

УДК 537.622

ФРАКТАЛЬНАЯ ГЕОМЕТРИЯ НАНО- И МАГНИТНОЙ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ ФЕРРОМАГНИТНОГО СПЛАВА Sm–Co–Cu–Fe В ВЫСОКОКОЭРЦИТИВНОМ СОСТОЯНИИ

© 2021 г. Е. М. Семенова^{1,*}, Д. В. Иванов¹, М. Б. Ляхова¹, Ю. В. Кузнецова¹, Д. Ю. Карпенков², А. Ю. Карпенков¹, А. И. Иванова¹, А. С. Антонов^{1,3}, Н. Ю. Сдобняков¹

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования “Тверской государственный университет”, Тверь, Россия

²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования “Национальный исследовательский технологический университет “МИСиС”, Москва, Россия

³Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования “Тверская государственная сельскохозяйственная академия”, Тверь, Россия

*E-mail: semenova_e_m@mail.ru

Поступила в редакцию 19.04.2021 г.

После доработки 12.05.2021 г.

Принята к публикации 28.05.2021 г.

Представлены результаты анализа наноструктуры и магнитной доменной структуры высококоэрцитивного сплава $\text{Sm}(\text{CoCuFe})_5$ в рамках фрактальной геометрии. Определена фрактальная размерность наноструктуры D_f и доменной структуры на разных этапах термической обработки. Показано, что наноструктуре образцов с коэрцитивной силой 7 кЭ соответствует $D_f \sim 2.08$, а 32 кЭ – $D_f \sim 2.3$.

DOI: 10.31857/S0367676521090258

ВВЕДЕНИЕ

Механизм формирования высококоэрцитивного состояния в магнитных материалах является предметом изучения множества работ, направленных на развитие представлений о физических основах создания высокоэнергоемких постоянных магнитов [1–4]. Структурное состояние, соответствующее высокой коэрцитивной силе (H_{ci}) как правило характеризуются наличием регулярной микро- и (или) наноструктуры, которая образуется при синтезе, термообработках или при формировании дисперсных композиций. Оценивая параметры микро- или наноструктуры материала, обычно приводят их линейные размеры, плотность и объемные доли. Однако, не менее важна их геометрия. Границы фаз, зерен и ликвации служат центрами задержки смещения доменных границ при перемагничивании, поэтому конфигурация их распределения также должна учитываться.

Современным приемом описания объектов сложной формы является фрактальная геометрия. Варианты применения фрактального анализа к магнитным материалам представлены в [5–8], где показано, что существует корреляция между фрактальной размерностью микро- и наноструктуры

магнитных материалов и их структурно-зависимыми магнитными свойствами. Анализ фрактальной размерности магнитной ДС пленок и монокристаллов представлен в [9, 10], где показано, что, например, фрактальная размерность профиля доменной структуры (ДС) на базисной плоскости монокристалла Co составляет $D_L = 1.55$, а для Dy-NdFeB – $D_L = 1.65$ при толщине единичных магнитных кристаллов 400 и 600 мкм соответственно. Полученные значения говорят о достаточно выраженном фрактальном профиле ДС, при этом можно считать, что фрактальная размерность профиля и поверхности как для пространственной структуры, так и для ДС связана следующим соотношением $D_f = D_L + 1$.

Квазибинарные соединения $\text{Sm}(\text{Co,Cu,Fe})_5$ обладают гексагональной кристаллической структурой, магнитокристаллической анизотропией типа “ось легкого намагничивания” и в литом состоянии характеризуются коэрцитивной силой (H_{ci}) выше 30 кЭ, что связано с наличием регулярных неоднородностей по меди ликвационного типа [11–14]. Целью данной работы является анализ параметров наноструктуры и доменной структуры высококоэрцитивных сплавов $\text{Sm}(\text{Co,Cu,Fe})_5$ с использованием аппарата фрактальной геометрии.

