

УДК 538.245

ВЛИЯНИЕ НАНОСТРУКТУРЫ НА ПАРАМЕТРЫ И КОНФИГУРАЦИЮ МАГНИТНЫХ ДОМЕНОВ СПЛАВОВ

Sm – Zr – Co – Cu – Fe

М.Б. Ляхова, Е.М. Семенова, Н.П. Супонев, Р.П. Иванов, Э.Л. Айриян
Тверской государственный университет, 170100, Тверь, ул. Желябова, 33
Semenova_E_M@mail.ru

Аннотация: Приведены результаты исследования магнитной доменной структуры (ДС) наноструктурированных гетерогенных сплавов редкоземельных интерметаллидов типа *Sm – Zr – Co – Cu – Fe*. Исследования ДС выполнены методами оптической и магнитно-силовой микроскопии. Выполнен сравнительный анализ параметров нано- и доменной структуры. Показано, что наноразмерная «ячеистая» структура, формирующаяся в данных материалах вследствие термических обработок приводит к трансформации магнитных доменов. Определены параметры доменов в основных структурных составляющих сплавов.

Ключевые слова: магнитная доменная структура, наноструктура, магнитотвердый сплав.

Гетерогенные интерметаллиды *Sm – Zr – Co – Cu – Fe* относятся к классу магнитотвердых высокоанизотропных магнитных материалов. На их основе изготавливаются высококоэрцитивные постоянные магниты с повышенной температурной стабильностью магнитных характеристик [1,2]. Микроструктура сплава после выплавки включает три микроскопических структурных составляющих: *A* – со стехиометрическим соотношением близким к $R(\text{Co}, \text{Cu})_5$, *B* – $R_2(\text{Co}, \text{Fe})_{17}$, *C* – составляющая, обогащенная цирконием. В процессе термических обработок в сплаве формируется регулярная наноразмерная «ячеистая» структура размером порядка 50–150 нм. Границы «ячеек» обогащены медью и являются эффективными центрами задержки смещения доменных границ. Наличие наноструктуры, формирующейся в процессе термических обработок, является причиной высоких значений коэрцитивного поля (более 30 кЭ) сплавов данного типа и постоянных магнитов на их основе [3]. Дальнейшее улучшение основных магнитных характеристик материалов данного типа (намагниченности насыщения, остаточной намагниченности, коэрцитивной силы и температурной стабильности этих параметров) возможно за счет легирования составов *3d*- и *4f*-элементами, а также оптимизацией режимов термических обработок.

Домены – это области в кристалле, внутри которых вектора всех спинов ориентированы вдоль одной из осей легкого намагничивания кристалла. Согласно [4] в ферромагнетике конечных размеров разбиение на области с различными направлениями магнитного момента понижает энергию магнитных полей создаваемых телом, таким образом, основной

причиной появления доменов можно считать понижение магнитостатической энергии образца, за счет образования более коротких потоков размагничивающих полей.

Анализ магнитной ДС применяется как одно из наиболее эффективных средств анализа распределения намагниченности в объеме магнитного материала. Целью данной работы являлось изучение влияния наноструктуры на ДС гетерогенных магнитотвердых сплавов $(Sm_{0,85}Zr_{0,15})(Co_{0,70}Cu_{0,09}Fe_{0,21})_{6,4}$. Образцы были получены методом индукционной плавки и подвергнуты изотермическим отжигам при $800^{\circ}C$ по двум режимам ТО-1 (закалка) и ТО-2 (медленное охлаждение) длительностью 5 и 10 часов. Варьирование длительности и режимов ТО позволяет реализовать различное структурное состояние сплавов. Влияние изотермических отжигов на формирование наноразмерной «ячеистой» структуры в сплавах данного типа рассмотрено в работе [3].

Для выявления магнитной доменной структуры применялись методы оптической и магнитно-силовой микроскопии. Для выявления доменов с помощью оптического микроскопа Neophot 30 (Zeiss) применялся метод полярного эффекта Керра. Визуализация магнитных полей рассеяния на поверхности образца методами магнитно-силовой микроскопии выполнена на сканирующем зондовом микроскопе Solver P47 (NT MDT) с использованием двухпроходной методики сканирования. Для исследования наноструктуры применялись методы атомно-силовой микроскопии.

Перед тем как перейти к исследованию ДС фазовых составляющих сплавов $(R_{0,85}Zr_{0,15})(Co_{0,70}Cu_{0,09}Fe_{0,21})_{6,4}$, приведем типичные картины ДС соединений R_2Co_{17} и RCo_5 , которые являются базовыми для структурных составляющих исследуемого гетерогенного сплава. В магнетиках с анизотропией типа «ось легкого намагничивания» на базисной плоскости формируется структура замыкающих доменов типа «звездочки».

