а).



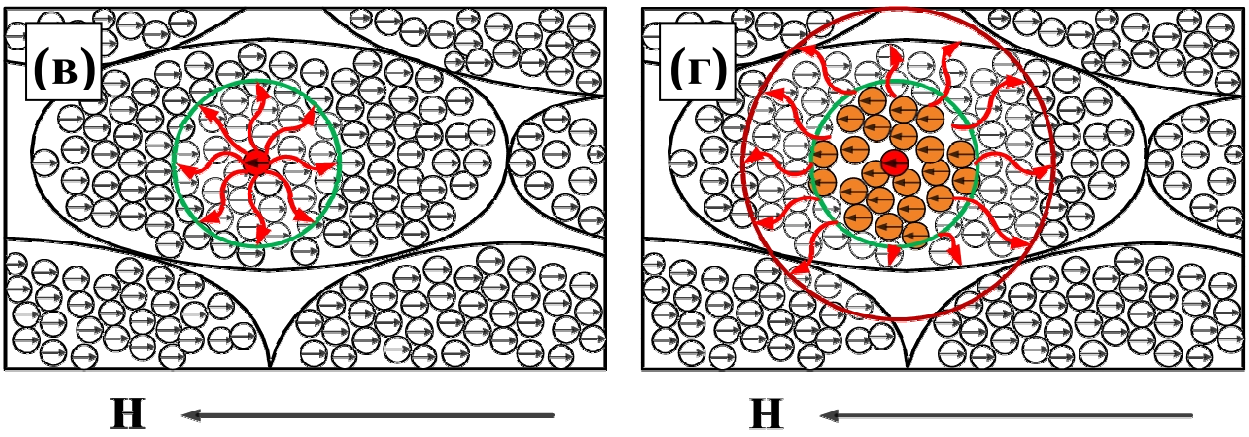


Рисунок 4 – Схема формирования скачков намагниченности в нанокристаллических сплавах системы R-Fe-B, близких по стехиометрическому составу к фазе $Nd_2Fe_{14}B$

При приложении отрицательного магнитного поля, близкого по величине к коэрцитивной силе, происходит перемагничивание зерна в каком-то одном фрагменте ленты БЗС (рис. 4б). За счет обменного и магнитостатического взаимодействия, этот процесс распространяется на соседние зерна с близкими значениями коэрцитивности. При этом выделяется энергия в виде тепла, которое начинает распространяться во все стороны (рис. 4в). Это тепло приводит к нагреву соседних зерен, повышается их тепловая энергия – kT, и поэтому возрастает вероятность того, что они перемагнитятся (рис. 4г). Происходит развитие лавинного процесса. Однако процесс распространения тепла имеет конечную скорость, и поэтому не происходит мгновенного воздействия на весь образец, и как следствие, полного его перемагничивания. Падение значений намагниченности образца происходит до значений, которые соответствуют предельной петле гистерезиса, соответствующей более высокой температуре, а именно той на которую образец нагревается. Также появление перемагниченной скачком области образца приводит к понижению внутреннего поля (рис. 5). Именно эти два фактора приводят к прекращению развития «лавины» перемагничивания. Поскольку существует распределение коэрцитивностей отдельных зерен магнитотвердой фазы, процесс перемагничивания через скачок намагниченности может повториться, но теперь уже

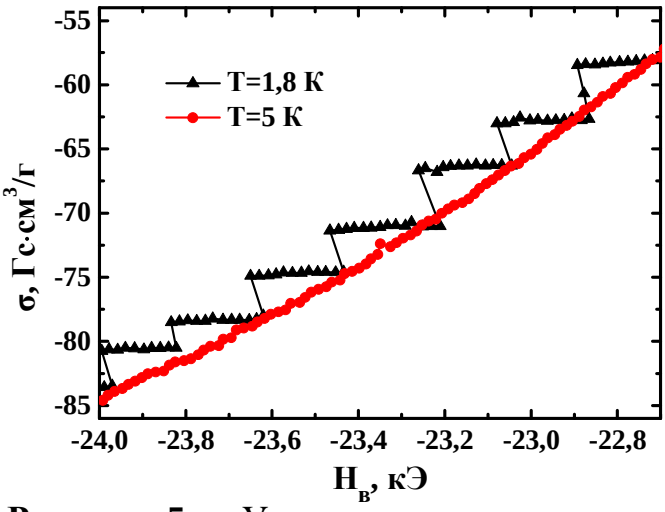


Рисунок 5 – Участки предельных кривых размагничивания сплава на основе фазы $Nd_2Fe_{14}B$ во внутреннем поле, измеренные при температурах 1,8 и 5 К

в магнитных полях большей по модулю напряженности. В результате на кривой размагничивания наблюдаются скачки намагниченности.

