

## ФАЗООБРАЗОВАНИЕ В СЛОИСТОЙ СИСТЕМЕ Sn–Zr–Fe ПРИ ТЕРМИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

А.К. Жубаев

Актюбинский государственный педагогический институт, Актюбе 030000, Казахстан  
E-mail: mosslab.kz@km.ru

Методами мессбауэровской спектроскопии на ядрах  $^{57}\text{Fe}$  и  $^{119}\text{Sn}$  исследованы слоистые системы Sn(4 мкм)–Zr(2 мкм)–Fe(10 мкм), полученные методом ионно-плазменного осаждения и подвергнутые изохронным термическим отжигам. Выявлена последовательность фазовых превращений, установлено образование цирконидов железа и твердого раствора  $\alpha\text{-Fe}(\text{Sn,Zr})$ .

### Введение

Разработка методов получения защитного покрытия, стабильного к воздействию температуры [1], представляет собой важную задачу с точки зрения практического применения таких покрытий в условиях повышенной температуры. В связи с этим необходимо иметь правильное представление о физических процессах, происходящих на границе между нанесенным слоем и подложкой.

Эффект Мессбауэра представляет собой ядерный метод, который широко используется в исследовании конденсированных сред. Исследуя изменение локальных характеристик вещества в зависимости от внешних воздействий на исследуемый объект, можно получить качественную и количественную информацию о фазовых и структурных превращениях, происходящих в исследуемом веществе. В настоящей работе представлены результаты исследований фазовых превращений в слоистых системах Sn–Zr–Fe после изохронных термических отжигов.

### Экспериментальные методы

При получении слоистых систем было использовано железо (99,8 ат. % Fe), цирконий (99,9 ат. %) и олово (99,95 ат. %). На фольги армо-железа методом ионно-плазменного осаждения наносилось циркониевое покрытие толщиной 2 мкм и Sn-покрытие толщиной 4 мкм. Последовательные 5 часовые изохронные термические отжиги трехслойной системы Sn(4 мкм)–Zr(2 мкм)–Fe(10 мкм) в вакууме осуществлялись при температурах 550–900°C.

Мессбауэровские исследования с регистрацией  $\gamma$ -квантов в геометрии "на прохождение" (МС) были выполнены на спектрометре MS1104ME при комнатной температуре. Источниками  $\gamma$ -квантов служили  $^{57}\text{Co}(\text{Rh})$  активностью ~5 мКи и  $^{119\text{m}}\text{Sn}(\text{BaSnO}_3)$  активностью ~1 мКи. Калибровка спектрометра осуществлялась с помощью эталонных образцов  $\alpha\text{-Fe}$  и  $\text{BaSnO}_3$ . Обработка экспериментальных спектров выполнена методом восстановления функций распределения сверхтонких параметров и методом модельной расшифровки [2].

### Результаты и обсуждение

На рис.1 представлены характерные мессбауэровские спектры ядер  $^{119}\text{Sn}$ , полученные после последовательных изохронных термических отжигов исследуемой слоистой системы. Видно, что после каждого отжига происходят заметные из-

менения в спектре. Сравнительный анализ полученных при модельной расшифровке спектров значений сверхтонких параметров с имеющимися литературными данными [2–5] позволил нам идентифицировать парциальные мессбауэровские спектры и проследить направленность фазовых превращений.

