

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

УДК 537.228.3

ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНОГО ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА СПЛАВА $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КЕРР-МИКРОСКОПИИ

© 2022 г. Т. А. Тааев^{a, b, *}, А. А. Амиров^{b, c}, А. М. Алиев^b, А. Чиркова^d,
И. В. Солдатов^{d, e}, Р. Шефер^{e, f}

^aДагестанский государственный университет, ул. М. Гаджиева, 43а, Махачкала, 367000 Россия

^bИнститут физики им. Х.И. Амирханова ДФИЦ РАН, ул. М. Ярагского, 94, Махачкала, 367015 Россия

^cБалтийский федеральный университет им. И. Канта, ул. А. Невского, 14, Калининград, 236041 Россия

^dТехнический университет Дармштадта, Дармштадт, 64287 Германия

^eИнститут твердого тела и материалов им. Лейбница (IFW) в Дрездене,
Институт металлических материалов, D-Дрезден, 01069 Германия

^fИнститут материаловедения, Технический университет Дрездена, Дрезден, 01062 Германия

*e-mail: taaev89@mail.ru

Поступила в редакцию 30.10.2021 г.

После доработки 22.12.2021 г.

Принята к публикации 27.12.2021 г.

С помощью широкопольного Керр-микроскопа был исследован магнитный фазовый переход в сплаве $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$. Получены температурные зависимости вращения плоскости поляризации на поверхности сплава в нулевом поле. Анализ полученных данных показал, что температура АФМ–ФМ перехода $T_{N, \text{нагр}} = 323.5$ К, а обратного ФМ–АФМ-перехода $T_{N, \text{охл}} = 317$ К. В магнитном поле 0.5 Тл температурный гистерезис смещается в область низких температур на 4 К. Впервые обнаружены магнитные полярные домены на поверхности образца, имеющие неупорядоченный лабиринтообразный характер.

Ключевые слова: магнитное охлаждение, фазовый переход, эффект Керра

DOI: 10.31857/S001532302204012X

ВВЕДЕНИЕ

Сохраняющийся на сегодняшний день интерес к изучению материалов с фазовыми переходами (ФП) I рода связан не только с перспективами их практического применения, но и фундаментальными аспектами, относящимися к исследованию природы взаимосвязи их магнитного и электронного состояний, и кристаллической структуры [1]. Одними из таких интересных явлений с прикладной точки зрения является магнетосопротивление и калорические эффекты, наблюдаемые в материалах с ФП I рода. Семейство сплавов на основе Fe–Rh является наиболее удобным модельным объектом для изучения природы магнитных фазовых переходов I рода, благодаря их простой кристаллической структуре, температурам фазовых переходов, близким к комнатным, и высоким значениям обнаруженных в них магнитокалорического [2, 3], барокалорического [4] и эластокалорического эффектов [5]. Сплавы $\text{Fe}_{1-x}\text{Rh}_x$ (Fe–Rh) с концентрацией x близкой к эквивалентной имеют кристаллическую структуру B2 с объемно-центрированной кубической решеткой ОЦК (тип CsCl) и

демонстрируют метамагнитный переход из антиферромагнитного (АФМ) в ферромагнитное (ФМ) состояние, при котором происходит изотропное расширение кристаллической решетки на $\Delta V/V \sim 1\%$ без изменения ее симметрии [6].

Для изучения материалов с магнитными фазовыми переходами наиболее широко применяются магнитометрические и калориметрические методы, связанные с измерениями намагниченности и теплоемкости при различных значениях приложенного внешнего магнитного поля [7, 8]. В настоящее время одним из наиболее распространенных инструментов для исследования намагниченности материалов является вибрационный магнитометр, впервые сконструированный в 60-х гг. XX в. Фонером [7]. А самым быстрым способом определения величины изобразной теплоемкости вещества в широком диапазоне температур является метод дифференциальной сканирующей калориметрии [8].

