

## МАГНИТНАЯ СТРУКТУРА СПЕЧЕННЫХ МАГНИТОВ Co–25%Sm ПОСЛЕ ЭЛЕКТРОЭРОЗИОННОЙ ОБРАБОТКИ

© 2020 г. И.В. Слинкин, О.А. Чикова

Уральский федеральный университет (УрФУ)  
им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург

*Статья поступила в редакцию 16.09.19 г., доработана 21.11.19 г., подписана в печать 26.11.19 г.*

Средствами сканирующей электронной микроскопии и магнитной силовой микроскопии проведено металлографическое изучение микроструктуры поверхности спеченных редкоземельных магнитов Co–25%Sm марки KC25 после электроэрозионной обработки (ЭЭО). Химический состав исследуемых образцов, мас. %: Sm – 25, Fe – 18, Cu – 5, Zr – 3, Co – остальное. Одна из поверхностей образца была подвергнута электроэрозионной обработке различными способами при изменении таких параметров ЭЭО, как скорость обработки по прямой линии и офсет. В микроструктуре магнитов представлены 4 сосуществующие фазы:  $\text{SmCo}_5$ ,  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ ,  $\text{Zr}_5\text{Co}_3\text{FeSm}$  и  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ . Размер зерна составляет 10–50 мкм. Кристаллы интерметаллического соединения  $\text{Zr}_5\text{Co}_3\text{FeSm}$  имеют размер 1–5 мкм, включения оксида самария  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  глобулярной формы были величиной 2–10 мкм. Способ ЭЭО оказал влияние на толщину и химический состав дефектного слоя. В целом химический состав при удалении от дефектного слоя в глубь образца изменяется незначительно: содержание Sm, Cu, O и Zr снижается, а Fe и Co – повышается. Размер зерна на глубине 500 мкм от дефектного слоя увеличивается на 40–50 %, а пористость, наоборот, уменьшается; размер оксидов  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  при этом незначительно возрастает. Исследование средствами магнитной силовой микроскопии магнитной структуры на поверхностях, перпендикулярных оси намагничивания, показало наличие сложной доменной структуры зерен в виде лабиринта с размером домена ~3÷5 мкм. Обнаружены также отдельные однодоменные зерна размером ~30÷50 мкм. Электроэрозионная обработка из-за нагрева и окисления материала способствует возникновению доменной структуры зерен в виде лабиринта вместо однодоменных зерен, а также фазовому переходу  $\text{SmCo}_5 \rightarrow \text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ , что вызывает уменьшение коэрцитивной силы.

**Ключевые слова:** редкоземельные магниты, электроэрозионная обработка, микроструктура, сканирующая электронная микроскопия, энергодисперсионный микроанализ, магнитная структура, магнитная силовая микроскопия.

**Слинкин И.В.** – аспирант кафедры металлургии цветных металлов, Институт новых материалов и технологий УрФУ (620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19). E-mail: i.v.slinkin@urfu.ru.

**Чикова О.А.** – докт. физ.-мат. наук, профессор кафедры физики, Институт фундаментального образования УрФУ. E-mail: chik63@mail.ru; O.A.Chikova@urfu.ru.

**Для цитирования:** Слинкин И.В., Чикова О.А. Магнитная структура спеченных магнитов Co–25%Sm после электроэрозионной обработки. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2020. No. 1. С. 59–67.  
DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2020-1-59-67.

*Slinkin I.V., Chikova O.A.*

### **Magnetic structure of Co–25%Sm sintered magnets after electrical discharge machining**

Scanning electron microscopy and magnetic force microscopy were used to conduct the metallographic study of the surface microstructure of KS25 grade Co–25%Sm sintered rare-earth magnets after Electrical Discharge Machining (EDM). The chemical composition of the studied samples: Sm – 25 wt.%; Fe – 18 wt.%; Cu – 5 wt.%; Zr – 3 wt.%; Co – the rest. One of the sample surfaces was subjected to EDM in various ways with changes in such EDM parameters as the straight-line processing speed and offset. The microstructure of magnets contains four coexisting phases:  $\text{SmCo}_5$ ,  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ ,  $\text{Zr}_5\text{Co}_3\text{FeSm}$  and  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ . The grain size is 10–50  $\mu\text{m}$ . Crystals of the  $\text{Zr}_5\text{Co}_3\text{FeSm}$  intermetallic compound are 1–5  $\mu\text{m}$  in size, and globular inclusions of  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  samarium oxide are 2–10  $\mu\text{m}$ . EDM affected the thickness and chemical composition of the defective layer. In general, the chemical composition varies slightly in the direction from the defective layer inward the sample: the content of Sm, Cu, O, and Zr decreases; the content of Fe and Co increases. At a distance of 500  $\mu\text{m}$  from the defective layer inwards the sample, the grain size increases by 40–50 %, while the porosity decreases. At the same time, the size of  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  oxides slightly increases. The study of the magnetic structure on surfaces perpendicular to the axis of magnetization by means of magnetic force microscopy revealed the presence of a complex domain structure of grains in the form of a labyrinth with a domain size of ~3÷5  $\mu\text{m}$ . Separate single-domain grains ~30÷50  $\mu\text{m}$  in size were also found. Due to the material heating and oxidation, EDM promotes the domain structure

of grains appearing in the form of a labyrinth instead of single-domain grains, and the  $\text{SmCo}_5 \rightarrow \text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  phase transition, which causes a decrease in coercive force.

**Keywords:** rare earth magnets, Electrical Discharge Machining, microstructure, scanning electron microscopy, energy dispersive microanalysis, magnetic structure, magnetic force microscopy.

**Slinkin I.V.** — postgraduate student of the Department of metallurgy of non-ferrous metals, Institute of new materials and technologies, Ural Federal University (UrFU) (620002, Russia, Yekaterinburg, Mira str., 19). E-mail: i.v.slinkin@urfu.ru.

**Chikova O.A.** — Dr. Sci. (Phys.-Math.), prof. of the Department of physics, Institute of fundamental education, UrFU. E-mail: chik63@mail.ru; O.A.Chikova@urfu.ru.

