

## ФИЗИКА ТВЕРДОГО ТЕЛА

УДК 548.74

### ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА СТРУКТУРУ СПЛАВОВ Pr—Fe

А. С. Илюшин, Н. А. Хатанова, Е. А. Рыкова

(кафедра физики твердого тела)

Методом дифракции электронов на порошках установлено, что в сплаве Pr — 77 ат. % Fe после отжига в течение 10 ч при 800°С образуются два интерметаллида: Pr<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> и PrFe<sub>2</sub> в двух модификациях фаз Лавеса — C14 и C15. Показано, что структура PrFe<sub>2</sub> C14 в крупинках порошка неустойчива по отношению к электронному облучению в колонне электронного микроскопа, в результате которого происходит радиационно-стимулированный фазовый переход интерметаллида PrFe<sub>2</sub> C14 с гексагональной решеткой в ГЦК структуру с пр. гр. *Fm3m* и параметром  $a=9,1$  А.

Идентификация фаз в многофазных сплавах Pr—Fe методом рентгеновского анализа затруднена тем, что значения многих межплоскостных расстояний  $d$  для  $\alpha$ -Pr, редкоземельных интерметаллических соединений Pr<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> и PrFe<sub>2</sub> (в двух модификациях фаз Лавеса: C14 типа MgZn<sub>2</sub> и C15 типа MgCu<sub>2</sub>) близки или совпадают и большинство отражений имеет слабую интенсивность. Поэтому целесообразно использовать метод дифракции электронов, позволяющий благодаря локальности пучка получать точечные дифракционные картины от каждой из фаз в отдельности, даже если какая-либо из них представлена в небольшом количестве.

В работе [1] нами было показано, что ниже эвтектической температуры после отжига в течение 500 ч при 600°С сплав Pr — 77 ат. % Fe состоит из двух фаз:  $\alpha$ -Pr + Pr<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>. Цель настоящей работы состояла в определении структурного состояния этого же сплава выше эвтектической температуры после 10-часового отжига при 800°С.

Сплав Pr — 67 ат. % Fe был получен в дуговой печи с нерасходуемым вольфрамовым электродом на медном поду в атмосфере аргона. Для приготовления сплава использовались карбонильное железо и очищенный методом вакуумной дистилляции празеодим. Отжиг проводился в откачанных до высокого вакуума и запаянных кварцевых ампулах. Электронограммы были получены в электронном микроскопе «Tesla» BS-613 при ускоряющем напряжении 80 кВ. В качестве объектов для электронной дифракции использовались не традиционные образцы в виде тонких фольг, а порошок сплава, помещенный на медную опорную сетку. Этот выбор объекта был вынужденным, так как сплавы на основе празеодима легко окисляются при электролитической полировке и промывке от любого соприкосновения с водосодержащей жидкостью. Размер крупинок порошка был 1—5 мкм.

Специфика объектов для электронной дифракции позволила выявить некоторые особенности структурных состояний после электронного облучения в электронном микроскопе: на изображениях крупинок

порошка в начальной стадии облучения можно было наблюдать изменение их морфологии, проявляющееся в непрерывном изменении контуров. Через несколько секунд после начала облучения образцы принимали стабильные очертания, затем начинался поиск тонких участков для получения электронограмм.

В литературе неоднократно отмечалось, что облучение некоторых сплавов высокоэнергетичными частицами ( $\alpha$ -частицами, ионами, электронами) приводит или к аморфизации, или к изменению структуры сплавов [2—5]. И в нашем случае изменение морфологии крупинок должно быть связано с некоторыми структурными перестройками.

Исследования методом дифракции электронов показали, что в сплаве  $\text{Pr} - 77 \text{ ат.} \% \text{ Fe}$  после 10-часового отжига при  $800^\circ\text{C}$  образуются два интерметаллида:  $\text{Pr}_2\text{Fe}_{17}$  и  $\text{PrFe}_2$ ; это согласуется с данными [6]. Интерметаллид  $\text{PrFe}_2$  выявлен нами в двух модификациях фаз Лавеса: C14 и C15.

Кроме того, были получены электронограммы, которые не идентифицировались ни в одной из известных для сплавов  $\text{Pr}-\text{Fe}$  структур. Мы отнесли их к ГЦК фазе с пр. гр.  $Fm\bar{3}m$  и периодом решетки  $a = 9,1 \text{ \AA}$  (рис. 1). Очевидно, что эта фаза появляется в результате электронного облучения, к которому неустойчив один из образующихся после отжига интерметаллидов.

