

МАГНИТНЫЕ МЕЖЧАСТИЧНЫЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ И СУПЕРПАРАМАГНИТНАЯ БЛОКИРОВКА ПОРОШКОВЫХ СИСТЕМ НАНОЧАСТИЦ БИОГЕННОГО ФЕРРИГИДРИТА

А. А. Красилов^{a*}, Ю. В. Князев^a, Д. А. Балаев^{a**}, С. В. Столяр^{a,b}, В. П. Ладыгина^b,
А. Д. Балаев^a, Р. С. Исхаков^a

^a Институт физики им. Л. В. Куренского ФИЦ КНЦ
Сибирского отделения Российской академии наук
660036, Красноярск, Россия

^b ФИЦ КНЦ
Сибирского отделения Российской академии наук
660036, Красноярск, Россия

Поступила в редакцию 10 июля 2023 г.,
после переработки 26 июля 2023 г.
Принята к публикации 27 июля 2023 г.

Изучена и проанализирована магнитолевая зависимость температуры суперпарамагнитной блокировки T_B систем антиферромагнитно упорядоченных наночастиц ферригидрита. Исследованы две порошковые системы наночастиц — «биогенный» ферригидрит, выделенный в результате жизнедеятельности бактерий, на поверхности частиц (средний размер 2.7 нм) которого присутствует тонкая органическая оболочка, а также биогенный ферригидрит, прошедший низкотемпературный отжиг, в результате которого увеличился средний размер частиц (3.8 нм) и «выгорела» органическая оболочка. Характер температурных зависимостей намагниченности, измеренных после охлаждения в малом поле, а также вид полученных зависимостей $T_B(H)$ демонстрируют специфические черты, указывающие на влияние магнитных межчастичных взаимодействий. Детальный анализ зависимостей $T_B(H)$ в рамках модели случайной магнитной анизотропии позволил получить количественные оценки интенсивности магнитных межчастичных взаимодействий и определить константы магнитной анизотропии индивидуальных частиц ферригидрита.

DOI: 10.31857/S0044451023120167
EDN: MZIWKV

1. ВВЕДЕНИЕ

Исследования магнитных свойств порошковых систем магнитных наночастиц являются неотъемлемой составляющей их характеристики и позволяют определять важные, как с точки зрения физического материаловедения, так и для конкретных применений параметры. К таким параметрам относятся величины магнитного момента частицы и

эффективной (зависящей от размера частицы) константы магнитной анизотропии K_{eff} . Однако следует различать свойства индивидуальной наночастицы и свойства ансамбля наночастиц. Для последнего большую роль могут играть эффекты магнитных межчастичных взаимодействий, и если ими пренебрегать, то, извлекаемые из эксперимента параметры могут иметь ошибочные значения. Иллюстрацией этого является, например, рассмотрение температуры суперпарамагнитной (СПМ) блокировки T_B (обычно определяемой из магнитной восприимчивости, либо намагниченности в малом поле после охлаждения в нулевом внешнем поле (ZFC)). Для систем не взаимодействующих частиц температура T_B опре-

* E-mail: KAA3000@yandex.ru

** E-mail: dabalaev@iph.krasn.ru

деляется как

$$T_B = K_{eff}V/\ln(\tau_m/\tau_0)k. \quad (1)$$

Это соотношение вытекает из неель-брауновского выражения для характерного времени τ переворота магнитного момента частицы

$$\tau = \tau_0 \exp(K_{eff}V/kT)$$

при $\tau = \tau_m$ (τ_m — характеристическое время экспериментальной методики, V — объем частицы, величина τ_0 находится в пределах $10^{-9} - 10^{-13}$ с, k — постоянная Больцмана). По многочисленным экспериментальным данным [1–7] известно, что для систем наночастиц с идентичными размерами, температура T_B может значительно возрасти для тех систем, в которых есть магнитные межчастичные взаимодействия. И в этом случае оценка по выражению (1) будет давать завышенное значение K_{eff} .

Имеются различные подходы к выявлению и оценке степени влияния на физические параметры магнитных межчастичных взаимодействий [1, 4, 8–12]. Один из них, впервые предложенный в работах [3, 8], основан на анализе полевой зависимости температуры СПМ блокировки. В данной работе этот подход применяется к порошковым системам наночастиц ферригидрита.

Ферригидрит (номинальная химическая формула $\text{Fe}_2\text{O}_3 \times n\text{H}_2\text{O}$) принадлежит к классу антиферромагнитных (АФМ) материалов [13]. Такие материалы, реализованные в виде наночастиц, демонстрируют магнитные характеристики, весьма схожие с таковыми для ферро- или ферримагнитных (ФМ) оксидных наночастиц [13, 14]. Фундамент физики наноразмерных АФМ-частиц был заложен Неелем [15], и основным отличием АФМ-наночастиц от их объемных аналогов можно считать неполную компенсацию магнитных подрешеток в наночастицах. Это приводит к появлению у АФМ-наночастицы нескомпенсированного магнитного момента μ_{un} , величина которого может быть оценена из соотношения

$$\mu_{un} \sim \mu_{at}N^b. \quad (2)$$

Здесь μ_{at} — магнитный момент магнитоактивного атома, N — количество магнитоактивных атомов в частице, а показатель степени b зависит от типа дефектов, приводящих к декомпенсации, он может принимать значения в диапазоне $1/3 - 2/3$ [15].

Выражение (2) предсказывает достаточно небольшую величину μ_{un} для АФМ-частиц с N порядка $10^4 - 10^5$ (размер частиц — десятки нанометров), если μ_{un} сравнивать с магнитным

моментом μ_p ФМ-наночастиц. Однако для частиц экстремально малых размеров (2–4 нм, а именно такими размерами характеризуется ферригидрит), величина μ_{un} уже сравнима с μ_p для ФМ-частиц (для последних большая доля поверхности отрицательно сказывается на величине μ_p из-за формирования магнито-мертвого поверхностного слоя [16–19]). Для наночастиц ферригидрита и в молекулах ферритина было получено, что μ_{un} формируется спинами нескольких десятков атомов железа в частице ($\mu_{at} \approx 5\mu_B$, μ_B — магнетон Бора) и достигает величин $100 - 300\mu_B$ (показатель степени b в выражении (1) составляет $\approx 1/2$) [20–26].

Ферригидрит может быть получен химическим способом [22, 27, 28], либо выделен как продукт жизнедеятельности бактерий или микроорганизмов [24, 29]. Если в первом случае получаемая порошковая система состоит из наночастиц, находящихся в непосредственном контакте друг с другом, то для биогенного ферригидрита возможно частичное образование ультратонкого органического покрытия частиц [29, 30], вызванное условиями культивирования бактерий. Одним из немногих и эффективных путей контролируемого управления размерами наночастиц ферригидрита является низкотемпературная ($150 - 200^\circ \text{C}$) термообработка получаемого золя [25, 26, 31, 32]. Увеличение частиц в размерах в ходе такой низкотемпературной термообработки связано с их агломерацией, а для биогенного ферригидрита этот процесс сопровождается также «выгоранием» органической оболочки. Необходимо отметить, что при более высоких температурах отжига происходит превращение ферригидрита в гематит [32–34].

Заметное влияние магнитных межчастичных взаимодействий на магнитные свойства порошковых систем ферригидрита систематически отмечалось в ряде работ [30, 35–40] на основании анализа данных АС магнитной восприимчивости, либо эффекта Мёссбауэра. Достаточно интересным представляется способ провести подобный анализ, рассматривая полевую зависимость температуры СПМ блокировки. Целью данной работы было установление роли магнитных межчастичных взаимодействий в реализации СПМ состояния наночастиц биогенного ферригидрита. Для этого исследованы и проанализированы в рамках модели [3, 8] зависимости $T_B(H)$ двух образцов: исходного образца биогенного ферригидрита, и образца, прошедшего низкотемпературный отжиг.

