

Магнитный гистерезис сплавов  $\text{Sm}_{1-x}\text{Gd}_x\text{Co}_3\text{Cu}_2$ В.Е. Севрюков,<sup>1,\*</sup> О.Б. Дегтева,<sup>1</sup> А.Ю. Карпенков,<sup>1</sup> А.И. Иванова,<sup>1</sup> Е.М. Семенова<sup>1</sup><sup>1</sup>Тверской государственный университет, физико-технический факультет

Россия, 170003, Тверь, пер. Садовый, д. 35

(Поступила в редакцию 31.05.2023; принята к публикации 28.06.2023)

В работе представлены результаты комплексного исследования гистерезисных характеристик сплавов  $\text{Sm}_{1-x}\text{Gd}_x\text{Co}_3\text{Cu}_2$  ( $x = 0.1 - 0.9$ ) с учетом их реальной микроструктуры. Показано, что в состоянии после выплавки все сплавы серии являются существенно гетерогенными и содержат включения до трех фазовых составляющих. Высокотемпературный отжиг при  $1050^\circ\text{C}$  в течение 4 ч позволяет изменить микроструктуру исходных сплавов, однако однофазное состояние было достигнуто только для образцов сплава с  $x = 0.1$ . Высококоэрцитивное состояние образцов обеспечивается регулярной микроструктурой и реализуется по механизму задержки смещения доменных границ на структурных неоднородностях. Максимальная коэрцитивная сила 0.94 Тл была достигнута на составе  $\text{Sm}_{0.4}\text{Gd}_{0.6}\text{Co}_3\text{Cu}_2$ .

PACS: 75.30.-m, 75.60.-d, 75.60.Jk УДК: 537.622

Ключевые слова: редкоземельный интерметаллид, магнитный гистерезис, коэрцитивная сила, микроструктура.

DOI: [10.55959/MSU0579-9392.78.2350501](https://doi.org/10.55959/MSU0579-9392.78.2350501)

## ВВЕДЕНИЕ

Одним из направлений современных технологий создания магнитных материалов является формирование магнетиков с заданными физическими параметрами для применения в конкретных эксплуатационных режимах [1, 2]. В условиях нарастающей миниатюризации электронных устройств стабильность их функционирования во многом определяет тепловой режим работы [3]. Высокоэнергетические постоянные магниты (ПМ) представляют собой источники постоянного магнитного поля и используются в этом качестве в большом количестве приборов и устройств. Однако при повышенных температурах, намагниченность и коэрцитивная сила магнитов существенно падают, поэтому одним из направлений оптимизации ПМ является расширение их рабочего интервала температур [4–6]. Наиболее оптимальны для высокотемпературных применений магниты на основе соединений  $\text{Sm-Co}$ , поскольку характеризуются не только высокой магнитокристаллической анизотропией и намагниченностью насыщения, но и температурой Кюри [1, 4, 7]. На основе магнитов этого типа создаются источники магнитного поля минимального размера и повышенной температурной стабильности [7].

Один из важнейших параметров ПМ — это коэрцитивная сила ( $H_c$ ), которая является структурно-чувствительной характеристикой и определяется микро- и наноструктурами магнитного материала [8, 9]. В случае ПМ задержка доменных границ при перемагничивании осуществляется в основном на границах зерен магнита или его структурных

составляющих. Однако высококоэрцитивное состояние возможно создать и в литом образце, сформировав регулярную микроструктуру с эффективными центрами задержки смещения доменных границ. Примером является квазибинарное соединение  $\text{Sm}(\text{Co,Cu})_5$  со структурой  $\text{CaCu}_5$ , в котором после отжига формируется регулярная структура неоднородностей. Коэрцитивная сила в образцах этого типа имеет экстремальную концентрационную зависимость и достигает значений более 3 Тл [10, 11].

