

13,12

Исследование наноструктурированных магнитотвердых материалов системы Nd–Ho–Fe–Co–В методами атомно-силовой и магнитно-силовой микроскопии

© Н.В. Андреева¹, А.В. Филимонов¹, А.И. Рудской¹, Г.С. Бурханов^{2,3}, И.С. Терёшина^{2–4},
Г.А. Политова^{2,3}, И.А. Пелевин^{2,3}

¹ Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,
Санкт-Петербург, Россия

² Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН,
Москва, Россия

³ Международная лаборатория сильных магнитных полей и низких температур,
Вроцлав, Польша

⁴ Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,
Москва, Россия

E-mail: nvandr@gmail.com

(Поступила в Редакцию 18 марта 2016 г.)

Методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в комбинации с магнитно-силовой микроскопией (МСМ) исследовано наноструктурированное состояние ряда сплавов системы Nd–Ho–Fe–Co–В. Образцы в виде ленты толщиной $\sim 30 \mu\text{m}$ получены быстрой кристаллизацией расплава на вращающемся медном барабане. Одна часть образцов подвергалась гидрированию, другая — интенсивной пластической деформации. Методом АСМ исследовались в основном контактная и свободная поверхности ленточных образцов. Установлены особенности топографии, структуры, дефектов обеих поверхностей, морфологии магнитных включений исходных быстрозакаленных образцов и образцов, подвергнутых последующим внешним воздействиям. С использованием результатов АСМ и МСМ интерпретированы магнитные гистерезисные свойства объемных образцов того же состава.

Результаты получены в СПбПУ в рамках выполнения государственного задания Министерства образования и науки РФ, а также при поддержке грантов РФФИ № 16-03-00612-а и 16-33-60226-мол_а_дк.

1. Введение

Современные магнитотвердые материалы на основе соединений типа 2-14-1 представляют собой мультикомпонентные системы, магнитные гистерезисные свойства которых определяются структурно-фазовым состоянием [1–7]. Наиболее высокие значения намагниченности насыщения и константы магнитокристаллической анизотропии были обнаружены у соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ [2]. На его основе разработан материал с рекордным значением энергетического произведения $(BH)_{\text{max}} \sim 474 \text{ kJ/m}^3$ [8]. Все дальнейшие попытки синтеза новых соединений, превосходящих по своим магнитным гистерезисным свойствам $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, пока не увенчались успехом. Поэтому именно на основе соединений типа 2-14-1 продолжают разрабатывать новые материалы с заданным комплексом свойств, стабильных в широком температурном интервале, включающем низкие и криогенные температуры.

Проблема взаимосвязи магнитных характеристик со структурой и фазовым составом является крайне актуальной при разработке новых высокоэнергоемких магнитотвердых материалов. В последнее время особый интерес представляет исследование стабильности магнитных свойств таких материалов под воздействием различных внешних факторов. В связи с появлением и освоением

новых инновационных технологий представляется актуальным исследование влияния быстрой закалки [9–11], интенсивной пластической деформации [12–14] и наводороживания [15] на структуру и магнитные свойства материалов.

Возможность формирования структуры магнитотвердых материалов в наноразмерном диапазоне требует привлечения новых методов исследования, обеспечивающих разрешение вплоть до атомно-молекулярного уровня. Действительно, магнитометрия не позволяет в требуемом объеме изучить специфику магнитных свойств как функцию наноструктуры [16–25]. Методы сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, Оже-спектроскопии, мессбауэровской спектроскопии и другие также не дают достаточно полной информации, необходимой для анализа структуры в наноразмерном диапазоне. Поэтому в настоящей работе использовались методы атомно-силовой микроскопии (АСМ) и магнитно-силовой микроскопии (МСМ), которые позволили исследовать особенности рельефа поверхностных слоев нанозернистой структуры ленточных образцов, распределение магнитных моментов доменной структуры в микро- и наноразмерном диапазонах на поверхности образцов. Измерение особенностей топографии методом АСМ позволяет воспроизводить трехмерную структуру поверхности с пространственным разрешением порядка или меньше десяти нанометров [26–28].

С учетом отмеченного выше целью настоящей работы явилось:

- 1) продемонстрировать эффективность метода атомно-силовой микроскопии в комбинации с магнитно-силовой микроскопией для исследования наноструктурированных многокомпонентных магнитотвердых материалов на основе соединений типа 2-14-1;
- 2) показать взаимосвязь структуры и намагниченности приповерхностных слоев быстрозакаленных сплавов с магнитными гистерезисными свойствами их объемных аналогов.

Объектами исследования выбраны материалы системы Nd–Ho–Fe–Co–В, отличающиеся высокими значениями коэрцитивной силы и температурно-временной стабильностью. Исследовались быстрозакаленные ленточные образцы состава $(\text{Nd}_{0.55}\text{Ho}_{0.45})_{2.7}(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{14}\text{B}_{1.2}$ — как исходные, так и подвергнутые наводороживанию и интенсивной пластической деформации (ИПД).