Одной из ключевых проблем в исследовании материалов с ФП I рода является их чувствительность к примесным фазам и дефектам, которые в

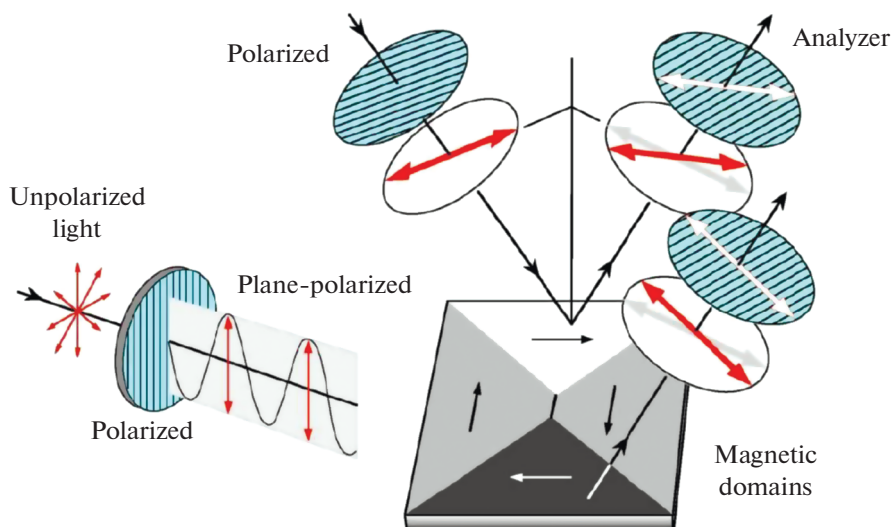


Рис. 1. Схематическое изображение хода лучей.

итоге влияют на параметры ФП (ширина и площадь гистерезиса, температура перехода). С другой стороны, нестабильность микроструктуры и гистерезисные эффекты, наблюдаемые при воздействии циклических магнитных полей, значительно ограничивают возможности их применения в качестве рабочих тел для систем магнитного охлаждения. Влияние микроструктуры на магнитные и магнитокалорические свойства сплава Fe–Rh было изучено в работах [4, 9].

В связи с этим для исследования кинетики ФП активно применяют альтернативные классическим методам экспериментальные подходы, такие как магнитно-силовая микроскопия, сканирующая холловская микроскопия, измерения ферромагнитного резонанса (ФМР) и др. [10–12].

Целью настоящей работы является исследование динамики фазового перехода и микромагнитной структуры материалов с ФП I рода на примере сплава Fe₄₉Rh₅₁ с использованием Керр-микроскопии, как одного из перспективных экспериментальных подходов, позволяющим в *in situ* режиме наблюдать за состоянием магнитной микроструктуры при ФП.

МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ

Широкопольный Керр-микроскоп хорошо зарекомендовал себя как наиболее универсальный и гибкий инструмент для исследования магнитных доменов. Метод основан на магнитооптическом эффекте Керра, т.е. на вращении плоскости поляризации линейно поляризованного света при отражении от непрозрачного магнитного образца, которое затем используют для формирования изображения магнитных доменов на поверхности образца (рис. 1). Типичный широ-

копольный микроскоп Керра основан на оптическом поляризационном отражающем микроскопе [13, 14].

Различают три типа эффекта Керра на основе относительной ориентации света, плоскости падения, плоскости поляризации света и ориентации намагниченности на поверхности: *продольный*, *полярный* и *поперечный*. Продольный и полярный эффекты приводят к вращению плоскости поляризации света, тогда как поперечный приводит к изменению амплитуды, а не к вращению плоскости поляризации отраженного света. Вращение плоскости поляризации пропорционально компоненте намагниченности вдоль направления распространения падающего светового луча [14]. Таким образом, контраст максимален для доменов с противоположным направлением намагниченности и при падении света вдоль этого направления (в полярной конфигурации – перпендикулярно плоскости образца).

На рис. 2 представлена схема установки для проведения измерений в полярном (*polar*) режиме при включении внешнего *in plane* магнитного поля. Магнитное поле создается с помощью двух электромагнитов с регулируемыми сердечниками, позволяющими получить максимальное значение магнитного поля до 1 Тл.

РЕЗУЛЬТАТЫ

С помощью Керр-микроскопа было проведено *in situ* наблюдение за температурной зависимостью магнитного контраста поверхности сплава Fe₄₉Rh₅₁ при нагревании и охлаждении, что позволяет определить температуры ФП из АФМ состояния в ФМ и наоборот (рис. 3, 4). Нагревание и охлаждение образца проводили со скоростью

