

УДК 538.245

ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА ГЕТЕРОГЕННЫХ СПЛАВОВ (Sm-Zr)(Co-Cu-Fe)_z

М.Б. Ляхова, Е.М. Семенова, С.И. Юрасов

Тверской государственный университет
кафедра магнетизма

Методами оптической, атомно- и магнитно-силовой микроскопии выполнены исследования микро- и доменной структуры высококоэрцитивных сплавов $(\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15})(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$ ($z = 6,1; 6,4; 6,7$).

Современные требования к постоянным магнитам включают не только высокие значения коэрцитивного поля и остаточной намагниченности, но и стабильность этих характеристик в широком температурном интервале. Этим требованиям удовлетворяют магниты типа R-Zr-Co-Cu-Fe, важной особенностью которых является то, что высококоэрцитивное состояние с максимальным энергетическим произведением до 38 МГс·Э имеет высокую температурную стабильность [1; 2].

Реализовать высокую температурную стабильность в сочетании с хорошими магнитными свойствами удается за счет сложной микроструктуры, которая формируется в результате отжигов. Необходимо отметить, что в магнитных материалах типа R-Zr-Co-Cu-Fe высококоэрцитивное состояние можно реализовать не только в порошковых магнитах, но и в литом состоянии, при этом основными центрами задержки смещения доменных границ служат наноразмерные элементы структуры [1; 2].

Сплавы рассматриваемого типа имеют сложную микроструктуру, состоящую из двух основных макроскопических структурных составляющих, имеющих состав, близкий к $\text{R}(\text{Co},\text{M})_5$ (составляющая *A*) и $\text{R}_2(\text{Co},\text{M})_{17}$ (составляющая *B*). Объемное соотношение составляющих гетерогенного сплава $(\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15})(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$, зависит от значения стехиометрического соотношения z . По данным [3] при $z \approx 6,4$ относительное содержание составляющих *A* и *B* в сплаве одинаково. Увеличение z приводит к росту относительного содержания составляющей *B*. Магнитные свойства сплавов в значительной степени зависят от этого соотношения: изменение z позволяет варьировать основные магнитные характеристики данных материалов в широких пределах.

Каждая из составляющих в свою очередь характеризуется наноразмерной «ячеистой» структурой, подробные исследования которой представлены в работах [4]. Размеры «ячеек» варьируются в

интервале 50...100 нм. Центральные области ячеек составляющей *B* имеют состав близкий к $\text{Sm}_{0,86}\text{Zr}_{0,14}(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,07}\text{Fe}_{0,23})_{7,1}$, а граничные области обогащены медью и служат центрами задержки доменных границ. Ячейки различаются по форме: в составляющей *A* они имеют округлую форму, а в *B* – форму параллелепипедов. Кроме того, в составляющей *B* структура ячеек имеет упорядочение: группы ячеек образуют линии, направленные под углами 60° и 120° [4].

В качестве объектов данного исследования были выбраны сплавы $(\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15})(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$, где $z = 6,1; 6,4; 6,7$. Образцы были подвергнуты изотермическим отжигам при 800°C по двум режимам ТО-1 (закалка) и ТО-2 (медленное охлаждение) длительностью 5 и 10 часов. Режимы термообработок (ТО) подробно описаны в работах [4]. Варьирование длительности и режимов ТО позволяет реализовать различное структурное состояние сплавов.