В четвертой главе рассмотрено влияние явления анизотропии намагниченности насыщения и парапроцесса в соединениях $Nd_2Fe_{14}B$ и $Y_2Fe_{14}B$ на величины определяемых из эксперимента констант магнитокристаллической анизотропии (МКА). Также в разделе представлены результаты экспериментального исследования влияния гидростатического давления величиной до 10 кбар, которые могут реализовываться в технических устройствах, использующих магнитотвердые материалы на основе фаз $R_2Fe_{14}B$ (R=Nd, Pr), на их магнитные характеристики.

В случае монокристаллов $Nd_2Fe_{14}B$ и $Y_2Fe_{14}B$ существует явление анизотропии намагниченности и парапроцесс (рис. 6) в температурном интервале от 2 К до температуры Кюри. Анизотропия намагниченности характеризуется параметром

$$p = \frac{M_{ЛН} - M_{ТН}}{M_{ЛН}} = \frac{\Delta M}{M_{ЛН}}, \qquad (1)$$

где $M_{ЛН} = M_S$ – намагниченность насыщения в направлении легкого намагничивания, $M_{ТН}$ – намагниченность насыщения в направлении трудного намагничивания.

Параметр p определен для исследуемых монокристаллов (рис. 7).

Величина магнитной восприимчивости для обоих монокристаллов, определенная для H, перпендикулярного оси легкого намагничивания (ОЛН), оказалась больше в несколько раз таковой, определенной для H, параллельного ОЛН. Этот факт противоречит результатам работы [11], в которой указано обратное соотношение между восприимчивостями, определенными вдоль осей

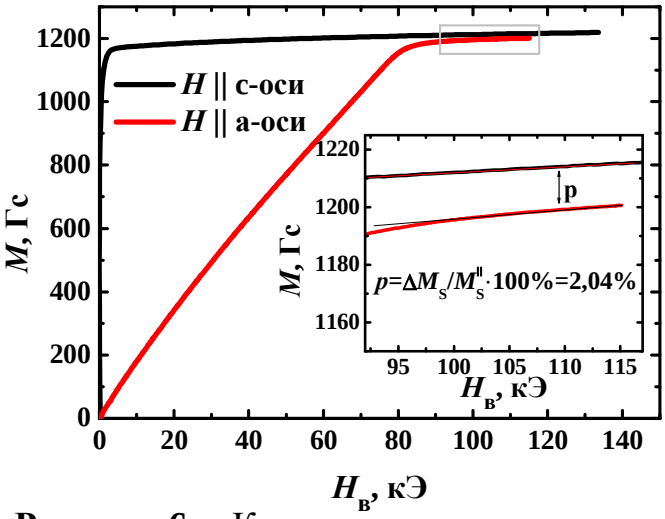


Рисунок 6 – Кривые намагничивания во внутреннем поле монокристалла $Nd_2Fe_{14}B$ вдоль различных кристаллографических осей, T=300 К. На вставке: увеличенная область высоких полей

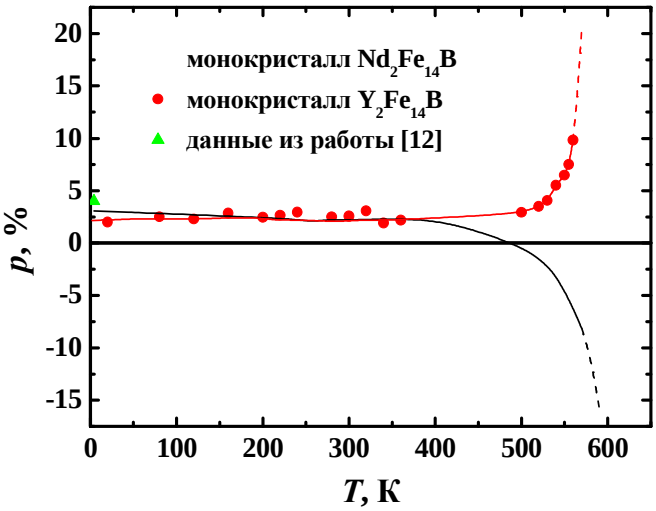


Рисунок 7 – Зависимость параметра анизотропии намагниченности насыщения от температуры для монокристаллов $Nd_2Fe_{14}B$ и $Y_2Fe_{14}B$

легкого и трудного намагничивания.

