

УДК 538.245

**ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ
ВЫСОКОКОЭРЦИТИВНЫХ ЛИТЫХ ОБРАЗЦОВ Sm-Zr-Co-Cu-Fe
МЕТОДАМИ ОПТИЧЕСКОЙ И АТОМНО-СИЛОВОЙ
МИКРОСКОПИИ**

М.Б. Ляхова, Е.М. Семенова, И.В. Андреев, И.А. Каплунов¹

Тверской государственной университет,

кафедра магнетизма

¹*кафедра прикладной физики*

Методами оптической и магнитно-силовой микроскопии исследованы микроструктура и доменная структура высококоэрцитивных литых образцов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$ с $z = 6,1; 6,4; 6,7$. Описаны конфигурации доменной структуры и характер ее перестройки во внешних магнитных полях в двух основных структурных составляющих *A* и *B* образцов. Изучены изменения микроструктуры образцов в процессе термических обработок. Установлено, что тонкая микроструктура в составляющих *A* и *B* образцов имеет «ячеистую» конфигурацию. Основным фактором, который влияет на конфигурацию доменов в *A* и *B* является различие химических составов центральных областей и граничной фазы «ячеек». Это различие определяет локальные градиенты основных магнитных констант и эффективность центров задержки доменных границ при перемагничивании образцов во внешнем магнитном поле.

Среди магнитотвердых материалов наиболее перспективными для высокотемпературных применений являются постоянные магниты типа Sm-Zr-Co-Cu-Fe, которые наряду с большими значениями максимального энергетического произведения имеют высокую температурную стабильность характеристик благодаря температуре Кюри $T_C > 800^\circ\text{C}$.

Исследования микроструктуры порошковых постоянных магнитов на основе сплавов $(\text{Sm,Zr})(\text{Co,Cu,Fe})_z$ методом просвечивающей электронной микроскопии обнаружили существование в них так называемой «ячеистой» структуры [1–2]. Однако в высококоэрцитивных литых образцах данного типа методами оптической микроскопии выявляется, по крайней мере, три структурных составляющих, две из которых (*A* и *B*) занимают практически весь объем сплава [3–5]. В составляющей *B* (светлые области на рис. 1, *a; z*) методами электронной микроскопии наблюдается «ячеистая» микроструктура, в составляющей *A* (темные области на рис. 1, *a; z*) – структура выделений более округлой формы.

В данной работе в качестве объектов исследования были выбраны сплавы трех составов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$ со

стехиометрическими соотношениями $z = 6,1; 6,4; 6,7$. По данным работы [3] (табл. 1) при изменении z в указанных пределах объемное содержание двух основных структурных составляющих A и B образцов изменяется в широких пределах: в образце с $z = 6,1$ больший объем занимает составляющая A , а в образце с $z = 6,7$ – составляющая B . Структурная составляющая C (белые области на рис. 1, $a; z$) во всех образцах занимает объем не более 5 об.%.