**Citation:** Slinkin I.V., Chikova O.A. Magnetic structure of Co—25%Sm sintered magnets after electrical discharge machining. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Universities' Proceedings. Non-Ferrous Metallurgy)*. 2020. No. 1. P. 59–67 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2020-1-59-67.

## Введение

Спеченные магниты Co—25%Sm, имеющие высокие коэрцитивную силу ( $H_{ci}$ ) и магнитную энергию  $(BH)_{\max}$ , широко используются в промышленности [1–4]. Развитие технологии данных магнитов требует изучения вопросов, связанных с механической обработкой, а также исследования связи между механическими свойствами, микроструктурой и магнитными характеристиками этих материалов. Формирование высококоэрцитивного состояния магнитов Co—25%Sm обусловлено обратимыми фазовыми превращениями при термообработке, вызывающими изменение поверхности зерен основной фазы  $\text{SmCo}_5$ , где образуются дисперсные выделения фаз  $\text{Sm}_2\text{Co}_7$  или  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ , что приводит к сглаживанию поверхности зерен, уменьшению количества дефектов, служащих центрами зарождения доменов обратной намагниченности, и повышению  $H_{ci}$  [5–7]. Спеченные постоянные магниты  $\text{SmCo}_5$  содержат в своем составе значительные количества самария, имеющего высокое сродство к кислороду и водороду, что приводит к образованию оксидов и гидридов. В микроструктуре спеченных магнитов Co—25%Sm всегда представлены три сосуществующие фазы:  $\text{SmCo}_5$ ,  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  и  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ . Спеченные магниты Co—25%Sm имеют мелкое (около 8 мкм) зерно, что обеспечивает высокую коэрцитивность. Они также обладают хорошо выровненной (001) ориентационной текстурой [8]. Интерметаллические соединения  $\text{SmCo}_5$ ,  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ ,  $\text{Zr}_5\text{Co}_3\text{FeSm}$  хрупкие и могут разрушаться при механической обработке даже с помощью электроэрозионного инструмента [9]. Локальный нагрев и воздействие электромагнитного поля на поверхность магнитов при электроэрозионной обработке (ЭЭО) могут приводить к изменению микроструктуры и магнитной структуры магнитов.

Электроэрозионная обработка заключается в изменении формы, размеров, шероховатости и свойств поверхности заготовки под воздействием электрических разрядов в результате электрической эрозии (ГОСТ 25331-82) [10]. При ЭЭО заготовка часто деформируется от термического воздействия и разрушения целостности микроструктуры [11]. Согласно [12], поверхностный слой после ЭЭО можно разделить на следующие зоны: зона насыщения элементами рабочей жидкости; зона отложения материала электрода-инструмента; белый слой, образованный из расплавленного металла заготовки; зона термического влияния; зона пластической деформации. Между зонами, как правило, нет четкой разницы, они часто перекрывают друг друга. В белом слое наблюдаются поры, различные неметаллические включения.

Исследованием [13] подтверждена критичность условий ЭЭО (коэффициента заполнения, входной энергии одного импульса, формы обрабатываемой поверхности) для сохранения магнитных свойств материала. Температурно-механические нагрузки при ЭЭО оказывают негативное влияние на высококоэрцитивное состояние материала. Обнаружено, что электроэрозионная обработка спеченных редкоземельных магнитов NdFeB, которые были намагничены перед механической обработкой, привела к потере постоянного намагничивания на поверхности из-за нагревания: внешний слой глубиной приблизительно 35 мкм размагничивается [14]. Влияние ЭЭО на микроструктуру, фазовый состав и магнитную структуру спеченных постоянных магнитов изучалось для магнитов NdFeB [15–17], аналогичные исследования для магнитов SmCo авторам не известны. Спеченные постоянные магниты SmCo, тем не менее, имеют преимущества при высоких температурах перед магнита-

ми NdFeB. Однако механические характеристики магнитов SmCo по сравнению с их магнитными свойствами не являются удовлетворительными — хрупкость в производстве приводит к потере 20—30 % сырья [18]. Известна корреляция между механической анизотропией и магнитными свойствами магнитов SmCo при повышенных (до 450 °С) температурах [19—21]. Разница в коэффициентах теплового расширения достигает максимального значения при  $t = 830\div 860$  °С, что приводит к растрескиванию SmCo-магнитов при закалке [21].

Изучение закономерностей изменения микроструктуры и магнитной структуры магнитов вследствие механической ЭЭО представляет непосредственный теоретический и практический интерес. Данная работа посвящена исследованию влияния способа электроэрозионной обработки на зеренную и магнитную структуры спеченных постоянных магнитов Co—25%Sm марки KC25. Микроструктуру указанных магнитов изучали с помощью сканирующей электронной микроскопии, магнитную структуру — средствами магнитной силовой микроскопии.

## Методика и материалы

Образцы для исследования были отобраны от готовых спеченных магнитов Co—25%Sm марки KC25 (ГОСТ 21559-76). Химический состав изучаемых образцов, мас. %: Sm — 25, Fe — 18, Cu — 5, Zr — 3, Co — ост. Одна из поверхностей образца была подвергнута электроэрозионной обработке, схема и параметры которой (скорость обработки по прямой линии, смещение) приведены на рис. 1 и в табл. 1. При ЭЭО использована латунная проволока  $\varnothing 0,25$  мм. Партиям образцов были присвоены условные номера: 1 — ЭЭО в один проход; 2 — ЭЭО в два прохода; 3 — ЭЭО в три прохода. Перед металлографическим исследованием поперечную поверхность образцов шлифовали и полировали на конечной стадии алмазной пастой с размером

Таблица 1

Параметры электроэрозионной обработки

Проход	Офсет, мм	Скорость обработки, мм/мин
1	0,249	3,300
2	0,149	1,370
3	0,134	1,545