В интервале температур 2-400 К параметр *p* практически не меняется и равен примерно 2,5%. Однако при последующем увеличении температуры до температур близких к температуре Кюри происходит резкое его изменение. В случае монокристалла $Y_2Fe_{14}B$ значение *p* увеличивается до 10–15%. Подобное качественное поведение наблюдалось для монокристалла YCo_5 [11]. В случае монокристалла $Nd_2Fe_{14}B$ *p* проходит через 0 и уменьшается до -(10–15)%. Параметр *p* приобретает отрицательный знак из-за того, что начиная с температуры 500 К намагниченность насыщения в трудном направлении намагничивания принимает большее значение, чем в случае *H*, параллельного ОЛН. Для монокристалла $Ho_2Fe_{14}B$ в работе [12] показано, что намагниченность насыщения, определенная вдоль оси трудного намагничивания, может быть больше M_S, измеренной вдоль ОЛН.

Используя метод Саксмита-Томпсона [13] и модифицированную формулу из работы [14] определены величины первой и второй констант МКА для монокристаллов $Nd_2Fe_{14}B$ и $Y_2Fe_{14}B$. На основании проведенных расчетов можно заключить, что величина первой константы анизотропии незначительно меняется (1-2%) при учете параметра анизотропии намагниченности насыщения и парамагнитной восприимчивости. В то же время величина константы K_2 в случае монокристалла $Nd_2Fe_{14}B$ изменяется на 5%, а у монокристалла $Y_2Fe_{14}B$ в несколько раз, что хорошо видно на представленных графиках. Установленный температурный ход констант анизотропии K_1 и K_2 согласуется с результатами, полученными в работе [15].

В настоящей работе измерены кривые намагничивания образца монокристалла $Nd_2Fe_{14}B$ вдоль оси трудного намагничивания (**a**-ось [100]) при приложении гидростатического давления величиной 0,5, 3,2 и 7,2 кбар в интервалах температуры 2-300 К и напряженности магнитного поля до 50 кЭ.

На основании проведенных исследований кривых намагничивания монокристалла $Nd_2Fe_{14}B$ установлено (в пределах погрешности измерений) отсутствие влияния гидростатического давления величиной до 7,2 кбар на величину константы K_1. Причем это наблюдается как при температурах выше спонтанного спин-переориентационного перехода (ССПП), где монокристалл обладает типом анизотропии ОЛН, так и при температурах ниже T_{sr}, где тип анизотропии – конус осей легкого намагничивания. Следовательно, постоянство температуры ССПП $Nd_2Fe_{14}B$ в интервале давлений 0-10 кбар, обнаруженное в работе Kamarad J. и др. [4], связано с «нулевым влиянием» гидростатического давления на величину и температурный ход константы МКА K_1 в интервале температур 2-300 К.

Магнитные гистерезисные свойства измерены для всех нанокристаллических БЗС на основе фазы $R_2Fe_{14}B$ (R=Nd, Pr) при гидростатических давлениях до 6 кбар.

При понижении температуры наблюдается увеличение коэрцитивной силы (рис. 8), что связано с ростом величины поля анизотропии. Перегиб на температурной зависимости коэрцитивной силы в случае образца на основе Nd при T=130-140 К связан с явлением ССПП, температура которого не зависит от давления. Определение коэрцитивной силы при температурах 2-4 К затруднено по причине эффекта, подобного эффекту Баркгаузена, описанного в главе 3.

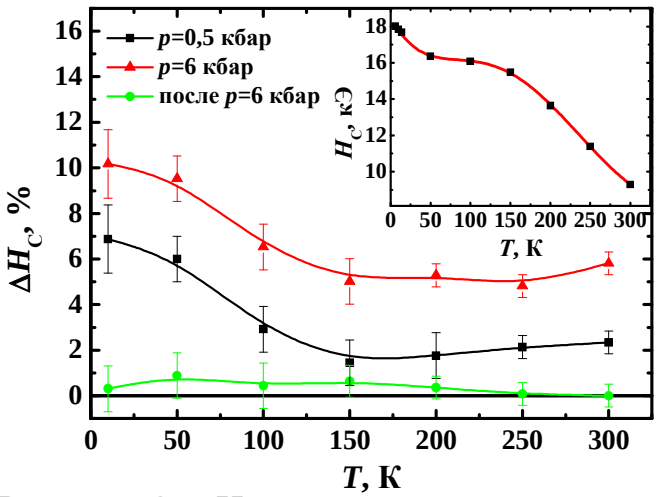


Рисунок 8 – Изменение величины коэрцитивной силы БЗС на основе фазы $Nd_2Fe_{14}B$ под действием внешнего гидростатического давления. На вставке: зависимость коэрцитивной силы от температуры при p=0 кбар

Для сплавов на основе Nd под действием гидростатического давления происходит увеличение коэрцитивной силы на 6% при комнатной температуре и 11% в области низких температур (<50 К). Данное явление носит обратимый характер, то есть при снятии давления H_c, в пределах погрешности измерений, принимает первоначальное значение.

