

**SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE
FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A INFORMATIKY
ÚSTAV JADROVÉHO A FYZIKÁLNEHO INŽINIERSTVA**

Ing. Tomáš Hatala

Autoreferát dizertačnej práce

**VYUŽITIE SYNCHROTRONOVÉHO ŽIARENIA PRI ŠTÚDIU
NANOKRYŠTALICKÝCH ZLIATIN**

Evidenčné číslo: FEI-10832-11428

na získanie vedecko-akademickej hodnosti
philosophiae doctor
v doktorandskom štúdijskom programe

5.2.48 Fyzikálne inžinierstvo

Bratislava, Jún 2013

Dizertačná práca bola vypracovaná v dennej forme doktorandského štúdia na Ústave Jadrového a Fyzikálneho Inžinierstva na FEI STU v Bratislave.

Predkladateľ: Ing. Tomáš Hatala
ÚJFI FEI STU
Ilkovičova 3, 812 19 Bratislava

Školiteľ: prof. Ing. Marcel Miglierini, DrSc.
ÚJFI FEI STU
Ilkovičova 3, 812 19 Bratislava

Oponenti: prof. RNDr. Peter Kollár, CSc.
Ústav fyzikálnych vied PF UPJŠ
Park Angelinum 9
041 54 Košice
Slovenská republika

Ing. Peter Švec, DrSc.
Fyzikálny ústav SAV
Dúbravská cesta 9
845 11 Bratislava
Slovenská republika

Autoreferát bol rozoslaný:

Obhajoba dizertačnej práce sa koná: o hod.
na Ústave Jadrového a Fyzikálneho Inžinierstva FEI STU, Ilkovičova 3, Bratislava.

.....
prof. RNDr. Gabriel Juhás, PhD.
dekan

Obsah

1	Úvod.....	4
2	Súčasný stav problematiky	4
2.1	Vlastnosti a využitie nanokryštalických zliatin.....	4
2.2	Nanokryštalická zliatina typu NANOPERM a jej príprava	5
3	Ciele dizertačnej práce	5
4	Experimentálne merania	6
4.1	Meranie difrakcie synchrotrónového žiarenia.....	6
4.2	Meranie dopredného jadrového rozptylu	6
4.3	Meranie nepružného jadrového rozptylu.....	6
5	Súhrn výsledkov a nových poznatkov	7
5.1	Výsledky získané meraním difrakcie synchrotrónového žiarenia.....	7
5.2	Výsledky získané meraním dopredného jadrového rozptylu	9
5.3	Výsledky získané meraním nepružného jadrového rozptylu	13
6	Záver pre prax a rozvoj vednej disciplíny.....	15
7	Literatúra.....	17
8	Zoznam publikácií autora súvisiacich s problematikou dizertačnej práce.....	17
9	Summary	19

1. Úvod

V súčasnosti sa výskum vo veľkej miere zaoberá stavbou, vlastnosťami a možnosťami využitia nových materiálov. Na významné miesto sa dostávajú amorfné kovové zliatiny, ktoré sa dajú umelo pripraviť a nanokryštalické kovové zliatiny, ktoré sa dajú pripraviť z amorfných kovových skiel. Nanokryštalické zliatiny na báze Fe predstavujú magneticky mäkké materiály s nízkou hodnotou koercitivity, predmagnetizačných strát s vysokou hodnotou permeability. Takéto vlastnosti sú výhodné pre viaceré technické aplikácie, akými sú napr. vysokofrekvenčné transformátory, tlmivky, senzory, záznamové hlavy, magnetické tienenia a iné. Jedným z najrozšírenejších spôsobov prípravy kovových skiel je metóda rýchleho ochladenia taveniny na rotujúcom valci. Výsledný produkt je vo forme pásika dlhého rádovo až stovky metrov, širokého niekoľko centimetrov a hrúbkou desiatok mikrometrov. Výroba nanokryštalickej zliatiny potom prebieha tepelnou úpravou, žiňaním.