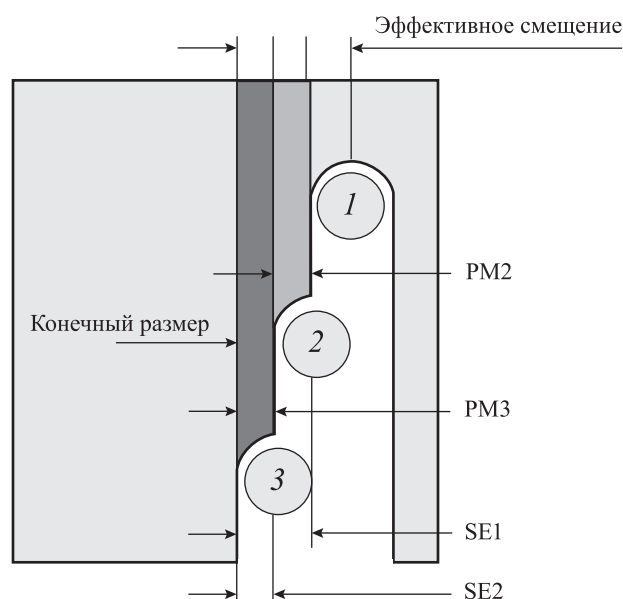


Рис. 1. Схема электроэрозионной обработки поверхности спеченных магнитов, включающей проходы 1, 2 и 3

PM (съем материала) — это толщина материала, снимаемая радиально путем чистовой обработки или за отделочный период; SE (припуск) — соответствует толщине, оставляемой в резерве для последующих проходов, и равен суммарному съему материала за оставшиеся проходы, подлежащие выполнению после текущего прохода

зерна алмаза 1/0,5 мкм и коллоидной суспензией  $Al_2O_3$  в течение 20 мин.

Исследование микроструктуры поверхности проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) «Tescan Vega 3 LM» (Tescan, Чехия), снабженного системой энергодисперсионного микроанализа «EasyEDX», и сканирующего электронного микроскопа «Merlin» (Carl Zeiss, Германия), оснащенного рентгеновским спектрометром «X-MaxNX» (Oxford Instruments, Великобритания). В опытах с микроскопом «Merlin» визуализация морфологии поверхности выполнялась с использованием детектора вторичных электронов Эвернхарта—Торнли, а получение, обработка и анализ полученных данных — с помощью программного средства «SmartSEM».

Изучение магнитной структуры поверхности осуществляли на сканирующем зондовом микроскопе (СЗМ) «Asylum MFP 3D SA» (Asylum Research, США). Получаемые изображения являются пространственным распределением Z-составляющей магнитного поля по поверхности образца. Магнитные измерения проводили с использованием двухпроходной методики, в ходе которой,

прежде всего, необходимо отделить «магнитные» изображения от изображений рельефа, т.е. минимизировать влияние рельефа на изображение распределения магнитных сил. На первом проходе определялся рельеф поверхности по прерывисто-контактному методу. На втором проходе на каждой линии сканирования кантилевер приподнимался над поверхностью на заданное расстояние  $dZ$ , и сканирование осуществлялось в соответствии с полученным ранее рельефом. Таким образом, на втором проходе расстояние между сканируемой поверхностью и закрепленным концом кантилевера поддерживалось постоянным. В результате изображение рельефа и магнитное изображение получаются одновременно. Для наблюдения пространственной периодической доменной структуры в данном случае достаточно знания производной силы магнитного взаимодействия:

$$\vec{F} = \mu_0 \int \nabla \left( \vec{M}_k \vec{H}_{\text{обр}} \right) dV_k, \quad (1)$$

где  $\vec{M}_k$  — намагниченность зонда,  $\vec{H}_{\text{обр}}$  — напряженность магнитного поля поверхности образца. Регистрируемая сила магнитного взаимодействия и поле при движении зонда над доменом при этом будут практически постоянны. В процессе прохождения кантилевера над доменной стенкой наблюдаются несколько сглаженный скачок фазы и амплитуды резонансных колебаний, что соответствует изменению силы [22–25].