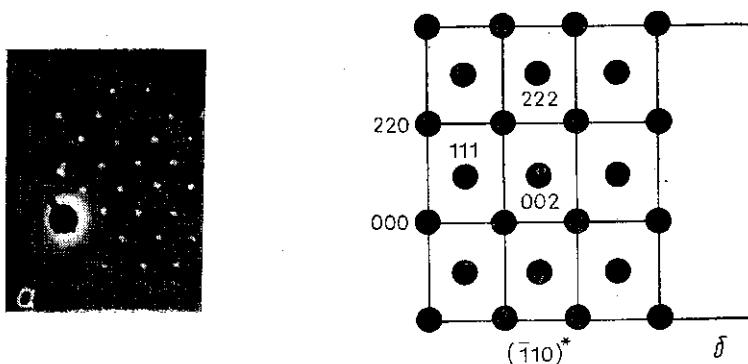


Рис. 1

Анализ атомно-кристаллической структуры интерметаллидов показал, что ГЦК структура с параметром  $9,1 \text{ \AA}$  может быть легко получена из структуры  $\text{PrFe}_2$  C14.

Рассмотрим расположение атомов  $\text{Pr}$  (атомный радиус  $R=1,83 \text{ \AA}$ ) и  $\text{Fe}$  ( $R=1,27 \text{ \AA}$ ) в структуре  $\text{PrFe}_2$  C14 с пр. гр.  $P6_3/mmc$ , параметрами ячейки  $a=5,26 \text{ \AA}$ ,  $c=8,62 \text{ \AA}$  [7] и базисом [8]:

$$4\text{Pr}: \pm (1/3, 2/3, z); \pm (1/3, 2/3, 1/2 - z),$$

$$2\text{Fe}: (0, 0, 0); (0, 0, 1/2);$$

$$6\text{Fe}: \pm (x, 2x, 1/4); \pm (2\bar{x}, \bar{x}, 1/4); \pm (x, \bar{x}, 1/4);$$

для  $\text{MgZn}_2$   $z=0,062$ ,  $x=-0,17$ .

Решетка  $\text{PrFe}_2$  имеет такие параметры, что шесть атомов празеодима не умещаются в базисной плоскости элементарной ячейки и две тройки атомов смещаются по оси  $c$  на  $\pm z$  от нее и на  $\mp z$  от плоско-

сти на высоте  $1/2$ , создавая тем самым по оси  $c$  винтовую ось 6-го порядка со смещением на  $1/2$  (рис. 2, а). Под действием электронного

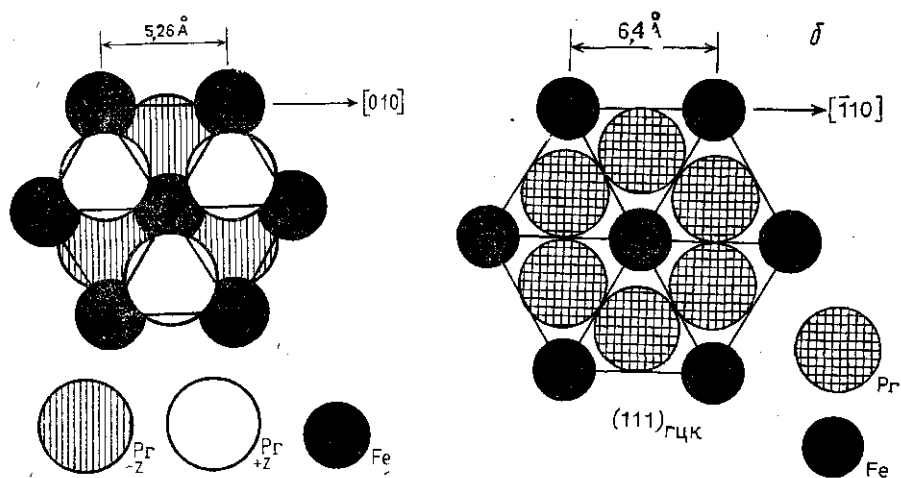


Рис. 2

облучения решетка  $\text{PrFe}_2$  C14 «размягчается», что позволяет атомам празеодима, раздвигая атомы железа, сместиться по оси  $c$  на  $\pm z$  в обратных направлениях и занять позиции точно в базисной плоскости и в плоскости на высоте  $1/2$  (рис. 2, б). При этом винтовая ось 6-го порядка, как видно из расположения атомов Fe в последующих слоях, переходит в поворотную ось 3-го порядка, характерную для кубических решеток, а базисная плоскость гексагональной решетки  $\text{PrFe}_2$  C14 — в плоскость типа  $(111)$  ГЦК кристалла. Чтобы плотноупакованные атомы празеодима разместились между атомами железа, последние должны раздвинуться так, что расстояние между ними вдоль направлений типа  $[110]$  становится равным  $6,4 \text{ \AA}$  вместо  $5,26 \text{ \AA}$  по соответствующему направлению в решетке  $\text{PrFe}_2$  C14. Следовательно, параметр ГЦК решетки должен быть равен  $a = 12,8 / \sqrt{2} = 9,1 \text{ \AA}$ , как и было получено из электронограмм.