На рис. 1 приведены микрофотографии ДС монокристаллов Sm_2Co_{17} и $SmCo_5$, полученные методом полярного эффекта Керра на базисной плоскости. Видно, что размеры доменов этих соединений различаются почти в 3 раза (в Sm_2Co_{17} ширина доменов меньше, чем в $SmCo_5$), поскольку они характеризуются разными значениями магнитных моментов и магнитокристаллической анизотропии. Сравним ДС базовых соединений Sm_2Co_{17} и $SmCo_5$ с доменами структурных составляющих на базисной плоскости многокомпонентного сплава $(Sm_{0,85}Zr_{0,15})(Co_{0,70}Cu_{0,09}Fe_{0,21})_{6,4}$. По доменной структуре можно судить об особенностях микро- и

наноструктуры, сформировавшихся в составляющих *A* и *B* вследствие отжига.

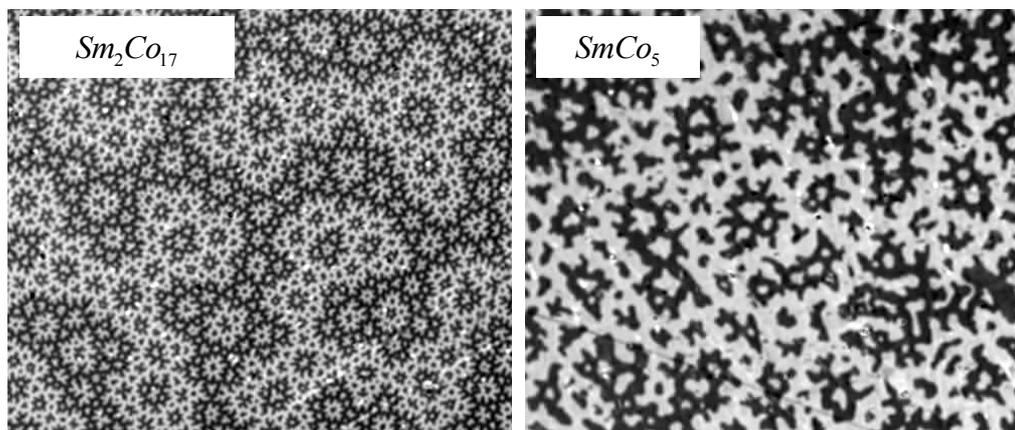


Рис. 1. Доменная структура на базисной плоскости монокристаллов Sm_2Co_{17} и $SmCo_5$, выявленная методом полярного эффекта Керра