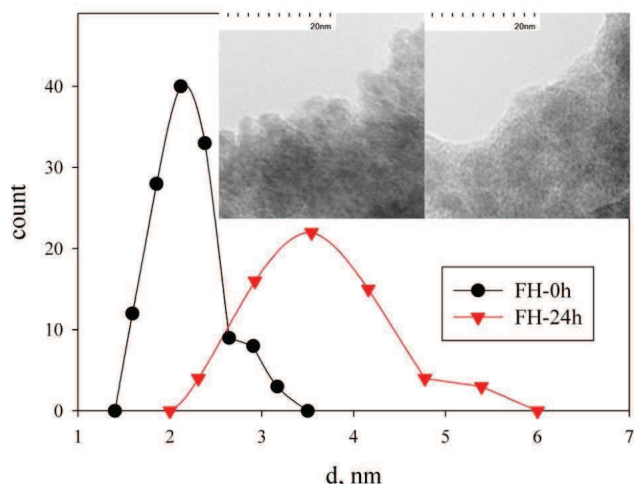


Рис. 1. (Цветной онлайн) Типичные изображения, полученные с помощью просвечивающей электронной микроскопии, для образцов FH-0h (фото слева), FH-24h (фото справа), а также распределения по размерам частиц

2. ЭКСПЕРИМЕНТ

Образец ферригидрита биогенного происхождения был получен путем выделения из бактериальных осадков после культивирования бактерий *Klebsiella oxytoca* в анаэробных условиях, как описано ранее [24, 31, 37]. Получаемый высушенный золь представляет собой агрегированную систему покрытых тонкой органической оболочкой [30] наночастиц ферригидрита с малым средним размером $\sim 2-3$ нм. Исследованный образец биогенного ферригидрита далее будет обозначен как FH-0h. Часть этого образца была подвергнута низкотемпературному отжигу при 150°C в воздушной атмосфере в течение 24 h. Далее этот образец обозначен как FH-24h.

Исследования методом электронной микроскопии проводились на просвечивающем электронном микроскопе Hitachi HT7700 при ускоряющем напряжении 100 кВ. Образцы готовились путем взбалтывания порошка наночастиц в спирте в ультразвуковой ванне и последующего нанесения полученной суспензии на поддерживающие сетки с перфорированным углеродным покрытием.

Мёссбауэровские спектры были получены на спектрометре MS-1104Em (произведенного в Исследовательском физическом институте Южного Федерального университета, Россия) с источником $\text{Co}^{57}(\text{Rh})$ в температурном диапазоне 4–300 К (криостат CFSG-311-MESS фирмы Cryotrade Engineering).

Температурные зависимости намагниченности $M(T)$ в поле $H = 100$ Э измерены на SQUID магнитометре [41]; в больших полях (1–30 кЭ) на вибрационном магнитометре [42]. Использованы режимы охлаждения в нулевом внешнем поле ZFC и охлаждения во внешнем поле (FC). Данные по магнитному моменту приведены в единицах *emu* на массу исследуемого порошка.

3. ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ

3.1. Микроструктура

Рисунок 1 иллюстрирует типичные результаты просвечивающей электронной микроскопии исследованных образцов. Визуально из микрофотографий видно, что в образце FH-24h размер частиц больше, чем в исходном образце FH-0h. Приведенные на рис. 1 распределения по размерам частиц, полученные из нескольких микрофотографий, подтверждают это. Средние размеры частиц $\langle d \rangle$ составили 2.7 и 3.8 нм, а максимальные размеры (размеры, больше которых частиц не зафиксировано) d_{max} составили 3.3 и 5.8 нм для образцов FH-0h и FH-24h соответственно. Отметим, что наличие (или отсутствие) органического покрытия частиц ферригидрита из данных ТЕМ установить проблематично. Указанные величины d_{max} будут использованы при анализе зависимостей $T_B(H)$. Увеличение размеров частиц после низкотемпературного отжига связано с «выгоранием» органической оболочки в исходном образце и дальнейшей агломерацией частиц, приводящей к их укрупнению. Это схематично показано на рис. 2 с соблюдением относительных размеров частиц.

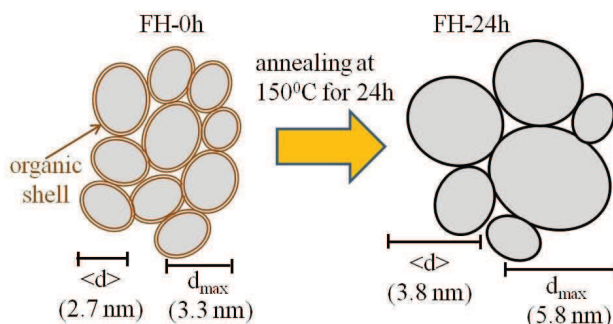


Рис. 2. (Цветной онлайн). Схематичное представление изменения микроструктуры в результате отжига для образцов FH-0h и FH-24h с соблюдением относительных размеров наночастиц ферригидрита

Таблица 1. Мёссбауэровские параметры при температурах 4.2 и 300 К. IS — химический сдвиг относительно α -Fe, ± 0.005 мм/с H_{hf} — сверхтонкое поле на ядрах железа, ± 2 кЭ, QS — квадрупольное расщепление, ± 0.02 мм/с, W — ширина мёссбауэровской линии на полувысоте, ± 0.02 мм/с, A — относительная заселенность позиции, ± 0.05 а.у.)

Образец/ T	IS	H_{hf}	QS	W	A	Позиция
FN-24h	0.336	—	0.52	0.37	0.51	Fe1
300 К	0.338	—	0.87	0.35	0.37	Fe2
	0.338	—	1.27	0.33	0.13	Fe3
FN-24h	0.488	513	0.0	0.49	0.45	Fe1
4.2 К	0.458	489	0.0	0.58	0.30	Fe2
	0.428	459	0.0	0.49	0.23	Fe3
FN-0h	0.334	—	0.47	0.37	0.48	Fe1
300 К	0.343	—	0.74	0.29	0.30	Fe2
	0.344	—	1.06	0.33	0.22	Fe3
FN-0h	0.501	508	0.0	0.23	0.47	Fe1
4.2 К	0.480	479	0.0	0.33	0.36	Fe2
	0.499	443	0.0	0.58	0.15	Fe3

3.2. Мёссбауэровская спектроскопия

Мёссбауэровские спектры исследованных образцов при $T = 4.2$ К и 300 К приведены на рис. 3. При комнатной температуре (рис. 3а) спектры образцов представляют собой дублет, описываемый суперпозицией трех компонент. Мёссбауэровские параметры, химический сдвиг IS , квадрупольное расщепление QS (см. табл. 1) хорошо согласуются с известными данными для ферригидрита [33, 38, 43, 44]. Указанные три компонента соответствуют трем неэквивалентным позициям железа (обозначенным как Fe1, Fe2, Fe3) в ферригидрите [33, 38, 43, 44]. Катионы железа находятся в трехвалентном состоянии во всех позициях. Соотношение относительных заселенностей A этих дублетов в спектрах обоих образцов практически идентично и близко к соотношению 3 : 2 : 1. Применительно к наноразмерным магнитным частицам дублет является проявлением СПМ состояния магнитных моментов частиц [13, 37, 38, 45].

Понижение температуры приводит к возникновению сверхтонкой структуры спектра (рис. 3б), и это является признаком заблокированного состояния магнитных моментов частиц в мёссбауэровской методике [13, 37, 38, 45]. В нашем случае, это — нескомпенсированные магнитные моменты частиц μ_{un} , см. Введение. Для спектров при $T = 4.2$ К математическая обработка также как и для $T = 300$ К, показывает три характерные позиции железа (Fe1, Fe2, Fe3) в октаэдрическом окружении. Относитель-

ные заселенности A позиций Fe1, Fe2, Fe3 в пределах точности обработки спектров совпадают данными для $T = 300$ К. Из табл. 2 видно, что для образца FN-24h величины сверхтонкого поля H_{hf} несколько больше, чем для образца FN-0h. Это, скорее всего, связано с большим размером частиц в образце FN-24h, см. рис. 1, 2.