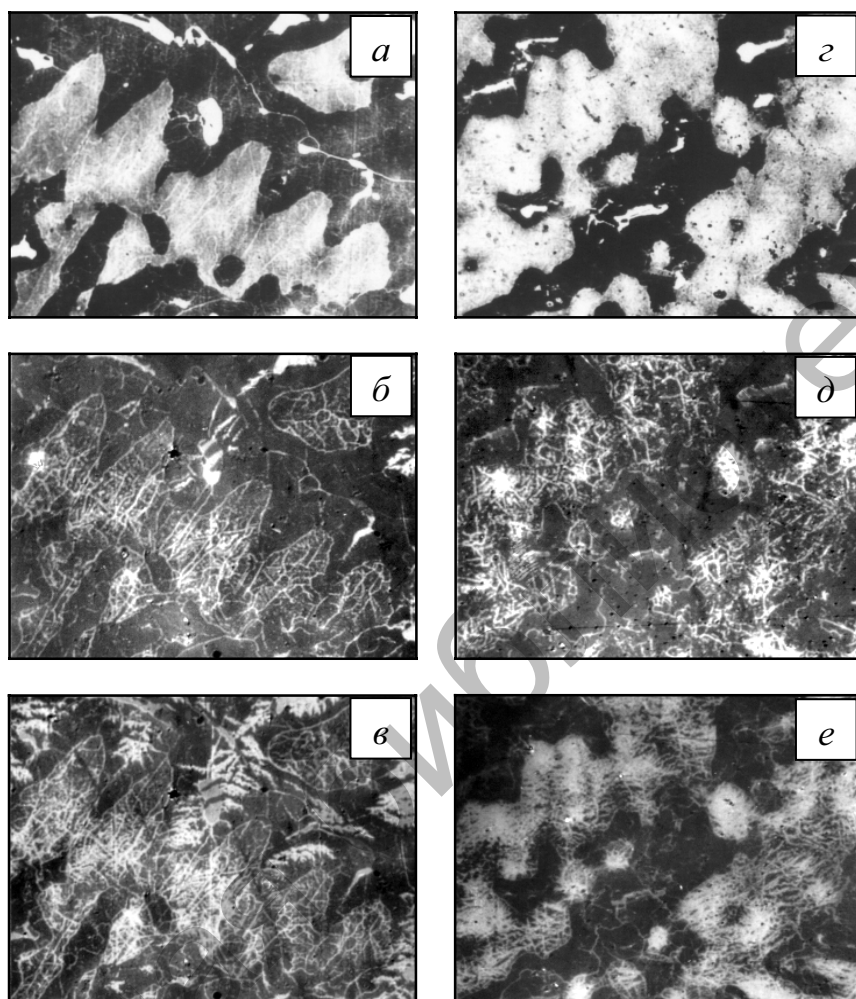


Рис. 1. Микроструктура (a, z) и доменная структура ($б-в, д-е$) на базисной плоскости образцов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$, где $z = 6,4$ ($a-в$) и $6,7$ ($z-е$) во внешних магнитных полях. Увеличение $\times 200$

Исходные сплавы получали методом высокочастотной индукционной плавки в атмосфере аргона. Термические обработки сплавов включали в себя два этапа. Высокотемпературная обработка

представляла собой трехчасовую гомогенизацию при 1170–1175°C с последующей закалкой до комнатной температуры. Низкотемпературная обработка (НТО) включала в себя изотермический отжиг при температуре 800°C в течение 20 часов и охлаждение, которое проводилось двумя способами. При НТО-1 образцы закаливались до комнатной температуры, при НТО-2 – медленно охлаждались до 400°C со средней скоростью 2°C·мин⁻¹. Целью такого варьирования режимов являлось получение различных структурных состояний образцов и, следовательно, изменение коэрцитивной силы в широких пределах (табл. 1).

Таблица 1
Объемное содержание структурных составляющих и магнитные характеристики сплавов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$ [3–5]

z	Содержание составляющих, об. %			σ_s , Гс·см ³ ·Г ⁻¹	НТО-1 (закалка)		НТО-2 (медленное охлаждение)	
	A	B	C		σ_r , Гс·см ³ ·Г ⁻¹	H_{cl} , кЭ	σ_r , Гс·см ³ ·Г ⁻¹	H_{cl} , кЭ
6,1	80	15	5	102	51	5	100	15
6,4	60	35	5	104	98	8	102	28
6,7	35	60	5	106	100	23	104	40

Образцы для исследований выкалывались из крупнозернистых слитков и представляли собой одно зерно сплава с диаметром 1–2 мм. Шлифы готовились путем механической шлифовки и полировки на алмазных пастах. Доменная структура (ДС) выявлялась при помощи полярного эффекта Керра.

Структура образцов исследовалась на металлографическом микроскопе NEOPHOT-30 и сканирующем атомно-силовом микроскопе SOLVER P47. Наиболее четкие картины тонкой микроструктуры были получены в случае применения электрохимического травления образцов (в насыщенном растворе хромового ангидрида в ортофосфорной кислоте) и контактного метода сканирования поверхности (в режиме измерения латеральной компоненты силы взаимодействия образца и зонда) (рис. 2–6).

На рис. 1 приведены результаты исследования ДС в процессе перемагничивания образцов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$. Перестройка ДС в составляющих A и B существенно различна. Перемагничивание составляющей A происходит в достаточно узком интервале полей за счет разрастания «папоротникообразных» (рис. 1, a–в) или «ламельных» (рис. 1, z–e) доменов. ДС в составляющей B представляет собой сетку доменов субмикронной ширины, которые практически не растут по

ширине при увеличении внешнего поля, а перемагничивание происходит в широком интервале полей за счет появления новых тонких доменов и постепенного заполнения объема сеткой доменов.

На рис. 2 приведены картины тонкой структуры в составляющей *A* образцов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_{6,1}$ после термических обработок по режимам НТО-1 и НТО-2. Составляющую *B* точно идентифицировать не удалось, так как её объем в данных образцах не превышает 15 об.%.