## Результаты исследования и их анализ

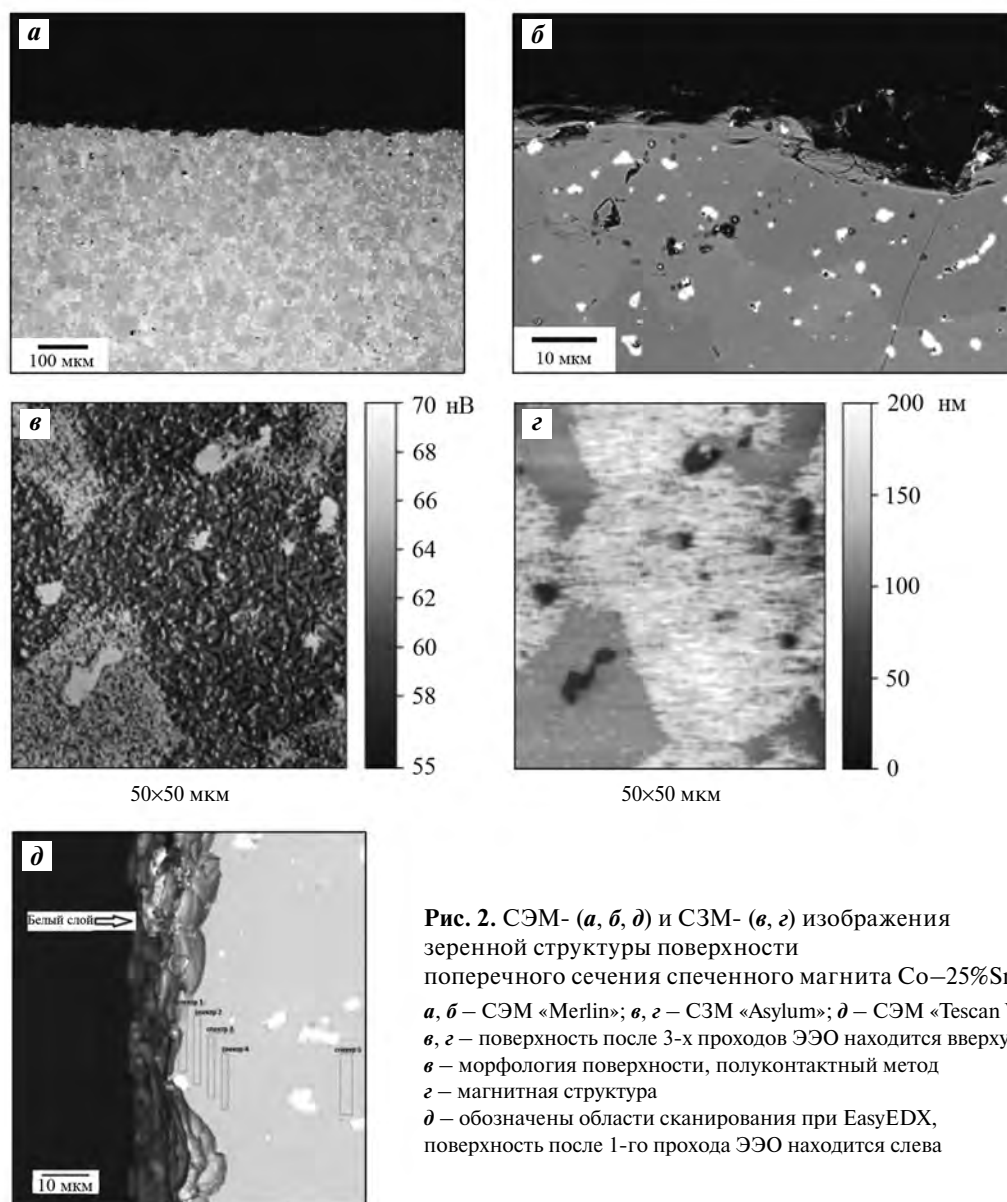
Результаты металлографического исследования зеренной и магнитной структур спеченного магнита Co—25мас.%Sm марки KC25 средствами сканирующей электронной микроскопии и сканирующей зондовой микроскопии представлены на рис. 2. Сравнивая изображения зеренной и магнитной структур, полученные с помощью сканирующего зондового микроскопа «Asylum MFP 3D SA» (рис. 2, в и г), и изображения зеренной структуры в обратно рассеянных электронах, полученные с помощью микроскопа «Merlin» (рис. 2, а и б), можно заключить о наличии однодоменных зерен и зерен со сложной доменной структурой. Обращает внимание наличие пор и включений оксида самария  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  (глобули белого цвета), локализованных по границам зерен (рис. 2, б). Поверхность образца, подвергнутая электроэрозионной обработке, —

неровная, с многочисленными сколами, не связанными с границами зерен (рис. 2, а и б).

Согласно результатам [26], микроструктура спеченного магнита марки KC25 представлена тремя составляющими: фаза  $\text{SmCo}_5$  (содержание самария — 18 ат.%), фаза  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  (11 ат.% Sm), кристаллы размером  $\sim 1\div 5$  мкм соединения  $\text{Zr}_5\text{Co}_3\text{FeSm}$  (47–52 ат.% Zr; 25–28 ат.% Co; 11–13 ат.% Fe). Обнаружены также крупные включения (2–5 мкм) оксида самария  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  (58–57 ат.% O; 38 ат.% Sm) — глобули белого цвета на рис. 2. Известно, что соединение  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  имеет меньшую микротвердость, чем основная фаза  $\text{SmCo}_5$  (для  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$   $HV = 600$  МПа, для  $\text{SmCo}_5$   $HV = 840$  МПа) [27]. Включения  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  являются дефектами металлургического происхождения. Неметаллические включения  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  резко ухудшают механические свойства магнитов, снижают прочность и пластичность, в местах их локализации возникают очаги коррозии.

В работе [28] при изучении микроструктуры и фазового состава спеченного магнита  $\text{Sm}(\text{Co}_{0,72}\text{Fe}_{0,20}\text{Cu}_{0,055}\text{Zr}_{0,025})_{7,5}$  обнаружено наличие Z-фазы  $\text{Zr}(\text{Co}, \text{Fe})_3$ . Авторы работы [29] указывают, что кроме оксида самария  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  в микроструктуре спеченных магнитов Co—25%Sm присутствует также карбидная фаза  $\text{SmCoC}_2$ . Фазовая структура магнитов имеет определяющее значение для получения большой коэрцитивной силы. В работе [22] установлено, что для магнитов Co—25%Sm при спекании частиц при температуре 600–650 °C наблюдается переход от фазы  $\text{SmCo}_5$  к фазе  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ , и это приводит к уменьшению коэрцитивной силы: фаза  $\text{SmCo}_5$  термодинамически и кинетически более стабильна; фазовое превращение происходит из-за окисления частиц во время спекания. Исследования [23] показали, что ключевыми факторами, влияющими на коэрцитивность, являются размер и форма зерен: магниты Co—25%Sm имеют меньшую коэрцитивную силу из-за более крупных и неоднородных зерен.

Авторы [24] изучали внутреннее окисление в магнитах Co—25%Sm, так как оно косвенным образом влияет на их магнитные свойства. Внутренние оксиды различаются по составу и размеру в зависимости от глубины: от мелких включений  $\text{FeSmO}_3$  вблизи поверхности образца до более крупных включений  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  в глубине материала. Размер оксидов слегка возрастает с увеличением глубины, при этом меняется механизм внутреннего окисления: процесс, в котором доминирует зародышеобразование, переходит в процесс,



**Рис. 2.** СЭМ- (*а, б, д*) и СЗМ- (*в, г*) изображения зеренной структуры поверхности поперечного сечения спеченного магнита Co—25%Sm  
*а, б* — СЭМ «Merlin»; *г* — СЗМ «Asylum»; *д* — СЭМ «Tescan Vega»  
*в, г* — поверхность после 3-х проходов ЭЭО находится сверху  
*в* — морфология поверхности, полуконтактный метод  
*г* — магнитная структура  
*д* — обозначены области сканирования при EasyEDX, поверхность после 1-го прохода ЭЭО находится слева

