

АНАЛИЗ ГЕТЕРОГЕННОЙ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТИ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ С ПОМОЩЬЮ ЭФФЕКТА МЕССБАУЭРА

А.А.Новакова, А.А.Киселев, Р.Н.Кузьмин, Г.В.Сидорова

В работе к исследованию сложной многослойной структуры поверхности кристаллизующегося аморфного сплава $Fe_{84}V_{16}$ применена новая методика неразрушающего послойного анализа – мессбауэровская дифференциальная конверсионно-электронная спектроскопия.

Одна из интересных проблем физики аморфных металлов связана с анализом процесса последовательного перехода от развитого аморфного состояния к кристаллическому. При

1) Менее явная формула, но для любого p , была получена в ⁵.

повышении температуры, но при $T < T_{кр}$ — температуры кристаллизации, аморфный металл может претерпевать пространственно неоднородные фазовые превращения. Особенно ярко это явление происходит вблизи поверхности, где кристаллизация, а также перестройка магнитной структуры в ограниченном объеме, начинается гораздо раньше, чем во всем объеме образца.

Мессбауэровская спектроскопия открыла новые возможности для исследования структурных превращений в аморфных металлах. Было установлено, что при сочетании стандартной методики эффекта Мессбауэра, который дает информацию о средних по объему свойствах образца, с методикой регистрации электронов конверсии, которые несут информацию об ограниченном поверхностном слое с глубиной ~ 100 нм¹, можно изучать пространственно неоднородные структурные превращения^{2, 3}.

Эффективность метода мессбауэровской спектроскопии конверсионных электронов в существенной степени может быть повышена, если измерять энергетическое распределение выходящих электронов и установить связь между энергией выхода электронов (E) и глубиной слоя (x), в котором они образовались⁴. Для построения такой двумерной функции выхода электронов $f(E, x)$, зарегистрированных с помощью пропорционального детектора с разрешением 20%, нами впервые использовалась методика, основанная на измерении энергетического распределения электронов для различных толщин клинообразной пленки нержавеющей стали обогатенной изотопом Fe^{57} ⁵. Для того, чтобы функция выхода электронов из пленки была бы максимально адекватной для изучаемого вещества нами исследовался аморфный сплав $Fe_{84}V_{16}$ с малым содержанием легкого бора.

При таких условиях эксперимента оказалось возможным выделить энергетическую группу электронов, функция выхода которых локализована в слое ~ 30 нм, в отличие от традиционно исследуемых слоев ~ 100 нм (при интегральной регистрации конверсионных электронов).

На рис. 1 приведены мессбауэровские спектры поглощения (A) и конверсионных электронов с глубины 100 нм (B) для исходного, т. е. не подвергнутого термообработке образца аморфного сплава $Fe_{84}V_{16}$. Наблюдается магнитная сверхтонкая структура с сильно уширенными спектральными линиями ($\Gamma \sim 0,6 - 0,8$ мм/с) из-за того, что атомы железа в сплаве находятся в неэквивалентном ближайшем окружении. В спектре приповерхностной области (рис. 1, B) заметно увеличение интенсивностей второй и пятой линии, которое указывает на магнитную текстуру², при которой магнитные моменты атомов железа приповерхностного слоя сплава ориентируются в плоскости аморфной ленты.

На рис. 2 представлены спектры образцов $Fe_{84}V_{16}$, подвергнутых линейному нагреву до температуры $350^\circ C$ со скоростью 40 К/мин ($2A, B, B'$) и во втором случае (рис. $2A', B', B''$) дополнительно выдержанных при температуре $350^\circ C$ в течение 10 минут.

Отметим разницу в получаемой информации традиционным способом и по электронам конверсии. Мессбауэровские спектры поглощения (рис. $2A$ и A') образцов практически одинаковы и лишь незначительно отличаются от спектра исходного образца (рис. $1A$) шириной и интенсивностью линий (в основном наблюдается уменьшение магнитной текстуры).