Таким образом, данные мёссбауэровской спектроскопии подтверждают, что оба образца представляют собой наноразмерные частицы ферригидрита. Низкотемпературный отжиг не привел к появлению других фаз оксида железа.

4. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Рисунок 4 иллюстрирует зависимости $M(T)$ исследованных образцов, полученные в различных внешних полях и в режимах ZFC и FC. Данные для каждого поля содержат, по крайней мере, две характерные точки: температуру необратимого поведения намагниченности T_{irr} (в области $T > T_{irr}$ зависимости $M(T)_{ZFC}$ и $M(T)_{FC}$ совпадают) и температуру T_{max} , при которой зависимости $M(T)_{ZFC}$ демонстрируют максимум. Обе температуры, T_{irr} и T_{max} , уменьшаются с увеличением внешнего поля. Описываемое поведение типично для систем магнитных наночастиц, в которых происходит переход из СПМ состояния (высокие температуры) в заблокированное состояние (низкие температуры). Большие зна-

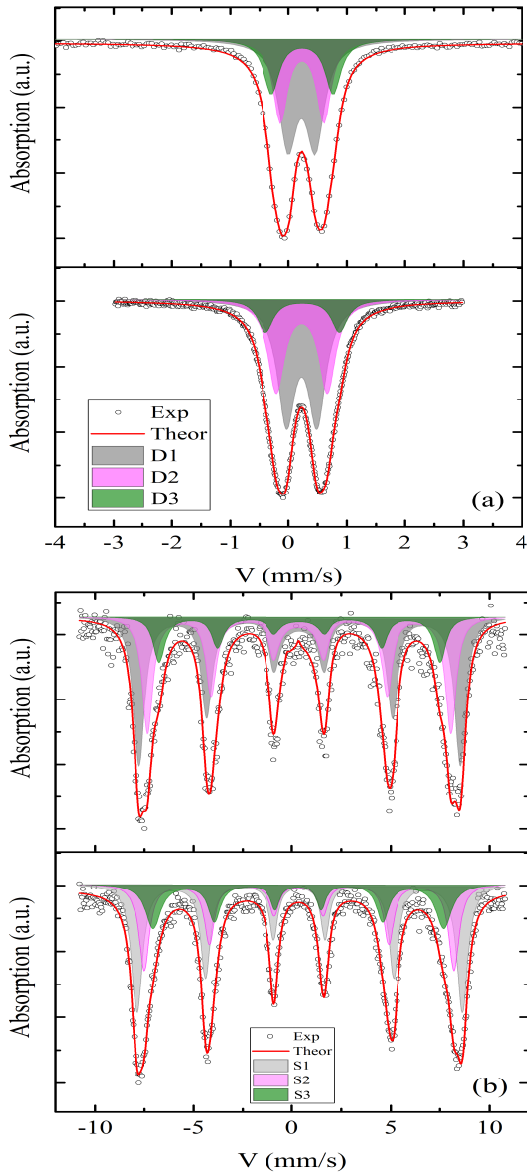


Рис. 3. (Цветной онлайн) Мёссбауэровские спектры образцов FH-0h (сверху) и FH-24h (снизу) образцов при 300 K (a) и при 4.2 K (b). Символы — эксперимент, линии — результаты обработки, закрашенные дублеты D (a) и сексты S (b) — парциальные составляющие спектров (для D1, D2, D3 S1, S2, S3 номер соответствует позиции железа Fe1, Fe2, Fe3, см. табл. 1)

чения T_{irr} и T_{max} (при одинаковых значениях поля) для образца FH-24h логично могут быть объяснены в рамках выражения (1) учитывая то, что размер частиц в образце FH-24h заметно больше, чем в образце FH-0h (см. разд. 3.1 и рис. 1, 2). В полях $H \geq 1$ кЭ зависимости $M(T)_{FC}$ для обоих образцов имеют «классический» вид — намагниченность увеличивается с уменьшением температуры в области

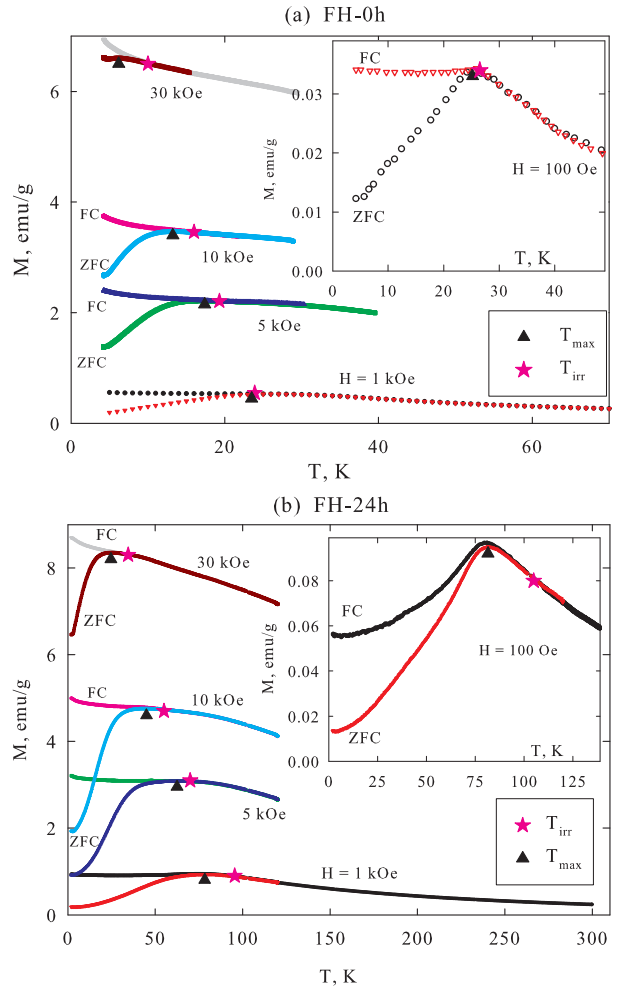


Рис. 4. (Цветной онлайн) Температурные зависимости намагниченности $M(T)_{ZFC}$ и $M(T)_{FC}$ в различных полях (указаны на рисунках) для образцов FH-0h (a) и FH-24h (b). На вставках — данные для $H = 100$ Э. Также показаны характерные температуры необратимого поведения намагниченности T_{irr} и максимума зависимости $M(T)_{ZFC}$ T_{max} (см. легенды на рисунках)

температур ниже T_{max} . Однако в поле $H = 100$ Э для образца FH-0h зависимость $M(T)_{FC}$ в области $\langle T_{max} \rangle$ является слабо изменяющейся функцией и демонстрирует слабо выраженный локальный минимум. (см. вставку рис. 4a). Такой вид зависимости $M(T)$ в условиях FC является характерным признаком наличия магнитных межчастичных взаимодействий [2–5, 29, 38, 40]. Для образца FH-24h зависимость $M(T)_{FC}$ в области $\langle T_{max} \rangle$ является уже убывающей с ростом температуры функцией (показано на вставке рис. 4b), что косвенно может указывать на усиление влияния магнитных межчастичных взаимодействий. Поэтому проанализируем полученные

данные, а именно полевые зависимости температур СПМ блокировки, в рамках модели [8], учитывающей такие взаимодействия.