2. Методы исследования и получения образцов

Основным методом исследования, используемым в настоящей работе, является метод АСМ. В основе работы атомно-силового микроскопа лежит непосредственное взаимодействие зондового датчика, или кантилевера, с поверхностью образца. Кантилевер представляет собой балку, на одном конце которой находится игла с радиусом закругления острия 10 нм. При сканировании поверхности образца сила взаимодействия острия зонда–поверхность изменяется, что приводит к смещению острия и, как следствие, к изменению изгиба балки, которое детектируется оптической системой регистрации положения кантилевера. Пропорционально изменению изгиба кантилевера меняется фототок в фотоприемнике оптической системы регистрации, что приводит к соответствующему изменению положения пьезосканера. Пьезосканер отодвигает или придвигает острие зонда к образцу так, чтобы сила взаимодействия острия зонда–поверхность поддерживалась на заданном уровне, и таким образом „отслеживает“ рельеф поверхности. Сила взаимодействия зонда АСМ с поверхностью имеет электромагнитную природу, в основе которой лежит межмолекулярное взаимодействие (силы Ван-дер-Ваальса), описываемое потенциалом Леннарда–Джонса (рис. 1, *a*). Помимо сил Ван-дер-Ваальса между зондом и поверхностью образцов могут действовать дальнедействующие электрические и магнитные силы. В процессе таких исследований поверхность не модифицируется. Не требуется также и специальной подготовки образцов перед исследованием. При сканировании поверхности в полуконтактном режиме регистрируются изменения характеристик колеблющегося зонда. Метод АСМ позволяет получать изображение поверхности с очень высокой точностью. Его разрешающая способность может достигать 0.1–1 нм по горизонтали и 0.01 нм по вертикали [26].

В настоящей работе топография поверхностной структуры исследуемых образцов изучалась на атомно-силовом микроскопе ИНТЕГРА Прима (ЗАО „НТ-МДТ“, Россия). Сканирование поверхности осуществлялось кремниевыми зондами NSG10 (ЗАО „НТ-МДТ“, Россия) с радиусом закругления острия 10 нм, резонансной частотой, лежащей в диапазоне 140–390 кГц, и константой жесткости 3.1–37.6 Н/м.

При сканировании в режиме МСМ используется зонд, покрытый слоем ферромагнетика с заданной удельной намагниченностью. Каждое выбранное направление сканируется в этом методе дважды: при первом проходе измеряется топография поверхности; при втором проходе зонд отводится от поверхности на расстояние, при котором дальнедействующие магнитные силы преобладают над межмолекулярными силами Ван-дер-Ваальса. Зависимость энергии магнитного взаимодействия острия зонда–поверхность образца от расстояния между ними при наличии магнитных взаимодействий представлена на рис. 1, *b*. При втором проходе сканирование осуществляется по полученной при первом проходе линии рельефа, и поэтому отклонение зонда обусловлено только магнитными силами [27,28]. Как правило, расстояние, на которое зонд отводится от поверхности, определяется типом исследуемого образца. В наших исследованиях оно составляло 150–400 нм. Для экспериментов были выбраны кремниевые зонды с магнито жестким покрытием MFMHC (ЗАО „НТ-МДТ“, Россия), радиусом закругления острия 40 нм, резонансной частотой в диапазоне 47–90 кГц и константой жесткости 1.2–6.4 Н/м.

В работе были исследованы быстрозакаленные ленточные образцы состава $(\text{Nd}_{0.55}\text{Ho}_{0.45})_{2.7}(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{14}\text{B}_{1.2}$ (как исходные, так и подвергнутые наводороживанию и ИПД). На каждом этапе подготовки образцов их химический состав контролировался рентгенофлуоресцентным спектрометром фирмы „РЕАН“ (ЗАО „Научные приборы“). Магнитные гистерезисные свойства образцов исследовались с помощью стандартного SQUID-магнитометра в полях до 60 кОе при температуре 300 К.

Сами образцы $(\text{Nd}_{0.55}\text{Ho}_{0.45})_{2.7}(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{14}\text{B}_{1.2}$ были приготовлены по известной технологии с использованием индукционной вакуумной плавки. Для получения наноструктурированной ленты размером $\sim (10 \times 1.5 \times 0.03)$ мм проводились повторное расплавление образцов и кристаллизация расплава на быстро вращающемся медном барабане ($V_S = 15$ м/с). Фазовый состав ленты определялся на рентгеновском дифрактометре (Дрон-3М, излучение $\text{CuK}\alpha$). При соотношении компонентов $(\text{Nd}_{0.55}\text{Ho}_{0.45})_{2.7}(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{14}\text{B}_{1.2}$ он состоял на 90% из фазы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Остальное приходилось на магнитомягкую фазу $R\text{Fe}_2$, аморфную фазу и немагнитные оксиды редкоземельных металлов. Объем аморфной фазы находился в пределах 5%. Фаза $\alpha\text{-Fe}$ не обнаружена. Выбранные составы и технологические режимы получения ленточных образцов исключили их фазовое расслоение, возможное при быстрой закалке из расплава.