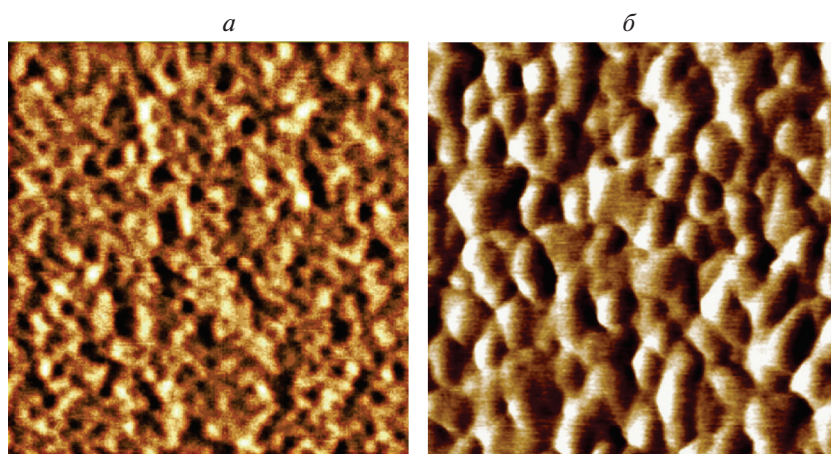


Рис. 1. АСМ-изображения поверхности сплава $\text{Sm}(\text{Co}_{0.45}\text{Cu}_{0.4}\text{Fe}_{0.15})_5$ после высокотемпературного отжига при 1100°C (а) и после низкотемпературной обработки при 400°C (б). Масштаб изображений: 3×3 мкм.

ЭКСПЕРИМЕНТ И АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ

Сплав $\text{Sm}(\text{Co}_{0.45}\text{Cu}_{0.4}\text{Fe}_{0.15})_5$ был приготовлен методом дуговой плавки и подвергнут следующим термическим обработкам (ТО): 1) гомогенизация при температуре 1100°C в течение 6 ч (ТО-1) и 2) последующая низкотемпературная обработка при 400°C в течении 55 ч (ТО-2). Наноструктура и магнитная ДС шлифов после электрохимического травления исследовались на сканирующем зондовом микроскопе SolverNext (NT-MDT). Величина H_{cl} определена из петель гистерезиса измеренных на Physical Property Measurement System (PPMS-14) VSM (Quantum Design): образцы после ТО-1 характеризуются значением $H_{cl} = 7$ кЭ, а после ТО-2 – 32 кЭ.

Методами контактной атомно-силовой микроскопии (АСМ) на поверхности шлифов сплава после каждого этапа ТО было выявлено наличие наноразмерной структуры (см. рис. 1). После ТО-1 на поверхности обнаруживаются неоднородности со средним размером порядка 50 нм, имеющие нерегулярный характер (см. рис. 1а). ТО-2 преобразует структуру сплава: на поверхности выявляются плотноупакованные области округлой формы, средний размер которых составляет 100–200 нм (см. рис. 1б). Таким образом, после полного цикла ТО микроскопически гомогенный образец на наноразмерном уровне имеет признаки гетерогенности, связанные с периодическими концентрационными неоднородностями по меди.

На следующем этапе для определения оптимальных параметров формирования наиболее развитой поверхности магнитотвердого материала данного типа проводилось изучение профиля АСМ-изображений на наличие фрактальных