Práca je zameraná na vyšetrovanie fázových transformácií v pôvodnej amorfnej zliatine so zložením $(Fe_{1-x}Co_x)_{76}Mo_8Cu_1B_{15}$, pre $x = 0, 0.25$ a 0.5 v závislosti na teplote. Pre sledovanie kryštalizačných procesov a fázových transformácií v amorfnom stave (teplotný priebeh hyperjemného magnetického poľa) sa využili diagnostické metódy na báze synchrotrónového žiarenia tretej generácie. Konkrétne sa jednalo o zdroje synchrotrónového žiarenia BESSY v Berlíne, na ktorom sa vykonávali merania difrakcie synchrotrónového žiarenia a ESRF v Grenobli, na ktorom sa meral dopredný jadrový rozptyl (*nuclear forward scattering*) a nepružný jadrový rozptyl (*nuclear inelastic scattering*).

2. Súčasný stav problematiky

2.1. Vlastnosti a využitie nanokryštalických zliatin

Označenie *nanokryštalická zliatina* sa vzťahuje na zliatiny, v ktorých zrná dosahujú veľkosť rádovo $\sim 1-50$ nm. Sú pripravené z pôvodne amorfného prekursora jeho tepelnou úpravou žiňaním. Vlastnosti ako permeabilita a Curieho teplota sú určené zložením zliatiny a stupňom ako aj kvalitou jej kryštalickej štruktúry. Vysoko indukčné materiály obsahujú bcc-Fe fázu, prípadne bcc-Fe,Si fázu, alebo fcc fázu α -Co a Fe,Co [1-4]. Zliatiny na báze Fe,Co sú atraktívne pre ich vysokú indukciu magnetického poľa, pričom dosahujú nižšiu hodnotu permeability v porovnaní s amorfnými a nanokryštalickými zliatinami [5].

Vo všeobecnosti môžeme nanokryštalickú zliatinu popísať ako $TL_{1-x}(TE, M, NM)_x$, kde TL označuje vzdialený (feromagnetický) prechodný kov, TE blízky prechodný kov, M predstavuje metaloid a NM vzácny kov. Pre relatívne zastúpenie $x < 0.20$ sú vhodné feromagnetické kovy TE= Co, Ni, alebo Fe. Blízke prechodné kovy TE= Zr, Nb, Hf, Ta a metaloidy M= B, P, Si, a. i. sú potrebné pre tvorbu sklovitosti pri formovaní amorfného prekursora. Vzácne kovy NM= Cu, Ag, Au, a. i. pôsobia ako nukleačné centrá pre feromagnetickú nanokryštalickú fázu. Vnášaním vzácného kovu vieme ovplyvniť sklovotvornosť a vytvorenie dvojfázového systému s nanokryštalickou fázou a s amorfným zvyškom. Takýto systém sa potom vyznačuje relatívne vysokou rezistivitou 50-80 $\mu\Omega.cm$, nízkou magnetokryštalickou anizotropiou a rastúcou mechanickou pevnosťou [5].

Nanokryštalická zliatina na báze Fe-Si-B-Nb-Cu [6] bola patentovaná pod značkou FINEMET[®]. Fe-Zr-B [7] nanokryštalická zliatina bola patentovaná pod značkou NANOPERM[®]. Nanokryštalická zliatina (Fe,Co)-M-B-Cu (M= Nb, Hf, alebo Zr) označovaná ako HITPERM [8] vykazuje vysokú remanenciu (1.6-2.1 T) s vysokou permeabilitou a s vysokou Curieho teplotou [5]. V nanokryštalickej zliatine typu FINEMET

bola spozorovaná fáza α -Fe₃Si s DO₃ štruktúrou. V nanokryštalickej zliatine typu NANOPERM bola spozorovaná fáza α -Fe s bcc štruktúrou a nanokryštalická zliatina typu HITPERM kryštalizuje do bcc-Fe,Co fázy, kde sú atómy Fe substituované atómami Co [5].

2.2. Nanokryštalická zliatina typu NANOPERM a jej príprava

Nanokryštalická zliatina typu NANOPERM so zložením $(Fe_{1-x}Co_x)_{76}Mo_8Cu_1B_{15}$ pre $x= 0, 0.25, 0.5$ bola podrobne študovaná metódami diferenciálnej skenovacej kalorimetrie (DSC) a Mössbaurovej spektroskopie [9, 10]. Pre tento systém sú dobre známe nárasty kryštalizačných teplôt a priebehy hyperjemných polí. Z tohto dôvodu sme sa v rámci dizertačnej práce zamerali na štúdium nanokryštalickej zliatiny typu NANOPERM so zložením $(Fe_{1-x}Co_x)_{76}Mo_8Cu_1B_{15}$ pre $x= 0, 0.25, 0.5$, lebo už boli jej statické vlastnosti skúmané meraním Mössbauerovej spektroskopie [10] a použitý model by bolo možné aplikovať pre dynamické experimenty merané dopredným jadrovým rozptylom.