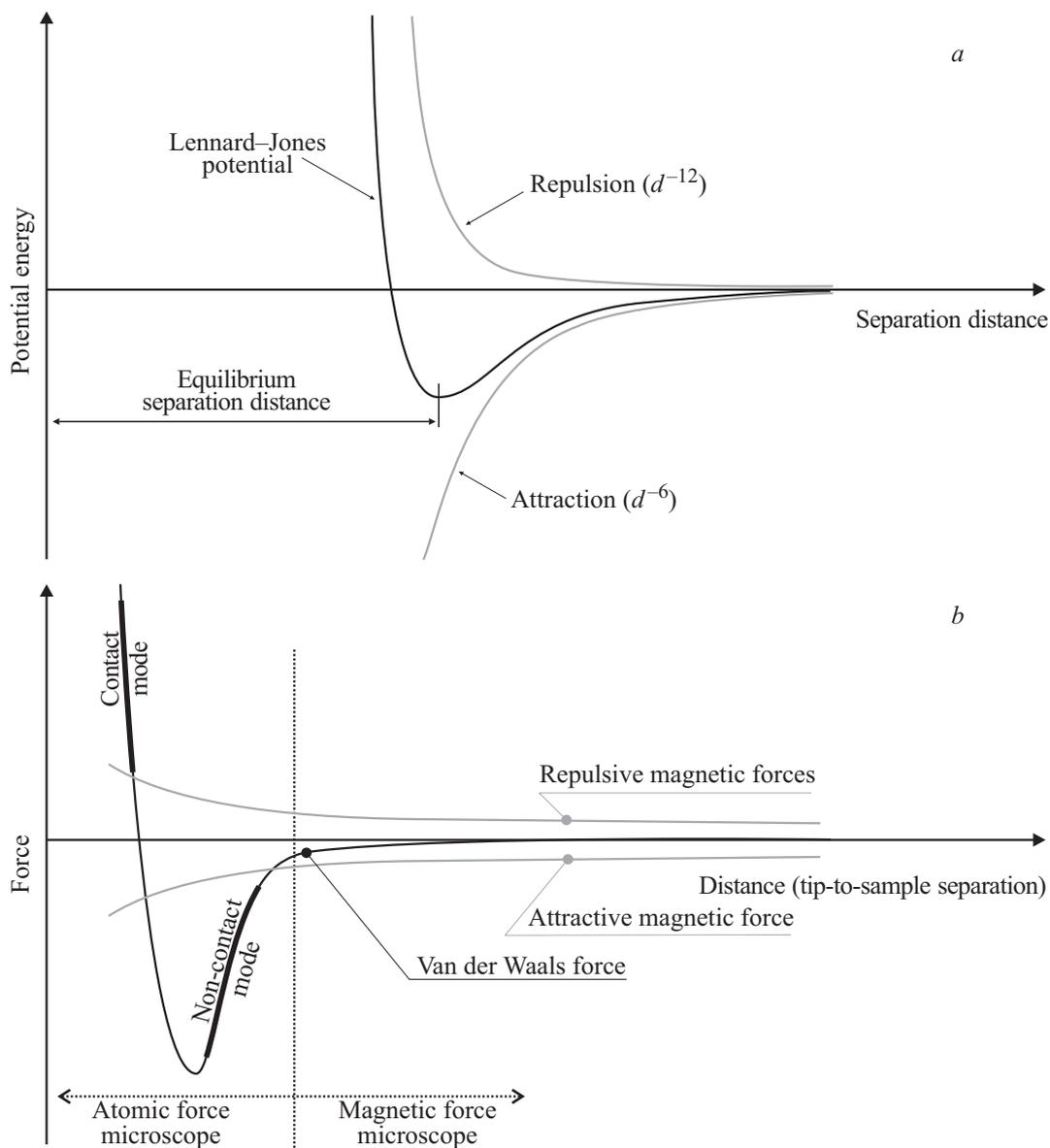


Рис. 1. Потенциал Леннарда–Джонса межмолекулярного взаимодействия (а) и энергия магнитного взаимодействия зонд–поверхность образца в зависимости от расстояния между ними при наличии магнитных взаимодействий (б).

Для гидрирования ленточных образцов использовался водород с суммарным содержанием примесей $10^{-3} - 10^{-4}$ vol.%, полученный разложением $\text{LaNi}_5\text{H}_{6+x}$. Реакция протекала при давлении водорода 13 атмосфер и температуре нагрева образцов, не превышающей 250°C . Анализ дифрактограмм подтвердил образование гидридной фазы без сегрегационных выделений железа. Количество поглощенного водорода, равное 3 ат.Н/ф.у., определялось по уравнению Ван-дер-Ваальса

$$p(V - nb) = nRT, \quad (1)$$

где n — количество водорода (моль), b — коэффициент Ван-дер-Ваальса, равный $26.62902 \text{ cm}^3/\text{mol}$ для реакции с водородом.

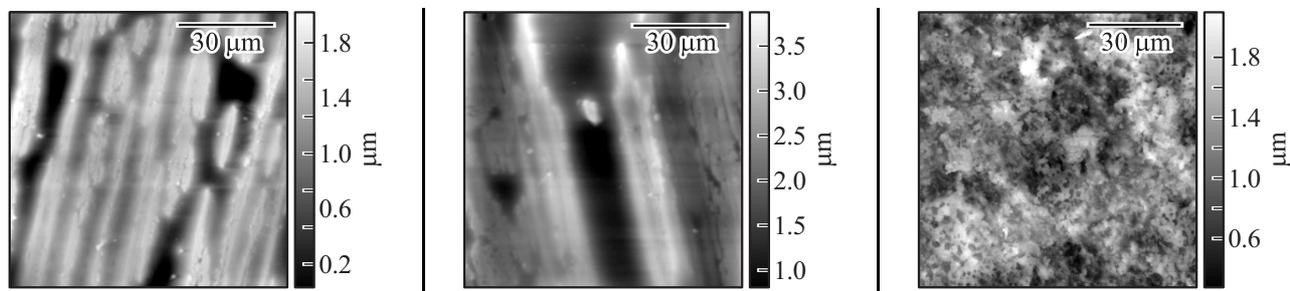
ИПД исследуемых образцов проводилась на наковальнях Бриджмена кручением на пять оборотов под гидростатическим давлением 5 GPa в направлении, перпендикулярном плоскости ленты при комнатной температуре.