С другой стороны существенные изменения происходят в конверсионных спектрах приповерхностных областей (рис. $2B, B'$ и B, B''), в них по сравнению со спектром исходного образца (рис. $1B$) появляются дополнительные линии — которые ярко видны на рис. $2B', B''$. Математическая обработка спектров на ЭВМ позволила выделить в них помимо основной составляющей части — спектра аморфной матрицы с широкими линиями, парциальные спектры, кристаллических фаз α -Fe и трех модификаций Fe_3V , с узкими спектральными линиями ($\Gamma \sim 0,28$ мм/с).

При сопоставлении спектров $2B$ и $2B'$ видно, что сначала появляются линии фазы α -Fe, и только после выдержки образца при $T = 350^\circ C$ в течение 10 минут, появляются изменения в спектре, которые отвечают выделению кристаллических фаз Fe_3V . Такая кинетика выделения фаз не случайна, поскольку для получения Fe_3V требуется обогащение области крист-

таллизации бором, и следовательно, этот процесс по крайней мере лимитирован диффузией бора.

Из сравнения конверсионных спектров, полученных с глубин образца 100 и 30 нм (рис. 2Б, В и 2Б', В') видно, что относительная интенсивность парциального спектра, соответствующего фазе α -Fe больше в слое 30 нм, чем в слое 100 нм и составляет соответственно при линейном нагреве: 11 и 8% и при 10 минутном отжиге: 16 и 13%. То есть процесс кристаллизации α -Fe ограничен слоем толщиной 30 нм. В то же время кристаллизация фаз Fe_3B занимает более глубокую область: относительные интенсивности их парциальных спектров составляют и в слое 30 нм и в слое 100 нм $\sim 18\%$ (рис. 2Б', В').

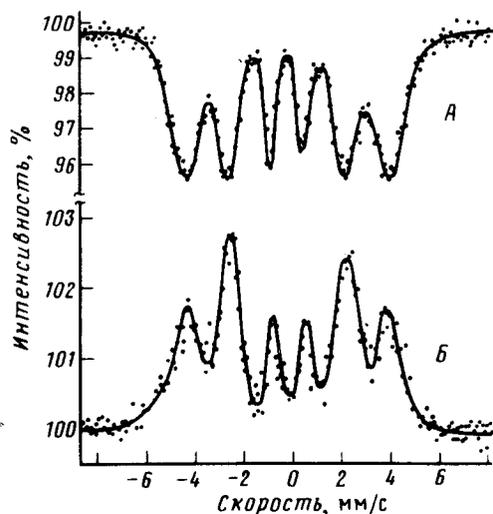


Рис. 1. Мессбауэровские спектры исходного образца $\text{Fe}_{84}\text{V}_{16}$: А — спектр поглощения, дающий информацию о структуре образца по всему объему; Б — спектр конверсионных электронов, дающий информацию о структуре приповерхностной области глубиной ~ 100 нм

Рис. 2. Мессбауэровские спектры образцов $\text{Fe}_{84}\text{V}_{16}$, подвергнутых термообработке. (А, Б, В) — линейный нагрев до $T = 350^\circ\text{C}$, (А', Б', В') — линейный нагрев \pm выдержка при $T = 350^\circ\text{C}$ в течение 10 минут: А, А' — спектры поглощения; Б, Б' — конверсионные спектры с глубины ~ 100 нм; В, В' — конверсионные спектры с глубины ~ 30 нм