В основе модели [3, 8], названной авторами моделью случайной анизотропии (далее — моделью СА), лежит рассмотрение кластера частиц, в котором магнитные моменты частиц ведут себя скоррелировано из-за влияния магнитных межчастичных взаимодействий. Тогда в выражении (1), определяющем температуру перехода в СПМ состояние, вместо объема V одной частицы (например, частицы среднего размера) будет фигурировать «эффективный» объем кластера, содержащего некоторое количество частиц. С увеличением внешнего поля размер кластера должен уменьшаться, поскольку зеемановская энергия $\mu_p H$ будет превосходить энергию магнитных межчастичных взаимодействий, и влияние последних станет незначительным. Тогда в достаточно большом внешнем поле «эффективный» размер кластера станет близким к размеру частиц, а температура СПМ блокировки примет, приблизительно, то же значение, что и для системы невзаимодействующих частиц. Авторами [3, 8] была предложена следующая зависимость размера кластера $L_H(H)$ от поля:

$$L_H(H) = d + \sqrt{\frac{2A_{eff}}{M_S H + C}}. \quad (3)$$

В этом выражении M_S — намагниченность насыщения частицы, параметры A_{eff} и C характеризуют интенсивность магнитных межчастичных взаимодействий. Выражение (3) содержит корневую зависимость корреляционного размера от внешнего поля, вытекающую из микромагнитной теории [46], и A_{eff} имеет тот же смысл, что обменная константа для нанокристаллических сплавов [3, 8], очевидно, эта величина пропорциональна интенсивности магнитных межчастичных взаимодействий. Параметр C также характеризует межчастичные взаимодействия, и он обратно пропорционален их силе. Математически, этот параметр устраняет расхожимость выражения (3) в малых внешних полях, а при больших значениях C понятие корреляционного радиуса L_H теряет смысл: $L_H \approx d$. Для рассматриваемого кластера частиц L_H константа магнитной анизотропии будет иной, чем для отдельной частицы: $K_H = K_{eff}/N_P^{1/2}$, где N_P — число частиц в кластере, а K_{eff} соответствует характеристике отдельной невзаимодействующей частицы [3, 8] (как в выражении (1)).

Классическая зависимость $T_B(H)$ для невзаимодействующих частиц, помимо множителя

$T_B(H = 0)$, выражение (1), определяется степенной функцией от внешнего поля [3, 8]:

$$T_B(H) = \frac{K_{eff} V}{k_B \ln(\tau/\tau_0)} \left[1 - \frac{M_S H}{2K_{eff}} \right]^{3/2}. \quad (4)$$

Подстановка в (4) объема кластера вместо объема частицы (для случая частиц шарообразной формы) и соответствующей константы анизотропии K_H , с учетом объемной концентрации x магнитных частиц, приводит к следующему выражению для температуры СПМ блокировки:

$$T_B(H) = \frac{\pi K_{eff} \left[d^3 + x(L_H^3 - d^3) \right]}{6k_B \ln\left(\frac{\tau_m}{\tau_0}\right) \sqrt{1 + \frac{x(L_H^3 - d^3)}{d^3}}} \times \left[1 - \frac{M_S H \sqrt{1 + \frac{x(L_H^3 - d^3)}{d^3}}}{2K_{eff}} \right]^{3/2}. \quad (5)$$

Согласно выражениям (1) и (5), температура СПМ блокировки пропорциональна объему частиц. Очевидно, что температура T_{irr} , характеризующая начало необратимого поведения зависимостей $M(T)$ (рис. 4), соответствует частицам наибольшего размера d_{max} . С другой стороны, иногда целесообразно рассматривать функцию $f_d(T) = -(d(M(T)_{FC} - M(T)_{ZFC})/dT)$ [4, 8, 31]. Температура, при которой функция $f_d(T)$ демонстрирует максимум, отождествляется с температурой СПМ блокировки $\langle T_B \rangle$ частиц среднего размера $\langle d \rangle$. Однако в этом подходе для данных при $H = 30$ кЭ (для образца FH-24h), и $H = 10$ кЭ и более (для образца FH-0h) температура $\langle T_B \rangle$ уже находится вне экспериментально доступного интервала — ниже 4.2 К. Кроме того, в достаточно малом поле $H = 100$ Э зависимость $f_d(T)$ для образца FH-24h — сложная немонотонная функция и определить $\langle T_B \rangle$ невозможно. Температура $\langle T_{max} \rangle$ зависимостей $M(T)_{ZFC}$ соответствует блокировке частиц некоторого размера, находящегося в диапазоне между $\langle d \rangle$ и d_{max} , однако в этом случае есть неопределенность в выборе этого размера. Исходя из этих соображений, при дальнейшем анализе влияния внешнего поля на температуру СПМ блокировки мы будем использовать характерную температуру T_{irr} , считая, что она соответствует максимальному размеру частиц d_{max} . Отметим, что обработка имеющихся данных $\langle T_B \rangle$ из функций $f_d(T)$ дает схожие результаты.

Экспериментальные зависимости $T_{irr}(H)$ приведены на рис. 5b (символы). Для анализа зависимо-

сти $T_{irr}(H)$ в рамках модели СА [3,8] [8,3] — выражения (3) и (5), необходимо определить минимальное количество подгоночных параметров.

Значения M_S определяются из анализа изотерм кривых намагничивания $M(H)$ в СПМ области температур [13,14]. Обычно такой анализ заключается в фитинге экспериментальных данных функцией типа $M(H) = M_{SP}(H) + \chi H$. В этой функции первое слагаемое отвечает за СПМ поведение нескомпенсированных магнитных моментов частиц $-\mu_{un}$, а второе слагаемое соответствует АФМ восприимчивости и другим вкладам, линейно зависимым от внешнего поля [20–27, 29, 37, 38, 48, 49]. В результате подгонки, с учетом распределения $f(\mu_{un})$, определяется средний магнитный момент частицы $\langle \mu_{un} \rangle$, причем значения $\langle \mu_{un} \rangle$, обычно, слабо изменяются в области низких температур [20–27, 29, 37, 38, 48, 49]. Для исследованных образцов FH-0h и FH-24h величина $\langle \mu_{un} \rangle$ в области низких температур составляет $\approx 160\mu_B$ и $\approx 300\mu_B$ соответственно. Из соотношения $M_S = \mu_{un}/V$, получим, что значения M_S составляют 20 и 13.3 Gs (при значении физической плотности ферригидрита $\approx 3.8\text{ g/cm}^3$) для образцов FH-0h и FH-24h соответственно. Указанные величины M_S были использованы в процедуре подгонки зависимостей $T_{irr}(H)$, и варьирование этих значений в пределах $\pm 5\%$ практически не влияет на результаты анализа.

Концентрация частиц x определяется толщиной органического покрытия частиц ферригидрита, которое, согласно результатам работы [30], присутствует для образца FH-0h. Для этого образца мы берем значение x , равное 0.75, исходя из разумного предположения достаточно тонкого покрытия, средней толщиной порядка 0.15 нм. Низкотемпературный отжиг приводит к укрупнению наночастиц ферригидрита и, наиболее сильные изменения, происходят после нескольких часов отжига [26, 27], в то время как отличие в магнитных свойствах для образцов, прошедших отжиг в течение 24 и 240 часов, уже незначительные [26,27]. Это дает основания считать, что при отжиге порядка суток органическая оболочка практически полностью «выгорает», и поэтому для образца FH-24h было взято $x = 1$. Варьирование указанных значений x в пределах ± 0.1 приводит к изменению других подгоночных параметров не более, чем на 5–7%.

