

УДК 538.245

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ РЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ СОЕДИНЕНИЯ $\text{Sm}(\text{Co},\text{Ni})_5$

Ю.В. Кузнецова, О.Б. Дёгтева, П.С. Салев, Н.П. Супонев

*Тверской государственный университет,
кафедра магнетизма*

Методами атомно-силовой микроскопии исследован рельеф поверхности образцов $\text{R}(\text{Co},\text{Ni})_5$. Проведен анализ полученных изображений поверхности с помощью программного обеспечения сканирующего зондового микроскопа, а также стереометрическими методами.

В настоящее время сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) – это бурно развивающаяся область научного приборостроения и комплекс уникальных методов исследований. В частности, достаточно интенсивно проводятся исследования свойств редкоземельных интерметаллидов типа R-Co. Эти соединения уже в течение ряда лет являются предметом пристального внимания специалистов в области магнитных явлений и физического материаловедения, поскольку являются наиболее перспективными магнитотвердыми материалами.

Из литературных данных известно, что механизм магнитного гистерезиса в данных материалах – задержка смещения доменных границ на структурных неоднородностях, поэтому величина коэрцитивного поля зависит от параметров ликваций. Тонкая структура в соединениях $\text{Sm}(\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x)_5$ [1–3] формируется по механизму спинодального распада. Структурные неоднородности представляют собой микрообласти, обогащенные или обедненные никелем относительно среднего состава сплава. Размеры этих областей сопоставимы по величине с эффективной шириной доменной границы и составляют несколько сотен ангстрем. Изменение концентрации никеля оказывает сильное влияние на величину фундаментальных характеристик таких областей, что приводит к локальным вариациям обменного параметра и констант магнитокристаллической анизотропии, а, следовательно, к большим градиентам плотности энергии доменных границ. Это и является причиной высококоэрцитивного состояния исследуемых сплавов.

Методами оптической микроскопии исследовать такую микроструктуру достаточно сложно, поскольку размеры ликваций сопоставимы с пределом разрешения оптики. В то же время методы атомно-силовой микроскопии (АСМ) позволяют получить качественные картины распределения ликвационных неоднородностей в материале.

В связи с этим, были проведены исследования микроструктуры на базисных плоскостях монокристаллов сплавов $\text{Sm}(\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x)_5$, находящихся в состояниях после выплавки и после изотермического отжига при температуре 1100°C в течение 5 часов, на атомно-силовом микроскопе SOLVER P47. При наблюдении микроструктуры применялась методика электрохимического травления. Химический метод оставляет большое количество продуктов травления на поверхности шлифа, что мешает получению адекватной картины рельефа при сканировании кантилевером.

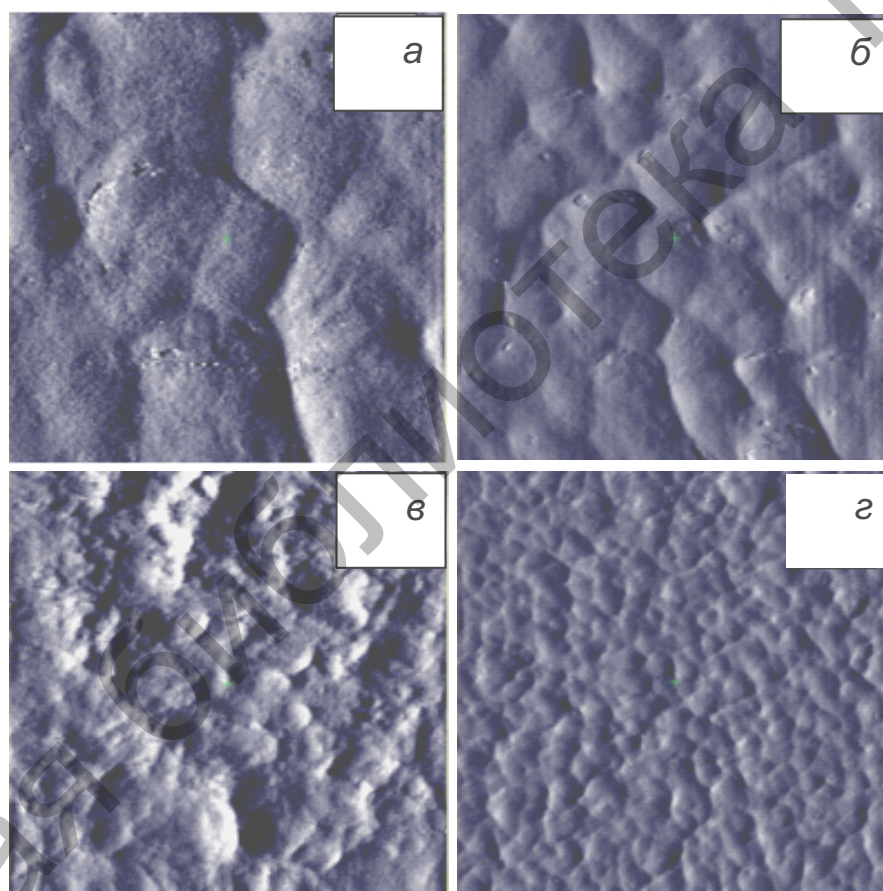


Рис. 1. АСМ изображения рельефа поверхности соединения $\text{SmCo}_{2,5}\text{Ni}_{2,5}$ на базисной плоскости. Области сканирования: $0,5 \times 0,5$ мкм (а), 1×1 мкм (б), 3×3 мкм (в), 2×2 мкм (г).