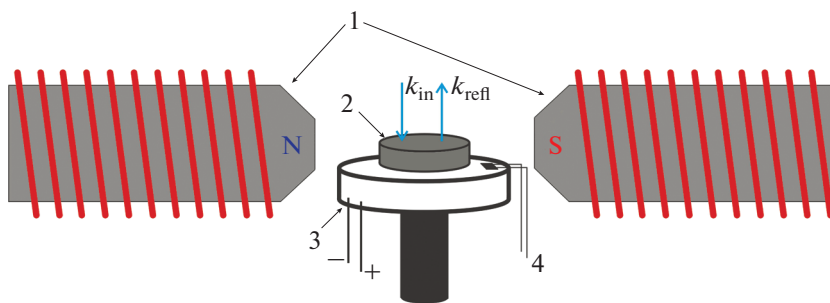


Рис. 2. Схема установки Керр-микроскопа для работы в полярном (*polar*) режиме: 1 – электромагнит, 2 – исследуемый образец, 3 – печь, 4 – термометр. k_{in} , k_{refl} – падающий и отраженный свет.

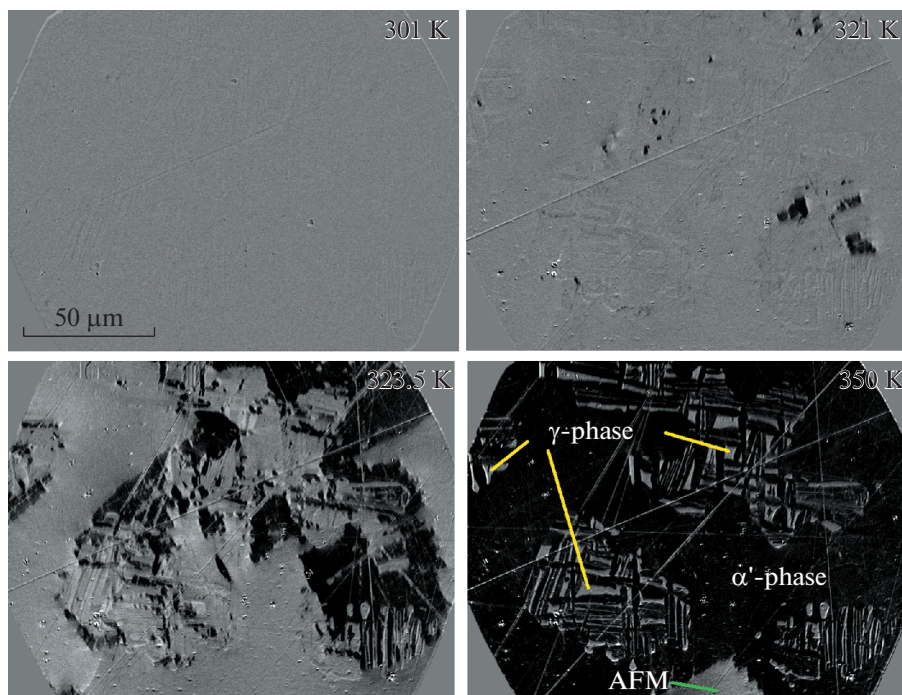


Рис. 3. Температурная зависимость магнитного контраста поверхности сплава $Fe_{49}Rh_{51}$ при нагревании от 300 до 350 К. α' -phase – магнитная фаза, γ -phase – парамагнитная фаза. AFM – остаточная область антиферромагнитной фазы.

1 К/мин. Все изображения поверхности были получены в 50-кратном увеличении в *polar* режиме, когда линейно поляризованный свет падает на поверхность образца под прямым углом (рис. 2) [14].

Как видно на рис. 3 и 4, отчетливо наблюдаются магнитная (яркость изображения меняется при фазовом переходе) и парамагнитная (области с неизменной яркостью) фазы.

Анализ изменения магнитного контраста показал, что в нулевом магнитном поле температура ФП из АФМ состояния в ФМ при нагревании происходит при температуре $T_{N, \text{нагр}} = 323.5$ К, а при охлаждении из ФМ в АФМ состояние при $T_{N, \text{охл}} = 317$ К (рис. 5). Ширина температурного гистерезиса при этом составила $\Delta T = 6.5$ К. Сто-

ит отметить, что заметные зародыши ФМ фазы на поверхности образца при нагревании наблюдаются уже при 318 К, а при температуре 350 К на поверхности все еще остается часть АФМ-фазы (рис. 3). Эти остаточные включения АФМ-фазы будут действовать как центры зародышеобразования при обратном ФМ–АФМ-переходе. Несмотря на то что глубина проникновения света в Керр-микроскопе около 20 нм и удается наблюдать эффекты, происходящие лишь на поверхности образца, наши результаты практически совпадают с данными, полученными другими методами. Согласно оценкам исследования температурной зависимости теплоемкости $C(T)_H$, проведенного с использованием стандартной релаксационной калориметрии (2-т метод), температура $T_{N, \text{нагр}} = 324$ К