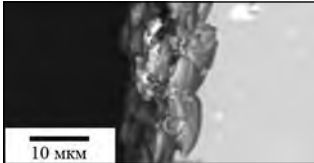

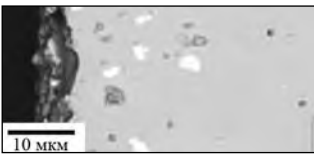
в котором превалирует рост оксида. Внутреннее окисление дестабилизирует фазы магнитной матрицы  $\text{SmCo}_5$ ; неоокисленная часть разлагается на ГЦК-фазу на основе Co (на небольшой глубине) и ОЦК-фазу на основе Fe (в более глубокой зоне) с выделением частиц Cu и Zr. Глубже зоны внутреннего окисления вследствие диффузии возникает тонкий слой с превращением фазы  $\text{Sm}_2(\text{Co}, \text{Fe})_{17}$  в обогащенную медью фазу  $\text{Sm}(\text{Cu}, \text{Co})_7$ . Таким образом, согласно проанализированным литературным источникам, в спеченных магнитах Co—25%Sm микроструктурными составляющими являются: матричная фаза  $\text{SmCo}_5$ , другая ферромагнитная фаза  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ , соединение  $\text{Zr}_5\text{Co}_3\text{FeSm}$ , оксид  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ , карбид  $\text{SmCoC}_2$  и поры.

В данной работе исследованы толщина дефектного слоя после электроэрозионной обработки и его элементный состав для трех партий образцов: 1 — ЭЭО в один проход; 2 — в два прохода (1 и 2); 3 — в три прохода (1, 2 и 3) (см. рис. 1 и табл. 1). Химический состав определялся путем сканирования области  $10 \times 2$  мкм с помощью сканирующего электронного микроскопа «Tescan Vega 3 LM», снабженного системой энергодисперсионного микроанализа «EasyEDX» (рис. 2, д).

Химический состав при удалении от дефектного слоя в глубь образца на 30 мкм изменяется незначительно: уменьшается содержание Sm — от 25,00 до 24,14 мас.%, Cu — от 6,44 до 5,23 мас.%, O — от 1,45 до 0,78 мас.%, Zr — от 3,92 до 2,44 мас.%;

Таблица 2

**СЭМ-изображение поверхности поперечного сечения, толщина шероховатого слоя ( $d$ ) и элементный состав поверхностного слоя спеченных магнитов Co—25%Sm (поверхность образца, подвергнутая ЭЭО, находится слева)**

Партия	СЭМ-изображение	$d$ , мкм	Состав, мас.%							
			Sm	Fe	C	Cu	O	Zn	Zr	Co
1		16,89	19,6	13,6	12,6	11,1	5,5	3,1	1,9	Ост.
2		20,53	20,1	9,3	16,7	17,3	10,5	5,3	1,8	Ост.
3		10,83	27,6	13,5	10,5	5,3	7,3	0,9	2,8	Ост.

при этом увеличивается содержание Fe — от 17,67 до 19,56 мас.% и Co — от 45,52 до 47,85 мас.% (на примере образца из партии 1, рис. 2,  $d$ ).

Размер зерна при удалении от дефектного слоя в глубь образца на 500 мкм увеличивается на 40—50 %, а пористость, наоборот, уменьшается (рис. 2,  $a$ ). Размер оксидов  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  при таком удалении незначительно возрастает (рис. 2,  $d$  и  $b$ ). На некоторых СЭМ-изображениях (см. рис. 2,  $d$  и табл. 2) отчетливо виден белый слой, образованный из расплавленного металла заготовки [11]. Способ ЭЭО оказал влияние на толщину и химический состав дефектного слоя. Оптимальным следует признать режим обработки в три прохода — обеспечиваются минимальная толщина дефектного слоя, наименьшее содержание в поверхностном слое углерода, меди, цинка, кислорода при максимальном содержании самария и циркония.

Результаты исследования магнитной структуры спеченных постоянных магнитов Co—25%Sm марки КС25 на поверхностях, перпендикулярных оси намагничивания, средствами магнитно-силовой микроскопии (МСМ) представлены на рис. 3. Наблюдение распределения намагниченности у поверхности образца методом МСМ дает представление о размерах доменов, типе и свойствах

доменных стенок, намагниченности зерен и ориентации главных осей их намагниченности. Метод МСМ в режиме сканирования позволяет получить поле распределения величины второй производной вертикальной компоненты магнитного поля образца ( $dH_z^2/dz^2$ ) вблизи поверхности образца. Оттенками серого цвета передается величина амплитуды осцилляций магнитного кантилевера. На рис. 3 видны границы равноосных зерен и лабиринтная доменная структура со средним линейным размером домена около 3—5 мкм. Домены расположены внутри зерен, которые отчетливо различимы в виде областей со средним диаметром ~30÷50 мкм. Практически все зерна обладают внутренней доменной структурой в виде лабиринта; только в образцах из партии 1 встречаются однодоменные зерна (см. рис. 3). Наблюдаемые доменные структуры отдельных зерен отличаются долей доменов с обратной намагниченностью (темно-серые области), что обусловлено ориентационной неоднородностью отдельных зерен [28]. Внутренняя доменная структура зерен в виде лабиринта (поперечный размер 3—5 мкм) объясняется уменьшением магнитостатической энергии за счет большей энергии доменной стенки. Известна связь между шириной домена и внутренней коэрцитивностью: если ширина домена уменьшается, энергия домен-