структур, а также расчет фрактальной размерности профиля и поверхности образцов. Оценка фрактальной размерности и обработка графических материалов производилась в программном комплексе Image Analysis (версия 3.5.30.19856) по методике, изложенной в [15]. Для анализа АСМ- и МСМ-изображений использовался диапазон масштабов от 1×1 мкм до 100×100 мкм. Анализ АСМ-изображений наноструктуры образцов с высоким значением H_{cl} после ТО-2 предсказывает диапазон изменения фрактальной размерности поверхности $2.21 \leq D_f \leq 2.35$, что соответствует неразвитому фрактальному рельефу и значениям, полученным для магнитомягких материалов [8]. Средняя фрактальная размерность для масштабов до 5×5 мкм практически одинакова, что подтверждает адекватность предложенного в [16–19] метода определения фрактальной размерности на различных масштабах. Однако при анализе более крупных масштабов (в частности, 5×5 мкм) поверхностных агломератов наблюдались участки с фрактальной размерностью до 2.46. Эта величина соответствует умеренно развитому фрактальному рельефу. Возможно, эти фрактальные агломераты на поверхности образца не деградировали в процессе ТО. Для масштабов 10×10 мкм выше (т.е. на микроуровне) неразвитый или умеренно развитый фрактальный рельеф не обнаруживается. Фактически можно говорить о формировании 3D структуры.

На рис. 2 представлены усредненные значения (по масштабам) распределения вероятности P обнаружения кластеров с определенной фрактальной размерностью поверхности в образцах сплава $\text{Sm}(\text{Co}_{0.45}\text{Cu}_{0.4}\text{Fe}_{0.15})_5$ после ТО-1 и ТО-2. Анализ данных диаграммы на рис. 2 показывает, что высокотемпературный отжиг является менее эффективным инструментом для формирования

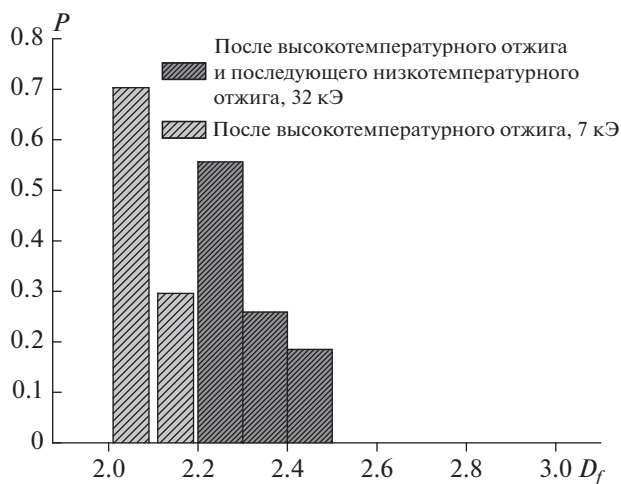


Рис. 2. Обобщенное распределение вероятности P обнаружения на поверхности образцов $\text{Sm}(\text{Co}_{0.45}\text{Cu}_{0.4}\text{Fe}_{0.15})_5$ кластеров с определенной фрактальной размерностью поверхности.

разнообразия фрактального рельефа поверхности по сравнению с низкотемпературным, при котором, несмотря на умеренную деградацию рельефа, наблюдается процесс формирования участков с более высокой фрактальной размерностью. Таким образом, для поверхности сплава $\text{Sm}(\text{Co}_{0.45}\text{Cu}_{0.4}\text{Fe}_{0.15})_5$ не обнаруживается развитый фрактальный рельеф, т.е. рельеф отвечающий значениям $D_f > 2.35$. Для образцов после ТО-1 с $H_{cl} = 7$ кЭ характерен рельеф со средним значением фрактальной размерности $D_f = 2.08$. Применение к этим образцам низкотемпературного отжига приводит к росту H_{cl} до 32 кЭ и значению $D_f = 2.3$. Таким образом, высококоэрцитивное состояние характерно для более развитого фрактального ре-

льефа. В процессе длительного низкотемпературного отжига в объеме образца происходит твердофазная реакционная диффузия, приводящая образец к микроскопически гомогенному состоянию и как следствие естественной деградации рельефа. При этом на наноуровне остаются неоднородности по меди, образующие регулярную структуру центров задержки смещения доменных границ.

