УДК 62-408.2 DOI: 10.17277/vestnik.2015.04.pp.701-707

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОСТОЯННЫХ МАГНИТОВ

И. Г. Проценко, А. П. Королев, И. С. Филатов

Кафедра «Материалы и технология», ФГБОУ ВПО «ТГТУ»; iliaprocenko@rambler.ru

Ключевые слова: анизотропная структура; коэрцитивная сила; литые и порошковые магнитотвердые материалы; сканирующая зондовая микроскопия; ферромагнитная α'-фаза.

Аннотация: Рассмотрена методика исследования постоянных магнитов на основе (Fe–Ni–Al–Co)-сплавов с использованием сканирующей зондовой микроскопии. Указаны условия формирования высококоэрцитивного состояния постоянных литых и порошковых магнитов и получения однодоменной структуры магнитотвердых материалов в процессе контролируемого охлаждения с критической скоростью из однофазной области. Изготовлены образцы-свидетели из различных типов магнитотвердых материалов. Определены оптимальные режимы работы сканирующего зондового микроскопа. С помощью программноаппаратных средств получены изображения поверхности высококоэрцитивных сплавов, отличающихся условиями термомагнитной обработки, химическим составом и способами формирования металлографической структуры. Установлены различия в структуре магнитных материалов, а также размерах ферромагнитных частиц, образующихся в результате термомагнитной обработки.

Высококоэрцитивные магнитные материалы находят применение во многих областях науки и техники в качестве источников магнитных полей высокой напряженности. Особое место занимают железоникельалюминиевые сплавы, легированные кобальтом и медью и обладающие высокими значениями магнитных параметров и эксплуатационными свойствами.

Характеристики как литых, так и порошковых магнитов на основе (Fe–Ni–Al–Co)-сплавов, обусловлены сложной анизотропной структурой, формирующейся в процессе их изготовления. Несмотря на то что структурочувствительные магнитные параметры, такие как коэрцитивная сила, имеют достаточно большие значения непосредственно после выплавки и охлаждения постоянных магнитов, их максимальные характеристики достигаются лишь при соблюдении определенных технологических режимов.

Максимальные значения коэрцитивной силы и остаточной индукции обуславливаются формированием анизотропной структуры, состоящей из однодоменных высококоэрцитивных α' -частиц, изолированных, в магнитном смысле, парамагнитной α-матрицей [1]. Свойства данной структуры, а именно форма, размер, направление роста и распределения частиц α'-фазы, находятся в зависимости от режимов термической обработки как в присутствии магнитного поля, так и при его отсутствии. Наиболее оптимальным является режим, заключающийся в охлаждении высококоэрцитивного сплава из области однофазного раствора с критической скоростью, равной 10...15 °/мин. При этом в целях получения высоких значений магнитных параметров необходимо, чтобы охлаждение последовательно прошло в двух температурных интервалах. Роль верхнего температурного интервала в подготовительном процессе заключается в формировании высокодисперсной структуры в относительно малых объемах и связанного с ней напряженного состояния. При последующем охлаждении в нижнем температурном интервале происходит интенсивный дополнительный распад частично распавшегося ранее α-твердого раствора. При этом наблюдается процесс роста и укрупнения ферромагнитной α' -фазы за счет диффузионных процессов. Скорость охлаждения должна быть такой, чтобы в процессе выделилось как можно больше частиц магнитной высококоэрцитивной структуры, но при этом не произошел процесс их коагуляции.

Помимо скорости охлаждения на формирование высоких значений магнитных параметров оказывает влияние магнитное поле [2]. При термомагнитной обработке, то есть при охлаждении в присутствии сильного магнитного поля порядка 150...250 кА/м, наблюдается создание магнитной анизотропии, выраженной в росте и упорядоченном расположении α' -частиц магнитной матрицы по направлению магнитного поля под действием совместного влияния магнитоупругой и магнитостатической энергий.

Контролируемый процесс охлаждения в магнитном поле позволяет получить анизотропные, однодоменные частицы ферромагнитной матрицы, которые в конечном итоге и определяют величину коэрцитивной силы. Высокое значение данного параметра объясняется природой процесса намагничивания железоникельалюминиевых сплавов с добавлением кобальта [3, 4], в основу которого положен сложный процесс вращения, а не смещения доменной стенки.