3. Обсуждение результатов

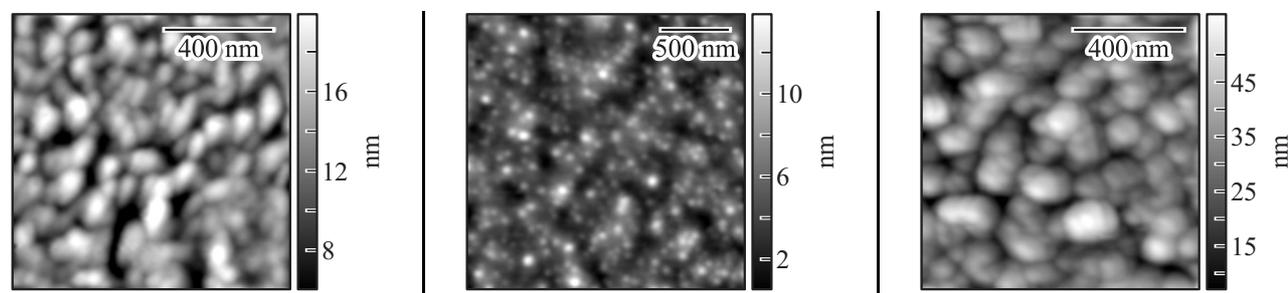
Исследование топографии исходных ленточных образцов, а также образцов после наводороживания и после ИПД методом АСМ позволило проанализировать их структурные особенности. Измерения образцов проводились на стороне, которая находилась в контакте с медным барабаном, и на противоположной (свободной) стороне, а также на скеле образца. Измерения реали-

(Nd, Ho) ₂ (Fe, Co) ₁₄ B rapid quench	(Nd, Ho) ₂ (Fe, Co) ₁₄ B rapid quench + Hydrogen	(Nd, Ho) ₂ (Fe, Co) ₁₄ B rapid quench + SPD
I	II	III

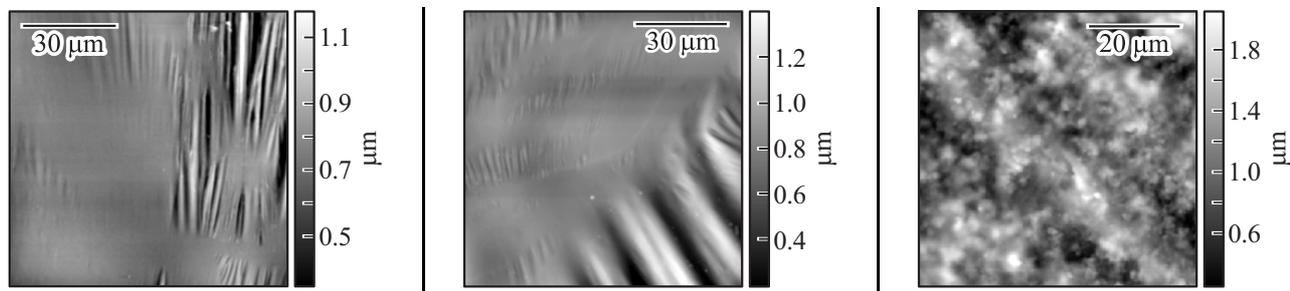
a) Topography of the sample contact surface on microscale



b) Topography of the sample contact surface on nanoscale



c) Topography of the sample free surface on microscale



d) Topography of the sample free surface on nanoscale

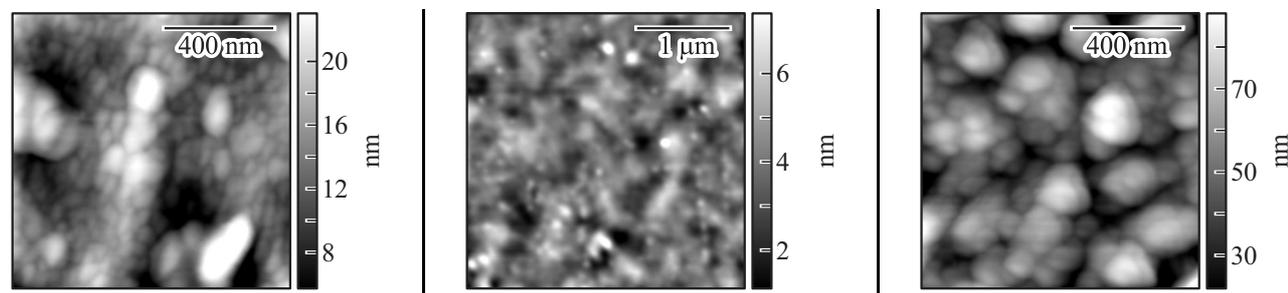


Рис. 2. Топография и нанозеренная структура контактной (*a, b*) и свободной (*c, d*) поверхностей ленточных образцов (Nd, Ho)₂(Fe, Co)₁₄B: исходных (после быстрой закалки из расплава) и подвергнутых последующей обработке — гидрированию и ИПД (SPD).

звались в двух масштабах: микронном (при размере скана более $50 \times 50 \mu\text{m}$), и наноразмерном (размер исследуемой области составлял порядка $1.5 \times 1.5 \mu\text{m}$).

Наблюдение топографии поверхности в микронном масштабе позволяет изучить особенности ее структуры, размеры зерен, которые составляют единицы и десятки

микрометров. Использование наномасштаба позволяет наблюдать особенности рельефа поверхности, по размерам сравнимые с радиусом кривизны острия кантилевера атомно-силового микроскопа. Полученные особенности рельефа поверхности ленточных образцов представлены на рис. 2.

Анализ полученных результатов на микронном уровне позволяет сделать вывод об аналогии топографической структуры контактных поверхностей исходных быстрозакаленных образцов и образцов после наводороживания (столбцы I и II, рис. 2, *a*). На их контактной поверхности наблюдаются трещины, ориентированные в одном направлении. Размеры ширины и глубины трещин варьируются от нескольких микрометров до сотен нанометров. Можно предположить, что возникновение на контактной поверхности трещин связано с быстрой кристаллизацией расплава на медном водоохлаждаемом барабане в результате резкого температурного градиента и больших термических напряжений. Контактная поверхность ленты после ИПД имеет принципиальное отличие от двух предыдущих образцов (столбец III, рис. 2, *a*). Наблюдается явно выраженная пористая структура. Образование пор связано с возникновением кристаллических дефектов в результате интенсивной пластической деформации и их последующей коагуляцией в локальных областях.