На основании проведенных измерений магнитных гистерезисных свойств определены значения остаточной удельной намагниченности (σ_r), удельной намагниченности насыщения (σ_s) и их отношение (σ_r/σ_s) в зависимости от величины приложенного гидростатического давления. Результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты магнитных измерений нанокристаллического сплава на основе фазы $Nd_2Fe_{14}B$ при различном значении p

p, кбар	σ_s, Гс·см^3/г	σ_r, Гс·см^3/г	σ_r/σ_s
0	163	95	0,58
0,5	162	92	0,57
6	162	90	0,55

Величина σ_r/σ_s при p=6 кбар примерно на 5% меньше, чем величина σ_r/σ_s при p=0 кбар. Следовательно константы или параметра межзеренного обменного взаимодействия при наложении гидростатического давления уменьшается. Этот факт косвенно подтверждается тем, что температура Кюри таких материалов также падает при увеличении давления.

В пятой главе представлены результаты исследований структуры и магнитных гистерезисных свойств сплава $Nd_9Fe_{74}B_{12}Ti_4C$, синтезированного методом электротокового спиннингования с последующими термическими воздействиями на него.

Изначально сплав $Nd_9Fe_{74}B_{12}Ti_4C$, полученный с пропусканием электрического тока по струе расплава величиной -25 А, находится в рентгеноаморфном состоянии. Температура Кюри аморфной матрицы составляет T_c=175°С. А сплав полученный без пропускания тока по струе расплава является двухфазным и помимо аморфной фазы содержит магнитотвердую фазу, с T_c=287°С (рис. 9). Данный результат подтверждается РСА и результатами магнитных измерений на БЗС в исходном состоянии.

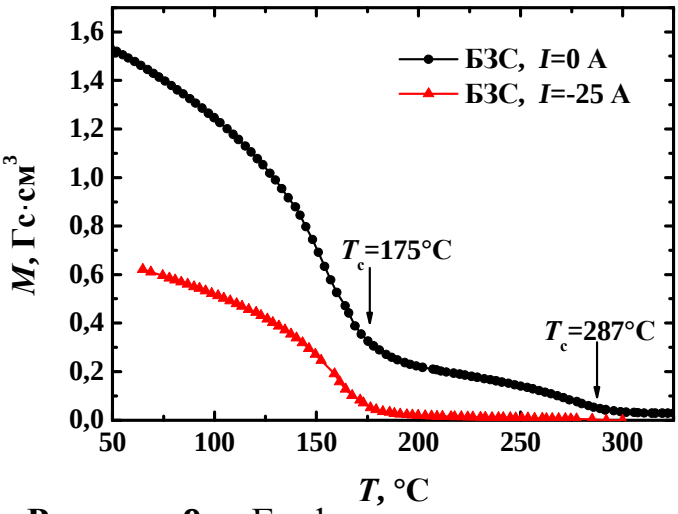


Рисунок 9 – Графики зависимости магнитного момента образцов, полученных электротоковым спиннингованием, от температуры во внешнем поле H=1 кЭ

После отжигов происходит расстекловывание аморфной фазы с формированием зерен магнитотвердой фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$ с входящими в ее состав Ti и C.

По уширению пиков на рентгенограммах с использованием метода Селякова-Шеррера определены размеры зерен магнитотвердой фазы. В случае «бестокового» образца размер зерен растет при увеличении температуры отжига с 45 до 200 нм, в то время как для «токового» от 35 до 75 нм.

По результатам проведенных магнитных измерений установлено изменение величины коэрцитивной силы (рис. 10) и удельной остаточной намагниченности от температуры отжига.

Более ранний рост и раннее падение H_c и σ_r сплава, полученного без пропускания электрического тока по струе расплава в процессе спиннингования, можно объяснить меньшей температурной устойчивостью его аморфной фазы, в сравнении с «токовым» сплавом. Вероятно, это связано с различием их исходного состава вследствие «ухода» части атомов Ti и C в фазы TiC и TiB в случае «токового» сплава.