Величина магнитных параметров находится в зависимости от размера и формы частиц. Значение коэрцитивной силы может быть теоретически рассчитано с использованием значений размагничивающих факторов частицы в направлениях, параллельном и перпендикулярном магнитному полю, а также при известных значениях намагниченности однодоменной частицы [1, 3].

При этом, чем выше отношение размагничивающих факторов вдоль и поперек частиц, тем выше значение структурочувствительного магнитного параметра. Следовательно, увеличение анизотропии формы способствует росту коэрцитивной силы, что и подтверждается экспериментально при определении параметров постоянных магнитов, подвергнутых термомагнитной обработке. Таким образом, определяя размер и форму выделений ферромагнитных α'-частиц, можно теоретически рассчитать величину параметров постоянных магнитов на основе (Fe–Ni–Al–Co)-сплавов и сравнить их с практически полученными результатами.

Рассмотрим методику исследования структуры и свойств постоянных магнитов с использованием сканирующей зондовой микроскопии. В качестве объекта исследования изготовлялись образцы-свидетели из литых (ЮНДК24, ЮНДК24БА) и порошкового (ЮНДК24) магнитотвердых материалов, имеющих форму прямоугольных пластин размером $10 \times 10 \times 5$ мм. Перед проведением анализа образцы

702

подвергались полировке и химическому травлению для выявления микроструктуры, а также изучались поверхности в целях обнаружения поверхностных дефектов с использованием оптического микроскопа.

Подготовленный объект исследования помещался на держатель образцов сканирующего зондового микроскопа, результаты работы которого обрабатывались встроенным пакетом программного обеспечения. Анализ исследуемой поверхности проводился с помощью платиноиридиевого зонда диаметром 0,1 мм.

В целях получения наилучшего качества изображения выбраны следующие основные параметры сканиру-



Рис. 1. 3D-изображение поверхности образца литого постоянного магнита ЮНДК24 в плоскости, перпендикулярной магнитному полю

ющего зондового микроскопа: туннельный ток – 1 нА; туннельное напряжение системы обратной связи – 50 мВ; частота сканирования, определяющая разрешающую способность и качество изображения – 1 Гц; число точек сканирования – 512; размеры области сканирования варьировалась в зависимости от образцасвидетеля.

При проведении анализа поверхностей образцов с использованием сканирующего зондового микроскопа получены следующие результаты. Поверхность литого магнитотвердого материала ЮНДК24 в направлениях, перпендикулярном воздействию магнитного поля и параллельном плоскости сканирования, представлена соответственно на рис. 1 и 2.

Полученные изображения поверхности литого постоянного магнита ЮНДК24 позволяют сделать выводы о характере воздействия термомагнитной обработки на структуру и параметры ферромагнитной α'-фазы.

Форма выделений ферромагнитной фазы представляет собой пластинки (темные полосы на рис. 2), что объясняется их стремлением к минимализации энергии упругой деформации, накапливаемой в процессе высокотемпературного распада [2]. Помимо этого, выделившиеся частицы ориентированы по направлению приложения магнитного поля (направление пикообразных выделений на рис. 1 совпадет с приложенным внешним магнитным полем), что свидетельствует



Рис. 2. Поверхность образца литого постоянного магнита ЮНДК24 в плоскости, параллельной магнитному полю

о формировании магнитной анизотропии. Средний размер частиц находится в пределах, установленных для возможности существования однодоменности, при этом конгломерация частиц не наблюдается. Таким образом, структура магнитотвердого постоянного магнита ЮНДК24 дает представление о процессе термомагнитной обработки при контролируемом охлаждении с критической скоростью и позволяет получить материал с требуемым уровнем магнитных параметров.



Рис. 3. 3D-изображение поверхности образца литого постоянного магнита ЮНДК24БА в плоскости, перпендикулярной магнитному полю

Размеры выделившихся частиц α' -фазы дают возможность теоретически рассчитать величину коэрцитивной силы образца-свидетеля. Измеренное значение параметра постоянного магнита с использованием лабораторной установки и рассчитанный теоретический параметр практически совпадают, а величина ошибки находится в допустимых пределах.