МСМ-изображения ДС базисной плоскости образцов в терморазмагниченном состоянии после ТО представлены на рис. 3. Полученные изображения сильно отличаются от равновесной ДС типичной для базисной плоскости одноосного магнетика [20] так как области, обогащенные медью, служат центрами закрепления доменных границ, и препятствуют формированию равновесной структуры поверхностных доменов. Наблюдаемая ДС отражает распределение неоднородностей и локальной коэрцитивности образцов сплава: на рис. 3а видны микрообласти с доменами различного масштаба близкой конфигурации, что соответствует гетерогенной нерегулярной микро- и наноструктуре. Фрактальная размерность такой сложной ДС составила порядка 2.13. При этом после ТО-2 (см. рис. 3б) в поле зрения 100×100 мкм наблюдается однотипная структура доменов одинаковой ширины, отражающая однородное распределение центров задержки смещения доменных границ. Фрактальная размерность такой ДС составила 2.06. Таким образом, фрактальная размерность соответствующая ДС сплава с более высокой коэрцитивной силой (32 кЭ) имеет меньшее значение, чем тот же параметр для ДС образцов с $H_{cl} = 7$ кЭ.

Суммируя вышеизложенное, можно сказать, что впервые для сплава $\text{Sm}(\text{Co,Cu,Fe})_5$ показано возможное соответствие между магнитными свойствами и значениями фрактальной размерности

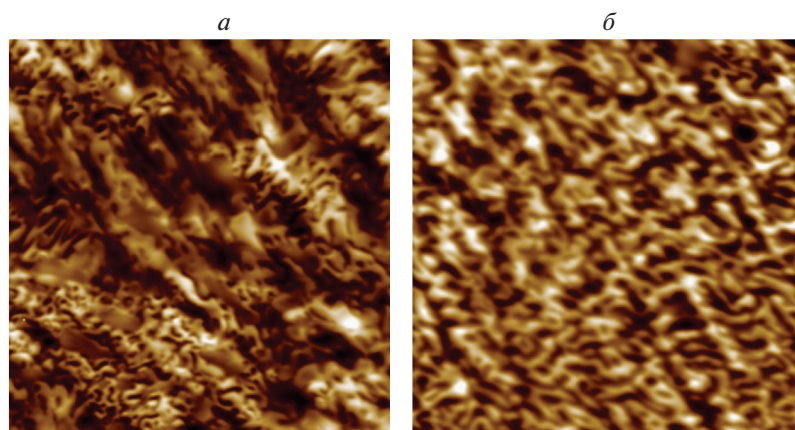


Рис. 3. МСМ-изображения ДС образцов сплава $\text{Sm}(\text{Co}_{0.45}\text{Cu}_{0.4}\text{Fe}_{0.15})_5$ после высокотемпературного отжига при 1100°C (а) и после низкотемпературной обработки при 400°C (б). Масштаб изображений: 100×100 мкм.

поверхности и доменной структуры. Получены данные, которые показывают, что регулировка режимов термических обработок позволяет получать образцы с требуемым значением фрактальной размерности.