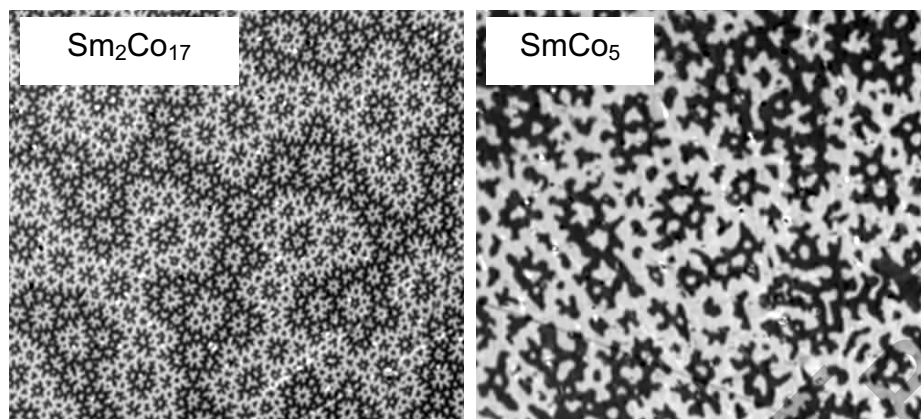
Основной задачей настоящего исследования является сравнительный анализ микро-, нано- и магнитной доменной структуры (ДС) фазовых составляющих сплавов.

Перед тем как перейти к исследованию ДС фазовых составляющих сплавов $(\text{R}_{0,85}\text{Zr}_{0,15})(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$, приведем типичные картины ДС соединений R_2Co_{17} и RCo_5 , которые являются базовыми для структурных составляющих многокомпонентного сплава. В магнетиках с анизотропией типа «ось легкого намагничивания» на базисной плоскости формируется структура замыкающих доменов типа «звездочки» [5].

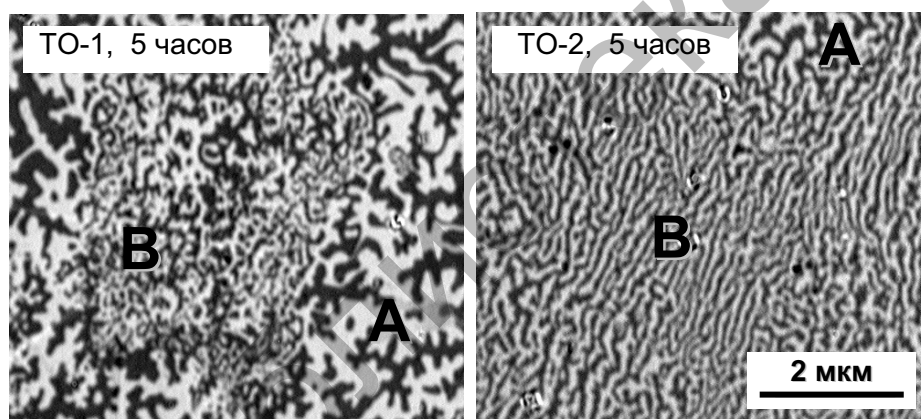
На рис. 1 приведены фотографии ДС монокристаллов $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ и SmCo_5 , полученные методом полярного эффекта Керра. Видно, что размеры доменов этих соединений различаются почти в 3 раза (в $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ ширина доменов меньше, чем в SmCo_5), поскольку эти соединения характеризуются разными значениями магнитных моментов и магнитокристаллической анизотропии.

Сравним ДС базовых соединений $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ и SmCo_5 с доменами структурных составляющих на базисной плоскости многокомпонентного сплава $(\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15})(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_{6,1}$. По доменной структуре можно судить об особенностях микро- и наноструктуры, сформировавшихся в составляющих *A* и *B* вследствие отжигов.

На рис. 2 представлена ДС на базисной плоскости образцов $(\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15})(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_{6,1}$, подвергнутых отжигам по режимам ТО-1 и ТО-2 в течение 5 часов. Образцы были предварительно размагничены убывающим знакопеременным полем с максимальной амплитудой 30 кЭ (3 Т) в вибрационном магнитометре.



Р и с . 1 . ДС на базисной плоскости монокристаллов $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ и SmCo_5 , выявленная методом полярного эффекта Керра.