На рисунке 3 представлена структура постоянного магнита из сплава ЮНДК24БА. Отличительной особенностью данного типа магнитных материалов является более сильная ориентация частиц по направлению магнитного поля в сравнении с ЮНДК24. При этом их форма соответствует ранее представленным выделениям, однако размер отличается в бо́льшую сторону. Так как магнитный материал является анизотропным, на что указывает литера A в маркировке, то частицы α' -фазы гораздо более вытянуты по направлению внешнего магнитного поля (пластинчатые выделения, рис. 4), а также плотнее расположены друг к другу. Таким образом, данный материал обладает бо́льшими значениями магнитных параметров, по сравнению с ранее рассмотренными, что подтверждается теоретически и практически результатами измерений.



Рис. 4. Поверхность образца литого постоянного магнита ЮНДК24БА в плоскости, параллельной магнитному полю



Рис. 5. 3-D изображение поверхности образца порошкового постоянного магнита ЮНДК24 в плоскости, перпендикулярной магнитному полю



Рис. 6. Поверхность образца порошкового постоянного магнита ЮНДК24 в плоскости, параллельной магнитному полю

На рисунках 5 и 6 представлена структура порошкового магнитного материала ЮНДК24, которая имеет отличительные особенности по сравнению с литыми магнитными материалами. На рисунке 6 показано изображение, где зафиксирован скачок координаты Z области сканирования. Детальный анализ аномалии позволил сделать вывод о том, что в данной области находится включение в виде частиц порошка, из которых состоит магнитный материал. Помимо этого, в случае порошкового магнитного материала наблюдается разброс параметров размеров ферромагнитных включений α' -фазы (см. рис. 5), что объясняется высокими значениями внутренних напряжений магнитных материалов, образующихся в процессе формирования структуры при высокотемпературной обработке и влияющих на процесс роста частиц.

Результат термомагнитной обработки положительно сказывается на параметрах постоянного магнита, однако, как было отмечено ранее, отвечающие за формирование структуры выделения обладают бо́льшей дисперсностью. Наряду с этим, значение магнитных параметров незначительно, но превосходит значения для литых постоянных магнитов, что объясняется большим числом однодоменных частиц. Значения коэрцитивной силы, рассчитанной теоретически и полученной с использованием лабораторных измерений, также соответствуют требуемым параметрам и отличаются друг от друга в допустимом интервале погрешности.

Таким образом, описанная методика по контролю литых и порошковых магнитных материалов может быть использована для теоретического расчета параметров постоянных магнитов. Однако данная методика требует доработки с точки зрения определения параметров частиц α' -фазы и разработки универсального математического алгоритма.

Список литературы

1. Довгалевский, Я. М. Легирование и термическая обработка магнитотвердых сплавов / Я. М. Довгалевский. – М. : Металлургия, 1971. – 176 с.

2. Лифшиц, Б. Г. Высококоэрцитивные сплавы / Б. Г. Лифшиц, В. С. Львов. – М. : Металлургия, 1960. – 176 с.

3. Бозорт, Р. Ферромагнетизм : пер. с англ. / Р. Бозорт ; под ред. Е. И. Кондорского, Б. Г. Лившица. – М. : Изд-во иностр. лит., 1956. – 786 с.

4. Брусенцов, Ю. А. Применение электронной микроскопии для изучения структуры и свойств порошковых магнитов / Ю. А. Брусенцов, Л. Н. Тялина // Вестн. Тамб. гос техн. ун-та. – 1999. – Т. 5, № 4. – С. 634 – 637.

Using Scanning Probe Microscopy to Study the Structure and Properties of Permanent Magnets

I. G. Protsenko, A. P. Korolev, I. S. Filatov

Department of Materials and Technologies, TSTU; iliaprocenko@rambler.ru.

Keywords: alloy powder and magnetic materials; anisotropic structure ferromagnetic α '-phase; coercive force; scanning probe microscopy.