Для характерных времен τ_m и τ_0 в выражениях (3) и (5) были взяты общепринятые значения 10^2 с и 10^{-12} с соответственно [13], и максимальные размеры частиц d_{max} соответствовали данным просвечивающей электронной микроскопии (раздел 3.1):

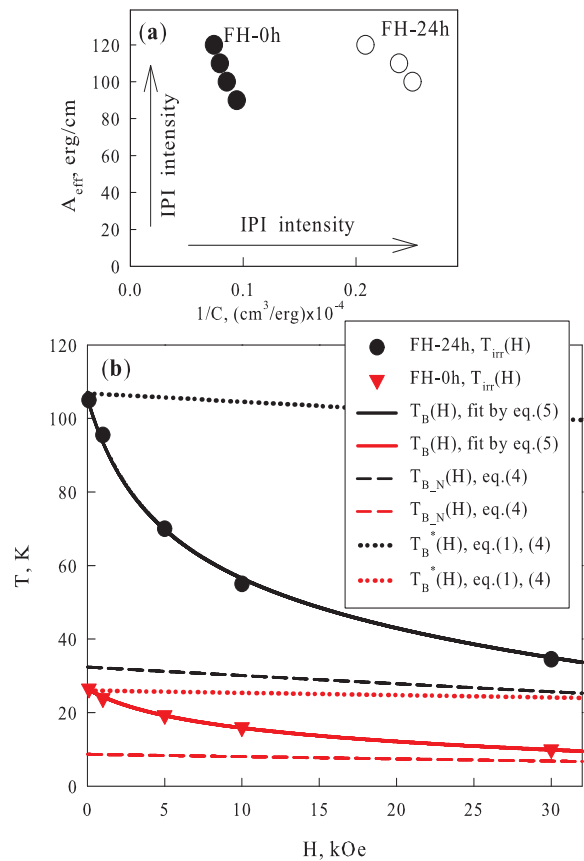


Рис. 5. (Цветной онлайн) *a* — области значений подгоночных параметров C и A_{eff} , при которых достигается хорошее согласие зависимостей $T_{irr}(H)$ и расчетом по модели СА, в координатах $1/C, A_{eff}$. *b* — температуры T_{irr} в зависимости от внешнего поля H (символы) для исследованных образцов. Сплошные линии — результаты подгонки в рамках модели СА — выражения (3) и (5) с параметрами, указанными в табл. 2. Точечные линии построены по выражению (4) при согласии с экспериментом в поле 100 Э. Штриховые линии — «ожидаемые» зависимости температуры блокировки при полном отсутствии магнитных межчастичных взаимодействий (выражение (4)) с величинами K_{eff} , приведенными в табл. 2

3.3 нм и 5.8 нм для образцов FH-0h и FH-24h соответственно.

Таким образом, в выражениях (3) и (5) остаются три варьируемых параметра: K_{eff} , A_{eff} и C . Первый из них может несколько отличаться для частиц различных размеров из-за вклада поверхностной магнитной анизотропии [50,51]. Однако в выражении (5) значение K_{eff} влияет в основном на величину температуры СПМ блокировки в достаточно больших полях. Два других параметра, A_{eff} и C , определяют полевую зависимость размера кластера

Таблица 2. Параметры, использованные при построении зависимостей $T_{irr}(H)$ на рис. 5b и отношение $L_H(H=0)/\langle d \rangle$ ($\langle d \rangle = 2.7$ и 3.8 нм для образцов FH-0h и FH-24h соответственно)

Образец	$x, \%$	$K_{eff},$ эрг/см ³	$C,$ эрг/см ³	$A_{eff},$ эрг/см	$L_H(H=0),$ нм	$\frac{L_H(H=0)}{\langle d \rangle}$
FH-0h	0.75	$2.1 \cdot 10^6$	$11.7 \cdot 10^4$	$100 \cdot 10^{-10}$	7.4	2.7
FH-24h	1	$1.4 \cdot 10^6$	$4.8 \cdot 10^4$	$120 \cdot 10^{-10}$	13.0	3.4

$L_H(H)$, и процедура подгонки сводится к нахождению функциональной зависимости $L_H(H)$, при которой адекватно описываются экспериментальные данные (зависимость $T_{irr}(H)$). Если большее значение A_{eff} однозначно соответствует увеличению размера L_H , то меньшее значение C приводит к росту L_H в области низких полей.

Следовательно, расположение точек, соответствующих значениям C , A_{eff} , полученным в ходе обработки эксперимента, в координатах $1/C$, A_{eff} , должно стремиться вправо и вверх при усилении магнитных межчастичных взаимодействий. Области обсуждаемых параметров, при которых достигается хорошее согласие, в указанных координатах показаны на рис. 5а. Хотя области значений параметра A_{eff} близки для исследованных образцов, тенденция сдвига «вправо и вверх» имеет место для образца без органической оболочки частиц. Отметим, что при некотором произвольном выборе конкретной пары подгоночных параметров на рис. 5а, величина корреляционного размера L_H , обсуждаемого ниже, практически, не изменяется. На рис. 5b приведены типичные результаты обработки зависимостей $T_{irr}(H)$ в рамках описанного подхода. Параметры x , K_{eff} , C и A_{eff} , использованные для построения зависимостей $T_{irr}(H)$ на рис. 5b по выражениям (3) и (5), приведены в табл. 2.

Интересно сопоставить результаты проведенного выше анализа в рамках модели СА с подходом, в котором не учитываются магнитные межчастичные взаимодействия. На рис. 5b показаны полевые зависимости температуры СПМ блокировки, рассчитанные по выражению (4) и обозначенные как $T_B^*(H)$ (точечные линии на рис. 5b). Для этих зависимостей использовались значения K_{eff} , при которых $T_B^*(H=0)$ согласуются с экспериментальными значениями T_{irr} в малом внешнем поле (100 Э). В этом случае величины K_{eff}^* получаются в три и более раз большими, чем K_{eff} в рамках модели СА (можно сравнить с данными табл. 2): $K_{eff}^* \approx 6.15 \cdot 10^6$ эрг/см³ для образца FH-0h и $K_{eff}^* \approx 4.65 \cdot 10^6$ эрг/см³ для образца FH-24h. Можно

также рассчитать «ожидаемые» зависимости температуры СПМ блокировки от поля для случая, если частицы в исследованных образцах будут пространственно разделены так, что магнитные взаимодействия между ними станут ничтожными. Для построения таких зависимостей, обозначенных далее как $T_{B_N}(H)$, мы взяли значения K_{eff} , полученные в рамках модели СА (табл. 2), и использовали выражение (4) с теми же значениями $d = d_{max}$. На рис. 5b эти зависимости показаны штриховыми линиями. Разница между T_B^* и T_{B_N} в малом внешнем поле составляет ≈ 75 К для образца FH-24h (при $T_B^*(0) \approx T_{irr}(100 \text{ Э}) \approx 107$ К) и ≈ 17.4 К для образца FH-0h (при $T_B^*(0) \approx T_{irr}(100 \text{ Э}) \approx 26.3$ К). Приведенные выше оценки убедительно доказывают, что для систем наночастиц ферригидрита использование данных по температуре СПМ блокировки только для малых полей при определении такого важного параметра, как константа магнитной анизотропии, дает завышенные значения.

Рассмотрим теперь величины K_{eff} , полученные в рамках модели СА. Из табл. 2 видно, что для частиц большего размера величина K_{eff} меньше. Это, очевидно, связано с влиянием поверхностной магнитной анизотропии, поскольку магнитные взаимодействия между частицами здесь уже учтены. Вклад поверхностной магнитной анизотропии обычно связывается с соответствующей константой K_S и, с учетом константы объемной магнитной анизотропии K_V , записывается в виде [50, 51]:

$$K_{eff} = K_V + 6K_S/d. \quad (6)$$

Подставляя величины K_{eff} и соответствующие значения $d = d_{max}$ в выражение (6), можно определить, что $K_V \approx 4.7 \cdot 10^5$ эрг/см³ и $K_S = 0.09$ эрг/см². Полученная величина K_S типична для железоксидных наночастиц [52–58], и близка к значениям, полученным на других образцах наноферригидрита¹⁾

¹⁾ Значения K_{eff} по выражению (5) были получены в приближении сферической формы частиц, а выражение (6), возможно, более справедливо для частиц кубической формы

[29, 37, 38].

Проанализируем полученные в рамках модели СА параметры, отвечающие за интенсивность магнитных взаимодействий. Оба параметра — A_{eff} и C , определяют корреляционный размер L_H . В табл. 2 приведены значения $L_H(H = 0)$, а полевые зависимости $L_H(H)$ показаны на рис. 6. Для образца FH-24h этот размер больше, чем для образца FH-0h, однако эти образцы различаются размерами частиц (рис. 1, 2). Для сопоставления с зависимостями $L_H(H)$ на рис. 6 также показаны максимальный d_{max} и средний $\langle d \rangle$ размеры частиц (горизонтальные линии). Из рис. 6 видно, что размер L_H уменьшается с ростом внешнего поля, приближаясь к d_{max} в полях около 30 кЭ, в соответствии с концепцией модели СА.

