

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ФОРМИРОВАНИЯ ТЕРМИЧЕСКИ СТАБИЛЬНЫХ СЛОИСТЫХ СИСТЕМ Sn–Fe

А.К. Жубаев

Институт ядерной физики НЯЦ РК, Алматы 050032, Казахстан

E-mail: zhubaev@inp.kz

Методом мессбауэровской спектроскопии на ядрах ^{57}Fe исследованы слоистые системы Sn(4 мкм)-Fe(10 мкм), полученные методом ионно-плазменного осаждения и подвергнутые изотермическим отжигам. Установлено образование твердого раствора $\alpha\text{-Fe}(\text{Sn})$ и интерметаллида FeSn (при $T=550^\circ\text{C}$) и интерметаллида Fe_3Sn_2 (при $T>650^\circ\text{C}$). Показана возможность получения термически стабильных пространственно неоднородных систем FeSn/ $\alpha\text{-Fe}(\text{Sn})$ и $\text{Fe}_3\text{Sn}_2/\alpha\text{-Fe}(\text{Sn})$. Получена зависимость средней по образцу концентрации атомов олова в растворе $\alpha\text{-Fe}(\text{Sn})$ от времени отжига при различных температурах.

Введение

В приповерхностном слое образцов с покрытиями, полученных традиционными методами химико-термической обработки [1-2], после термического воздействия обнаруживаются все фазы, присущие диаграмме состояния бинарной системы. Ионно-плазменное осаждение покрытий позволяет формировать слои с высокой адгезией и необходимым химическим составом.

Особенностью диаграммы состояния [3] бинарной системы Fe-Sn является наличие областей существования твердого раствора $\alpha\text{-Fe}(\text{Sn})$ с различными интерметаллидами с повышением температуры.

В настоящей работе представлены результаты исследований фазовых превращений в слоистой системе Sn(4 мкм)-Fe(10 мкм) после изотермических отжигов.

Экспериментальные методы

Образцы для исследований были приготовлены из бруска армо-железа (99,8 % Fe) прокаткой на механических вальцах до толщины ~10 мкм и последующего гомогенизирующего отжига при температуре 850°C в течение 3 ч с целью снятия напряжений и дефектов, наведенных при прокатке. На полученные тонкие фольги были нанесены покрытия олова толщиной 4 мкм методом ионно-плазменного осаждения.

Последовательные изотермические отжиги двухслойной системы Sn(4 мкм)-Fe(10 мкм) осуществлялся при температуре 650°C , 675°C и 700°C продолжительностью от 0.5 до 5 ч. Термическая обработка проводилась в вакуумной печи с остаточным давлением 6×10^{-6} мм рт. ст. Температура контролировалась хромель-алюмелевой термопарой с точностью $\pm 5^\circ\text{C}$. Скорость нагрева и охлаждения составляла $10^\circ\text{C}/\text{мин}$.

Исследования с помощью метода мессбауэровской спектроскопии (МС) на ядрах ^{57}Fe были выполнены на спектрометре MS1104ME с регистрацией γ -квантов в геометрии "на прохождение" (МС) при комнатной температуре. Источником γ -квантов служил ^{57}Co в матрице Rh активностью ~5 МКи. Калибровка спектрометра осуществлялась с помощью эталонного образца $\alpha\text{-Fe}$. Обработка экспериментальных спектров выполнена методом восстановления функций распределения сверхтонких параметров [4].

Результаты и обсуждение

На рис.1а представлены характерные мессбауэровские спектры слоистой системы Sn(4 мкм)-Fe(10 мкм), подвергнутой изотермическим отжигам при 550°C , 650°C , 675°C и 700°C . Видно, что в общем случае на фоне интенсивных парциальных спектров от $\alpha\text{-Fe}$ и $\alpha\text{-Fe}(\text{Sn})$ наблюдаются линии секстетов, небольшие по интенсивности и с существенно меньшими эффективными магнитными полями. В то же время можно отметить заметное уширение линий секстета от $\alpha\text{-Fe}$ с увеличением температуры отжига.