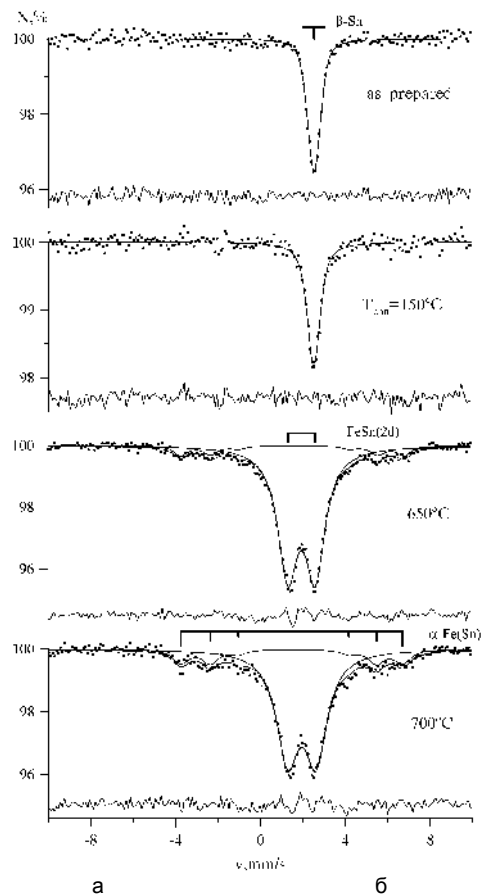


Рис. 1. МС-спектры на ядрах  $^{119}\text{Sn}$  для парциальных спектров в слоистой системе Sn(4 мкм)–Zr(2 мкм)–Fe(10 мкм) после изохронных термических отжигов при различных температурах в течение 5 ч

Спектр, полученный сразу после напыления образца (рис.1), представляет собой одиночную линию со сдвигом  $\delta \approx 2,5 \text{ мм/с}$ , что соответствует спектру поглощения ядер  $^{119}\text{Sn}$  в  $\beta\text{-Sn}$  (см., например, [3]). После отжига в течение 5 ч при 650°C спектр состоит уже из совокупности двух парциальных спектров – дублета и зеемановского секстета. Значения сверхтонких параметров для

дублета (квадрупольное смещение компонент спектра  $\varepsilon \approx 0,82 \pm 0,02$  мм/с и сдвиг  $\delta \approx 2,09 \pm 0,02$  мм/с) и секстета хорошо согласуются с данными, полученными в работах [6,7], в которых исследовался интерметаллид FeSn и твердый раствор олова в железе  $\alpha$ -Fe(Sn). Поэтому можно утверждать, что в исследованной системе после отжига при  $650^\circ\text{C}$  наблюдается интерметаллид FeSn и твердый раствор. В дальнейшем, происходит распад фазы FeSn и образование  $\alpha$ -Fe(Sn) (рис.2).

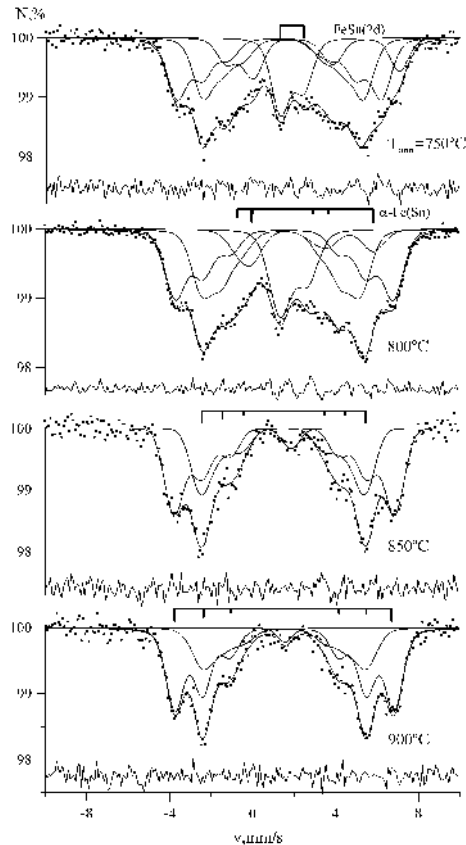


Рис. 2. МС-спектры на ядрах  $^{119}\text{Sn}$  для парциальных спектров в слоистой системе Sn(4 мкм)–Zr(2 мкм)–Fe(10 мкм) после изохронных термических отжигов при различных температурах в течение 5 ч

Таким образом, последовательность фазовых превращений в температурном интервале отжигов  $150$ – $900^\circ\text{C}$  определяется температурой последовательного термического отжига и в соответствии с локальной концентрацией атомов Sn имеет следующую направленность:  $\beta$ -Sn  $\rightarrow$  FeSn  $\rightarrow$   $\alpha$ -Fe(Sn).

На рис.3 представлены характерные мессбауэровские спектры слоистой системы Sn–Zr–Fe, подвергнутой термическим отжигам при различных температурах.