Таким образом, для возникновения радиационно-стимулированного фазового перехода  $\text{PrFe}_2$  C14  $\rightarrow$  ГЦК фаза необходимы очень небольшие смещения атомов празеодима. Наличие ГЦК структуры в сплаве после электронного облучения свидетельствует о том, что при температуре выше эвтектической до облучения в сплаве имелся интерметаллид  $\text{PrFe}_2$  C14.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Илюшин А. С., Хатанова Н. А., Рыкова Е. А. // Вестн. Моск. ун-та. Физ. Астрон. 1994. № 5. С. 88 (Moscow University Phys. Bull. 1994. N 5. P. 89).
2. Canon J. F., Robertson D. L., Hall H. T. // Mater. Res. Bull. 1972. 7, N 1. P. 5.
3. Скаков Ю. А., Дьяконова Н. П., Сими́на В. К. и др. // Изв. РАН, Металлы. 1993. № 3. С. 151.
4. Brimhall J. L., Kessenger H. E., Charlot L. A. // Rad. Eff. 1983. 77. P. 2877.
5. Schneider U., Linker G., Meyer O. // J. Low. Temp. Phys. 1982. 47. P. 439.

6. Кубашевский О. Диаграммы состояний двойных систем на основе железа. М., 1985.
7. Бурханов Г. С., Илюшин А. С., Хатанова Н. А. и др. //Изв. РАН, Металлы. 1994. № 5. С. 163.
8. Миркин Л. И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. М., 1961.

Поступила в редакцию  
30.06.95

ВЕСТН. МОСК. УН-ТА. СЕР. 3, ФИЗИКА. АСТРОНОМИЯ. 1996. № 2

УДК 539.172

## ДИФРАКЦИЯ МЁССБАУЭРОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В СОВЕРШЕННОМ КРИСТАЛЛЕ КРЕМНИЯ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ УЛЬТРАЗВУКА

А. А. Опаленко, А. А. Корнилова, О. Г. Кошелев

*(кафедра оптики и спектроскопии;  
кафедра физики твердого тела)*

Изучено влияние ультразвука (УЗ) на динамическую дифракцию мёссбауэровских гамма-квантов в монокристалле кремния. В геометрии Брэгга измерены полная интенсивность и ее упругая часть для рефлексов (111), (333), (444) и (220), (440) при воздействии высокочастотного УЗ (поперечные волны). Наблюдается уменьшение и осцилляция интенсивности упругого рассеяния с ростом УЗ-амплитуды, что противоречит результатам предшествующих работ [1, 2].

### 1. Введение

Изучение влияния ультразвука на динамическую дифракцию проводилось в ряде работ [1—3]. Интенсивность брэгговских рефлексов для рентгеновского излучения с ростом амплитуды ультразвука увеличивается. Это увеличение зависит от соотношения длины волны излучения и длины волны ультразвука (УЗ). Но энергетический анализ дифрагированного пучка — разделение интенсивности на упругую и неупругую компоненты — невозможен из-за большой собственной ширины спектральной линии рентгеновского излучения. И только исследование дифракции мёссбауэровского излучения с шириной спектральной линии  $\Gamma=10^{-8}$  эВ (для  $^{57}\text{Fe}$ ) позволяет определять изменение энергии излучения, возникающее при УЗ-возбуждении кристалла на частотах 50—200 МГц. Первый мёссбауэровский эксперимент [1] обнаружил возрастание общей интенсивности рефлекса с ростом амплитуды УЗ и выявил поведение упругой компоненты интенсивности. Получено [1], что на частотах УЗ меньше пороговой частоты  $\nu_{\text{th}}$ , упругая компонента интенсивности значительно уменьшается с ростом амплитуды УЗ. За пороговую частоту принимается частота, соответствующая длине волны, равной длине экстинкции. А для частот больше пороговой (при поперечной УЗ-волне) наблюдается увеличение упругой компоненты интенсивности, что соответствует аномальному фактору Дебая—Валлера.

### 2. Эксперимент

Разделение интенсивности  $\gamma$ -квантов, рассеянных под брэгговским углом от кристалла кремния, на упругую и неупругую компоненты проводилось мёссбауэровским методом. Использовался источник  $^{57}\text{Co}$  в матрице родия активностью 130 мКи в сочетании с поглотителем из сплава FeAl, в состав которого входило железо, содержащее 95%  $^{57}\text{Fe}$ .