Восстановление функции распределения мессбауэровских параметров спектров образца, отожженного при 550°C , программой DISTRI показало (см. рис.1б), что функция распределения сверхтонкого поля $\rho(H_n)$ имеет двухмодальный вид в интервале полей $80 \text{ кЭ} \leq H_n \leq 130 \text{ кЭ}$. Согласно работе [5], схожими сверхтонкими параметрами обладает интерметаллическое соединение FeSn. Поэтому вновь образованная при 550°C фаза идентифицирована нами как FeSn.

После термических отжигов образца слоистой системы Sn-Fe при 650°C МС-спектры претерпели изменения. Обработка спектров показала появление локального максимума в распределении ~199 кЭ. Согласно диаграмме состояния, учитывая данные работы [6], был сделан вывод об образовании интерметаллида Fe_3Sn_2 . Из рис.1 видно, что с увеличением температуры отжига вклад от парциального спектра FeSn уменьшается. В то же время отмечены существенные изменения в функции распределения сверхтонкого поля $\rho(H_n)$, восстановленной в интервале полей $280 \text{ кЭ} \leq H_n \leq 360 \text{ кЭ}$. Интенсивный локальный максимум соответствует атомам железа, находящимся в решетке $\alpha\text{-Fe}$ ($m=0$ – число атомов Sn). Менее интенсивный максимум соответствует атомам железа в решетке $\alpha\text{-Fe}$, в ближайшем окружении которого появился один атом олова ($m=1$).

В результате анализа функций распределения сверхтонких параметров экспериментальных спектров [4, 7] были получены зависимости относительных интенсивностей парциальных спектров образующихся в результате отжига фаз от температуры отжига для различных температур, представленные на рис.2.

Для достаточно тонких образцов интенсивность спектра пропорционально числу мессбау-

зровских ядер. Тогда из предположения равенства вероятности эффекта Мёссбауэра для различных фаз следует, что на рис.2 представлена зависимость относительного содержания фаз в атомных единицах железа. Из соотношения толщин покрытия и подложки с учетом молярных масс и плотностей олова и железа была рассчитана концентрация олова в образце (14,8 %) при условии полного растворения нанесенного олова в матрице железа.

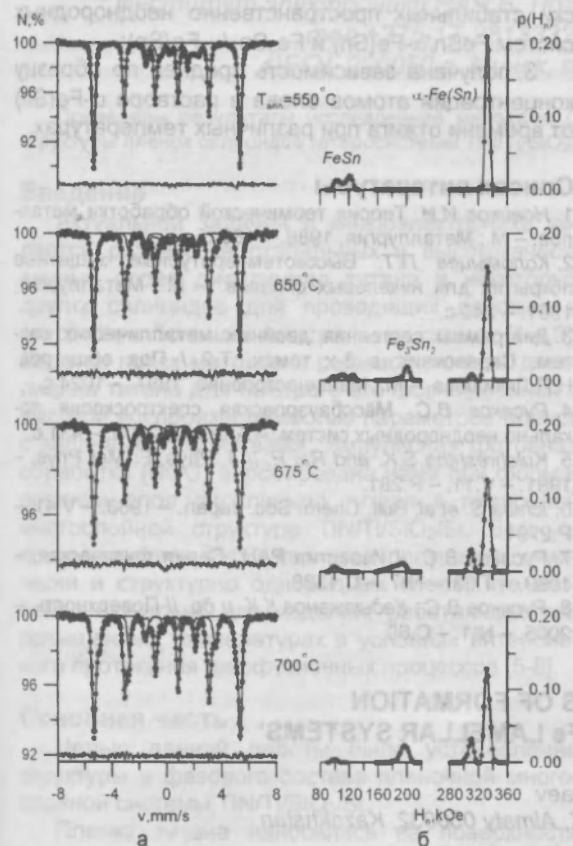


Рис. 1. Характерные МС-спектры на ядрах ^{57}Fe (а) и результат восстановления функций распределения сверхтонких параметров (б) для парциальных спектров в слоистой системе Sn(4 мкм)–Fe(10 мкм) после изотермических отжигов при различных температурах в течение 5 ч

Используя фазовую диаграмму бинарной системы Fe-Sn и «правило рычага», были определены относительные вклады FeSn и $\alpha\text{-Fe(Sn)}$ при рассчитанной концентрации олова. В дальнейшем было определено количество атомов железа, связанных с атомами олова в твердом растворе и интерметаллиде. На рис.2 штриховыми линиями приведены результаты расчетов. Видно, что экспериментально полученные относительные вклады фаз находятся в хорошем согласии с расчетными данными.