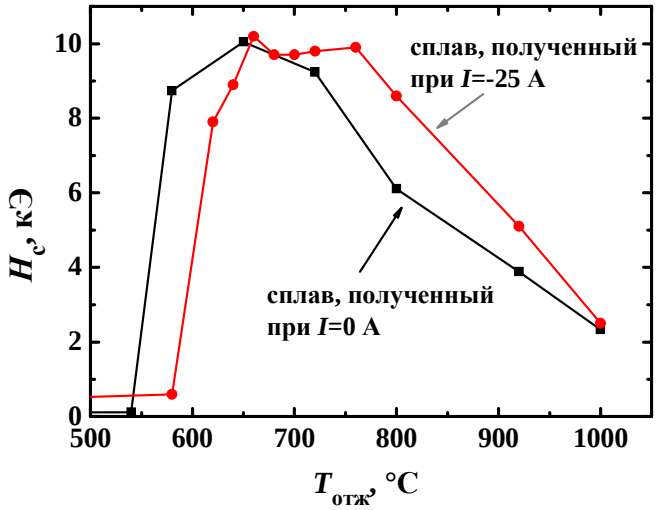


Рисунок 10 – Зависимости величин коэрцитивной силы сплавов, полученных методом электротокового спиннингования, от температуры отжига

Измерения в импульсных магнитных полях показали, что при температурах отжига меньше 720°С удельная намагниченность насыщения «токового» сплава меньше таковой «бестокового» сплава, а начиная с температуры отжига 720°С они практически совпадают.

Нисходящая ветвь петель гистерезиса имеет перегиб в области малых полей. Для определения причины его появления, проведены измерения σ(*H*) на образцах, представляющих собой порошки исследуемых БЗС, текстурованные в магнитном поле 4,3 кЭ и закрепленные парафином.

Намагниченность «токового» и «бестокового» сплавов, измеренная в направлении, параллельном оси текстуры, выше намагниченности, измеренной перпендикулярно. Можно предположить, что использованный метод спининговання (закалка на внутреннюю поверхность барабана) приводит к появлению кристаллографической текстуры зерен фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$ в некотором объеме флейкса, что проявляется при их измельчении в порошок до размеров частиц порошка близких к размерам таких областей и последующем текстуровании магнитным полем.

Для обнаружения анизотропии магнитных свойств флексов проведены измерения σ(*H*) в перпендикулярном к плоскости флейкса направлении, которые перестроены во внутреннее поле σ($H_в$). Для однозначности трактовки результатов измерений σ($H_в$) при приложении магнитного поля в плоскости и перпендикулярно плоскости флейкса, был изготовлен образец в виде куба.

По результатам сравнения предельных кривых размагничивания (рис. 11) видно, что ветвь σ($H_в$), измеренная в плоскости пластинок, имеет перегиб в области малых полей, а на ветви σ($H_в$), измеренной перпендикулярно им, такого перегиба не наблюдается. Представляется, что такое различие предельных кривых размагничивания обусловлено наличием довольно крупных и поэтому низкокоэрцитивных зерен фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$. ОЛН этих зерен частично ориентируются в плоскости флейкса («веерная» текстура). Поскольку коэрцитивность некоторых из них невелика, то при приложении обратного поля в плоскости флейкса происходит их перемагничивание при малых напряженностях размагничивающего поля. При измерениях σ($H_в$) перпендикулярно плоскости пластинок, ОЛН зерен фазы типа

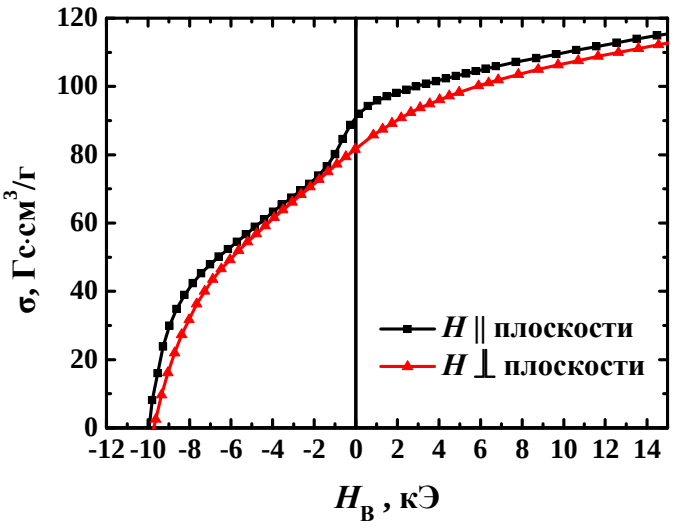


Рисунок 11 – Предельные кривые размагничивания кубического по форме образца во внутреннем поле, склеенного из пластинок флейксов сплава, для которого *I*=-25 А, при приложении магнитного поля в плоскости и перпендикулярно плоскости пластинок флейкса. $T_{отж}$=720°С