Одной их характеристик интенсивности магнитных взаимодействий логично считать отношение $L_H(H)/d$. Эта величина показывает, во сколько раз L_H в некотором внешнем поле превышает размер частиц d . В табл. 2 приведены значения $L_H/\langle d \rangle$ для нулевого внешнего поля, и если их сравнивать, то для образца FH-24h влияние межчастичных взаимодействий больше, хотя величины $L_H(H = 0)/\langle d \rangle$ различаются только на $\sim 20 - 25\%$. Для образца FH-0h при $H \approx 0$ кластер размером L_H включает в себя $2.7^3 \approx 20$ частиц среднего размера, в то время как для образца FH-24h при $H \approx 0$ в таком кластере находится около $3.4^3 \approx 40$ частиц среднего размера. В достаточно большом внешнем поле, $H = 30$ кЭ, в кластере остается 7–8 частиц среднего размера для обоих образцов.

На основании проведенного выше анализа можно сказать, что вклад магнитных межчастичных взаимодействий в процессы СПМ блокировки имеет место для обоих образцов, но для образца FH-24h влияние таких взаимодействий проявляется сильнее. Оценка величины энергии магнитных диполь-дипольных взаимодействий $E_{dip} = kT_{dip}$ только качественно может объяснить влияние магнитных межчастичных взаимодействий для обоих образцов. Согласно оценкам, полученным в Приложении, T_{dip} составляет ≈ 7 К для образца FH-0h, и ≈ 12.3 К для образца FH-24h, причем, это верхний предел для указанных оценок. Также в Приложении показано, что E_{dip} должна практически не зависеть от размера частиц в случае ферригидрита, и большая величина E_{dip} для образца FH-24h определяется отсутствием органической оболочки частиц в этом образце. Указанные величины E_{dip} (≈ 7 К — образец FH-0h и ≈ 12.3 К — образец FH-24h) не могут количественно объяснить разницу между эксперимен-

тальными значениями T_{irr} и оценочными значениями T_{B_N} (полученными из величины K_{eff} из табл. 2) в малом внешнем поле, см. рис. 5b. Выше было показано, что разница $T_{irr} - T_{B_N}$ составляет ≈ 17.4 К и ≈ 75 К в поле $H = 100$ Э для образцов FH-0h и FH-24h соответственно.

Это приводит к выводу, что магнитные межчастичные взаимодействия вызваны обменными (или суперобменными), либо косвенными взаимодействиями между атомами соседних частиц, что не противоречит использованной в данной работе модели СА [3, 8] для интерпретации результатов. Наличие корневой зависимости обменной константы ($L \propto A_{eff}^{1/2}$) в выражении (3) не исключает возможность реализации формирования кластера частиц из-за достаточно слабых обменных взаимодействий. Отметим, что полученная оценка величины A_{eff} более чем на два порядка меньше соответствующих констант для массивных ферромагнитных материалов.

5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе была исследована зависимость температуры СПМ блокировки от внешнего магнитного поля $T_B(H)$ двух образцов порошковых систем наноферригидрита. Анализ полученных зависимостей $T_B(H)$ показал, что классическое выражение, в котором нет учета магнитных межчастичных взаимодействий, не может описать экспериментально наблюдаемое достаточно быстрое уменьшение температуры блокировки с увеличением внешнего поля. С другой стороны, подход в рамках модели СА [3, 8], в котором рассматриваются кластеры частиц, магнитные моменты которых ведут себя скоррелировано, позволяет не только достигнуть хорошего согласия экспериментальных и модельных зависимостей $T_B(H)$, но и получить разумные величины эффективной константы магнитной анизотропии.

Скоррелированное поведение магнитных моментов частиц является признаком магнитных межчастичных взаимодействий, и, следовательно, в магнитном поведении систем наночастиц ферригидрита такие взаимодействия играют важную и существенную роль.

Кроме указанной особенности функциональной зависимости $T_B(H)$ (быстрое уменьшение с ростом поля), магнитные межчастичные взаимодействия приводят к увеличению температуры СПМ блокировки, определяемой в небольших полях. Отме-

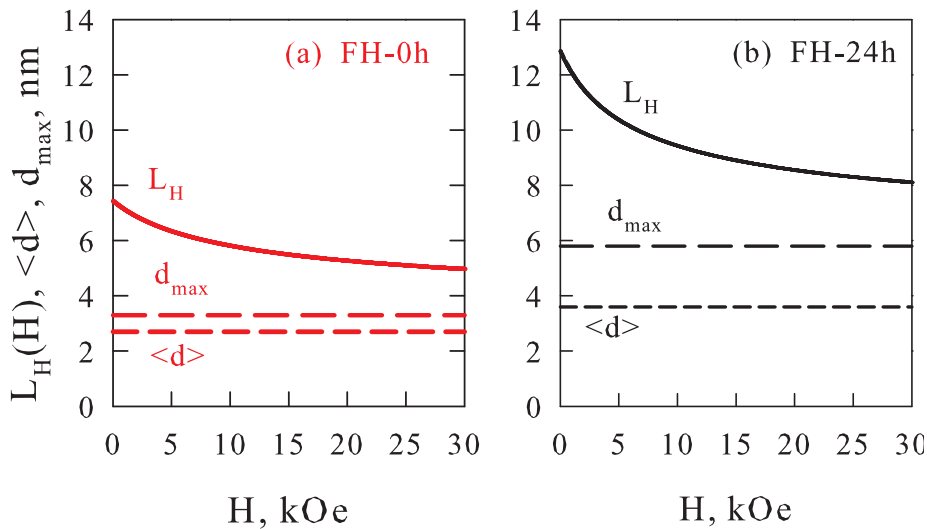


Рис. 6. (Цветной онлайн) Поведение размера кластера L_H от внешнего поля, полученное в результате подгонки зависимостей $T_{irr}(H)$ (рис. 5b) по выражениям (3) и (5), в сравнении со средним $\langle d \rangle$ и максимальным d_{max} размерами частиц образцов FH-0h (a) FH-24h (b)

Таблица A1. Пропорциональность между величиной магнитного момента частицы μ_p и ее объема V , размера d , а также пропорциональность энергии дипольных взаимодействий E_{dip} (по выражению (A1)) и размера частиц d для случаев ФМ упорядочения (2-й столбец) и АФМ упорядочения (3-й, 4-й и 5-й столбцы — различные значения b по гипотезе Нееля (2))

$\mu_p \propto V^b$	$\mu_p \propto V^1$	$\mu_p \propto V^{2/3}$	$\mu_p \propto V^{1/2}$	$\mu_p \propto V^{1/3}$
$\mu_p \propto f(d)$	$\mu_p \propto d^3$	$\mu_p \propto d^2$	$\mu_p \propto d^{3/2}$	$\mu_p \propto d^1$
$E_{dip} \propto f(d)$	$E_{dip} \propto d^3$	$E_{dip} \propto d$	$E_{dip} \propto d^0 \approx const$	$E_{dip} \propto d^{-1}$

тим, что при использовании классического неельбрауновского выражения, извлекаемые константы магнитной анизотропии получаются завышенными в несколько раз. В рамках использованного подхода модели СА возможно получить величины констант магнитной анизотропии K_{eff} , как характеристику невзаимодействующих частиц. Для образцов ферригидрита, исследованных в данной работе, величины K_{eff} оказались зависимыми от размера частиц, что позволяет говорить о вкладе поверхностной магнитной анизотропии и разделить константы, соответствующие объемной и поверхностной анизотропии: $K_V \approx 4.7 \cdot 10^5$ эрг/см³, $K_S = 0.09$ эрг/см². Проведенная количественная оценка энергии магнитных взаимодействий превышает возможный вклад магнитных диполь-дипольных взаимодействий, что указывает на обменные (прямые, либо косвенные) взаимодействия между атомами соседних частиц в исследованных системах ферригидрита.