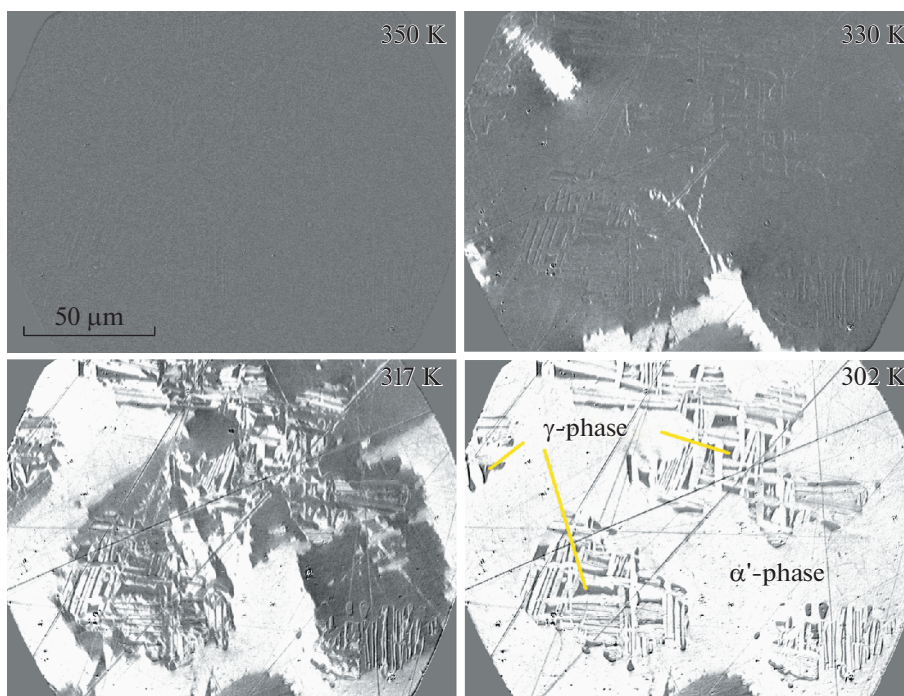


Рис. 4. Температурная зависимость магнитного контраста поверхности сплава $Fe_{49}Rh_{51}$ при охлаждении от 350 до 300 К. α' -phase – магнитная фаза, γ -phase – парамагнитная фаза.

соответствует прямому АФМ-ФМ переходу, наблюдаемому при нагреве в нулевом поле, а $T_{N, \text{охл}} = 316.5 \text{ K}$ – обратному ФМ-АФМ переходу при охлаждении (температурный гистерезис $\Delta T = 7.5 \text{ K}$) [9].

Для изучения кинетики фазового перехода сплава прикладывали внешнее *in plane* магнитное поле (рис. 2). При включении магнитного поля величиной 0.5 Тл температурный гистерезис смещается в область низких температур на 4 К (рис. 6). Наши результаты хорошо согласуются с экспери-

ментальными данными, полученными в работах [9, 15]. В данных работах было показано, что температура магнитоструктурного фазового перехода линейно смещается в область низких температур на $dT/dH = -8.5 \text{ K/Tл}$ [9] и $dT/dH = -7.2 \text{ K/Tл}$ [15], соответственно. Также в *polar* режиме были получены изображения магнитных доменов α' фазы сплава $Fe_{49}Rh_{51}$ (рис. 7) при температуре 350 К, когда образец находится в ферромагнитном состоянии. Для визуализации доменов и повышения контраста выполняли следующую процедуру,

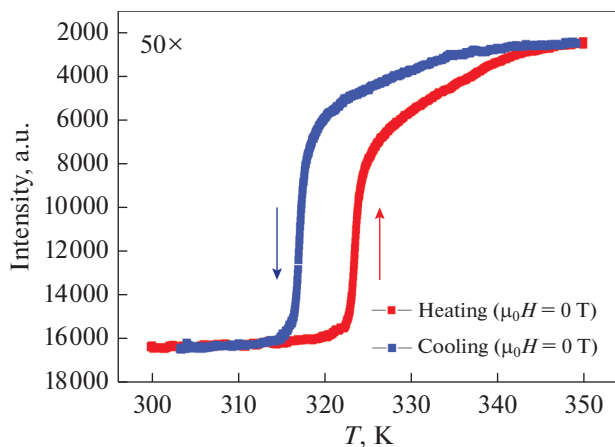


Рис. 5. Интенсивность магнитного контраста на поверхности сплава $Fe_{49}Rh_{51}$ в нулевом магнитном поле. Увеличение $50\times$.