Как видно из рис. 2, *a–в*, уже в процессе изотермического отжига в составляющей *A* формируется регулярная микроструктура. Во всем объеме *A* рельеф травления однородный, отдельные элементы структуры имеют форму капель с размерами 0,2–0,3 мкм. Кроме того, наблюдаются системы тонких полос толщиной менее микрометра (рис. 2, *a–б*). При высоких разрешениях видно (рис. 2, *б–в*), что и внутри каплевидных выделений присутствует мелкий рельеф с выделениями округлой формы.

После медленного охлаждения от температуры отжига тонкая структура составляющей *A* образца $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_{6,1}$ принципиально видоизменяется, появляется полосовой рельеф, в котором присутствуют участки с широкими (~0,2 мкм) и узкими (менее 0,1 мкм) полосами (рис. 2, *з–е*), причем ориентация полос совпадает с осью легкого намагничивания образца (осью *c*). При небольших увеличениях (рис. 2, *з*) кроме основной заметна и вторая система прерывистых полос или «зигзагов», причем углы между направлениями преимущественной ориентации этих систем полос составляет 60° и 120°. При высоких разрешениях видно, что детали рельефа имеют форму, в сечении близкую к правильным треугольникам или параллелепипедам с углами 60° и 120° и размерами ~50 нм (рис. 2, *д–е*). Такая конфигурация деталей рельефа близка по форме к «ячеистой» структуре, описанной в [1–2].

На рис. 3–6 приведены изображения тонкой структуры составляющих *A* и *B* в образцах $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$ с $z = 6,4$ и $6,7$ после термических обработок по режиму НТО-1 и НТО-2. При невысоких увеличениях видно, что конфигурация тонкой микроструктуры практически аналогична в обеих составляющих образцов. Наблюдается две системы структурных полос, причем более глубокие полосы всегда ориентированы вдоль оси *c*, а элементы рельефа по форме близки к «ячейкам». Однако при больших увеличениях выявляются некоторые различия в тонкой структуре составляющих *A* и *B* образцов с $z = 6,4$ и $6,7$.

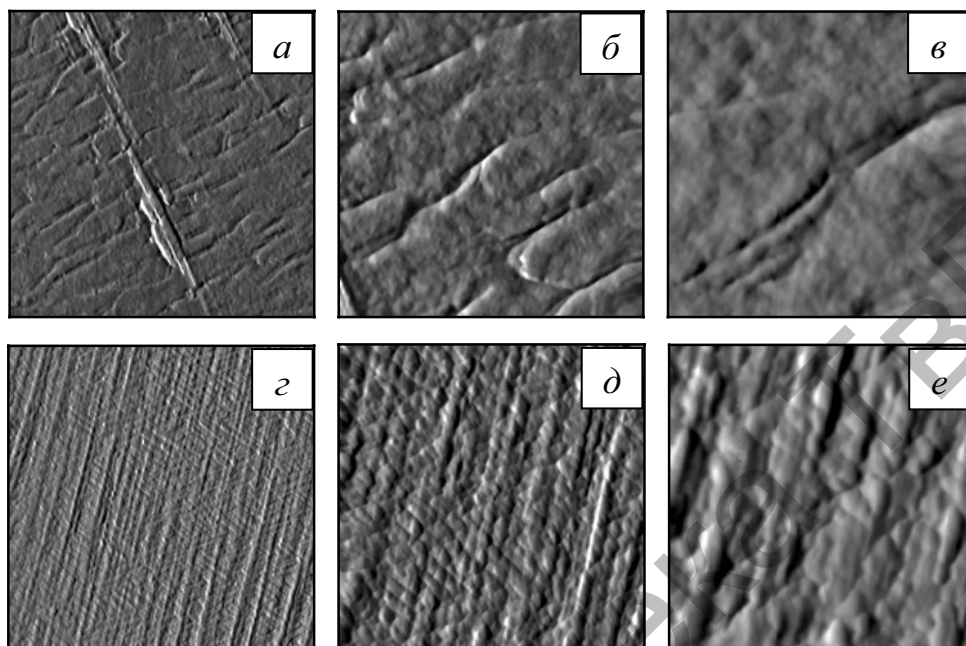


Рис. 2. Микроструктура составляющей *A* на призматических плоскостях образцов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_{6,1}$ после НТО-1 (*a–г*) и НТО-2 (*д–з*).
Размер кадров 2,5x2,5 (*a, г*), 1x1 (*б, д*), 0,5x0,5 мкм (*в, е*)