Abstract: The article studies the technique of research of permanent magnets on the basis of (Fe-Ni-Al-Co) alloys using scanning probe microscopy. We determined the conditions of forming high coercivity state of cast and powder permanent magnets and the conditions for obtaining single-domain structure of magnetic materials in the process of controlled cooling with critical rate from the one-phase region. The specimens of various types of magnetic materials were produced. Optimal modes of operation of a scanning probe microscope were determined. Using software and hardware we obtained the images of the surface of high coercivity alloys with different conditions of thermomagnetic treatment, chemical composition, and methods of forming a metallographic structure. The differences in the structure of magnetic materials and in the size of ferromagnetic particles formed as a result of thermomagnetic treatment were determined.

References

1. Dovgalevskii Ya.M. *Legirovanie i termicheskaya obrabotka magnitotverdykh splavov* (Alloying and heat treatment of magnetic alloys), Moscow: Metallurgiya, 1971, 176 p.

2. Lifshits B.G., L'vov V.S. *Vysokokoertsitivnye splavy* (High-coercivity alloys), Moscow: Metallurgiya, 1960, 176 p.

3. Bozorth R.M. *Ferromagnetism*, Toronto, New York, London : D. Van Nostrand Company, Inc, 1951, 968 p.

4. Brusentsov Yu.A., Tyalina L.N. *Transactions of the Tambov State Technical University*, 1999, vol. 5, no. 4, pp. 634-637

Nutzung der Scannensondmikroskopie für das Erlernen der Struktur und der Eigenschaften der ständigen Magnete

Zusammenfassung: Es ist die Methodik der Forschung der ständigen Magnete auf Grund der (Fe–Ni–Al–Co) – Legierungen unter Ausnutzung der Scannensondmikroskopie betrachtet. Es sind die Bedingungen der Bildung des hocherzitiven Zustandes der ständigen Guβ- und Pulvermagnete und des Erhaltens der Einhochofenstruktur der magnetharten Materialien im Laufe der kontrollierenden Abkühlung mit der kritischen Geschwindigkeit aus dem einphasigen Gebiet angegeben. Es sind die Muster-Zeugen aus den verschiedenen Typen der magnetharten Materialien hergestellt. Es sind die optimalen Regimes der Arbeit des Scannensondmikroskops bestimmt. Mit Hilfe der Hardware-Softwaremittel sind die Abbildungen der Oberfläche der hocherzitiven Legierungen, die sich von den Bedingungen der thermomagnetischen Bearbeitung, der chemischen Verbindung und den Weisen der Bildung der metallgraphischen Struktur unterscheiden, erhalten. Es sind die Unterschiede in der Struktur der magnetischen Materialien, sowie in den Gröβen der ferromagnetischen Teilchen bestimmt, die sich infolge der thermomagnetischen Bearbeitung bilden.

Utilisation de la microscopie de numérasation de zonde pour l'étude de la structure et des propriétés des aimants permanents

Résumé: Est étudiée la méthodologie de l'étude des aimants permanents à la base de (Fe–Ni–Al–Co)-alliages à l'aide de la microscopie de numérasation de zonde. Sont indiquées les conditions de la formation de l'état coercitive de haute niveau des aimants permanents de fonte et de poudre. Sont fabriqués des échantillons-témoins à partir de différents types de matériaux solides. Sont définies les meilleures modes de travail de l'outil du microscope de numérasation de zonde. À l'aide du logiciel et du matériel sont reçues les images de la surface des alliages coercitives de haute niveau. Sont établies les différences dans la structure des matériaux magnétiques.

Авторы: Проценко Илья Григорьевич – аспирант кафедры «Материалы и технология»; Королев Андрей Павлович – кандидат технических наук, доцент кафедры «Материалы и технология»; Филатов Иван Сергеевич – кандидат технических наук, доцент кафедры «Материалы и технология», ФГБОУ ВПО «ТГТУ».

Рецензент: *Чернышова Татьяна Ивановна* – доктор технических наук, профессор кафедры «Конструирование радиоэлектронных и микропроцессорных систем», директор института энергетики, приборостроения и радиоэлектроники, ФГБОУ ВПО «ТГТУ».