Amorfne zliatiny so zložením $(Fe_{1-x}Co_x)_{76}Mo_8Cu_1B_{15}$ pre $x= 0, 0.25, 0.5$ boli pripravené na FÚ SAV metódou rovinného liatia [11, 12]. Boli pripravené ako predzliatiny v indukčnej taviacej peci s ochrannou atmosférou (Ar, vákuum) a s čistotou prvkov lepšou ako 99,98 %. Výsledný produkt bol vo forme pásika hrubého 20 μ m. Pri príprave amorfných kovových pásov metódou rovinného liatia je potrebné kontrolovať teplotu taveniny, pretlak ochrannej atmosféry v tryske, rozmery a vzdialenosť trysky od valca. Všetky tieto parametre určujú efektívnu ochladzovaciu rýchlosť, a tým aj štruktúru výsledného produktu [13].

3. Ciele dizertačnej práce

Náplňou dizertačnej práce je štúdium kinetiky kryštalizácie amorfných kovových zliatin a ich postupná štruktúrna transformácia na nanokryštalický stav. Pri tom využijeme difrakciu synchrotrónového žiarenia, ktoré bude zaznamenané počas riadeného nárastu teploty žihania pôvodne amorfnej vzorky. V ďalšom sa v dizertačnej práci zameriavam na vyšetrenie hyperjemných interakcií (hlavne elektrických kvadrupólových a magnetických dipólových interakcií) hlavne počas transformácie pôvodne amorfného prekursora na nanokryštalickú zliatinu využitím merania dopredného jadrového rozptylu (*nuclear forward scattering*) a vibračných vlastností (hustota fonónových stavov) využitím nepružného jadrového rozptylu (*nuclear inelastic scattering*) synchrotrónového žiarenia zo zdroja synchrotrónov tretej generácie.

Hlavné ciele dizertačnej práce môžeme teda rozdeliť na tri časti:

1. Štúdium kinetiky kryštalizácie amorfných kovových zliatin na báze železa.
2. Vývoj hyperjemných interakcií v závislosti na teplote v amorfnej a nanokryštalickej zliatine na báze železa.
3. Výpočet hustoty fonónových stavov v závislosti na žihacej teplote v amorfnej a v nanokryštalickej zliatine na báze železa.

4. Experimentálne merania

4.1. Meranie difrakcie synchrotrónového žiarenia

Nastrihané pásky boli umiestené v odporovej žihacej peckve vo vákuu s lineárnym nárastom teploty 10 K/min po 800 °C s výdržou 5 min a následným rýchlym ochladením. Pribežne sa každých 10 s zapisovali údaje z *in situ* difrakcie synchrotrónového žiarenia na týchto páskach, ktoré boli zaznamenávané s 2D detektorom v synchrotrónovom centre *BESSY* Berlín v experimentálnej hale *KMC2*. Difrakcia bola meraná na valcovej strane pôvodného amorfného pásika a tiež na jeho vzdušnej strane. Pozn., valcová strana pásika bola v procese prípravy v kontakte s chladiacim valcom. Pre naše experimenty bola použitá energia žiarenia 7 keV (1,772 Å). Použitím dvoj-kryštálových monochromátorov sa dosiahla rozlišovacia schopnosť 2 eV pri 7 keV. Fokuscáciu lúča zabezpečuje rhódiom pokrytá vrstva cylindrického zrkadla, ktoré možno natáčať do potrebného uhla. Použitím štrbín je možné „orezať“ lúč na 50x50 µm. Pri štandardnej veľkosti štrbiny 100x100 µm dopadá na vzorku tok 10^8 fotónov/s/100 mA pri 7 keV.