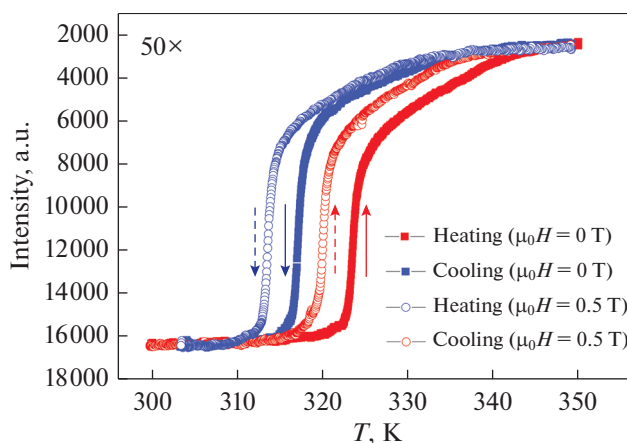


Рис. 6. Смещение температуры фазового перехода в магнитном поле 0.5 Тл.

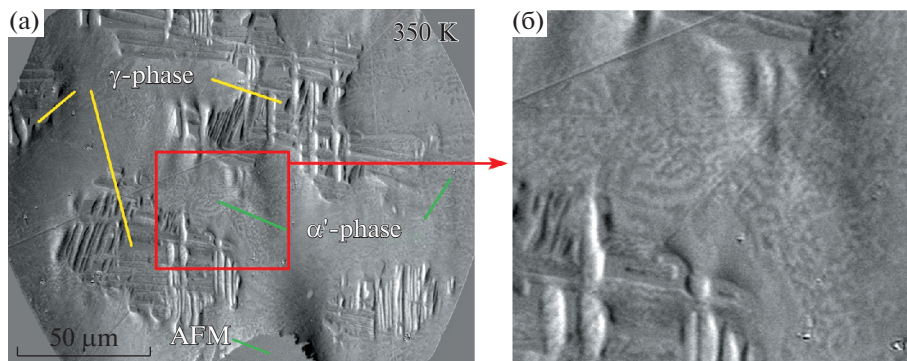


Рис. 7. (а) Полярные магнитные домены сплава $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ в ферромагнитном состоянии при температуре 350 К в нулевом магнитном поле; (б) увеличенное изображение участка с полярными доменами. α' -phase – магнитная фаза, γ -phase – парамагнитная фаза. AFM – остаточная область антиферромагнитной фазы.

известную как метод визуализации различий (*difference imaging technique*) [16]: к образцу прикладывают достаточное для насыщения магнитное поле (в нашем случае $\mu_0 H = 0.4$ Тл в плоскости). Затем внешнее магнитное поле выключают и получают изображения магнитных доменов на поверхности сплава.

На рис. 7 отчетливо видна парамагнитная γ -фаза, окруженная полярными доменами магнитной α' фазы, имеющими неупорядоченный лабиринтообразный вид.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Было продемонстрировано, что метод широкопольной Керровской микроскопии позволяет провести детальное исследование магнитного фазового перехода сплава $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ в широком интервале температур и внешнего магнитного поля. Анализ полученных данных показал, что температура фазового перехода из АФМ в ФМ состоянии происходит при 323.5 К, а обратный ФМ–АФМ-переход при 317 К. Температурный гистерезис линейно смещается в сторону низких температур на $dT/dH = -8$ К/Тл. Полученные результаты хорошо согласуются с экспериментальными и теоретическими данными, что позволяет использовать Керровскую микроскопию как бесконтактный прямой метод исследования фазового перехода I рода в *in situ* режиме. Более того, этот метод позволяет обнаружить на поверхности образца различные дефекты и примесные фазы, которые непосредственно влияют на характер и поведение ФП, а также получить картину магнитных доменов на поверхности сплава.

ФИНАНСИРОВАНИЕ

Работа выполнена при финансовой поддержке совместной программы Министерства науки и высшего образования Российской Федерации и немецкой служ-

бы академических обменов DAAD “Михаил Ломоносов/Иммануил Кант” (паспорт проекта № 2295-21).