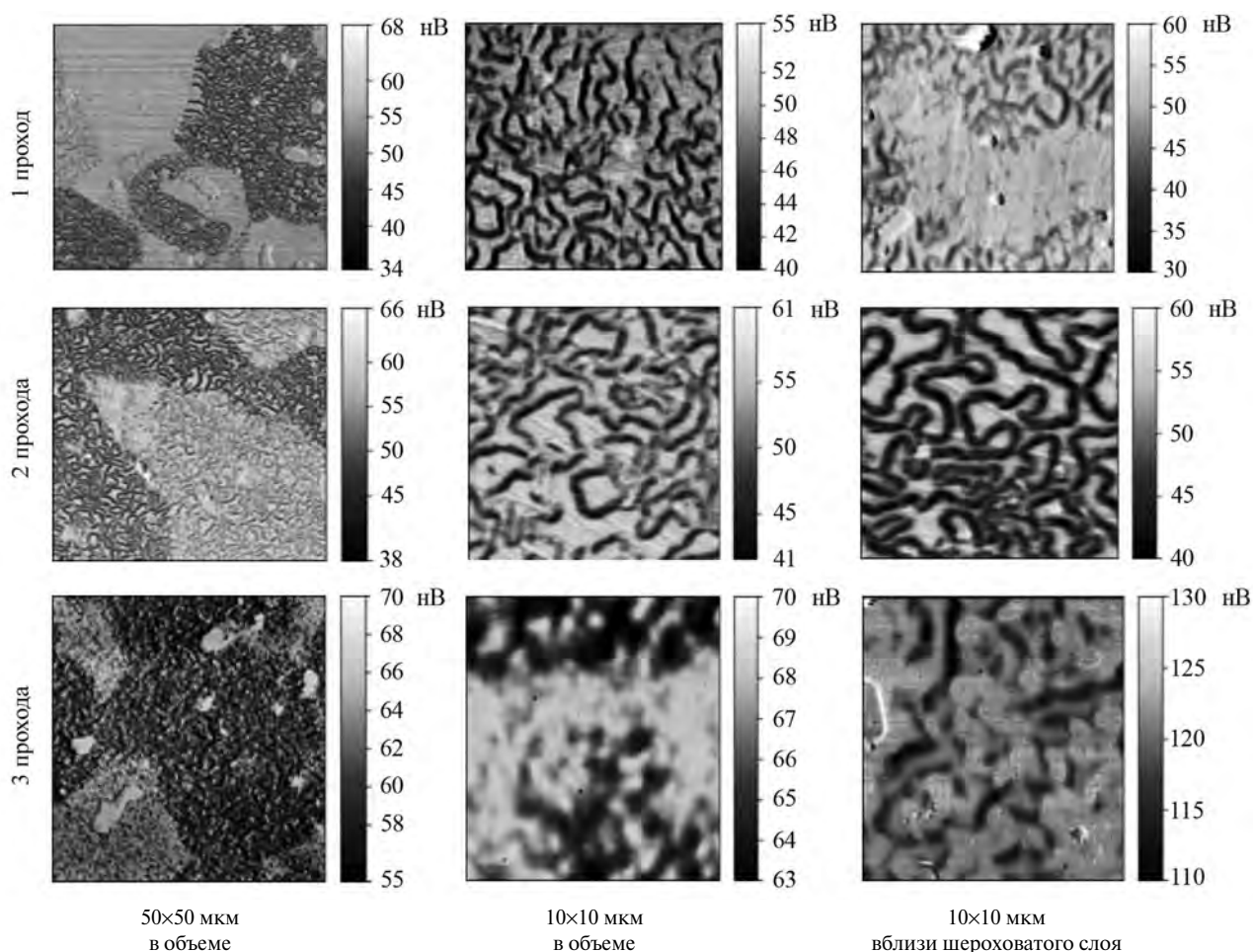


Рис. 3. МСМ-изображение поверхности спеченных редкоземельных магнитов Co–25%Sm марки KC25 (амплитуда резонансных колебаний)

ной стенки также уменьшается, а внутренняя коэрцитивность увеличивается [15]. Сопоставление изображений магнитной структуры вблизи дефектного слоя и в объеме образца позволяет сделать вывод о том, что вследствие ЭЭО возникает доменная структура зерен в виде лабиринта вместо однодоменных зерен, происходит фазовый переход  $\text{SmCo}_5 \rightarrow \text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ , что вызывает снижение коэрцитивной силы. Образование доменной структуры зерен в виде лабиринта и фазовое превращение являются следствием нагрева и окисления материала во время электроэрозионной обработки [22].

Характеристики магнитной структуры определяют магнитную энергию  $(BH)_{\max} = \frac{1}{4}\mu_0 M_s^2$  и коэрцитивную силу  $H_c = 2K_1/(\mu_0 M_s)$ , где  $K_1$  — постоянная одноосной анизотропии,  $M_s$  — намагниченность. Соединение  $\text{SmCo}_5$  является интерметаллидом с гексагональной структурой  $\text{CaCu}_5$ , которая демонстрирует высокую одноосную анизотропию:  $K_1 = 17,2$  МДж/м<sup>3</sup>,  $M_s = 860$  кА/м, что

намного больше, чем у феррита [4]. Коэрцитивная сила  $H_c$  связана со средним размером доменов  $D$  и энергией доменной стенки  $\gamma$  [30]:

$$H_c = \frac{\gamma}{D(4\pi\mu_0)^2 M_s}, \quad \gamma = 32K_1 D \mu_0 \pi^2. \quad (2)$$

В исследованных образцах средний поперечный размер домена лабиринтной структуры составляет ~5 мкм (см. рис. 2, 3), откуда значение энергии доменной стенки исследуемого магнита ~34 мДж/м<sup>2</sup>. Энергию доменной стенки  $\gamma$  также можно определить по формуле, предложенной в работе [31]:

$$\gamma = \frac{D\mu_0 M_s^2}{16\pi^3\beta}, \quad (3)$$

где  $\beta$  — коэффициент, зависящий от микроструктуры магнита. Для магнитов SmCo с высокой магнитокристаллической анизотропией  $\beta = 0,31$  [30–32]. При расчете по формуле (3) величина энергии

доменной стенки исследуемого магнита составляет  $\sim 29$  мДж/м<sup>2</sup>.

Доменами являются объемы материала, в которых магнитные моменты атомов ориентированы в одном направлении. Домены разделены доменными стенками. Формирование различных типов доменной структуры зависит от 4-х факторов: обменное взаимодействие соседних атомов, магнито-кристаллическая анизотропия, поля рассеяния и внешнее магнитное поле [33]. Любая система стремится достичь минимального уровня энергии, этим обусловлено формирование доменной структуры. Кристаллографическая анизотропия способствует уменьшению ширины доменных стенок. Ширина доменной стенки ( $\delta$ ) зависит от энергий обменного взаимодействия и магнитной анизотропии:

$$\gamma = 4\sqrt{AK_1}, \quad (4)$$

$$\delta = \pi\gamma/(4K_1), \quad (5)$$

где  $A$  — константа обменного взаимодействия. Если за расчетное значение энергии доменной стенки исследуемого магнита принять величину 30 мДж/м<sup>2</sup>, то ширина доменной стенки  $\delta = 1,4 \cdot 10^{-9}$  м, константа обменного взаимодействия  $A = 2 \cdot 10^{-5}$  м<sup>2</sup>.