Увеличение высокотемпературного интервала стабильности гистерезисных характеристик магнитных материалов может быть достигнуто легированием исходных составов тяжелыми редкоземельными элементами [12]. В данной работе в качестве легирующего компонента используется гадолиний, поскольку, по данным [13], соединение  $\text{GdCo}_5$  обладает положительным температурным коэффициентом до  $450^\circ\text{C}$ . Таким образом, целью данной работы является комплексное исследование влияния относительного содержания самария и гадолиния в сплавах  $\text{Sm}_{1-x}\text{Gd}_x\text{Co}_3\text{Cu}_2$  ( $x = 0.1 - 0.9$ ) на их микроструктуру и гистерезисные свойства.

## 1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ

Исходные сплавы  $\text{Sm}_{1-x}\text{Gd}_x\text{Co}_3\text{Cu}_2$  ( $x = 0.1, 0.4, 0.6, 0.9$ ) были синтезированы методом индукционной плавки в атмосфере аргона из высокочистых компонентов. Гомогенизация слитков осуществлялась в процессе высокотемпературного отжига в вакууме при  $1050^\circ\text{C}$  в течение 4 ч в печи сопротивления Carbolite TZF 15/610. Образцы зерен для исследования микроструктуры и измерения петель гистерезиса вырезали из центральной части слитков, по-

\* E-mail: [dorofeev25@gmail.com](mailto:dorofeev25@gmail.com)