Рассмотрим далее особенности рельефа контактной поверхности, выявленные на наноуровне. Как следует из рис. 2, *b*, поверхность всех трех исследуемых ленточных образцов имеет зернистую структуру. Отметим особенности наблюдаемых зерен каждого из них. Зерна на контактной поверхности исходного образца (чаще всего овальной формы) ориентированы вдоль одного направления на поверхности (столбец I, рис. 2, *b*). Их средний размер, определяемый как радиус эквивалентного диска, составляет 60 нм. Зерна после наводороживания приобретают правильную округлую форму (столбец II, рис. 2, *b*). Их средний размер составляет 45 нм. Наиболее сложной с точки зрения количественного анализа является контактная поверхность образца после ИПД (столбец III, рис. 2, *b*). Зерна в этом случае приобретают овальную форму и объединяются в кластеры в количестве 3–5 штук. Определен средний размер зерна, который равен 115 нм. Отметим, что в зависимости от места на поверхности он может изменяться в пределах 30%. Кластерное образование из единичных зерен может существенно сказаться на многих свойствах, в том числе магнитных.

Исследование свободной поверхности образцов в микронном масштабе также свидетельствует об аналогии рельефа поверхности исходных образцов и образцов после гидрирования (столбцы I и II, рис. 2, *c*). Наблюдается преимущественно гладкая поверхность с ориентированной волнистой структурой в локальных областях. Заметим, что размеры наблюдаемой волнистой структуры после гидрирования более крупные, что коррелирует с размерами трещин на противоположной (контактной) поверхности. Однако контактная поверхность этих образцов относительно равномерно покрыта трещинами,

а волнистая структура проявляется лишь на некоторых участках свободной поверхности. Структурная топография образца после ИПД на микромасштабном уровне на свободной поверхности радикально отличается от наблюдаемой для исходного и наводороженного образцов (столбец III, рис. 2, *c*). Рельеф контактной и свободной сторон ленты после ИПД на микронном уровне имеет больше сходства, чем в случаях исходных образцов и образцов после гидрирования. Отличие заключается только в большей „сглаженности“ пористой структуры свободной поверхности по сравнению с контактной.

При исследовании в наномасштабном диапазоне установлено сходство структуры контактной и свободной поверхностей после ИПД быстрозакристаллизованного ленточного образца (столбец III, рис. 2, *b* и *d*).

Топография скола исследовалась на расстоянии приблизительно 10 μm в глубь образца со стороны обеих поверхностей, а также в центре самого скола. Анализ полученных результатов показал, что топография на сколе ближе к контактной поверхности сходна с топографией самой поверхности как по характеру, так и по результатам количественного анализа зернистости. Топография скола вглубь от свободной поверхности представлена пластинками микронных размеров с вкраплениями отдельных зерен. Можно предположить, что зерна на контактной поверхности связаны между собой слабее, чем зерна на свободной поверхности. Поэтому топография на сколе образца вблизи разных поверхностей имеет различный характер. Поскольку со стороны свободной поверхности образец скалывается микронными пластинами, зерна в приповерхностном слое около свободной поверхности связаны сильнее между собой. В центре образца преобладает „пластинчатый“ тип топографии, однако площадь, занимаемая зернистой фракцией, становится больше, чем у свободной поверхности, в то время как размеры самих зерен уменьшаются. И хотя наши исследования скола носят предварительный характер (поскольку для таких исследований необходимо набрать определенную статистику), тем не менее хотелось бы отметить, что эти данные хорошо согласуются с данными, полученными с помощью сканирующей электронной микроскопии, выполненной для быстрозакаленных сплавов $(\text{Nd}_{0.55}\text{Ho}_{0.45})_{2.7}(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{14}\text{B}_{1.2}$ [21].

Информация о топографии поверхностей и структурных особенностях приповерхностных слоев ленточных образцов, полученная методом АСМ, может быть существенным образом дополнена результатами МСМ. МСМ позволяет оценить однородность намагниченности, магнитного поля образца, получить информацию о доменной структуре, присутствии магнитных включений, кластеров. В совокупности все эти данные определяют уровень магнитных гистерезисных свойств, а главное — их температурно-временную стабильность.

Если представить зонд в виде одиночного магнитного диполя с магнитным моментом m , то сила, действующая на магнитный диполь в поле $\mathbf{H}(P)$, определяется выражением $\mathbf{f} = \text{grad}(\mathbf{mH})$. В однородном магнитном поле