СОБЛЮДЕНИЕ ЭТИЧЕСКИХ СТАНДАРТОВ

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sander D., Valenzuela S.O., Makarov D., Marrows C.H., Fullerton E.E., Fischer P., McCord J., Vavassori P., Mangin S., Pirro P. The 2017 Magnetism Roadmap // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2017. V. 50. P. 363001(1–33).
2. Zakharov A. Crystal lattice parameter and structural distortions in Fe-Rh alloy at phase transitions // *Fiz. Met. i Metalloved.* 1967. V. 24. P. 84–90.
3. Nikitin S.A., Myalikgulyev G., Tishin A.M., Annaorazov M.P., Asatryan K.A., Tyurin A.L. The magnetocaloric effect in $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ compound // *Phys. Lett. A.* 1990. V. 148. P. 363–366.
4. Aliev A.M., Batdalov A.B., Khanov L.N., Kamantsev A.P., Koledov V.V., Mashirov A.V., Shavrov V.G., Grechishkin R.M., Kaul A.R., Sampath V. Reversible magnetocaloric effect in materials with first order phase transitions in cyclic magnetic fields: $\text{Fe}_{48}\text{Rh}_{52}$ and $\text{Sm}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{MnO}_3$ // *Appl. Phys. Lett.* 2016. V. 109. P. 202407(1–5).
5. Stern-Taulats E., Planes A., Lloveras P., Barrio M., Tamarit J.-L., Pramanick S., Majumdar S., Frontera C., Mañosa L. Barocaloric and magnetocaloric effects in $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ // *Phys. Rev. B.* 2014. V. 89. P. 214105(1–8).
6. Nikitin S., Myalikgulyev G., Annaorazov M., Tyurin A.L., Myndyev R.W., Akopyan S.A. Giant elastocaloric effect in FeRh alloy // *Phys. Lett. A.* 1992. V. 171. P. 234–236.
7. Foner S. Vibrating sample magnetometer // *Rev. Sci. Instrum.* 1956. V. 27. № 7. P. 548.
8. Hohne G.W.H., Hemminger W.F., Flammersheim H.J. *Differential Scanning Calorimetry (Second Edition)*. Springer, Berlin, 2003).
9. Chirkova A., Bittner F., Nenkov K., Baranov N.V., Schulz L., Nielsch K., Woodcock T.G. The effect of the microstructure on the antiferromagnetic to ferromagnetic

- transition in FeRh alloys // *Acta Mat.* 2017. V. 131. P. 31–38.
10. *Komlev A.S., Karpenkov D.Y., Kiselev D.A., Ilina T.S., Chirkova A., Gimaev R.R., Usami T., Taniyama T., Zverev V.I., Perov N.S.* Ferromagnetic phase nucleation and its growth evolution in FeRh thin films // *J. Alloys and Comp.* 2021. V. 874. P. 159924(1–8).
 11. *Zverev V.I., Gimaev R.R., Miyanaga T., Vaulin A.A., Gubkin A.F., Kovalev B.B., dos Santos A.M., Lovell E., Cohen L.F., Zarkevich N.A.* Peculiarities of the phase transformation dynamics in bulk FeRh based alloys from magnetic and structural measurements // *JMMM.* 2021. V. 522. P. 167560(1–10).
 12. *Mancini E., Pressacco F., Haertinger M., Fullerton E.E., Suzuki T., Woltersdorf G., Back C.H.* Magnetic phase transition in iron–rhodium thin films probed by ferromagnetic resonance // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2013. V. 46. P. 245302(1–5).
 13. *Hubert A., Schäfer R.* *Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures.* N.Y.: Springer, 1998. P. 696.
 14. *Soldatov I.V., Schäfer R.* Selective sensitivity in Kerr microscopy // *Rev. Sci. Instrum.* 2017. V. 88. P. 073701(1–9).
 15. *Amirov A.A., Cugini F., Kamantsev A.P., Gottschall T., Solzi M., Aliev A.M., Spichkin Yu.I., Koledov V.V., Shavrov V.G.* Direct measurements of the magnetocaloric effect of Fe₄₉Rh₅₁ using the mirage effect // *J. Appl. Phys.* 2020. V. 127. P. 233905(1–7).
 16. *Schmidt F., Rave W., Hubert A.* Enhancement of magneto-optical domain observation by digital image processing // *IEEE Tran. Magn.* 1985. V. 21(5). P. 1596–1598.