Р и с . 2 . Доменная структура, выявленная методом полярного эффекта Керра на базисной плоскости образцов сплавов $(\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15})(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_{6,1}$, подвергнутых отжигам по режимам ТО-1 и ТО-2

Из приведённых изображений видно, что ДС фазовых составляющих различается по конфигурации и размерам, что отражает особенности наноструктуры сплава.

Отжиг по режиму ТО-1, завершающийся резким охлаждением сплава, фиксирует структуру, которая формирует в составляющих *A* и *B* домены в форме искаженных лабиринтов «звездочек». Аналогичный отжиг, завершающийся медленным охлаждением (ТО-2) приводит к тому, что ширина доменов уменьшается почти в два раза и появляется упорядочение магнитной структуры (особенно это характерно для составляющей *B*, в которой наблюдаются тонкие лабиринтные домены, вытянутые вдоль выделенного направления). Близкая структура

наблюдается и в составляющей *A*, однако ширина доменов в ней заметно больше, а степень упорядочения меньше.

Очевидно, что ДС отражает реальную «ячеистую» структуру сплавов. Искажения типичной для базисной плоскости одноосного магнетика ДС связаны с появлением сетки наноразмерных ячеек, обрамленных фазой, обогащенной медью.

На рис. 3 представлены микрофотографии ДС образцов исследуемых сплавов с $z = 6,4$ после различных термообработок. Сравнительный анализ картин ДС этих образцов указывает на то, что медленное охлаждение образцов после изотермического отжига ТО-2 способствует формированию измельченной микроструктуры в обеих структурных составляющих, что наглядно видно по ДС в составляющей *A*. Ширина доменов изменяется от 2 мкм после ТО-1 до 0,7 мкм после ТО-2.

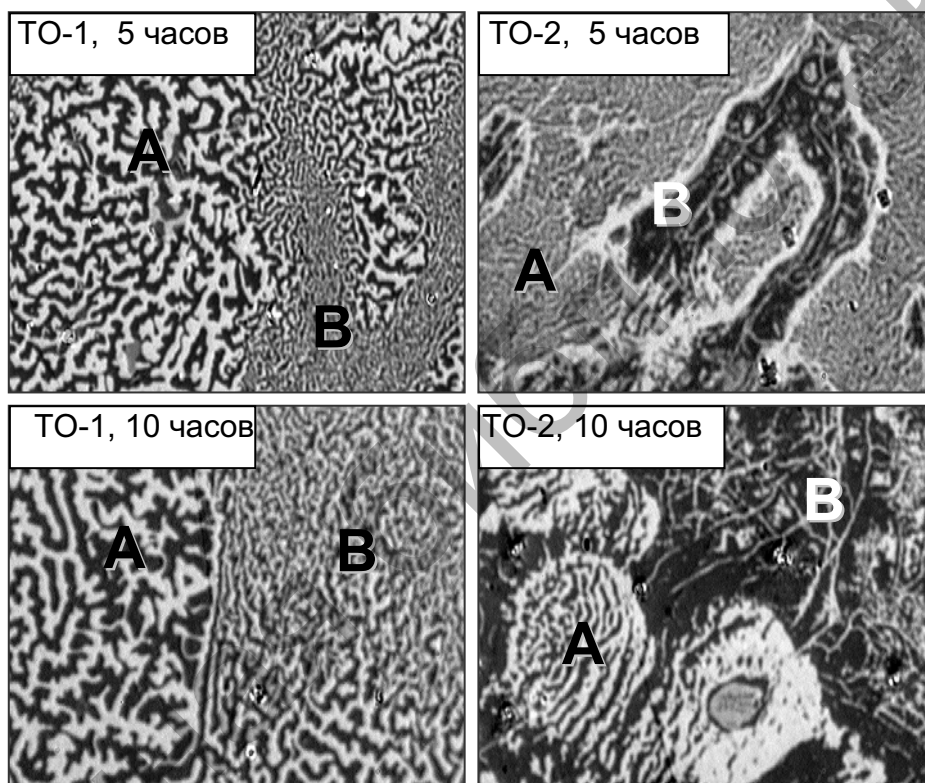


Рис. 3. ДС, выявленная методом полярного эффекта Керра на базисной плоскости образца $(\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15})(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_{6,4}$ после размагничивания знакопеременным полем.