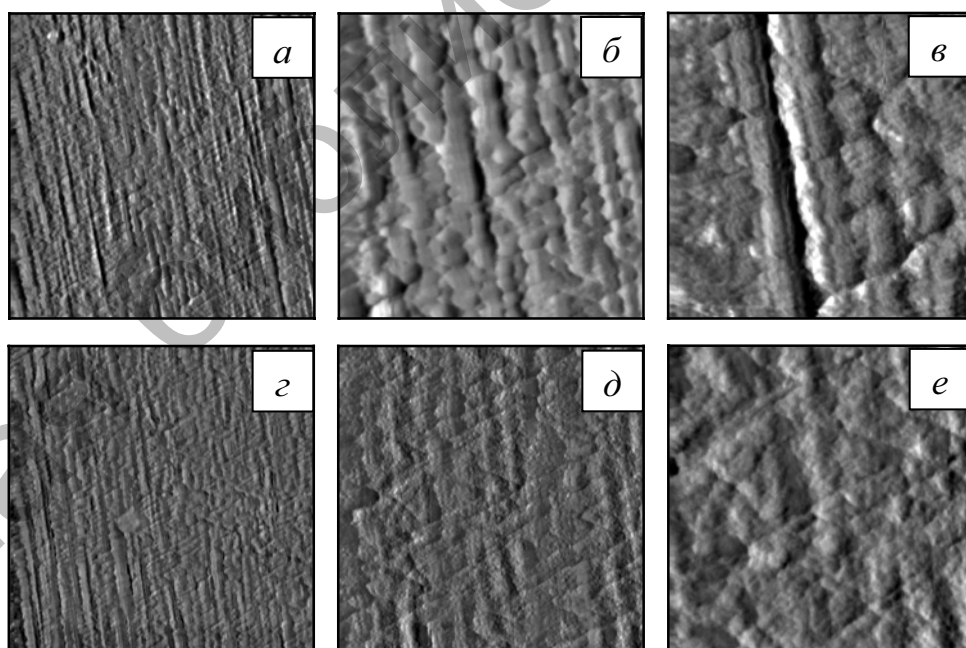


Рис. 3. Микроструктура составляющих *A* (*a–в*) и *B* (*г–е*) на призматических плоскостях образцов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_{6,4}$ после НТО-1
Размер кадров 2,5x2,5 (*a, г*), 1x1 (*б, д*) и 0,5x0,5 мкм (*в, е*)

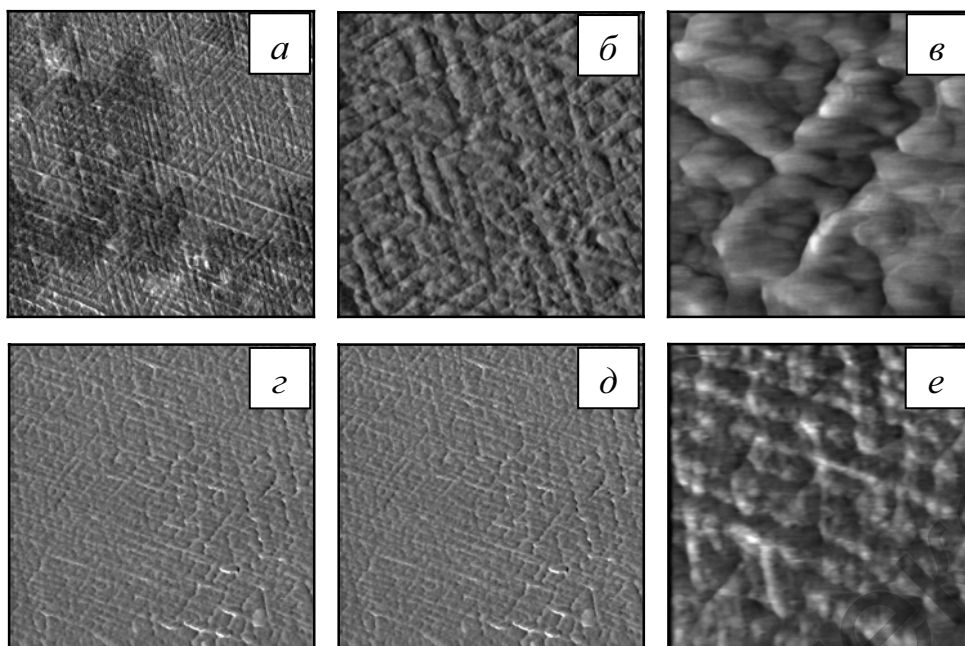


Рис. 4. Микроструктура составляющих *A* (*a–в*) и *B* (*г–е*) на призматических плоскостях образцов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_{6,4}$ после НТО-2. Размер кадров 2,5x2,5 (*a, г*), 1x1 (*б, д*) и 0,5x0,5 мкм (*в, е*)