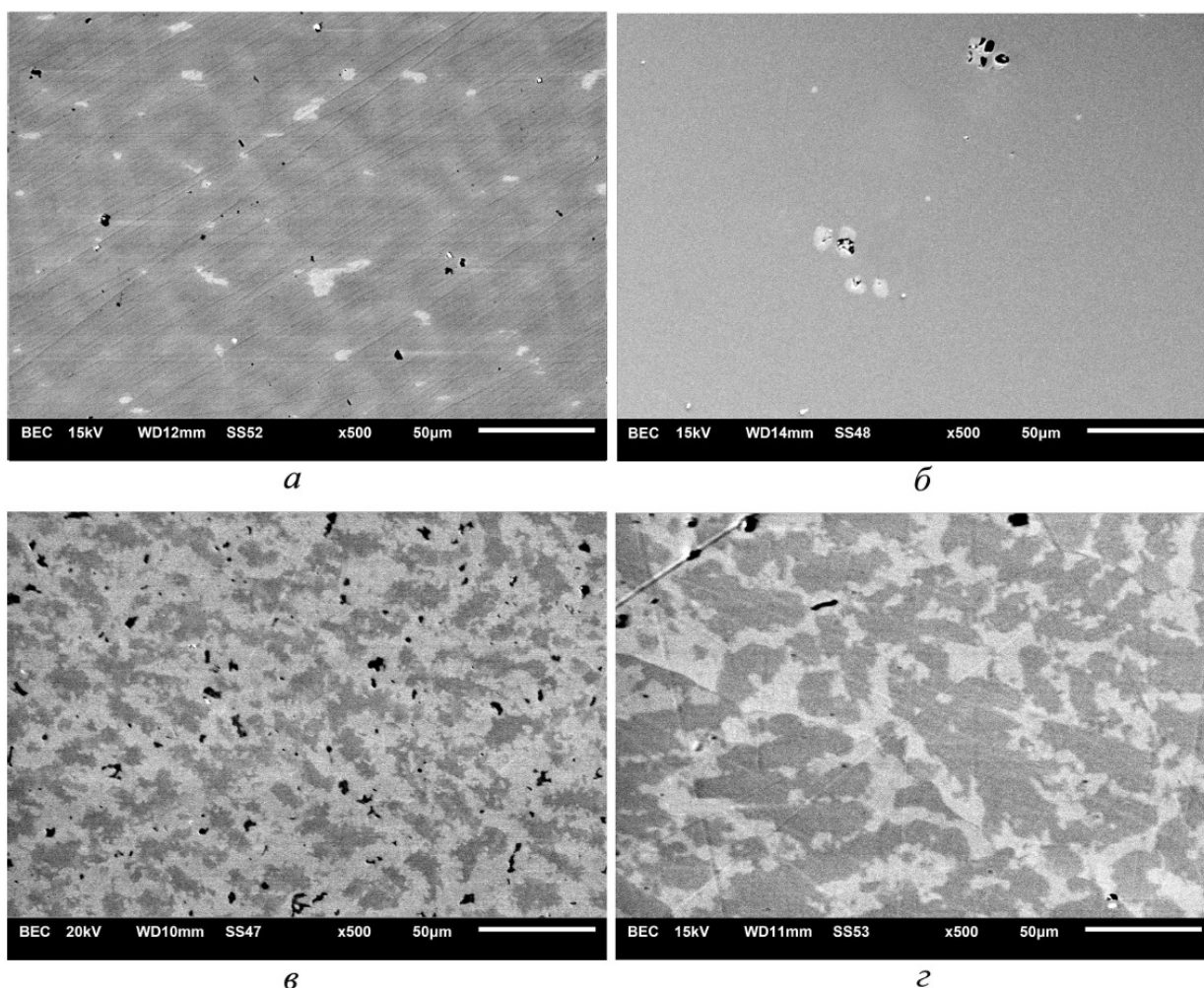


Рис. 1. Микроструктура, выявленная методом РЭМ на поверхности шлифов исходных и отожженных образцов сплавов: *а* — исходный сплав  $\text{Sm}_{0.9}\text{Gd}_{0.1}\text{Co}_3\text{Cu}_2$ ; *б* — сплав  $\text{Sm}_{0.9}\text{Gd}_{0.1}\text{Co}_3\text{Cu}_2$  после отжига; *в* — исходный сплав  $\text{Sm}_{0.1}\text{Gd}_{0.9}\text{Co}_3\text{Cu}_2$ ; *г* — сплав  $\text{Sm}_{0.1}\text{Gd}_{0.9}\text{Co}_3\text{Cu}_2$  после отжига

сле чего им придавалась сферическая форма. Исследования микроструктуры выполнялись на металлографических шлифах образцов, приготовленных на базисной плоскости. Ориентировка сферических образцов производилась в поле постоянного магнита и фиксировалась с помощью быстротвердеющей пластмассы. Шлифовка и полировка поверхности шлифов производилась на шлифовально-полировальном станке Metapol 160E. Для выявления границ микроструктуры применялся метод электрохимического травления поверхности шлифов в насыщенном растворе хромового ангидрида в ортофосфорной кислоте.

Исследования микроструктуры и количественный анализ фазового состава образцов выполнялись на растровом электронном микроскопе (РЭМ) JEOL JSM-6610LV в двух режимах: обратно-рассеянных электронов (BEC) и вторичных электронов (SEI).

Магнитные измерения осуществлялись методом вибрационного магнитометра вдоль оси легкого намагничивания образцов в полях до 2,5 Т. Из-

мерения выполнялись на образцах сферической формы с известным размагничивающим фактором  $N = 0.33$ . Измерялись петли гистерезиса, на основе которых определялись значения удельной намагниченности насыщения ( $\sigma_s$ ), удельной остаточной намагниченности ( $\sigma_r$ ) и коэрцитивной силы ( $H_c$ ).

## 2. МИКРОСТРУКТУРА

На первом этапе работы были проведены исследования микроструктуры поверхности сплавов методом РЭМ. На рис. 1 в качестве примера в режиме фазового контраста представлены РЭМ-изображения поверхности сплавов  $\text{Sm}_{1-x}\text{Gd}_x\text{Co}_3\text{Cu}_2$  ( $x = 0.1$  и  $x = 0.9$ ) в исходном состоянии (после выплавки) и после отжига. Видно, что в состоянии после выплавки сплавы являются гетерогенными (рис. 1, *а*, *в*). Области разного цвета соответствуют разным фазовым составляющим сплава. По результатам энергодисперсионного анализа микроструктуры на шлифах исходных сплавов обнаружи-

ваются несколько фаз:  $RM_5$  ( $R = Sm, Gd; M = Co, Cu$ ), соответствующая заявленному составу,  $RM_7$  и окислы редкоземельных элементов. При сопоставлении РЭМ-изображений исходных сплавов с незначительным ( $x = 0.1$ ) и преимущественным ( $x = 0.9$ ) замещением самария на гадолиний (рис.1, а, б) видно, что во втором случае относительное содержание фазовой составляющей темного цвета ( $RM_5$ ) меньше, что свидетельствует о том, что относительное содержание основной фазы  $RM_5$  в исходных сплавах уменьшается с ростом относительного содержания Gd.