**ПРИЛОЖЕНИЕ.
ОЦЕНКА ВЕЛИЧИНЫ ЭНЕРГИИ
МАГНИТНЫХ ДИПОЛЬ-ДИПОЛЬНЫХ
ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ ДЛЯ СИСТЕМ
АФМ-НАНОЧАСТИЦ**

Из магнитостатики энергия магнитных диполь-дипольных взаимодействий E_{dip} для двух частиц с магнитными моментами μ_{p1} и μ_{p2} определяется как

$$E_{dip} = kT_{dip} \approx \mu_{p1}\mu_{p2}/d_{p-p}^3. \tag{A1}$$

Здесь d_{p-p} — расстояние между центрами частиц. Если частицы одинакового размера, имеют одинаковый магнитный момент ($\mu_{p1} = \mu_{p2}$) и находятся в непосредственном контакте (не имеют какой-либо «немагнитной» оболочки), то $d_{p-p} = d$. Для однодоменных ФМ-наночастиц $\mu_p \propto V \propto d^3$, тогда выражение (A1) дает $E_{dip} \propto d^3$. Для АФМ-наночастиц (будем также рассматривать частицы одинакового

размера) зависимость E_{dip} от размера будет зависеть от величины показателя степени b в выражении (2), в котором $\mu_{un} \propto N^b \propto V^b$. Если $b = 2/3$ и $\mu_{p1,2} = \mu_{un} \propto V^{2/3} \propto d^2$ (это случай, в котором у частицы нечетное количество ферромагнитно упорядоченных плоскостей [15]), то $E_{dip} \propto d$. Если $b = 1/3$ и $\mu_{p1,2} = \mu_{un} \propto V^{1/3} \propto d^1$ (это случай, в котором μ_{un} определяется дефектами на поверхности частицы), то $E_{dip} \propto d^{-1}$, и вклад межчастичных взаимодействий быстро уменьшается с увеличением размера частиц. Если, наконец, $b = 1/2$ и $\mu_{p1,2} = \mu_{un} \propto V^{1/2} \propto d^{3/2}$ (μ_{un} определяется дефектами как на поверхности, так и в объеме частицы), то $E_{dip} \propto d^0 \approx \text{const}$, т.е., энергия диполь-дипольного взаимодействия не зависит от размера частиц. Полученные типы пропорциональности для рассмотренных случаев приведены в табл. А1.

Для систем частиц ферригидрита, в которых реализуется случай $b \approx 1/2$ и отсутствует какая-либо органическая оболочка, влияние магнитных диполь-дипольных межчастичных взаимодействий будет одинаковым для образцов, содержащих частицы различных размеров. Разумеется, если в выражении (А1) учесть органическое покрытие частиц (как для образца FH-0h), т.е., вместо $d_{P-P} = d$ подставить $d_{P-P} = d + 2l$, где l — толщина органического покрытия, то величина E_{dip} будет меньше для образца с органическим покрытием частиц. Для количественной оценки по выражению (А1) необходимо учесть количество ближайших соседей N_N . При $N_N = 12$, $\mu_{p1,2} = \langle \mu_{un} \rangle = 160\mu_B$, $d_{P-P} = \langle d \rangle + 2l$, $\langle d \rangle = 2.7$ нм, $l = 0.15$ нм из выражения (А1) получим, что для образца FH-0h $T_{dip} \approx 7$ К. Для образца FH-24h при $N_N = 12$, $\mu_{p1,2} = \langle \mu_{un} \rangle = 300\mu_B$, $d_{P-P} = \langle d \rangle = 3.8$ нм величина T_{dip} составляет 12.3 К.

Благодарности. Авторы благодарят М. Н. Волочаева за микроскопические исследования. Исследования электронной микроскопии проведены на оборудовании Центра Коллективного Пользования ФИЦ КНЦ СО РАН.

Финансирование. Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект 22-72-00134.

ЛИТЕРАТУРА

1. S. Mørup, M. F. Hansen, and C. Frandsen, *Beilstein J. Nanotechnol.* **1**, 182 (2010).
2. D. Caruntu, G. Caruntu, and Ch. J. O'Connor, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **40**, 5801 (2007).
3. M. Knobel, W. C. Nunes, H. Winnischofer, T. C. R. Rocha, L. M. Socolovsky, C. L. Mayorga, and D. Zanchet, *J. of Non-Crystalline Solids* **353**, 743 (2007).
4. M. Knobel, W. C. Nunes, L. M. Socolovsky, E. De Biasi, J. M. Vargas, and J. C. Denardin, *J. of Nanoscience and Nanotechnology* **8**, 2836 (2008).
5. A. M. Pereira, C. Pereira, A. S. Silva, D. S. Schmool, C. Freire, J.-M. Grenche, and J. P. Arajo, *J. Appl. Phys.* **109**, 114319 (2011).
6. D. A. Balaev, S. V. Semenov, A. A. Dubrovskiy, S. S. Yakushkin, V. L. Kirillov, O. N. Martyanov, *J. Magn. Magn. Mater.* **440**, 199 (2017).
7. C. A. M. Vieira, R. Cabreira Gomes, F. G. Silva, A. L. Dias, R. Aquino, A. F. C. Campos, and J. Depeyrot, *J. Phys. : Condens. Matter.* **31**, 17580 (2019).
8. J. M. Vargas, W. C. Nunes, L. M. Socolovsky, M. Knobel, and D. Zanchet, *Phys. Rev. B* **72**, 184428 (2005).
9. K. Nadeem, H. Krenn, T. Traussnig, R. Wrschum, D. V. Szabø, and I. Letofsky-Papst, *J. Magn. Magn. Mater.* **323**, 1998 (2011).
10. S. V. Komogortsev, V. A. Fel'k, and O. A. Li, *J. Magn. Magn. Mater.* **473**, 410 (2011).
11. L. L. Afremov, S. V. Anisimov, and I. G. Iiushin, *Chinese J. of Phys.* **70**, 324 (2021).
12. С. В. Комогорцев, Р. С. Исааков, В. А. Фельк, *ЖЭТФ* **5**, 886 (2019).
13. S. Mørup, D. E. Madsen, C. Frandsen, C. R. H. Bahl, and M. F. Hansen, *J. Phys. : Condens. Matter* **19**, 213202 (2007).
14. Ю. Л. Райхер, В. И. Степанов, *ЖЭТФ* **134**, 514 (2008).
15. L. Néel, *C. R. Acad. Sci. Paris* **253**, 203 (1961).
16. A. Millan, A. Urtizberea, N. J. O. Silva, F. Palacio, V. S. Amaral, E. Snoeck, and V. Serin, *J. Magn. Magn. Mater.* **312**, L5 (2007).
17. P. Dutta, S. Pal, M. S. Seehra, N. Shah, G. P. Huffman, *J. Appl. Phys.* **105**, 07B501 (2009).
18. V. L. Kirillov, D. A. Balaev, S. V. Semenov, K. A. Shaikhutdinov, and O. N. Martyanov, *Mater. Chem. Phys.* **145**, 75 (2014).