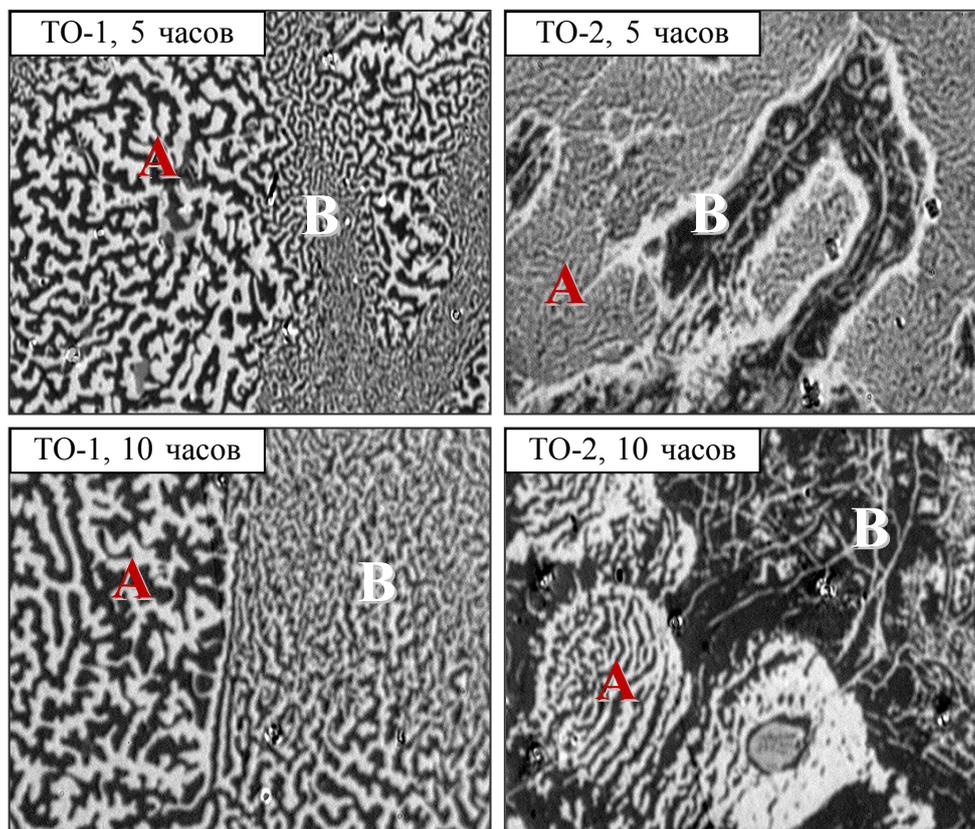


Рис. 2. Доменная структура, выявленная методом полярного эффекта Керра на базисной плоскости образца $(Sm_{0,85}Zr_{0,15})(Co_{0,70}Cu_{0,09}Fe_{0,21})_{6,4}$ после размагничивания знакопеременным убывающим по величине полем

На рис. 2 представлена ДС на базисной плоскости образцов $(Sm_{0,85}Zr_{0,15})(Co_{0,70}Cu_{0,09}Fe_{0,21})_{6,4}$, подвергнутых отжигам по режимам ТО-1 и ТО-2 в течение 5 и 10 часов. Образцы были предварительно размагничены

убывающим знакопеременным полем с максимальной амплитудой 30 кЭ (3T) в вибрационном магнитометре.

Из приведённых изображений видно, что ДС фазовых составляющих различается по конфигурации и размерам, что отражает особенности наноструктуры сплава. 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 А. Ширина доменов изменяется от 2 мкм после ТО-1 до 0,7 мкм после ТО-2.

Отжиг по режиму ТО-1, завершающийся резким охлаждением сплава, фиксирует структуру, которая формирует в составляющих А и В 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 В, в которой наблюдаются тонкие лабиринтные домены, вытянутые вдоль выделенного направления). Близкая структура наблюдается и в составляющей А, 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 доменной структуры типа «звездочки» связаны с появлением сетки наноразмерных ячеек, обрамленных фазой, обогащенной медью.

Оценить параметры равновесной ДС в составляющей В после ТО-2 не удалось, так как размагничивание образцов знакопеременным полем позволяло привести в равновесное размагниченное состояние только составляющую А, а доменные границы составляющей В 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 А: увеличение длительности изотермического отжига приводит к существенному изменению ширины доменов и появлению выделенного направления их ориентации. Домены в составляющей В 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. 3 показана ДС на базисной плоскости образца сплава 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.