Анализ полученных изображений показывает, что в монокристаллах, как и ожидалось, формируется структура, в которой присутствуют области, обогащенные или обедненные никелем. Проведенная оценка среднего размера этих областей позволила выявить две закономерности. Первая: с увеличением содержания никеля в сплавах средний размер областей уменьшается. Вторая: гомогенизирующий отжиг также способствует уменьшению среднего размера областей. Средние размеры областей имеют порядок нескольких десятков нанометров.

В качестве примера на рис. 1 представлены изображения рельефа поверхности образцов $\text{SmCo}_{2,5}\text{Ni}_{2,5}$ и $\text{GdCo}_{3,25}\text{Ni}_{1,75}$, полученные в контактном режиме работы микроскопа.

Такие изображения использовались в дальнейшем для статистической обработки основных параметров микронеоднородностей и определения характера их распределения по размерам. При этом применялся программный продукт «Grain Analysis» микроскопа и стереометрический метод секущих для расчета удельной поверхности микронеоднородностей. На рис. 2 приведены гистограммы удельной поверхности микронеоднородностей для серии образцов $\text{SmCo}_{5-x}\text{Ni}_x$ с различным содержанием никеля, построенные с применением вышеуказанных методов.

Анализ гистограмм показывает, что имеются незначительные расхождения в результатах двух методик. Однако зависимости удельных поверхностей микронеоднородностей от содержания никеля идентичны и качественный вид гистограмм аналогичен. В обоих случаях наблюдается минимум величины S_v при содержании никеля $x = 2,5$ атомных единиц.

Далее с использованием двух методов были определены средние линейные размеры микронеоднородностей. В табл. 1 они приведены для серии составов $\text{SmCo}_{5-x}\text{Ni}_x$ ($x = 1,0 \dots 3,0$) после расчетов по программе «Grain Analysis». Построенная по этим данным гистограмма зависимости среднего диаметра неоднородности от содержания никеля представлена на рис. 3. Как видно, минимальное значение среднего диаметра неоднородности наблюдается для состава $\text{SmCo}_{2,5}\text{Ni}_{2,5}$. Известно, что коэрцитивная сила образцов сплавов $\text{SmCo}_{5-x}\text{Ni}_x$ немонотонно зависит от содержания никеля. Значение коэрцитивного поля для исследуемых в работе составов в зависимости от содержания никеля варьировалась от 0,2 до 3,0 кЭ (0,02...0,3 Т) с максимальным значением $H_c = 3,0$ кЭ при $x = 2,5$ ат.ед.

Логично предположить, что оптимальные размеры микронеоднородностей для этого же состава должны быть сопоставимы с эффективной шириной доменной границы. Тогда наблюдаемые нами неоднородности будут являться эффективными центрами задержки

доменных границ при их смещении. Поэтому далее производились количественные оценки этого параметра.