Экспериментальный спектр трехслойной системы в исходном состоянии представляет собой зеемановский секстет, внешний вид которого не претерпевает изменений при термических отжиге вплоть до температуры  $650^\circ\text{C}$ . Термический отжиг при  $650^\circ\text{C}$  приводит к появлению, кроме дополнительных линий магнитоупорядоченной фазы со значительно меньшими полями, уширенной линии в центре спектра и уширению ли-

ний секстета  $\alpha$ -Fe. С увеличением температуры отжига до  $900^\circ\text{C}$  в экспериментальном спектре не происходит значительных изменений (рис.4).

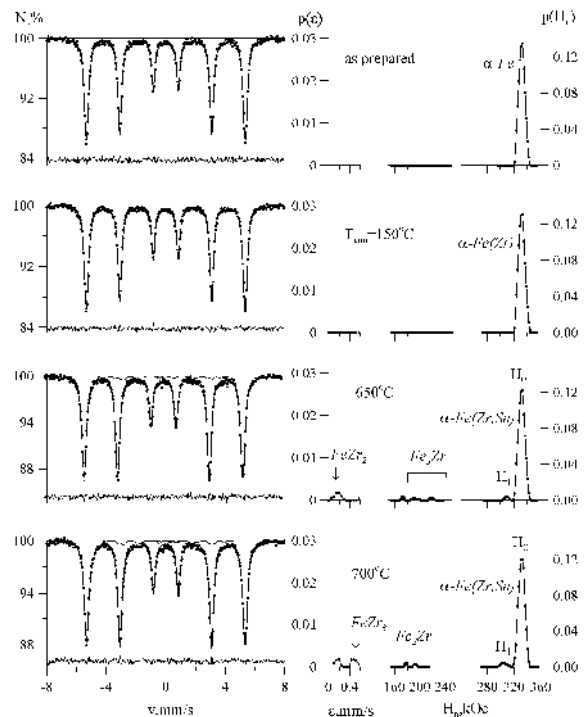


Рис. 3. МС-спектры на ядрах  $^{57}\text{Fe}$  и результат восстановления функций распределения сверхтонких параметров для парциальных спектров в слоистой системе Sn(4 мкм)–Zr(2 мкм)–Fe(10 мкм) после изохронных термических отжигов при различных температурах в течение 5 ч

Были восстановлены три функции распределения сверхтонких параметров: одна функция распределения квадрупольного смещения  $\rho(\varepsilon)$  – для парамагнитных фаз и две – сверхтонкого поля  $\rho(H_n)$  в интервале полей, характерных для интерметаллидов ( $155 \text{ кЭ} \leq H_n \leq 250 \text{ кЭ}$ ) и  $\alpha$ -Fe ( $280 \text{ кЭ} \leq H_n \leq 355 \text{ кЭ}$ ), соответственно. Из рис.3 видно, что восстановленная функция распределения  $\rho(H_n)$  имеет локальный максимум  $\sim 330 \text{ кЭ}$  от  $\alpha$ -Fe. После отжига при  $650^\circ\text{C}$  распределение квадрупольного смещения  $\rho(\varepsilon)$  имеет локальный максимум  $\varepsilon = 0,18 \pm 0,04 \text{ мм/с}$ . Увеличение температуры отжига приводит вначале к появлению второго максимума  $\varepsilon = 0,39 \pm 0,04 \text{ мм/с}$  при  $800^\circ\text{C}$ , а затем – к исчезновению первого. При этом у второго локального максимума  $\varepsilon$  возрастает до  $0,47 \pm 0,03 \text{ мм/с}$ .

Сравнение с данными работ [8, 9], показывающее удовлетворительное согласие, позволяет говорить об образовании парамагнитных фаз FeZr<sub>2</sub> и FeZr<sub>3</sub> с примесью олова, соответственно.

Функция распределения полей в интервале  $155 \text{ кЭ} \leq H_n \leq 250 \text{ кЭ}$ , восстановленная для слоистой системы после отжига при  $650^\circ\text{C}$ , имеет несколько локальных максимумов. Они были нами отнесены к интерметаллидным фазам Fe<sub>3</sub>Zr и Fe<sub>2</sub>Zr. При повышении температуры отжига в образце присутствует фаза Fe<sub>2</sub>Zr.

