

УДК 538.245

АНАЛИЗ РЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ СПЛАВОВ $Sm(Co, Cu)_5$ МЕТОДАМИ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Ю.В. Кузнецова, Н.П. Супонев, О.Б. Дегтева, Э.Л. Айриян
Тверской государственный университет, 170002, Тверь, Садовый пер., 35
kuznecova_y_v@mail.ru

Аннотация: Исследован рельеф поверхности псевдомонокристаллов сплавов $Sm(Co, Cu)_5$ методами атомно-силовой микроскопии. Проведен анализ полученных изображений поверхностной микроструктуры образцов с помощью программного обеспечения сканирующего зондового микроскопа SOLVER P47.

Ключевые слова: микроструктура, сканирующая зондовая микроскопия, редкоземельные интерметаллиды.

Интерметаллические соединения $R(Co_{1-x}, Cu_x)_5$ являются интересными объектами для исследования, так как на их основе получены высокоэффективные постоянные магниты типа $(R, Sr)(Co, Cu, Fe)_z$. Известно, что тонкая микроструктура сплавов $R(Co_{1-x}, Cu_x)_5$ формируется по механизму спинодального распада [1-3]. Структурные неоднородности в них представляют собой микрообласти, обогащенные и обедненные медью относительно среднего состава по меди. Локальные вариации концентрации меди оказывают сильное влияние на величину фундаментальных физических характеристик таких областей, что приводит к вариациям обменного параметра и констант магнитокристаллической анизотропии, а, следовательно, к большим градиентам плотности энергии доменных границ. Это и является причиной высококоэрцитивного состояния сплавов. Величина коэрцитивного поля в сплавах с Sm зависимости от содержания меди варьируется от 1 до 30 кЭ. Основным механизмом магнитного гистерезиса в данных сплавах является задержка смещения доменных границ на структурных неоднородностях, формирующихся в процессе спинодального распада.

Методами оптической микроскопии исследовать такую микроструктуру невозможно, поскольку размеры неоднородностей сопоставимы с пределом разрешения метода. В то же время, с помощью атомно-силовой микроскопии можно получить качественные картины распределения неоднородностей в материале и оценить их форму, плотность и распределение по размерам.

В качестве объектов исследования были выбраны сплавы $SmCo_{5-x}Cu_x$ ($x = 0,5 - 3,0$), ранее подвергшиеся гомогенизирующим отжигам при температуре $1100^\circ C$ в течение 5 часов. Монокристаллические образцы получали из крупных зерен поликристаллических слитков путем

механической обработки. Проведенное исследование методом рентгеновской дифрактометрии образцов показало, что образцы находятся в однофазном состоянии. Все максимумы на дифрактограмме соответствуют структурному типу $CaCu_5$.

Перед наблюдением микроструктуры изготавливались металлографические шлифы образцов каждого состава, которые далее подвергались электрохимическому травлению. Исследования микроструктуры сплавов $Sm(Co_{1-x}, Cu_x)_5$ проводились на установке сканирующего зондового микроскопа SOLVER P47 компании NT-MDT. При получении изображений поверхностной микроструктуры применялись два метода атомно-силовой микроскопии: метод микроскопии латеральных сил и метод рассогласования в контактном режиме сканирования [4].

На рис. 1 представлены изображения рельефа поверхностей образцов $SmCo_3Cu_2$. На основе анализа полученных изображений можно заключить, что в зернах отожженного сплава, как и ожидалось, формируется структура, в которой присутствуют микрообласти. Мы их идентифицировали как области, обогащенные или обедненные медью по сравнению с интегральным составом по меди твердого раствора со структурой $CaCu_5$.