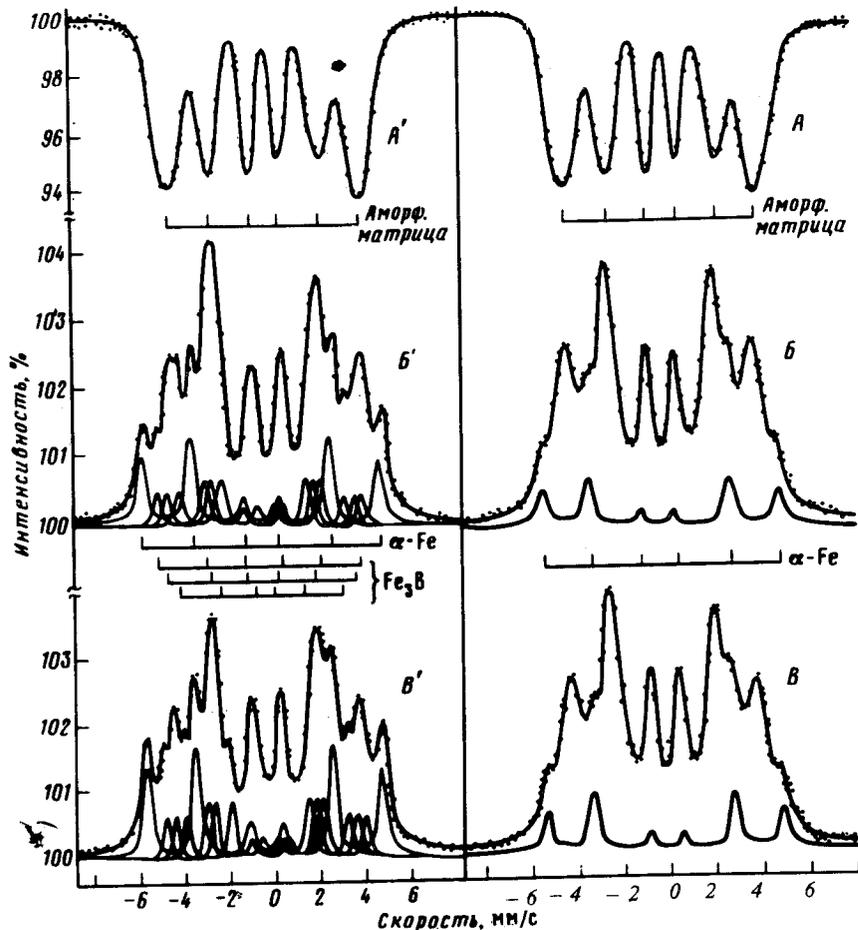


Рис. 2

Парциальные спектры кристаллических фаз, полученные с глубин 30 и 100 нм, имеют одинаковую предельную магнитную текстуру, а в парциальном спектре аморфной матрицы происходит некоторое уменьшение магнитной текстуры, аналогичное тому, которое наблюдается в мессбауэровском спектре поглощения (рис. 2А, А').

Из анализа спектров следует ряд существенных следствий: 1) вблизи поверхности уже при температуре 350°С, что на 40° ниже температуры кристаллизации, образуются кристаллические фазы; 2) процесс кристаллизации α -Fe ограничен поверхностным слоем ~ 30 нм; 3) перестройка магнитной структуры происходит на глубине, большей 100 нм. Однако требуются дополнительные исследования для выяснения основной причины изменения магнитной структуры образца, а именно, что является определяющим: снятие закалочных напряжений, магнитоупругие эффекты или частичная диффузия.

Литература

1. Liljequist D., Ekdahl T., Baverstam H. Nucl. Instr. Meth., 1978, 155, 529.
2. Gonser U., Ackerman M., Wagner H. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1983, 31 – 34, 1605.
3. Klein H., Chafari M., Ackerman M., Gonser U., Wagner H. Nucl. Instr. Meth., Phys. Res., 1982, 199, 159.
4. Liljequist D., Ismail M. Phys. Rev: B, 1985, 31, 4131.
5. Киселев А.А., Кузьмин Р.Н., Новакова А.А. Письма в ЖТФ, 1986, 12, 32.

Московский государственный университет
им. М.В.Ломоносова

Институт металлургии им. А.А.Байкова
Академии наук СССР

Поступила в редакцию
3 декабря 1985 г.