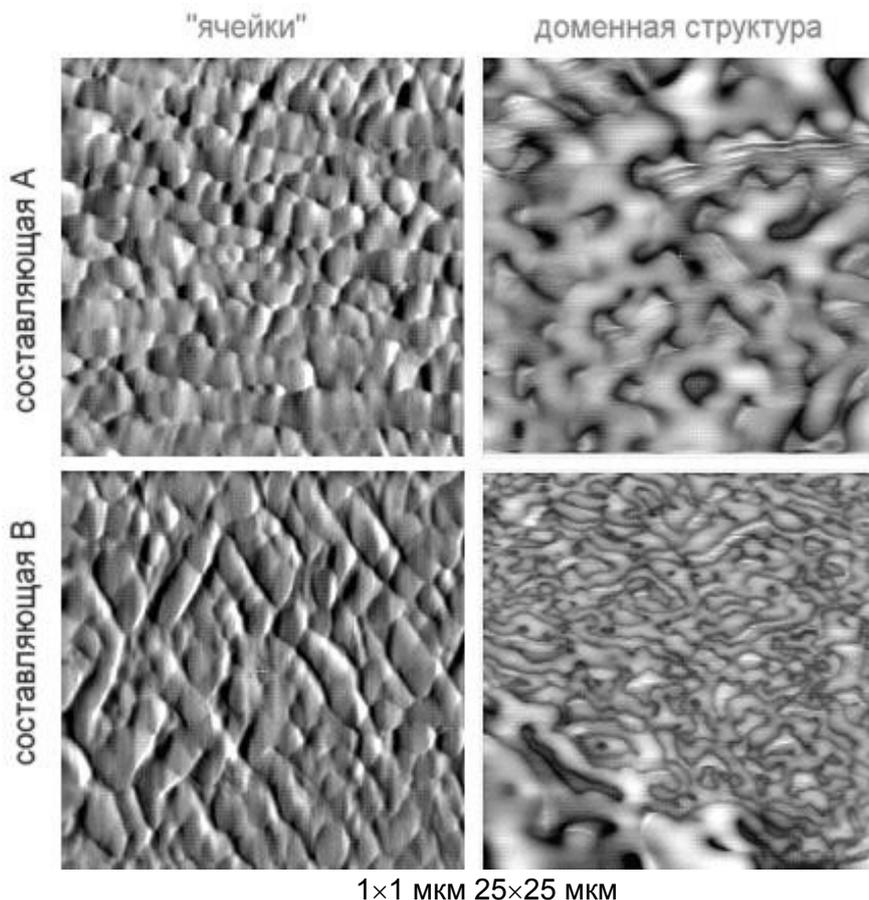


Рис. 3. Структура «ячеек» и магнитная доменная структура сплава $(Sm_{0,85}Zr_{0,15})(Co_{0,70}Cu_{0,09}Fe_{0,21})_{6,4}$ (ТО-1). Изображения получены методами СЗМ

Одной из задач работы было сопоставление параметров ДС и наноструктуры фазовых составляющих исследуемых материалов. Рис. 3 позволяет сравнить размеры «ячеек» и ДС. Здесь приведены изображения, полученные методами атомной и магнитной силовой микроскопии. На фотографии приведена структура «ячеек» составляющей 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 составляющей A соответствует 15 ячейкам. Здесь же приведены снимки для структурной составляющей B . Параметры ячеистой структуры по сравнению с A отличаются незначительно. При этом параметры магнитной доменной структуры отличаются более чем в 2 раза (средняя ширина доменов $\approx 0,6$ мкм, что соответствует приблизительно 6 ячейкам структуры).

Полученный результат можно объяснить, опираясь на известные особенности структуры «ячеек». Поскольку их границы обогащены медью, то они являются эффективными центрами задержки смещения доменных границ. В составляющей *B* коэрцитивность доменных границ выше чем в *A*, что приводит к формированию более мелкой структуры. Формирование подобной ДС связано также с наличием не только магнитостатического и обменного взаимодействий между когерентно связанными наноячейками, но и специфическим характером распределения коэрцитивности внутри структурных составляющих.

Таким образом, ДС структурных составляющих сплава $(Sm_{0,85}Zr_{0,15})(Co_{0,70}Cu_{0,09}Fe_{0,21})_{6,4}$ после ТО имеет одинаковые особенности: размеры доменов в несколько раз превышают размеры «ячеек», при этом доменные стенки многократно пересекают границы фаз. Домены такого типа в современной научной литературе принято относить к доменам взаимодействия, которые формируются в нанокристаллических и наноструктурированных магнитных материалах. Оценить микромагнитные характеристики, основываясь только на параметрах доменов в данном случае сложно, поскольку классические методы расчетов предназначены для монокристаллических многодоменных образцов. В то время как наши объекты представляют собой сложную наноразмерную гетерогенную структуру «ячеек», величина которых меньше размера однодоменности. Однако, качественно, как показывают результаты данного исследования, ДС является надежным индикатором высококоэрцитивного состояния материалов исследуемого типа.

Библиографический список:

1. Liu, J.F. High-temperature magnetic properties and microstructural analysis of $Sm(Co, Cu, Fe, Zr)_z$ permanent magnets / J.F. Liu, Y. Zhang, G.C. Hadjipanayis // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1999. – V. 202. – № 1. – P. 69-76.
2. Ляхова, М.Б. Магнитный гистерезис сплавов $(R, Zr)(Co, Cu, Fe)_z$ / М.Б. Ляхова, Н.П. Супонев, Е.М. Семенова // Материаловедение. – 2002. – № 8. – С. 26-31.
3. Ляхова, М.Б. Влияние наноструктуры на процессы перемагничивания гетерогенных сплавов типа $R-Zr-Co-Cu-Fe$ / М.Б. Ляхова, Е.М. Семенова, Н.П. Супонев, Р.П. Иванов // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов: межвуз. сб. науч. тр. / под общей ред. В.М. Самсонова, Н.Ю. Сдобнякова. – Тверь: Тверской государственный университет, 2011. – Вып. 3. – С. 114-119.
4. Ландау, Л.Д. К теории дисперсии магнитной проницаемости ферромагнитных тел / Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц // Собрание трудов Л.Д. Ландау: в 2 т.; под ред. Е.М. Лифшица. – М.: Наука, 1969. – Т. 1. – С. 128-143.