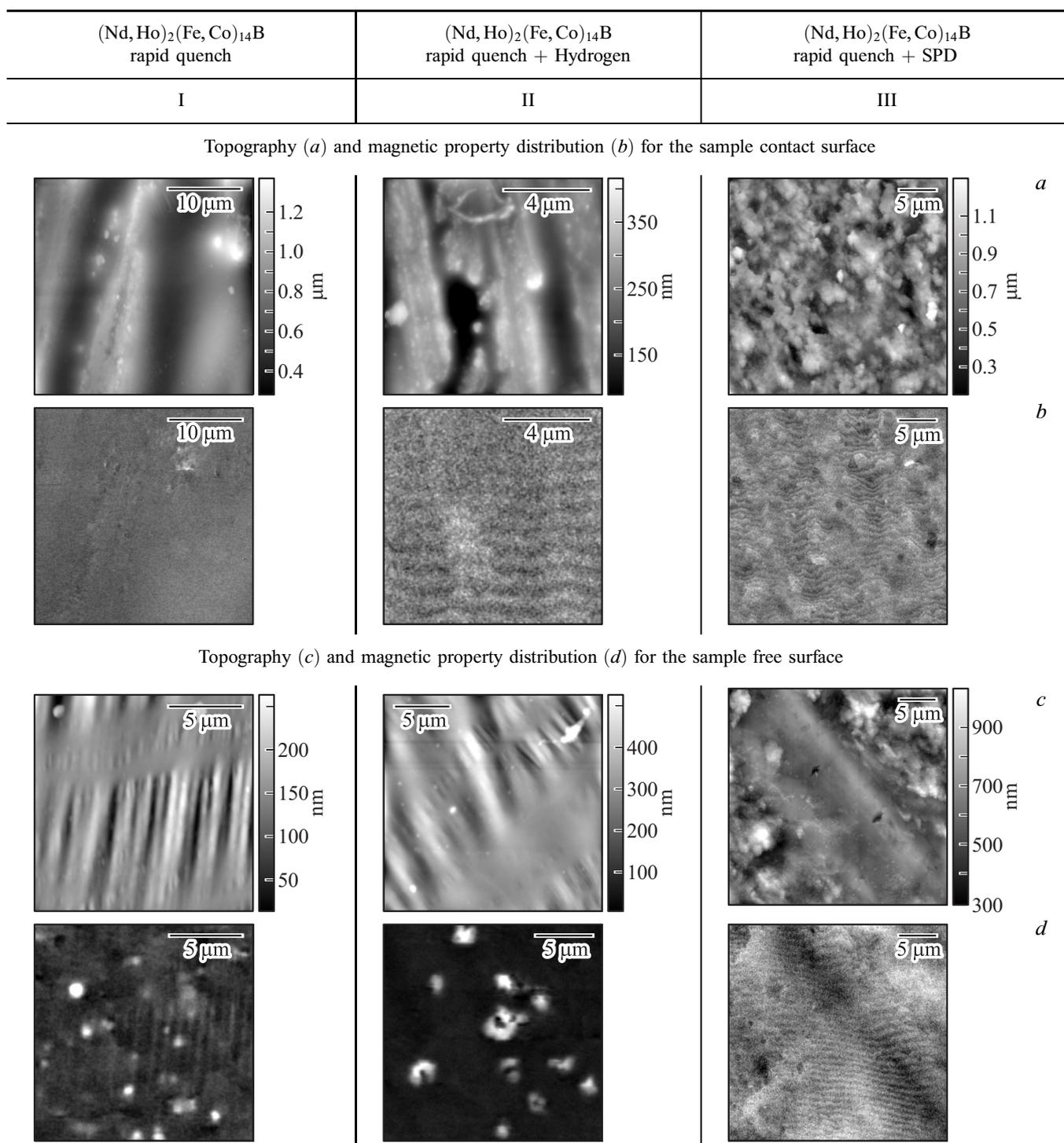


Рис. 3. Магнитная структура контактной и свободной поверхностей ленточных образцов (Nd, Ho)₂(Fe, Co)₁₄B: исходных (после быстрой закалки из расплава) и подвергнутых последующей обработке — гидрированию и ИПД.

$\mathbf{f} = 0$. В неоднородном поле диполь втягивается в область с большей напряженностью $\mathbf{H}(\mathbf{r}^3)$. Регистрируемая сила магнитного взаимодействия в поле при движении зонда над доменом будет практически постоянной. При прохождении кантилевера над доменной стенкой наблюдается несколько сглаженный скачок фазы и амплитуды

резонансных колебаний, что соответствует изменению градиента силы. Частица наблюдается как белый или черный эллипс, если вектор ее намагниченности направлен ортогонально поверхности, или будет черно-белой поровну, если вектор намагниченности лежит в плоскости образца.

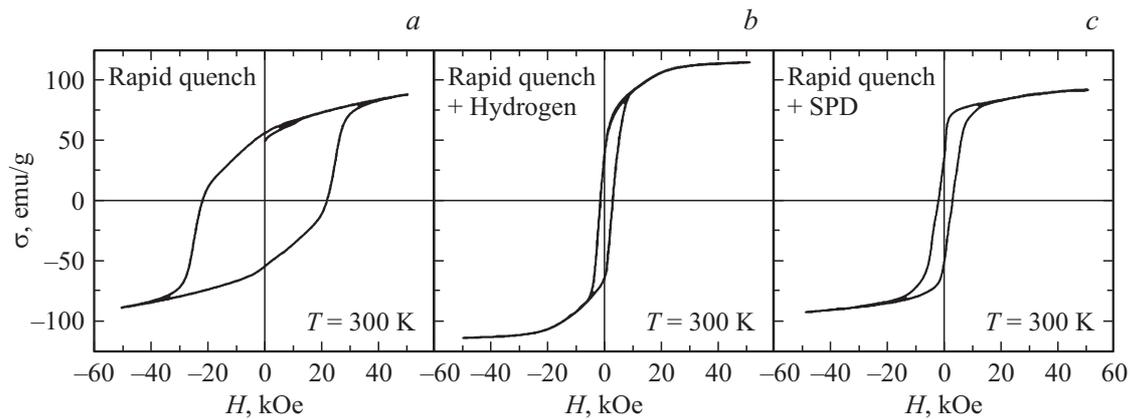


Рис. 4. Петли магнитного гистерезиса при комнатной температуре для образцов $(\text{Nd, Ho})_2(\text{Fe, Co})_{14}\text{B}$: исходных (после быстрой закалки из расплава) (а) и подвергнутых последующей обработке — гидрированию (б) и ИПД (с).