## Заключение

Микроструктура спеченного магнита Co—25%Sm марки KC25 включает следующие фазовые составляющие: матричная фаза SmCo<sub>5</sub>, вторая ферромагнитная фаза Sm<sub>2</sub>Co<sub>17</sub>, соединение Zr<sub>5</sub>Co<sub>3</sub>FeSm, оксид Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, карбид SmCoC<sub>2</sub>. Магнитная структура данных магнитов на поверхностях, перпендикулярных оси намагничивания, представлена крупными доменами SmCo<sub>5</sub> с характерным размером 30—50 мкм и доменной структурой в виде лабиринта из мелкомасштабных доменов размером 3—5 мкм. Сопоставление МСМ-изображений с СЭМ-изображениями поверхности магнита Co—25%Sm привело к заключению о соответствии доменов дендритам SmCo<sub>5</sub>, доменной структуры в виде лабиринта — междендритному пространству из смеси двух фаз: SmCo<sub>5</sub> и Sm<sub>2</sub>Co<sub>17</sub>. Сравнение изображений магнитной структуры вблизи дефектного слоя и в объеме образца позволило сделать вывод о возникновении доменной структуры зерен в виде лабиринта вместо однодоменных зерен — косвенном свидетельстве перехода SmCo<sub>5</sub> → Sm<sub>2</sub>Co<sub>17</sub>, что может вызвать уменьшение коэрцитивной силы. Образование

доменной структуры зерен в виде лабиринта и фазовое превращение происходят из-за нагрева и окисления материала во время электроэрозионной обработки.

*Исследование выполнено с использованием оборудования УЦКП «Современные нанотехнологии» Института естественных наук и математики Уральского федерального университета.*

## Литература/References

1. Aich S., Satapathy D.K., Shield J.E. Rapidly solidified rare-earth permanent magnets: Processing, properties, and applications. In: *Advances in magnetic materials: Processing, properties, and performance*. 1-st ed. Eds. Sam Zhang, Dongliang Zhao. CRC Press, Taylor & Francis Group, 2017. P. 453—508.
2. Jiang C.-B., An S.-Z. Recent progress in high temperature permanent magnetic materials. *Rare Met.* 2013. Vol. 32. No. 5. P. 431—440.
3. Gutfleisch O., Willard M.A., Brück E., Chen C.H., Sankar S.G., Liu J.P. Magnetic materials and devices for the 21st century: Stronger, lighter, and more energy efficient. *Adv. Mater.* 2011. Vol. 23. No. 7. P. 821—842.
4. Coey J.M.D. Hard magnetic materials: A perspective. *IEEE Trans. Magn.* 2011. Vol. 47. No. 12. P. 4671—4681.
5. Lileev A.S., Menushenkov V.P. The crystal structure and coercive force of SmCo<sub>5</sub> sintered permanent magnets. *Phys. Stat. Sol.* 1983. No. 5. P. 341—346.
6. Tarasov V.P., Ignatov A.S. Study of homogenization effect on the phase composition of Sm<sub>2</sub>(Fe, Co)<sub>17</sub> alloys. *Non-Ferr. Met.* 2016. No. 2. P. 44—46.
7. Menushenkov A.P., Menushenkov V.P., Chernikov R.V., Sviridova T.A., Grishina O.G., Sidorov V.V., Klementiev K.V. Local crystalline structure of Sm—Co alloys: results of XAFS-analysis. *J. Phys.: Conf. Ser.* 2009. Vol. 190. Art. 012091.
8. Xu C., Wang H., Zhang T.-L., Popov A., Gopalan R., Jiang C.-B. Correlation of microstructure and magnetic properties in Sm(Co<sub>0.9</sub>Fe<sub>0.1</sub>Cu<sub>0.1</sub>Zr<sub>0.033</sub>)<sub>6.93</sub> magnets solution-treated at different temperatures. *Rare Met.* 2019. Vol. 38. No. 1. P. 20—28.
9. Menushenkov V.P., Menushenkov A.P., Chernikov R.V., Sidorov V.V., Sviridova T.A. Crystalline and local structure of SmCo<sub>5</sub> based alloys. In: *Proc. IEEE Int. Magnetics Conf.* (Madrid, Spain, 3—5 May 2008). P. 239.
10. Левинсон Е.М., Лев В.С. Справочное пособие по электроэрозии. Электроэрозионная обработка металлов. Л.: Лениздат, 1972.  
*Levinson E.M., Lev V.S. Reference manual on electrical technology. Electroerosive treatment of metals. Leningrad: Lenizdat, 1972 (In Russ.).*