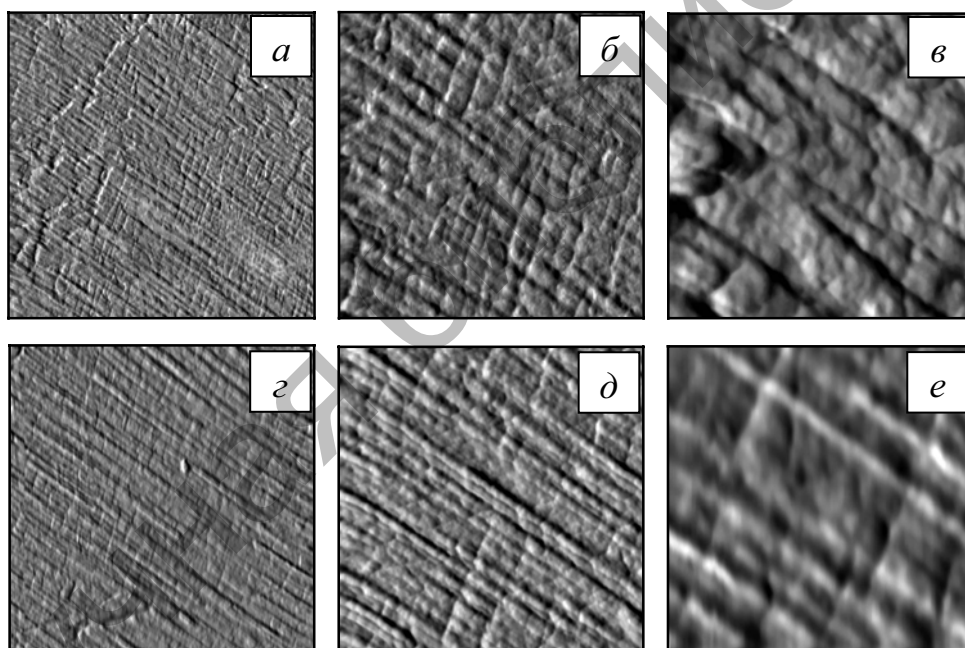


Рис. 5. Микроструктура составляющих *A* (*a–в*) и *B* (*г–е*) на призматических плоскостях образцов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_{6,7}$ после НТО-1. Размер кадров 2,5x2,5 (*a, г*), 1x1 (*б, д*) и 0,5x0,5 мкм (*в, е*)