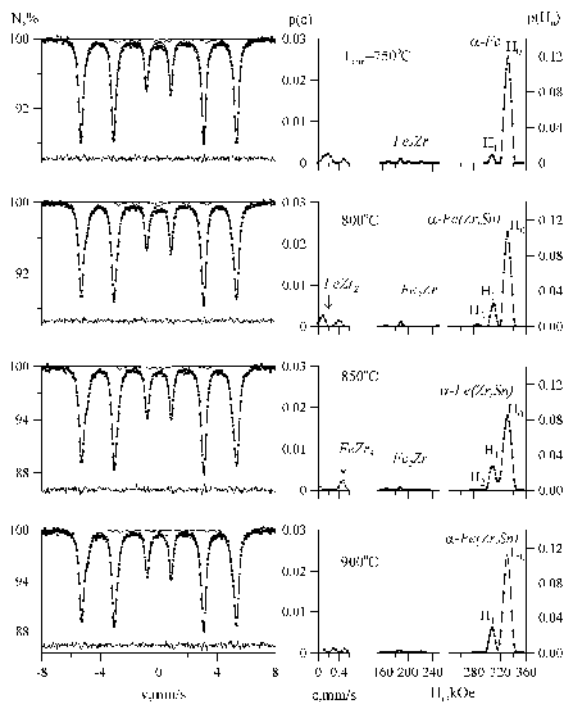


Рис. 4. МС-спектры на ядрах  $^{57}\text{Fe}$  и результат восстановления функций распределения сверхтонких параметров для парциальных спектров в слоистой системе Sn(4 мкм)–Zr(2 мкм)–Fe(10 мкм) после изохронных термических отжигов при различных температурах в течение 5 ч.

Динамика изменения функции распределения сверхтонких полей  $\rho(H_n)$  в интервале 280 кЭ  $\leq H_n \leq 355$  кЭ показывает, что вначале имеет

место незначительное растворение атомов Zr в матрице  $\alpha\text{-Fe}$ , с повышением температуры происходит растворение атомов Sn с образованием  $\alpha\text{-Fe}(\text{Sn,Zr})$ .

### Заключение

Таким образом, в результате проведенных исследований слоистой системы Sn-Zr-Fe выявлена последовательность фазовых превращений, установлено образование цирконидов железа и твердого раствора  $\alpha\text{-Fe}(\text{Sn,Zr})$ .

### Список литературы

1. Кадыржанов К.К., Туркбаев Т.Э., Удовский А.Л. Физические основы ионных технологий создания стабильных многослойных металлических материалов. – Алматы, 2001. – 316 с.
2. Русаков В.С. Мёссбауэровская спектроскопия локально неоднородных систем. – Алматы, 2000. – 431 с.
3. Суздальев И.П., Ген М.Я. и др., ЖЭТФ. – 1966. – Т.15. – Вып.1(7). – С.118.
4. Le Caer G., Malaman B. et al, J. Phys. F: Met. Phys. – 1985. – V.15. – P.1813.
5. Николаев В.И., Щербина Ю.И., Карчевский А.И. ЖЭТФ. – 1963. – Т.44. – С.775.
6. Kulshreshtha S.K. and Raj P. // J. Phys. F: Met Phys. – 1981. – V.11. – P.281.
7. Ichiba S. et al, Bull. Chem. Soc. Japan. – 1968. – V.41. – P.2791.
8. Ghafari M. et al, Nucl. Instr. Meth. – 1982. – vol.199. – p.197.
9. Дехтяр И.Я. и др., Металлофизика. – 1984. – т.6. – №6 – с.100.

## PHASE FORMATION IN SN-ZR-FE LAMELLAR SYSTEM UNDER THERMAL TREATMENT

A.K. Zhubaev

Aktobe State Pedagogical Institute, Aktobe 030000, Kazakhstan

E-mail: mosslab.kz@km.ru

Sn(4  $\mu\text{m}$ )-Zr(2  $\mu\text{m}$ )-Fe(10  $\mu\text{m}$ ) lamellar systems, obtained by magnetron sputtering and subjected to isochronous thermal annealing, has been studied by the means of  $^{57}\text{Fe}$  and  $^{119}\text{Sn}$  Mossbauer spectroscopy. The succession of phase transformations of forming phases was determined. It was shown that the Zirconium-containing intermetallics of Iron and  $\alpha\text{-Fe}(\text{Sn,Zr})$  solid solution are formed.