$Nd_2Fe_{14}B$ ориентированы перпендикулярно вектору магнитного поля и поэтому перегиба на ниспадающей ветви петли гистерезиса вследствие их легкого перемагничивания не наблюдается. По-видимому, при использованном способе получения БЗС, еще в аморфизованном состоянии возникают зародыши кристаллической фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$ с преимущественной ориентацией их осей **c** в плоскости флейкса. Проводимый последующий отжиг позволил лишь «вскрыть» эту текстуру.

Как было установлено, наилучшими магнитотвердыми свойствами обладают порошки, приготовленные из отожженного при 700°С «токового» сплава ($_JH_c$=9,5 кЭ, $_BH_c$=4,1 кЭ, B_r=6,9 кГс, $(B{\cdot}H)_{max}$=6,6 МГс·Э). Определенными достоинствами сплава являются возможность исходной аморфизации путем спиннингования расплава при относительно низких скоростях движения закалочной поверхности и перспектива создания (при нахождении подходящих параметров спиннингования и отжигов) текстуры нанозерен фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$, что позволит существенно повысить его магнитную энергоемкость

В заключении сформулированы основные результаты диссертационной работы:

1. При перемагничивании по предельной петле гистерезиса нанокристаллических сплавов на основе фазы $R_2Fe_{14}B$ (R=Nd, Pr) при температурах ниже 4 К обнаружено явление необратимого изменения намагниченности через скачки намагниченности. Показано, что данное явление может быть объяснено в рамках адаптированной на случай нанокристаллических сплавов модели двухстадийного перемагничивания, согласно которой первой стадией является инициирующее локальный нагрев перемагничивание отдельных зерен сплава (trigger), а второй – лавинное перемагничивание и сопутствующий нагрев соседних зерен (propagation).
2. Разработан метод определения констант МКА одноосного магнетика (K_1 и K_2) с учетом явлений анизотропии намагниченности насыщения и парапроцесса в легком и трудном направлениях. Для соединений $Nd_2Fe_{14}B$ и $Y_2Fe_{14}B$ определены величины этих констант и их температурные зависимости в интервале температур от 4,2 К до температуры Кюри.
3. Установлен факт независимости величин констант магнитокристаллической анизотропии соединения $Nd_2Fe_{14}B$ от приложенного гидростатического давления в интервале p=0 ÷ 7,5 кбар и диапазоне температур 4,2–300 К. Этот результат находится в полном согласии с постоянством температуры спонтанного спин-переориентационного перехода в указанном диапазоне давлений, установленным другими исследователями.
4. Исследовано влияние гидростатического давления на гистерезисные магнитные свойства нанокристаллических сплавов на основе фазы $R_2Fe_{14}B$ (R=Nd, Pr). Впервые показано, что приложение давления величиной 7,5 кбар вызывает у

сплавов с Nd рост коэрцитивной силы на 6-11% в зависимости от температуры измерения, а с Pr , такой рост отсутствует. Установлено, что факт роста величины коэрцитивной силы при приложении давления к образцам таких магнетиков, коррелирует с ослаблением энергии межзеренного обменного взаимодействия.

5. Показано, что пропускание электрического тока через расплав состава $Nd_9Fe_{74}B_{12}Ti_4C$ в процессе спиннингования способствует более быстрому охлаждению затвердевшего продукта и, как следствие, реализацию в нем более стабильного аморфного состояния. Кратковременные тепловые воздействия на такой материал приводят к формированию в нем достаточно выраженной «веерной» текстуры наноразмерных зерен фазы типа $Nd_2Fe_{14}B$.