На рис.2 видно, что после отжига при 550°C в течение 0.5 ч относительное содержание интерметаллида FeSn составляет $\approx 20\%$ и в дальнейшем мало изменяется.

При более высоких температурах отжига происходит образование интерметаллида Fe_3Sn_2 и с увеличением температуры скорость превращения $\text{FeSn} \rightarrow \text{Fe}_3\text{Sn}_2$ возрастает.

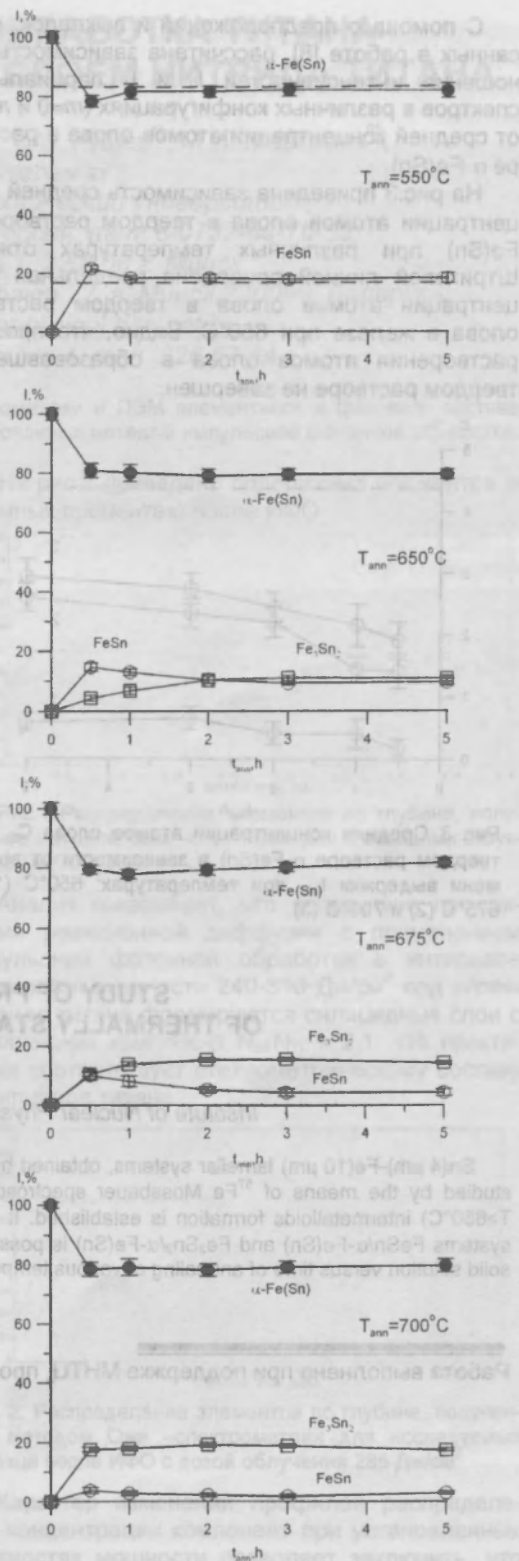


Рис. 2. Относительные интенсивности парциальных МС-спектров фаз I в системе Sn-Fe после изотермических отжигов при различных температурах

Очевидно, что при последующих отжигах произойдет полный распад интерметаллида FeSn с образованием термически стабильной при данных температурах пространственно неоднородной системы $\text{Fe}_3\text{Sn}_2/\alpha\text{-Fe(Sn)}$.

С помощью предположений и выкладок, описанных в работе [8], рассчитана зависимость отношения интенсивностей I_0 и I_1 парциальных спектров в различных конфигурациях ($m=0$ и $m=1$) от средней концентрации атомов олова в растворе α -Fe(Sn).