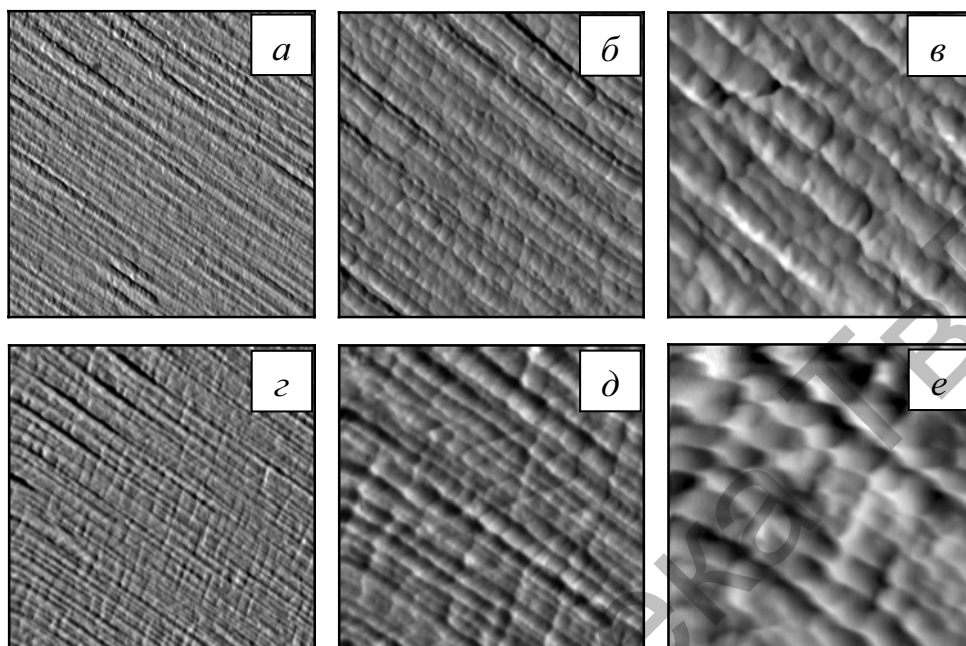


Рис. 6. Микроструктура составляющих A (a – $в$) и B ($г$ – $е$) на призматических плоскостях образцов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_{6,7}$ после НТО-2. Размер кадров $2,5 \times 2,5$ ($a, г$), 1×1 ($б, д$) и $0,5 \times 0,5$ мкм ($в, е$)

Для образца с $z = 6,4$, прошедшего изотермический отжиг с закалкой, тонкие структуры составляющих A и B практически идентичны и по конфигурации и по размерам «ячеек» (рис. 3). После НТО-2 структуры составляющих несколько отличаются: в A наблюдается очерченная структура «ячеек», а в B – более мягкий рельеф (рис. 4). Размеры деталей структуры в процессе НТО-2 практически не изменяются и составляют ~ 50 нм.

В образце с $z = 6,7$ после НТО-1 наблюдается структура четко очерченных ячеек в обеих составляющих (рис. 5), но в составляющей A размеры деталей рельефа остаются около 50 нм, а в составляющей B кроме мелких наблюдаются и более крупные «ячейки» размерами до 100–150 мкм (рис. 5, e). В образце этого состава, прошедшем медленное охлаждение, также более крупная структура с размерами «ячеек» до 100 нм наблюдается в составляющей B (рис. 6, $г$ – $е$), кроме того, в этой составляющей форма выделений ближе к «ячейкам», а в составляющей A детали рельефа более округлой формы как бы выстраиваются в цепочки вдоль оси c (рис. 6, a – $в$).

Исходя из полученных результатов, можно утверждать, что тонкая микроструктура в двух основных составляющих A и B высококоэрцитивных образцов $\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$ имеет «ячеистую» конфигурацию, что подтверждает модель формирования

структуры данной группы магнитотвердых материалов, предложенную в [4]. Что касается различия доменной структуры в составляющих *A* и *B*, то, основным фактором, который влияет на конфигурацию доменов является различие химических составов центральных областей и граничной фазы «ячеек» в *A* и *B*, поскольку именно это различие определяет локальные градиенты основных магнитных констант и эффективность деталей структуры как центров задержки доменных границ при перемагничивании образцов во внешнем магнитном поле.

Работа выполнена при поддержке грантов НШ-8701.2006.2, РФФИ № 05-02-17197, Минобрнауки РФ проект РНП.2.1.1.3674

Список литературы

1. Fidler G., Scalicky P., Rothwarf F. High resolution electron study $\text{Sm}(\text{Co}, \text{Fe}, \text{Cu}, \text{Zr})_{7,5}$ magnets // IEEE Trans. Magn. 1983. V.MAG-19, N.5. P. 2041–2043.
2. Ray A.E. Metallurgical behaviour of $\text{Sm}(\text{Co}, \text{Fe}, \text{Cu}, \text{Zr})_z$ alloys // J. Appl. Phys. 1984. V.55. N.6. P.2094–2096.
3. Супонев Н.П., Шаморикова Е.Б., Дормидонтов А.Г., Титов Ю.В., Лукин А.А., Левандовский В.В. Структура и магнитные свойства сплавов Sm-Zr-Co-Cu-Fe в высококоэрцитивном состоянии. 1. Структурные составляющие и процессы перемагничивания / Физика магнитных материалов. Калинин, 1988. С.93–105.
4. Супонев Н.П., Дормидонтов А.Г., Левандовский В.В., Шаморикова Е.Б., Некрасова Е.М. Структура и магнитные свойства сплавов Sm-Zr-Co-Cu-Fe *B* высококоэрцитивном состоянии. 2. Модель формирования структуры / Физика магнитных материалов. Тверь, 1992. С.78–98.
5. Русанов О.И., Пушкарь Ю.Е., Ляхова М.Б., Гусева Н.Н. Влияние термических обработок на магнитные свойства сплавов Sm-Zr-Co-Cu-Fe различного фазового состава / Физика магнитных материалов, Тверь. 1990. С.81–93.