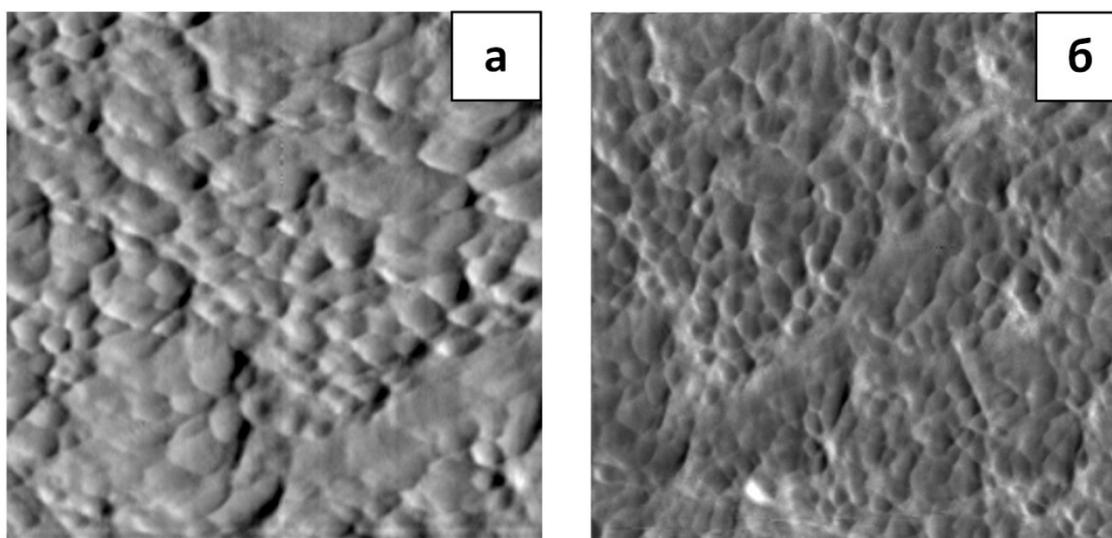


Рис. 1. АСМ–изображение рельефа поверхности, полученное на базисной плоскости шлифа отожженного образца $SmCo_3Cu_2$. Область сканирования: $2,5 \times 2,5$ мкм (а), $2,0 \times 2,0$ мкм (б)

С использованием подпрограммы «GRAIN ANALYSIS» программного обеспечения зондовых микроскопов компании NT-MDT осуществлялась статистическая обработка латеральных размеров элементов рельефа поверхности монокристаллов [5]. Этот режим

позволяет определить геометрические размеры частиц в плоскости и в объеме, аппроксимировать их известными геометрическими фигурами, такими, как прямоугольник, эллипс и прямоугольник со сопряженными углами. На основе проведенной аппроксимации определяются направление, углы и другие параметры фигур, которые выводятся на экран компьютера в виде таблицы параметров. Кроме этого, можно построить распределения (гистограммы) различных характеристик объектов, а также редактировать полученные данные. Данное приложение можно совмещать с другими инструментами-программами, что способствует получению более корректных данных.

В режиме «GRAIN ANALYSIS» расчет геометрических параметров происходит одновременно для всех выделенных объектов, вся информация выводится в таблице данных. Эти данные можно использовать для построения гистограммы по каждому из вычисленных параметров. В такой гистограмме по оси абсцисс откладываются значения выбранного параметра каждого пронумерованного объекта, а по оси ординат – количество объектов с данным значением этого параметра.

Перечисленные возможности методики были использованы в работе при анализе изображений рельефа поверхности монокристаллов сплавов $SmCo_{5-x}Cu_x$. Так для изображений рис. 1 была построена гистограмма распределения количества соответствующих микрообластей по их размерам. Она представлена на рис. 2 и свидетельствует, что наиболее вероятные размеры структурных неоднородностей находятся в интервале значений от 2 до 20 нм.