19. V. L. Kirillov, S. S. Yakushkin, D. A. Balaev, A. A. Dubrovskiy, S. V. Semenov, Yu. V. Knyazev, O. A. Bayukov, D. A. Velikanov, D. A. Yatsenko, and O. N. Martyanov, *Mater. Chem. Phys.* **225**, 292 (2019).
20. C. Gilles, P. Bonville, K. K. W. Wong, and S. Mann, *Eur. Phys. J. B* **17**, 417 (2014).
21. C. Gilles, P. Bonville, H. Rakoto, J. M. Broto, K. K. W. Wong, and S. Mann, *J. Magn. Magn. Mater.* **241**, 430 (2002).
22. A. Punnoose, T. Phanthavady, M. Seehra, N. Shah, and G. Huffman, *Phys. Rev. B* **69**, 054425 (2004).
23. N. J. O. Silva, V. S. Amaral, and L. D. Carlos, *Phys. Rev. B* **71**, 184408 (2005).
24. Д. А. Балаев, А. А. Дубровский, А. А. Красиков, С. В. Столяр, Р. С. Исхаков, В. П. Ладыгина, Е. Д. Хилажева, *Письма ЖЭТФ* **98**, 160 (2013).
25. Д. А. Балаев, А. А. Красиков, А. А. Дубровский, С. В. Семенов, О. А. Баюков, С. В. Столяр, Р. С. Исхаков, В. П. Ладыгина, Л. А. Ищенко, *ЖЭТФ* **146**, 546 (2014).
26. D. A. Balaev, A. A. Krasikov, A. A. Dubrovskiy, S. I. Popkov, S. V. Stolyar, O. A. Bayukov, R. S. Iskhakov, V. P. Ladygina, and R. N. Yaroslavtsev, *J. Magn. Magn. Mater.* **410**, 71 (2016).
27. С. В. Столяр, Р. Н. Ярославцев, Р. С. Исхаков, О. А. Баюков, Д. А. Балаев, А. А. Дубровский, А. А. Красиков, В. П. Ладыгина, А. М. Воротынов, М. Н. Волочаев, *ФТТ* **59**, 538 (2017).
28. S. V. Stolyar, D. A. Balaev, A. A. Krasikov, A. A. Dubrovskiy, R. N. Yaroslavtsev, O. A. Bayukov, M. N. Volochaev, and R. S. Iskhakov, *J. Supercond. Nov. Magn.* **31**, 1133 (2018).
29. Yu. V. Knyazev, D. A. Balaev, S. V. Stolyar, O. A. Bayukov, R. N. Yaroslavtsev, V. P. Ladygina, D. A. Velikanov, and R. S. Iskhakov, *J. Alloys Compd.* **851**, 156753 (2021).
30. Yu. V. Knyazev, D. A. Balaev, R. N. Yaroslavtsev, A. A. Krasikov, D. A. Velikanov, Yu. L. Mikhlin, M. N. Volochaev, O. A. Bayukov, S. V. Stolyar, and R. S. Iskhakov, *Adv. Nano Res.* **12**, 605 (2022).
31. Д. А. Балаев, А. А. Красиков, С. В. Столяр, Р. С. Исхаков, В. П. Ладыгина, Р. Н. Ярославцев, О. А. Баюков, А. М. Воротынов, М. Н. Волочаев, А. А. Дубровский, *ФТТ* **58**, 1724 (2016).
32. L. Gutierrez, V. Barrón, M. Andrés-Vergés, C. J. Serna, S. Veintemillas-Verdaguer, M. P. Morales, and F. J. Lázaro, *J. Geophys. Res. Solid Earth* **121**, 4118 (2016).
33. С. В. Столяр, О. А. Баюков, В. П. Ладыгина, Р. С. Исхаков, Л. А. Ищенко, В. Ю. Яковчук, К. Г. Добрецов, А. И. Поздняков, О. Е. Пиксина, *ФТТ* **53**, 97 (2011).
34. B. Vallina, J. D. Rodriguez-Blanco, A. P. Brown, L. G. Benning, and J. A. Blanco, *J. Nanopart. Res.* **16**, 2322 (2014).
35. E. L. Duarte, R. Itri, E. Lima Jr, M. S. Baptista, T. S. Berquø, and G. F. Goya, *Nanotechnology* **17**, 5549 (2006).
36. T. S. Berquø, J. J. Erbs, A. Lindquist, R. L. Penn, and S. K. Banerjee, *J. Phys. : Condens. Matter* **21**, 176005 (2009).
37. Yu. V. Knyazev, D. A. Balaev, S. V. Stolyar, A. A. Krasikov, O. A. Bayukov, M. N. Volochaev, R. N. Yaroslavtsev, V. P. Ladygina, D. A. Velikanov, and R. S. Iskhakov, *J. Alloys Compd.* **889**, 161623 (2021).
38. D. A. Balaev, S. V. Stolyar, Yu. V. Knyazev, R. N. Yaroslavtsev, A. I. Pankrats, A. M. Vorotynov, A. A. Krasikov, D. A. Velikanov, O. A. Bayukov, V. P. Ladygina, and R. S. Iskhakov, *Results Phys.* **35**, 105340 (2022).
39. Yu. V. Knyazev, D. A. Balaev, S. A. Skorobogatov, D. A. Velikanov, O. A. Bayukov, S. V. Stolyar, R. N. Yaroslavtsev, and R. S. Iskhakov, *Phys. Rev. B* **107**, 115413 (2023).
40. A. A. Krasikov, Yu. V. Knyazev, D. A. Balaev, D. A. Velikanov, S. V. Stolyar, Yu. L. Mikhlin, R. N. Yaroslavtsev, and R. S. Iskhakov, *Physica B* **660**, 414901 (2023).
41. Д. А. Великанов, *Вестник СибГАУ* **2(48)**, 176 (2013).
42. А. Д. Балаев, Ю. В. Бояршинов, М. М. Карпенко, Б. П. Хрусталева, *ПТЭ* **3**, 167 (1985).
43. J. Zhao, F. E. Huggins, Z. Feng, and G. P. Huffman, *Phys. Rev. B* **54**, 3404 (1996).

44. S. V. Stolyar, D. A. Balaev, V. P. Ladygina, A. A. Dubrovskiy, A. A. Krasikov, S. I. Popkov, O. A. Bayukov, Yu. V. Knyazev, R. N. Yaroslavtsev, M. N. Volochaev, R. S. Iskhakov, K. G. Dobretsov, E. V. Morozov, O. V. Falaleev, E. V. Inzhevatin, O. A. Kolenchukova, and I. A. Chizhova, *J. Supercond. Nov. Magn.* **31**, 2297 (2018).
45. J. Fock, M. F. Hansen, C. Frandsen, and S. Mørup, *J. Magn. Magn. Mater.* **445**, 11 (2018).
46. E. M. Chudnovsky, W. M. Saslow, and R. A. Scrota, *Phys. Rev. B* **33**, 251 (1986).
47. J. C. Denardin, A. L. Brandl, M. Knobel, P. Panissod, A. B. Pakhomov, H. Liu, and X. X. Zhang, *Phys. Rev. B* **65**, 064422 (2002).
48. Д. А. Балаев, С. И. Попков, А. А. Красиков, А. Д. Балаев, А. А. Дубровский, С. В. Столяр, Р. Н. Ярославцев, В. П. Ладыгина, Р. С. Исаков, *ФТТ* **59**, 1920 (2017).
49. А. А. Красиков, Д. А. Балаев, *ЖЭТФ* **163**, 115 (2023).
50. A. Aharoni, *J. Appl. Phys.* **61**, 3302 (1987).
51. F. Bødker, S. Mørup, and S. Linderoth, *Phys. Rev. Lett.* **72**, 282 (1994).
52. J. Mohapatra, M. Xing, J. Elkins, J. Beatty, and J. Ping Liu, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **53**, 504004 (2020).
53. D. A. Balaev, I. S. Poperechny, A. A. Krasikov, S. V. Semenov, S. I. Popkov, Y. V. Knyazev, V. L. Kirillov, S. S. Yakushkin, O. N. Martyanov, and Yu. L. Raikher, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **54**, 275003 (2021).
54. R. D. Zysler, M. Vasquez Mansilla, D. Fiorani, *Eur. Phys. J. B* **41**, 171 (2004).
55. M. P. Proenca, C. T. Sousa, A. M. Pereira, P. B. Tavares, J. Ventura, M. Vazquez, and J. P. Araujo, *Phys. Chem. Chem. Phys.* **13**, 9561 (2011).
56. X. Batlle and A. Labarta, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **35**, R15 (2002).
57. C.-R. Lin, R.-K. Chiang, J.-S. Wang, and T.-W. Sung, *J. Appl. Phys.* **99**, 08N710 (2006).
58. Ю. В. Князев, Д. А. Балаев, В. Л. Кириллов, О. А. Баюков, О. Н. Мартьянов, *Письма в ЖЭТФ* **108**, 558 (2018).