11. *Немилов Е.Ф.* Справочник по электроэрозионной обработке материалов. Л.: Машиностроение. Ленингр. отд-ние, 1989.  
*Nemilov E.F.* Handbook for electrical erosion processing of materials. Leningrad: Mashinostroenie. Leningr. otdnie, 1989 (In Russ.).
12. *Фотеев Н.К.* Технология электроэрозионной обработки. М.: Машиностроение, 1980.  
*Foteev N.K.* Electro-erosion processing technology. Moscow: Mashinostroenie, 1980 (In Russ.).
13. *Takezawa H., Yokote N., Mohri N.* Influence of external magnetic field on permanent magnet by EDM. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2016. Vol. 87. No. 1-4. P. 25—30.
14. *Liu J.F., Guo Y.B., Butler T.M., Weaver M.L.* Crystallography, compositions, and properties of white layer by wire electrical discharge machining of nitinol shape memory alloy. *Mater. Design.* 2016. Vol. 109. P. 1—9.
15. *Greer J., Petruska A.J., Mahoney A.W., Nambi M., Bamberg E., Abbott J.J.* Experimental investigation of wire electrical discharge machining of NdFeB permanent magnets with an RC-type machine. *J. Mater. Eng. Perform.* 2014. Vol. 23. No. 4. P. 1392—1401.
16. *Li L., Wei X.T., Li Z.Y., Cheng X.* Corrosion resistance analysis of sintered NdFeB magnets using ultrasonic-aided EDM method. *J. Mater. Eng. Perform.* 2015. Vol. 24. No. 1. P. 536—542.
17. *Li L., Cheng X., Sima Z., Niu Z.* Machinability of NdFeB magnet via wire and sinking EDM methods. *Indian J. Eng. Mater. Sci.* 2015. Vol. 22. No. 4. P. 407—413.
18. *Xue Z., Liu Z., Liu L., Li M., He S., Lee D., Guo Y., Yan A.* Anisotropy of mechanical properties of Sm-Co permanent magnets doped with dysprosium. *IEEE Int. Magn. Conf. (INTERMAG 2015)*. Beijing, China, 2015. Art. 71565192015.
19. *Li W., Li A.H., Wang H.J., Pan W., Chang H.W.* Study on strengthening and toughening of sintered rare-earth permanent magnets. *J. Appl. Phys.* 2009. Vol. 105. No. 7. Art. 07A703.
20. *Ren L., Hadjipanayis G.C., Parvizi-Majidi A.* Fracture toughness and flexural strength of Sm(Co,Fe,Cu,Zr)<sub>7-8</sub> magnetic alloys. *J. Magn. Magn. Mater.* 2003. Vol. 257. No. 1. P. 58—68.
21. *Tian J., Pan D., Zhou H., Yin F., Tao S., Zhang S., Qu X.* Radial cracks and fracture mechanism of radially oriented ring 2:17 type SmCo magnets. *J. Alloys Compd.* 2009. Vol. 476. No. 1-2. P. 98—101.
22. *Xia Ailin, Guo Zhaohui, Li Wei, Han Baoshan.* Magnetic Microstructures of 2 : 17 type Sm (Co, Fe, Cu, Zr)<sub>z</sub> magnets detected by magnetic force microscopy. *J. Rare Ear.* 2006. Vol. 24. P. 214—217.
23. *Kazakova O., Puttock R., Barton C., Corte-León H., Jaafar M., Neu V., Asenjo A.* Frontiers of magnetic force microscopy. *J. Appl. Phys.* 2019. Vol. 125. No. 6. Art. 060901.
24. *Neu V., Vock S., Sturm T., Schultz L.* Epitaxial hard magnetic SmCo<sub>5</sub> MFM tips — A new approach to advanced magnetic force microscopy imaging. *Nanoscale.* 2018. Vol. 10. P. 16881—16886.
25. *Porthun S., Abelman L., Lodder C.* Magnetic force microscopy of thin film media for high density magnetic recording. *J. Magn. Magn. Mater.* 1998. Vol. 182. No. 1-2. P. 238—273.
26. *Чикова О.А., Слинкин И.В., Выхин В.В.* Структура и механические свойства в субмикроробъемах спеченных постоянных магнитов Co—Sm марки KC25. *Металлы.* 2020. No. 2. С. 74—79.  
*Chikova O.A., Slinkin I.V., Vyukhin V.V.* Structure and mechanical properties in submicrovolumes of sintered permanent magnets Co—Sm of grade KS25. *Metally.* 2020. No. 2. P. 74—79 (In Russ.).
27. *Станолевич Г.П., Федосеев Н.В., Тимаков С.А., Борисов С.Л.* Устойчивость редкоземельных металлов к ударной нагрузке. *Вопр. электромеханики.* 2014. Т. 139. С. 35—43.  
*Stanolevich G.P., Fedoseev N.V., Timakov S.A., Borisov S.L.* Resistance of rare-earth metals to shock loads. *Voprosy elektromekhaniki.* 2014. Vol. 139. P. 35—43 (In Russ.).
28. *Xiong X.Y., Ohkubo T., Koyama T., Ohashi K., Tawara Y., Hono K.* The microstructure of sintered Sm(Co<sub>0.72</sub>Fe<sub>0.20</sub>Cu<sub>0.055</sub>Zr<sub>0.025</sub>)<sub>7.5</sub> permanent magnet studied by atom probe. *Acta Mater.* 2004. Vol. 52. No. 3. P. 737—748.
29. *De Campos M.F., Landgraf F.J.G., Saito N.H., Romero S.A., Neiva A.C., Missell F.P., de Moraes E., Gama S., Obrucheva E.V., Jalnin B.V.* Chemical composition and coercivity of SmCo<sub>5</sub> magnets. *J. Appl. Phys.* 1998. Vol. 84. No. 1. P. 368—373.
30. *Kucheryaev V.V., Valeev R.A., Korolev D.V., Piskorskiy V.P., Koplak O.V., Morgunov R.B.* Analysis of distribution of the surface magnetic-field gradient in (PrDy)(FeCo)B rare-earth magnets. *J. Surf. Investig.* 2018. Vol. 12. No. 5. P. 939—943.
31. *De Campos M.F.* Effect of grain size on the coercivity of sintered NdFeB magnets. *Mater. Sci. Forum.* 2010. Vol. 660—661. P. 284—289.
32. *Collocott S.J., Dunlop J.B.* The fluctuation field and anomalous magnetic viscosity in commercial NdFeB alloys, AlNiCo and the bulk amorphous ferromagnets Nd<sub>60</sub>Fe<sub>30</sub>Al<sub>10</sub> and Nd<sub>60</sub>Fe<sub>20</sub>Co<sub>10</sub>Al<sub>10</sub>. *J. Magn. Magn. Mater.* 2008. Vol. 320. No. 16. P. 2089—2093.
33. *Szmaja W.* Investigations of the domain structure of anisotropic sintered Nd—Fe—B-based permanent magnets. *J. Magn. Magn. Mater.* 2006. Vol. 301. P. 546—561.