Исследования выполнены при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках выполнения государственного задания в сфере научной деятельности (проект № 0817-2020-0007). Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования Тверского государственного университета.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Hirosawa S., Nishino M., Miyashita S.* // Adv. Nat. Sci. Nanosci. Nanotechnol. 2017. V. 8. Art. No. 013002.
2. *Zhao G.P., Zhao L., Shen L.C., et al.* // Chin. Phys. B. 2019. V. 28. No. 7. Art. No. 077505.
3. *Skomski R.* // J. Appl. Phys. 1997. V. 81. No. 8. P. 5627.
4. *Fähnle M., Oesterreicher H.* // J. Magn. Magn. Mater. 1983. V. 38. P. 331.
5. *Li J.M., Li Lü, Lai Man On, Ralph B.* Image-based fractal description of microstructures. Springer-Verlag, 2003. 272 p.
6. *Комогорцев С.В., Исхаков Р.С., Фельк В.А.* // ЖЭТФ. 2019. Т. 155. № 5. С. 886; *Kotogortsev S.V., Iskhakov R.S., Fel'k V.A.* // JETP. 2019. V. 128. No. 5. P. 754.
7. *Ролдугин В.И.* // Усп. хим. 2003. Т. 72. № 10. С. 931; *Roldughin V.I.* // Russ. Chem. Rev. 2003. V. 72. No. 10. P. 823.
8. *Кем А.Ю.* // Завод. лаб. Диагн. матер. 2017. Т. 83. № 12. P. 29.
9. *Han B.-S., Li D., Zheng D.-J., Zhou Y.* // Phys. Rev. B. 2002. V. 66. Art. No. 014433.
10. *Лисовский Ф.В., Лукашенко Л.И., Мансветова Е.Г.* // Письма в ЖЭТФ. 2004. Т. 79. № 7. С. 432; *Lisovskii F.V., Lukashenko L.I., Mansvetova E.G.* // JETP Lett. 2004. V. 79. No. 7. P. 352.
11. *Gabay A.M., Larson P., Mazin I.I., Hadjipanayis G.C.* // J. Phys. D. Appl. Phys. 2005. V. 38. P. 1337.
12. *Senno H., Tawara Y., Hirota E.* // Appl. Phys. Lett. 1976. V. 29. P. 514.
13. *Кузнецова Ю.В., Сунонев Н.П., Дегтева О.Б., Айриян Э.Л.* // Физ.-хим. асп. изуч. класт. наностр. и наноматер. 2012. № 4. С. 143.
14. *Дегтева О.Б., Семенова Е.М., Ляхова М.Б., Кузнецова Ю.В.* // Физ.-хим. асп. класт. наностр. наноматер. 2017. № 9. С. 169.
15. *Image analysis P9.* Справочное руководство. М.: NT-MDT SI, 2019. 582 с.
16. *Иванов Д.В., Антонов А.С., Сдобняков Н.Ю. и др.* // Физ.-хим. асп. изуч. класт. наностр. и наноматер. 2019. № 11. С. 138.
17. *Белко А.В., Никитин А.В., Стрекаль Н.Д., Герман А.Е.* // Поверхн. Рентген., синхротрон. и нейтрон. иссл. 2009. № 5. С. 11.
18. *Сдобняков Н.Ю., Антонов А.С., Иванов Д.В.* Морфологические характеристики и фрактальный анализ металлических пленок на диэлектрических поверхностях: монография. Тверь: Тверской гос. ун-т, 2019. 168 с.
19. *Сдобняков Н.Ю., Зыков Т.Ю., Базулев А.Н., Антонов А.С.* // Вестник ТвГУ. Сер. физ. 2009. № 41. № 6. С. 112.
20. *Hubert A., Schafer R.* Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 1998. 686 p.

Fractal geometry of the nano- and magnetic domain structure of the Sm–Co–Cu–Fe ferromagnetic alloy in a high coercivity state

E. M. Semenova^{a,*}, D. V. Ivanov^a, M. B. Lyakhova^a, Yu. V. Kuznetsova^a, D. Yu. Karpenkov^b, A. Yu. Karpenkov^a, A. I. Ivanova^a, A. S. Antonov^{a,c}, N. Yu. Sdobnyakov^a

^aTver State University, Tver, 170100 Russia

^bNational University of Science and Technology MISIS, Moscow, 119991 Russia

^cTver State Agricultural Academy, Tver, 170904 Russia

*e-mail: semenova_e_m@mail.ru

The results of the analysis of the nanostructure and magnetic domain structure of the highly coercive Sm(CoCuFe)₅ alloy within the framework of fractal geometry are presented. The fractal dimension D_f of the nanostructure and the domain structure at different stages of heat treatment have been determined. It is shown that the nanostructure of samples with a coercive force 7 kOe corresponds to $D_f \sim 2.08$, and 32 kOe corresponds to $D_f \sim 2.3$.