Оценить параметры равновесной ДС в составляющей *B* не удалось, так как размагничивание образцов знакопеременным полем позволяло привести в равновесное размагниченное состояние только составляющую *A*, а доменные границы составляющей *B* характеризуются более высокой коэрцитивностью.

Анализ микрофотографий ДС показывает, что при использовании режима ТО-1 изменение продолжительности отжига в пределах 5...10 часов незначительно влияет на параметры ДС обеих составляющих (средняя ширина доменов практически не изменяется). В то же время, медленное охлаждение (ТО-2) приводит к совершенно иному результату в структурной составляющей *A*. Увеличение длительности изотермического отжига приводит к существенному увеличению ширины доменов и появлению выделенного направления их ориентации. Изменения параметров ДС сплавов с $z = 6,7$ оценить не удалось, т.к. имевшийся электромагнит не позволял получать поля выше 30 кЭ (3 Т).

Домены в составляющей *B* имеют размер порядка 1...2 мкм. Для изучения объектов такого размера эффективнее использовать возможности магнитно-силовой микроскопии. Использование зонда, покрытого кобальтом, позволяет регистрировать поля рассеяния ДС вблизи поверхности образцов.

На рис. 4 показана ДС на базисной плоскости образца сплава с $z = 6,4$, после ТО-1. Видно, что средний размер доменов в разных структурных составляющих значительно отличается. В составляющей *A* $\sim 2,5$ мкм, а в *B* $\sim 0,9$ мкм. В обеих фазовых составляющих домены не упорядочены.

Одной из задач работы является сопоставление параметров ДС и наноструктуры фазовых составляющих исследуемых материалов. Рис. 4 позволяет сравнить размеры «ячеек» и ДС. Здесь приведены изображения, полученные методами атомной и магнитной силовой микроскопии. На фотографии приведена структура «ячеек» фазы *A*. Средний размер ячеек составляет 50...100 нм. Рядом приведена ДС этой составляющей. Сопоставление полученных изображений позволяет сделать вывод о том, что средняя ширина домена в фазе *A* соответствует 15 ячейкам. Здесь же приведены снимки для фазы *B*. Параметры ячеистой структуры по сравнению с *A* отличаются незначительно. При этом параметры магнитной структуры отличаются более чем в 2 раза (средняя ширина доменов $\approx 0,6$ мкм, что соответствует приблизительно 6 ячейкам структуры).

Таким образом, ДС структурных составляющих сплава $(\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15})(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$ имеет одинаковые особенности: размеры доменов в несколько раз превышают размеры «ячеек», при этом доменные стенки многократно пересекают границы фаз.