Нами установлено некоторое сходство магнитной структуры при исследованиях с помощью МСМ исходных образцов и образцов после гидрирования (столбцы I и II, рис. 3, а). На контактной поверхности образца после гидрирования наблюдается слабая модуляция намагниченности с периодом порядка $1 \mu\text{m}$ (столбец II, рис. 3, б). Однако наблюдаемая модуляция наводороженного образца не коррелирует со структурными особенностями топографии его поверхности. В то же время на контактной поверхности исходных быстрозакаленных образцов наблюдается преимущественно однородное распределение намагниченности при слабовыраженной ее модуляции в отдельных местах (столбец I, рис. 3, б).

Существенно более выраженная волнообразная модуляция в распределении намагниченности на контактной поверхности образца проявляется после ИПД (столбец III, рис. 3, б). Распределение намагниченности на свободной поверхности этого же образца имеет тот же характер, что и на контактной (столбец III, рис. 3, д). На свободной поверхности быстрозакаленных образцов и образцов после гидрирования (столбцы I и II, рис. 3, д) наблюдаются единичные магнитные кластеры, чаще всего круглой формы. Магнитный момент единичных кластеров на свободной поверхности быстрозакаленных образцов ориентирован ортогонально поверхности. Размеры наблюдаемых кластеров варьируются от сотен нанометров до единиц микрометров. Можно предположить, что ортогональная ориентация магнитного момента кластеров обусловлена влиянием зонда с магнитомягким покрытием, который своим полем „переключает“ или ориентирует магнитный момент наблюдаемых кластеров в процессе сканирования. На свободной поверхности наводороженного образца (столбец II, рис. 3, д) также наблюдаются единичные кластеры, размеры которых заметно увеличились по сравнению с исходным образцом. Результаты исследования распределения намагниченности на свободной поверхности показали, что магнитный момент более крупных кластеров не имеет четкой ориентации в отличие от случая более мелких кластеров, для которых он ориентирован ортогонально поверхности.

Следует отметить, что одной из важнейших задач при разработке магнитотвердых материалов является достижение высокой степени однородности и воспроизводимости магнитных свойств, что в значительной степени определяет такие важные показатели, как температурная и временная стабильность постоянных магнитов. Известно, что деградация магнитных свойств начинается с участков, которым присуще значительное отклонение их основных магнитных характеристик от средних по объему. Особенно это свойственно поверхностным участкам вследствие, например, происходящих в них окислительных процессов. Поэтому далее нами было выполнено исследование магнитных гистерезисных свойств объемных образцов (рис. 4), результаты которого сопоставлены с особенностями магнитной структуры приповерхностных слоев, установленными с помощью МСМ. Обнаружено, что при скорости закалки из расплава $V_S = 15 \text{ m/s}$ на ленточных образцах $(\text{Nd}_{0.55}\text{Ho}_{0.45})_{2.7}(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{14}\text{B}_{1.2}$ при комнатной температуре удается реализовать высококоэрцитивное состояние (коэрцитивная сила $jH_c \approx 20 \text{ kOe}$). Наводороживание до 3 at.H/f.u. приводит, с одной стороны, к небольшому увеличению спонтанной намагниченности, а с другой — к резкому снижению коэрцитивной силы до значений $jH_c \approx 1.5 \text{ kOe}$. Причина деградации магнитных гистерезисных свойств в результате гидрирования связана с резким уменьшением константы одноосной магнитной анизотропии и, как видно из данных МСМ, с увеличением размера магнитомягких кластеров на поверхности, способствующих быстрому перемагничиванию всего объема образца.

В результате проведенного комплексного исследования можно сделать вывод в том числе и о влиянии гидрирования на обменную связь между магнитотвердой фазой и возросшей по объему магнитомягкой фазой. Изменение соотношения магнитных фаз и изменение обменной связи между ними, как видно из наших экспериментальных данных, не позволяют сохранить высокие гистерезисные характеристики исходного быстрозакаленного образца после его наводороживания.

Образцы, подвергнутые интенсивной пластической деформации, демонстрируют достаточно узкие петли магнитного гистерезиса, как и наводороженные образцы. При комнатной температуре коэрцитивная сила $jH_c = 2.2 \text{ kOe}$. Однако причина деградации магнитных гистерезисных свойств этих образцов, по-видимому, имеет несколько другую природу. Она связана прежде всего с неоднородностями кристаллической нанозеренной структуры, присутствием аморфной фазы, наличием выделенных направлений и, как следствие, магнито-стрикционных эффектов.

4. Заключение

Исследование материалов с наноразмерными зернами и кластерами требует использования новых методик и подходов. Формирование нанокристаллической структуры играет особую роль при разработке технологии получения магнитотвердых материалов. Важно при этом изучить основные механизмы ее формирования. На примере магнитотвердых материалов на основе наиболее хорошо зарекомендовавшего себя соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ показаны эффективность и информативность АСМ- и МСМ-методов исследования структуры и магнитного состояния в наноразмерном диапазоне наряду с другими методами (сканирующей электронной микроскопией, магнитометрией). Топография контактной и свободной поверхностей ленточных образцов, межзеренная связь, морфология нанозерен и кластеров в приповерхностных слоях, размер частиц и однородность их распределения, домены, ферромагнитные включения, распределение намагниченности — таков перечень информации, полученной для многокомпонентных сплавов $(\text{Nd}_{0.55}\text{Ho}_{0.45})_{2.7}(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{14}\text{B}_{1.2}$. Установлена взаимосвязь магнитных гистерезисных свойств объемных образцов с отдельными элементами нанокристаллической зеренной и магнитной структур. Показано, что экстремальные внешние воздействия, такие как интенсивная пластическая деформация и наводороживание, могут повлиять на наноструктурированное состояние материала, его однородность и привести к деградации магнитных гистерезисных свойств. Локальные неоднородности кристаллической наноструктуры могут стать теми центрами, в которых происходят процессы перемагничивания, постепенно захватывающие весь объем образца. Отсюда актуальность проблемы температурно-временной стабильности, а также противодействия различного рода внешним воздействиям как в процессе эксплуатации, так и в технологическом процессе получения магнитотвердых материалов.