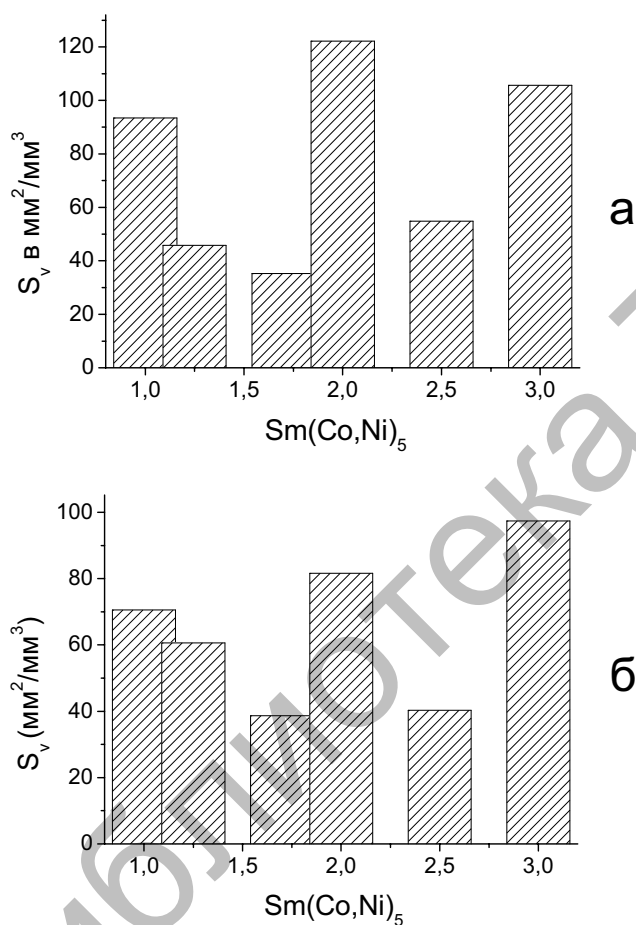


Рис. 2. Гистограмма зависимости удельной поверхности S_v от содержания никеля, рассчитанная с помощью программы «Grain Analysis» (а) и с применением стереометрического метода секущих (б).

Таблица 1. Средние диаметры неоднородностей сплавов $\text{SmCo}_{5-x}\text{Ni}_x$

Средний диаметр D , полученный по программе «Grain Analysis», нм	Состав $\text{SmCo}_{5-x}\text{Ni}_x$
118,9	$x = 1,0$
77,71	$x = 1,25$
57,68	$x = 1,7$
30,51	$x = 2,0$
29,412	$x = 2,5$
68,039	$x = 3,0$

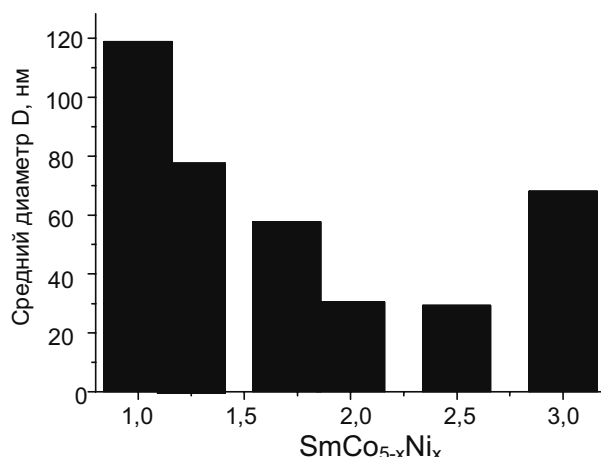


Рис. 3. График зависимости среднего диаметра микронеоднородностей от содержания никеля в соединениях $\text{SmCo}_{5-x}\text{Ni}_x$

Эффективная ширина 180° -ной доменной границы рассчитывалась по формуле

$$\delta_{y\ddot{o}\ddot{o}} = \pi\sqrt{A/K_1},$$

где K_1 – первая константа магнитокристаллической анизотропии, A – обменный параметр, который был определен по значению температуры Кюри $A = K_B T_c / a$, где a – параметр кристаллической решетки, K_B – константа Больцмана, T_c – температура Кюри.

Вычисленные значения эффективной ширины доменной границы для соединений $\text{SmCo}_{5-x}\text{Ni}_x$ ($x = 1,0...3,0$) находятся в интервале 17...20 нм.

Обнаружено, что значения $\delta_{эфф}$ сопоставимы со средним диаметром наблюдаемых микронеоднородностей и наилучшим образом соотносятся с диаметром микрообластей в монокристаллах сплава с содержанием никеля $x = 2,5$ ат. ед. Полученные результаты подтверждают предположение о том, что выявленные особенности рельефа поверхности монокристаллов сплавов $\text{SmCo}_{5-x}\text{Ni}_x$ ($x = 1,0...3,0$) представляют собой области с вариациями концентрации никеля и играют роль эффективных центров задержки смещения доменных границ.

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. Ермоленко А.С., Королев А.В., Рожда А.Ф. Механизм процессов перемагничивания квазибинарных редкоземельных соединений типа $R(\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x)_5$ // Физ. металлов и металловедение. 1976. Т. 42, №3, С. 518-526.
2. Лукин А.А., Супонев Н.П., Первухин К.И. Доменная структура и процессы перемагничивания монокристаллов SmCo_3Cu_2 // Физика магнитных материалов. 1975. №3. С. 113–117.
3. Бирюков В.С. Магнитные свойства квазибинарных соединений на основе редкоземельных металлов и кобальта // Автореф. дис. на соиск. учен. степени канд. физ.-мат. наук. Калинин, 1982.

USE OF ATOMIC FORCE MICROSCOPY METHODS TO THE STUDY OF SURFACE RELIEF OF $\text{Sm}(\text{Co},\text{Ni})_5$ COMPOUNDS

Yu.V. Kuznetsova, O.B. Dyogteva, P.S. Salev, N.P. Suponev

Surface relief of $R(\text{Co},\text{Ni})_5$ compounds was studied making use of the methods of atomic force microscopy. The obtained images of the surface were analyzed with the aid of the software package of the scanning probe microscope and by stereometric methods.