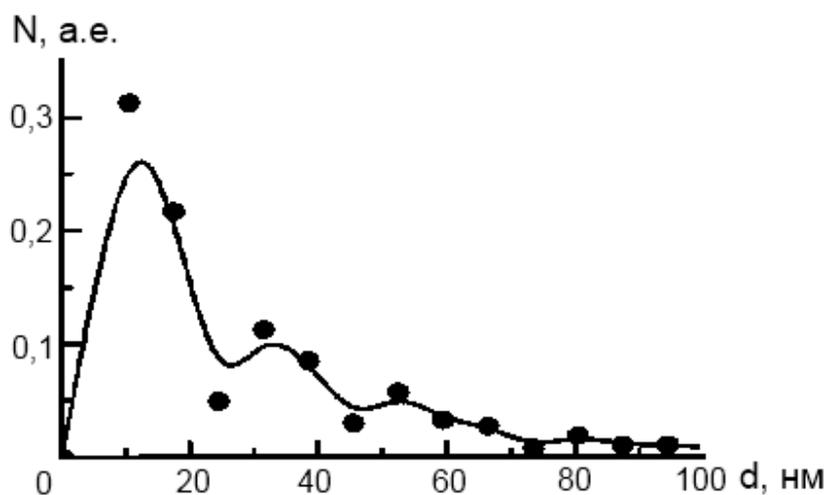


Рис. 2. Распределение по размеру структурных неоднородностей

Эти результаты согласуются с ранее проведенным анализом аналогичных изображений стандартными методами стереометрической металлографии [6]. Ранее было высказано предположение, что размеры

концентрационных микронеоднородностей сопоставимы с эффективной шириной доменной границы данных материалов. Для его проверки была определена эффективная ширина доменных границ в исследуемых сплавах. Эффективная ширина доменной границы δ_{eff} для магнетиков с одноосной магнитокристаллической анизотропией определяется как $\delta_{eff} = \pi\sqrt{A/K_1}$, где A – обменный параметр, K_1 – первая константа анизотропии. Используя известные значения [7] A и K_1 , мы установили, что $\delta_{eff} \approx 3$ нм.

Полученные данные подтверждают, что для всех исследованных составов сплавов $SmCo_{5-x}Cu_x$ значения эффективной ширины доменной границы δ_{eff} лежат в интервале наиболее вероятных значений размеров концентрационных микронеоднородностей, в соответствии с гистограммой, построенной в режиме «GRAIN ANALYSIS». Это свидетельствует о том, что выявленные с помощью атомно-силовой микроскопии структурные неоднородности в сплавах $SmCo_{5-x}Cu_x$ являются эффективными центрами задержки смещения доменных границ.

Библиографический список:

1. **Бирюков, В.С.** Магнитные свойства квазибинарных соединений на основе редкоземельных металлов и кобальта: дис. ... канд. физ.-мат. наук : 01.04.07 / Бирюков Виктор Сергеевич. – Калинин: КГУ, 1981 – 201 с.
2. **Estevez-Rams, E.** Microstructural evolution of $Sm(Co,Cu)_5$ alloys / Estevez-Rams E., A. Penton, S. Novo, J. Fidler, J.C. Tellez-Blanco, R. Grossinger // Journal of Alloys and Compounds. – 1999. – V. 283. – № 1-2. – P. 289-295.
3. **Estevez-Rams, E.** Microstructural study of high coercivity $Sm(Co,Cu)_5$ alloy / E. Estevez-Rams, J. Fidler, A. Penton, A. Valor-Reed., J.C. Tellez-Blanco, R.S. Turtelli, R. Grossinger // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1999. – V. 195. – № 3. – P. 595-600.
4. **Миронов, В.Л.** Основы сканирующей зондовой микроскопии / В.Л. Миронов. – Н. Новгород: РАН ИФМ, 2004. – 114 с.
5. Grain analysis. Справочное руководство. – М.: ЗАО «Нанотехнология-МДТ», 2008. – 86 с.
6. **Кузнецова, Ю.В.** Исследование рельефа поверхности монокристаллов $Gd(Co,Cu)_5$ методами атомно-силовой микроскопии / Ю.В. Кузнецова, О.Б. Дегтева, Н.П. Супонев, П.С. Салев // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2011. – № 11. – С. 89-94.
7. **Lectard, E.** Saturation magnetization and anisotropy field in the $SmCo_{5-x}Cu_x$ phases / E. Lectard, C.H. Allibert, R. Ballou // Journal of Applied Physics. – 1994. – V. 75. – № 10. – P. 6277-6279.