МАТЕРИАЛЫ ДИССЕРТАЦИИ ОПУБЛИКОВАНЫ В РАБОТАХ:

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, рекомендованных ВАК РФ:

1. Bolyachkin A.S., Neznakhin D.S., Bartashevich M.I. Effect of Magnetization Anisotropy and Paramagnetic Susceptibility on Magnetization Process [Текст] // Journal of Applied Physics. – 2015. – Vol. 118. – P. 213902.
2. 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 [Текст] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2015. – Vol. 377. – P. 477-479.
3. Andreev S.V., Kozlov A.I., Neznakhin D.S., Markin P.E., Volegov A.S., Kudrevatykh N.V. Structure and Magnetic Properties of $Nd_9Fe_{74}B_{12}Ti_4C$ Rapidly Quenched Alloys Prepared by Melt Electrospinning Using Centrifuge Technique [Текст] // Inorganic Materials: Applied Research. – 2014. – Vol. 5, №2. – P. 95-101.
4. Андреев С.В., Козлов А.И., Незнахин Д.С., Маркин П.Е., Волегов А.С., Кудреватых Н.В. Структура и магнитные свойства быстрозаказенных сплавов $Nd_9Fe_{14}B_{12}Ti_4C$, полученных спиннингованием расплава по методу центрифуги [Текст] // Перспективные материалы.– 2013. – Т. 9. – С. 5-13.
5. Kudrevatykh N.V., Volegov A.S. Glebov A.V., Andreev S.V., Pushin V.G., Markin P.E., Neznakhin D.S. Microstructure and Magnetic Hysteresis in Nanocrystalline Nd-Fe-Co-B Alloys on the Base of $Nd_2Fe_{14}B$ Phase [Текст] // Solid State Phenomena. – 2011. – Vols. 168-169. – P. 420-423.
6. Кудреватых Н.В., Волегов А.С., Незнахин Д.С., Сабирьянова Э.А. Магнитный гистерезис в микро- и наноструктурированных сплавах системы РЗМ-3d-металл-бор на основе фазы $Nd_2Fe_{14}B$ в широком диапазоне температур [Текст] // Перспективные материалы. Специальный выпуск. – 2011. – Т. 11. – С. 185-190.

Другие публикации:

7. **D.S. Neznakhin**, A.S. Bolaychkin, A.S. Volegov, K. Nenkov, T.G. Woodcock, N.V. Kudrevatych, The Effects of Hydrostatic Pressure on Magnetic Properties of $Nd_2Fe_{14}B$ Alloy [Текст] // VI Euro-Asian Symposium «Trends in Magnetism» (Красноярск, 15-19 августа 2016 г.) : тез.докл. – Красноярск, 2016.
8. **Незнахин Д.С.**, Болячкин А.С., Волегов А.С., Андреев С.В., Маркин П.Е., Кудреватых Н.В., Необратимые процессы перемагничивания в наноструктурированных сплавах системы Nd-Fe-B в области низких температур [Текст] // XX Международная конференция по постоянным магнитам (Суздаль, 21-25 сентября 2015 г.) : тез. конф. – Москва, 2015. – С. 38-39.
9. **Neznakhin D.S.**, Volegov A.S., Markin P.E., Andreev S.V., Bolyachkin A.S., Kudrevatykh N.V., Low Temperatures Magnetization Reversal Process in Nd-Fe-B Nanostructured Alloys [Текст] // The 23st International Workshop on Rare-Earth and Future Permanent Magnets and Their Applications (Annapolis, USA, 17-21 August 2014) : труды конф. – Annapolis, Maryland, USA – P. 412-415.
10. **Neznakhin D.S.**, Kudrevatykh N.V., Volegov A.S., Andreev S.V., Magnetization reversal of Nd-Fe-B nanostructured alloys at low temperatures [Текст] // “Trends in MAGnetism” Nanomagnetism (Vladivostok, September 15-21 2013) : book of abstr. V Euro-Asian Symp. – Владивосток, 2013. – P. 88-89.
11. **Незнахин Д.С.**, Волегов А.С., Кудреватых Н.В., Андреев С.В. Процессы перемагничивания в наноструктурированных сплавах системы (Nd, Pr)-Fe-B в области низких температур [Текст] // V Байкальская международная конференция «Магнитные материалы. Новые технологии» (Иркутстк, 21-25 сентября 2012 г.) : материалы. – Иркутск, 2012. – С. 16.
12. Volegov A.S., Kudrevatykh N.V., **Neznakhin D.S.,** Bolyachkin A.S. The determination of an intergrain exchange interaction energy in nanostructured Nd-Fe-B type alloys [Текст] // The 19th International symposium on metastable, amorphous and nanostructured materials (Moscow, 18-22 June 2012 г.) : book of abstr.. – Moscow, 2012. – P. 214.
13. **Neznakhin D.S.**, Kudrevatykh N.V., Volegov A.S., Andreev S.V. A Pressure Influence on Magnetic Properties of Nd-Fe-B-type Nanostuctural Alloys [Текст] // Moscow International Symposium on Magnetism (21-25 августа 2011 г. Москва) : тез. докл. – Москва, 2011. – С. 136.
14. **Незнахин Д.С.**, Волегов А.С., Кудреватых Н.В., Андреев С.В. Магнитные свойства и структура нанокристаллического сплава $Nd_9Fe_{74}B_{12}Ti_4C$ [Текст] // XI Молодежная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (Екатеринбург, 15-21 ноября 2010 г.) : тез. докл. – Екатеринбург, 2010. – С. 52.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