Высокотемпературный отжиг исходных сплавов при  $1050^\circ C$  в течение 4 ч приводит к изменению микроструктуры: увеличивается относительный объем фазовой составляющей  $RM_5$ . Сплавы с  $x = 0.1$  используемый режим отжига приводит к практически однофазному состоянию. На РЭМ-изображении основная фаза  $Sm_{1-x}Gd_xCo_3Cu_2$  составляет порядка 98% (рис. 1, б). Светлые области на рис. 1, б соответствуют в основном оксиду самария. В образцах с  $x > 0.1$  после отжига обнаруживается гетерогенная микроструктура. Объем основной фазы  $RM_5$  в отожженных образцах уменьшается и при  $x = 0.9$  составляет порядка 57% (рис. 1, з).

### 3. ГИСТЕРЕЗИСНЫЕ СВОЙСТВА

Результаты измерений петель гистерезиса образцов  $Sm_{1-x}Gd_xCo_3Cu_2$  ( $x = 0.1; x = 0.9$ ) вдоль оси легкого намагничивания при комнатной температуре представлены на рис. 2. Для всех составов наблюдается высококоэрцитивное состояние, при этом значения  $H_c$  изменяются в зависимости от относительного содержания гадолиния. Соединение с  $x = 0.1$  (рис. 2, а) характеризуется прямоугольной петлей гистерезиса. Характерной особенностью этого соединения является то, что отжиг не влияет на величину коэрцитивной силы (0.36 Тл), но при этом падает значение удельной намагниченности ( $\sigma$ ). Падение значения  $\sigma$  связано с тем, что в исходном состоянии вклад в намагниченность, помимо основной фазы, дает также фазовая составляющая  $RM_7$ .

Для сравнения рассмотрим состав с большим содержанием Gd ( $x = 0.9$ ), который как в исходном состоянии, так и после отжига характеризуется низкой коэрцитивной силой: 0.05 Тл и 0.02 Тл соответственно. Петли гистерезиса этого сплава имеют перегибы, которые можно объяснить наличием нескольких фазовых составляющих. Необходимо отметить, что петли гистерезиса образцов сплавов с  $x = 0.4, 0.6$  также являются гетерогенными и содержат перегибы на зависимостях  $\sigma(H)$ . Отмечено, что величина коэрцитивной силы образцов в результате отжига при  $1050^\circ C$  не изменяется или падает. Это связано с тем, что вследствие высокотемпературной обработки в объеме сплава инициируется твердофазная диффузия, которая приводит к перераспределению основных компонентов между фазовыми составляющими, изменению микро-

структуры и, вероятно, к трансформации центров задержки смещения доменных границ. Максимальная коэрцитивная сила 0.94 Тл была получена на составе  $Sm_{0.4}Gd_{0.6}Co_3Cu_2$  в состоянии после выплавки.