Авторы выражают благодарность Н.В. Кудреватых за подготовку исходных ленточных образцов быстрозакаленных сплавов, В.Н. Вербецкому и А.А. Саламовой, выполнившим гидрирование образцов, и С.В. Добаткину за проведение интенсивной пластической деформации.

Список литературы

- [1] Г.С. Бурханов, И.М. Миляев, В.С. Юсупов. Перспективные материалы *11*, 208 (2011).
- [2] J.F. Herbst. *Rev. Mod. Phys.* **63**, 819 (1991).
- [3] M. Sagawa, S. Fujimura, M. Tagawa, Y. Matsuura. *J. Appl. Phys.* **55**, 2083 (1984).
- [4] L. Withanawasam, G.C. Hadjipanayis, R.F. Krause. *J. Appl. Phys.* **76**, 6646 (1994).
- [5] J.M.D. Coey. *J. Magn. Magn. Mater.* **248**, 3, 441 (2002).
- [6] K.H.J. Buschow. *Mater. Sci. Rep.* **1**, 1 (1986).
- [7] O. Gutfleisch, M.A. Willard, E. Bruck, C.H. Chen, S.G. Sankar, J.P. Liu. *Adv. Mater.* **23**, 821 (2011).
- [8] Y. Matsuura. *J. Magn. Magn. Mater.* **303**, 344 (2006).
- [9] J.J. Croat. *Less-Common Met.* **148**, 7 (1989).
- [10] L. Shultz. In: *Science and technology of nanostructured magnetic materials*. NATO ASI Ser./ Eds G.C. Hadjipanayis, G.A. Prinz. Springer (1990). V. 259. P. 583.
- [11] A.M. Gabay, A.G. Popov, V.S. Gaviko, Ye.V. Belozеров, A.S. Yermolenko. *J. Alloys Comp.* **245**, 1–2, 119 (1996).
- [12] Р.З. Валиев, И.В. Александров. Объемные наноструктурные металлические материалы. Академкнига, М. (2007). 397 с.
- [13] I. Tereshina, E. Tereshina, G. Burkhanov, S. Dobatkin. *Mater. Sci. Forum* **667–669**, 1065 (2011).
- [14] V.V. Stolyarov, D.V. Gunderov, A.G. Popov, V.S. Gaviko, A.S. Ermolenko. *J. Alloys Comp.* **281**, 69 (1998).
- [15] O. Gutfleisch, I.R. Harris. *J. Phys. D* **29**, 2255 (1996).
- [16] И.С. Терёшина, Н.В. Кудреватых, Е.А. Терёшина, Г.С. Бурханов, О.Д. Чистяков. *Изв. РАН. Сер. физ.* **74**, 1456 (2010).
- [17] I. Tereshina, N. Kudrevatykh, E. Tereshina, G. Burkhanov, O. Chistyakov, R. Grechishkin, A. Salamova, V. Verbetsky. *J. Alloys Comp.* **509**, S835 (2011).
- [18] Г.С. Бурханов, И.С. Терёшина, О.Д. Чистяков, Е.А. Терёшина, С.В. Добаткин. *Физика и химия обраб. материалов* **3**, 54 (2011).
- [19] Г.С. Бурханов, И.С. Терёшина, В.П. Пискорский, Н.С. Моисеева, Р.А. Валеев. *ДАН* **447**, 3, 277 (2012).
- [20] Е.Н. Каблов, В.П. Пискорский, Г.С. Бурханов, Р.А. Валеев, Н.С. Моисеева, С.В. Степанова, А.Ф. Петраков, И.С. Терёшина, М.В. Репина. *Физика и химия обраб. материалов* **3**, 43 (2011).
- [21] A.S. Volegov, N.V. Kudrevatykh, I.S. Tereshina, D.S. Neznakhin, Y.A. Sabiryanova. *Solid State Phenom.* **168–169**, 396 (2011).
- [22] В.П. Пискорский, Г.С. Бурханов, О.Г. Оспенникова, Р.А. Валеев, И.С. Терёшина, Е.А. Давыдова. *Металлы* **3**, 84 (2010).
- [23] A.S. Bolyachkin, A.S. Volegov, N.V. Kudrevatykh. *J. Magn. Magn. Mater.* **378**, 362 (2015).
- [24] M.A. Al-Khafaji, W.M. Rainforth, M.R.J. Gibbs, H.A. Davies, J.E.L. Bishop. *J. Magn. Magn. Mater.* **188**, 109 (1998).
- [25] О.А. Великодная, Е.И. Луговская, Т.И. Мазилова. *Письма в ЖТФ* **24**, 4, 36 (1998).
- [26] В.Л. Миронов. *Основы сканирующей зондовой микроскопии. Ин-т физики микроструктур РАН, Н. Новгород (2004)*. 110 с.
- [27] N.V. Andreeva, V.A. Sanina, S.B. Vakhrushev, A.V. Filimonov, A.E. Fotiadi, A.I. Rudskoy. *Lecture Notes in Computer Science* **8638**, 444 (2014).
- [28] Н.В. Андреева, В.А. Санина, С.Б. Вахрушев, А.В. Филимонов, А.Э. Фотиади. *Науч.-техн. ведомости СПбГПУ. Физ.-мат. науки* **2(170)**, 137 (2013).