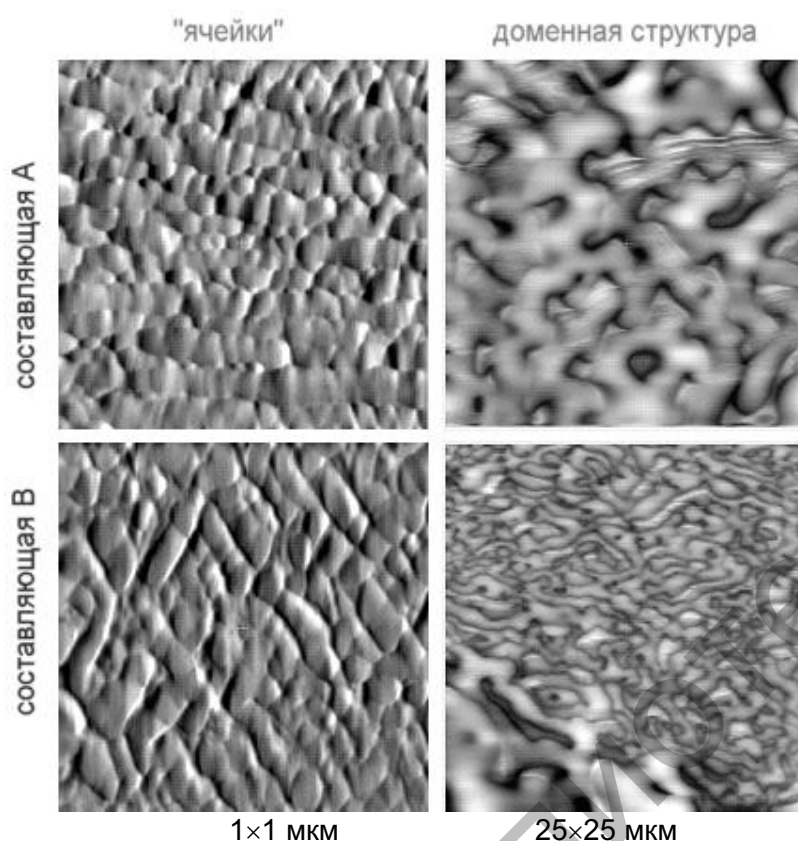


Рис. 4. Структура «ячеек» и магнитная доменная структура сплава $(\text{Sm,Zr})(\text{Co,Cu,Fe})_{6,4}$ (ТО-1). Изображения получены методами СЗМ.

Можно предположить, что формирование подобной ДС связано с наличием не только магнитостатического и обменного взаимодействий между когерентно связанными наноячейками, но и специфическим характером распределения коэрцитивности внутри структурных составляющих.

Работа выполнена в рамках АВЦП «Развитие научного потенциала высшей школы» при поддержке гранта РФФИ № 09-02-01274 и ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009–2013 гг.».

Список литературы

1. High-temperature magnetic properties and microstructural analysis of $\text{Sm}(\text{Co,Cu,Fe,Zr})_z$ permanent magnets / J.F. Liu, Y. Zhang, G.C. Hadjipanayis // J. Magn. Magn. Mat. 1999. V. 202. P. 69–76.

2. X. Chen, J. F. Liu, C. Ni, and G. Hadjipanayis. Magnetic and structural properties of commercial $\text{Sm}_2(\text{Co,Fe,Cu,Zr})_{17}$ -based magnets // *J. Appl. Phys.* 1998. V. 83, No. 11. P. 7139 -7141.
3. Структура и магнитные свойства сплавов Sm-Zr-Co-Cu-Fe в высококоэрцитивном состоянии. 2. Модель формирования структуры / Н.П. Супонев, А.Г. Дормидонтов, В.В. Левандовский, Е.Б. Шаморикова, Е.М. Некрасова // *ФММ. Тверь*, 1992. С.78–98.
4. М.Б.Ляхова, Е.М.Семенова, И.В.Андреев, И.А.Каплунов. Исследование микроструктуры высококоэрцитивных литых образцов сплавов Sm-Zr-Co-Cu-Fe методами оптической и атомно-силовой микроскопии // *Вестник ТвГУ. Серия: Физика. №6(34)*, 2007. С. 22–29
5. Кандаурова Г.С., Оноприенко Л.Г. Основные вопросы теории магнитной доменной структуры. Свердловск, 1977. 124 с.

DOMAIN STRUCTURE OF HETEROGENEOUS (Sm-Zr)(Co-Cu-Fe)_z ALLOYS

M.B. Lyakhova, E.M. Semenova, S.I. Yurasov

Micro- and magnetic domain structure of high coercive $(\text{Sm}_{0,85}\text{Zr}_{0,15})(\text{Co}_{0,70}\text{Cu}_{0,09}\text{Fe}_{0,21})_z$ ($z = 6,1; 6,4; 6,7$) alloys was studied by the methods of optical, atomic- and magnetic force microscopy.