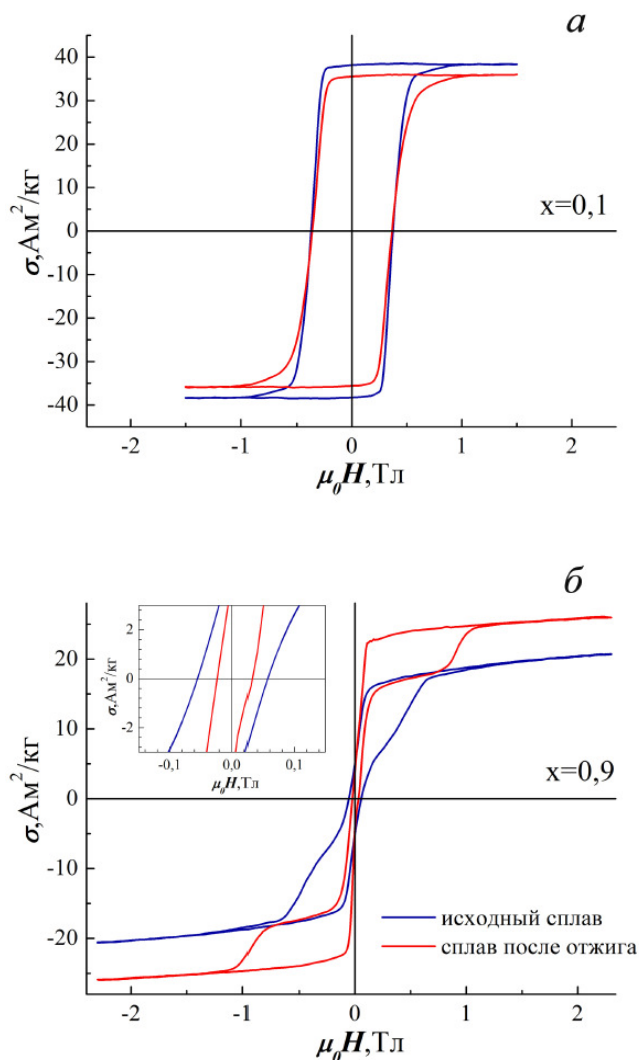


Рис. 2. Петли гистерезиса, измеренные при комнатной температуре вдоль оси легкого намагничивания: а —  $Sm_{0.9}Gd_{0.1}Co_3Cu_2$ ; б —  $Sm_{0.1}Gd_{0.9}Co_3Cu_2$

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате систематических исследований микроструктуры и гистерезисных характеристик квазибинарных интерметаллидов  $Sm_{1-x}Gd_xCo_3Cu_2$  ( $x = 0.1; 0.4; 0.6; 0.9$ ) показано, что исходные сплавы являются гетерогенными и содержат до трех фазовых составляющих, включающих основную фазу  $RM_5$ , а также фазу  $RM_7$  и окислы редкоземельных элементов. Отжиг при  $1050^\circ C$  в течение 4 ч приводит к росту содержания основной фазы до 98–57%.

Гетерогенная микроструктура обеспечивает высококоэрцитивное состояние рассматриваемых ин-

терметаллидов, однако петли магнитного гистерезиса для составов с  $x = 0.4, 0.6, 0.9$  имеют перегибы, соответствующие полям перемагничивания фаз, обнаруженных в сплавах. Показано, что отжиг негативно влияет на  $H_c$  данных сплавов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ в рамках выполнения государственного задания в сфере научной деятельности (проект № 0817-2023-0006) в лабораториях Центра коллективного пользования Тверского государственного университета.