[1] Matsuura Y. Recent development of Nd-Fe-B sintered magnets and their applications [Текст] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2006.– Vol. 303. – P. 344-347.
[2] Rong C.-b., Poudyal N., Liu J.P. Size-dependent spin-reorientation transition in $Nd_2Fe_{14}B$ nanoparticles [Текст] // Physics Letters A. – 2010. – Vol. 374. – P. 3967-3970.
[3] 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 [Текст] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2015.– Vol. 377. – P. 477-479.
[4] Kamarad J., Arnold Z., Schneider J. Effect of pressure on the curie and spin reorientation temperatures of polycrystalline $Nd_2Fe_{14}B$ compound [Текст] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1987. – Vol. 67. – P. 29-32.
[5] Mito M., Goto H., Nagai K., Tsuruta K., Deguchi H., Tajiri T., Konishi K. High pressure effects on isotropic $Nd_2Fe_{14}B$ magnet accompanying change in coercive field [Текст] // Journal of Applied Physics. – 2015. – Vol. 118. – P. 145901.
[6] Otani Y., Maiyajima H., Chikazumi S. Large Barkhausen jumps observed in Nd-Fe-B sintered magnets at very low-temperatures [Текст] // IEEE Transactions on Magnetics. – 1989.– Vol. 25, № 5.– P. 3431-3433.
[7] Otani Y., Coey J.M.D., Barbara B., Uehara M. Anomalous demagnetization process at very low-temperature in Nd-Fe-B magnets [Текст] // Journal of Applied Physics. – 1990.– Vol. 67, № 9.– P. 4619-4621.
[8] Baranov N.V., Sinitsyn E.V., Ignatyev E.A., Andreev S.V. Magnetization reversal of Nd-Fe-B sintered magnets at low-temperatures [Текст] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1994. – Vol. 130. – P. 133-137.
[9] Lileev A.S., Ayuyan A.G., Steiner W., Reissner M. Low-temperature magnetization reversal processes in permanent magnets based on $R_2T_{14}B$ [Текст] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1996.– Vol. 157. – P. 373.
[10] Розенфельд Е.В., Королев А.В. Низкотемпературная анизотропия намагниченности в ферромагнетиках с замороженным орбитальным моментом [Текст] // Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики. – 1995. – Т. 108, № 3. – С. 862.
[11] Alameda J.M., Givord D., Lemaire R., Lu Q. Co energy and magnetization anisotropies in RCo_5 intermetallics between 4.2-K and 300-K [Текст] // Journal of Applied Physics. – 1981.– Vol. 52, № 3. – P. 2079-2087.
[12] Yamada M., Kato H., Yamamoto H., Nakagawa Y. Crystal-field analysis of the magnetization process in a series of $Nd_2Fe_{14}B$-type compounds [Текст] // Physical Review B. – 1988. – Vol. 38. – №. 1. – P. 620.
[13] Sucksmith W., Thompson J.E. The magnetic anisotropy of cobalt [Текст] // Proceedings of the Royal Society of London A. – 1954.– Vol. 225. – P. 362-375.
[14] Bolyachkin A.S., Neznakhin D.S., Bartashevich M.I. Effect of Magnetization Anisotropy and Paramagnetic Susceptibility on Magnetization Process [Текст] // Journal of Applied Physics. – 2015. – Vol. 118. – P. 213902.
[15] Андреев А.В., Дерягин А.В. и др., Кудреватых Н.В., Мушников Н.В., Реймер В.А., Терентьев С.В. Магнетизм соединений$Y_2Fe_{14}B$, $Nd_2Fe_{14}B$ и их гидридов [Текст] // Журнал экспериментальной и теоретической физики. – 1985. – Т. 90, № 3. – С. 1042-1050.