На рис.3 приведена зависимость средней концентрации атомов олова в твердом растворе α -Fe(Sn) при различных температурах отжига. Штриховой линией приведена предельная концентрация атомов олова в твердом растворе олова в железе при 650°C. Видно, что процесс растворения атомов олова в образовавшемся твердом растворе не завершен.

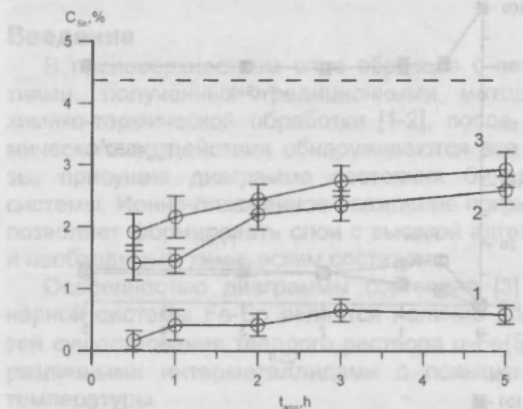


Рис. 3. Средняя концентрация атомов олова C_{Sn} в твердом растворе α -Fe(Sn) в зависимости от времени выдержки t_{anneal} при температурах: 650°C (1), 675°C (2) и 700°C (3).

Заключение

В результате исследований, проведенных методом мёссбауэровской спектроскопии на ядрах ^{57}Fe , слоистой системы Sn(4 мкм)-Fe(10 мкм), подвергнутой термическому отжигам:

1. установлено образование твердого раствора α -Fe(Sn) и интерметаллида FeSn (при $T=550^\circ\text{C}$) и интерметаллида Fe_3Sn_2 (при $T>650^\circ\text{C}$);
2. показана возможность получения термически стабильных пространственно неоднородных систем FeSn/ α -Fe(Sn) и Fe_3Sn_2 / α -Fe(Sn);
3. получена зависимость средней по образцу концентрации атомов олова в растворе α -Fe(Sn) от времени отжига при различных температурах.

Список литературы

1. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. – М.: Металлургия, 1986. – 480с.
2. Коломыцев П.Т. Высокотемпературные защитные покрытия для никелевых сплавов. – М.: Металлургия, 1991. – 240 с.
3. Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник: в 3-х томах, Т.2 / Под общ. ред. Н.П.Лякишева. – М.: Машиностроение, 1997. – 1024 с.
4. Русаков В.С. Мёссбауэровская спектроскопия локально неоднородных систем. – Алматы, 2000. – 431 с.
5. Kulshreshtha S.K. and Raj P. // J. Phys. F: Met Phys. – 1981. – V.11. – P.281.
6. Ichiba S. et al, Bull. Chem. Soc. Japan. – 1968. – V.41. – P.2791.
7. Русаков В.С. // Известия РАН. Серия физическая. – 1999. – Т 63. – №7. – С.1389.
8. Русаков В.С., Кадыржанов К.К. и др. // Поверхность. – 2005. – №1. – С.60.

STUDY OF PROCESSES OF FORMATION OF THERMALLY STABLE Sn-Fe LAMELLAR SYSTEMS'

A.K. Zhubaev

Institute of Nuclear Physics NNC RK, Almaty 050032, Kazakhstan

Sn(4 μm)-Fe(10 μm) lamellar systems, obtained by magnetron sputtering and subjected to isothermal annealing, has been studied by the means of ^{57}Fe Mossbauer spectroscopy. Solid solution α -Fe(Sn) and FeSn (at $T=550^\circ\text{C}$) and Fe_3Sn_2 (at $T>650^\circ\text{C}$) intermetallics formation is established. It is shown that the creation of thermally stable spatially inhomogeneous systems FeSn/ α -Fe(Sn) and Fe_3Sn_2 / α -Fe(Sn) is possible. The dependences of average concentration of Tin atoms in Fe(Sn) solid solution versus time of annealing at various temperatures were obtained.

Работа выполнена при поддержке МНТЦ, проект К-1198