- [1] *Coe J.M.D.* // *Engineering*. **6**, N 2. 119. (2020).  
 [2] *Ormerod J.* Permanent magnet markets and applications // *Modern Permanent Magnets*. Woodhead Publishing, 2022. P. 403–434.  
 [3] *Mathew J., Krishnan S.* // *Journal of Electronic Packaging*. **144**. 1. (2022).  
 [4] *Coe J.M.D.* // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. **248**, N 3. 441. (2002).  
 [5] *Wu Y., Skokov K.P., Schöfer L., Maccari F.* et al. // *Acta Materialia*. **235**. 118062. (2022).  
 [6] *Semenova E.M., Lyakhova M.B., Lukin A.A., Karpenkov A.Yu.* et al. Methodology for studying reversal magnetization processes in magnets of the Sm–Co–Fe–Cu–Zr system at high temperatures // *Metal Science Heat Treatment*. **60**. 494–497. (2018).  
 [7] *Park K., Hirayama Y., Wang J., Kobashi M.* // *Scripta Materialia*. **218**. 114847. (2022).  
 [8] *Livingston J.D.* // *J. of Appl. Phys.* **52**. N 3. 2544. (1981).  
 [9] *Givord D., Rossignol M.F., Taylor D.W.* Coercivity mechanisms in hard magnetic materials // *Le Journal de Physique IV*. **2**. I. C3. C3–95. (1992).  
 [10] *Kamino K., Kimura Y., Suzuki T., Itayama Y.* // *Trans. of the Japan Institute of Metals*. **14**. N 2. 135. (1973).  
 [11] *Estevez-Rams E., Fidler J., Penton A., Valor-Reed A.* et al. // *Journal of magnetism and magnetic materials*. **195**, N 3. 595. (1999).  
 [12] *Liu S., Kuhl G.E.* // *IEEE transactions on magnetics*. **35**, N 5. 3271. (1999).  
 [13] *Walmer M.S., Chen C.H., Walmer M.H.* et al. Use of heavy rare earth element Gd in RECo5 and RE2TM17 magnets for high temperature applications // *Proceedings of 15th International Workshop on REPM*. **689**. 788. (1998).

## Magnetic hysteresis of $\text{Sm}_{1-x}\text{Gd}_x\text{Co}_3\text{Cu}_2$ alloys

V.E. Sevryukov<sup>a</sup>, O.B. Dyogteva, A.Yu. Karpenkov, A.I. Ivanova, E.M. Semenova

*Department of condensed matter, Faculty of Physics and Technical, Tver State University  
Tver, 170003, Russia*

*E-mail: <sup>a</sup>vesevryukov@edu.tversu.ru*

The paper presents the results of a comprehensive study of the hysteresis characteristics of  $\text{Sm}_{1-x}\text{Gd}_x\text{Co}_3\text{Cu}_2$  alloys ( $x=0.1-0.9$ ), considering their actual microstructure. It is shown that in the as-cast state, all alloys in the series are significantly heterogeneous and contain inclusions of up to three phase components. High-temperature annealing at 1050°C for 4 hours enables modifying the microstructure of the original alloys, however, a single-phase state was only achieved for alloy samples with  $x = 0.1$ . The high-coercivity state of the samples is provided by a regular microstructure and is implemented through the pinning mechanism. The maximum coercive force of 0.94 T was achieved on the  $\text{Sm}_{0.4}\text{Gd}_{0.6}\text{Co}_3\text{Cu}_2$

PACS: 75.30.-m, 75.60.-d, 75.60.Jk.

*Keywords:* rare-earth intermetallic, magnetic hysteresis, coercivity, microstructure.

*Received 31 May 2023.*

English version: *Moscow University Physics Bulletin*. 2023. **78**, No. 5, pp. 654–657.

### Сведения об авторах

1. Севрюков Валерий Евгеньевич — студент ; e-mail: [vesevryukov@edu.tversu.ru](mailto:vesevryukov@edu.tversu.ru).
2. Дегтева Ольга Борисовна — канд. физ.-мат. наук, доцент; тел.: (482) 258-14-93 доб. 107, e-mail: [Degteva.OB@tversu.ru](mailto:Degteva.OB@tversu.ru).
3. Карпенков Алексей Юрьевич — канд. физ.-мат. наук, доцент; тел.: (482) 278-89-09 доб. 320, e-mail: [karpenkov\\_alex@mail.ru](mailto:karpenkov_alex@mail.ru).
4. Иванова Александра Ивановна — канд. физ.-мат. наук, доцент; тел.: (482) 278-89-09, e-mail: [Ivanova.AI@tversu.ru](mailto:Ivanova.AI@tversu.ru).
5. Семенова Елена Михайловна — канд. физ.-мат. наук, доцент; тел.: (482) 278-89-09 доб. 320, e-mail: [semenova\\_e\\_m@mail.ru](mailto:semenova_e_m@mail.ru).