4.2. Meranie dopredného jadrového rozptylu

Dopredný jadrový rozptyl synchrotrónového žiarenia bol meraný na zliatine ($^{57}\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25}$) $_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$, ktorá bola pripravená rovnakým spôsobom ako zliatiny merané pre difrakciu synchrotrónového žiarenia s tým rozdielom, že zliatina bola obohatená o izotopy jadier železa ^{57}Fe na 50% (prirodzené izotopické zastúpenie ^{57}Fe predstavuje 2,17 %). Merania boli vykonané v experimentálnej hale *ID22N* v *ESRF*. Zliatina bola umiestnená v žihacej peckve s odporovým ohrievačom. Meralo sa od izbovej teploty s lineárnym nárastom teploty 10 K/min po 700 °C, kde bola krátka výdrž a nasledovalo rýchle ochladenie. Každých 60 s boli snímané experimentálne údaje dopredného jadrového rozptylu pri danej teplote. Cez kaptónové okienko pecky prechádzal 14,413 keV lúč s energetickým rozlíšením 6 meV, ktorý vzbudil všetky energetické hladiny jadier ^{57}Fe v rovnakom čase. Následná deexcitácia bola detegovaná v priamom smere využitím lavínových fotodiód.

4.3. Meranie nepružného jadrového rozptylu

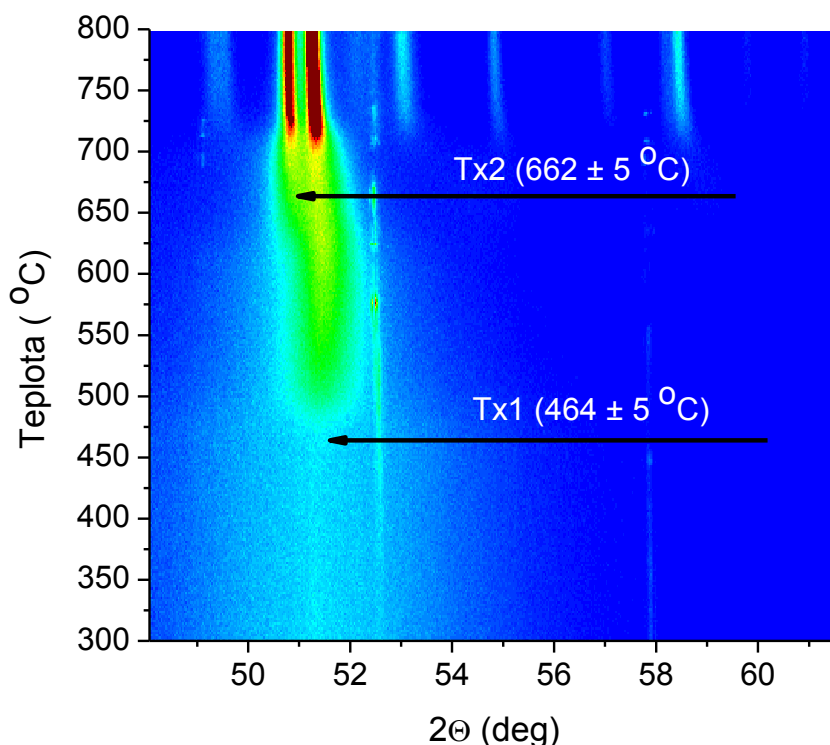
Merania nepružného jadrového rozptylu boli vykonané v *ESRF* v experimentálnej hale *ID18*. Pôvodná amorfná zliatina $^{57}\text{Fe}_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$, a. q. stav a vyžíhaná na 370, 510 a 550 °C po dobu výdrže 30 min a tiež zliatina ($^{57}\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25}$) $_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$, a. q. stav a 370 °C žíhaná 30 min, boli merané nepružným jadrovým rozptylom pri izbovej teplote. Výsledné merania boli porovnané s meraniami vykonanými na železnej fólii. Meralo sa v rozsahu energií od -60 do 80 meV s krokom 5 meV počas doby merania v jednom energetickom okne 23 min, kde 0 meV predstavuje rezonančnú energiu 14,413 keV. Skenovanie energie cez zvolený interval energií sa realizovalo natáčaním rovín dvoch monokryštálov voči sebe na vysoko rozlišovacom monochromátore. Detektor (lavínová fotodióda), umiestnený v priamom smere, zaznamenával referenčnú energiu 14,413 keV alebo $\Delta E = 0$ meV a detektor umiestnený pod vzorkou meral fluorescenčné fotóny nepružného rozptylu.

5. Súhrn výsledkov a nových poznatkov

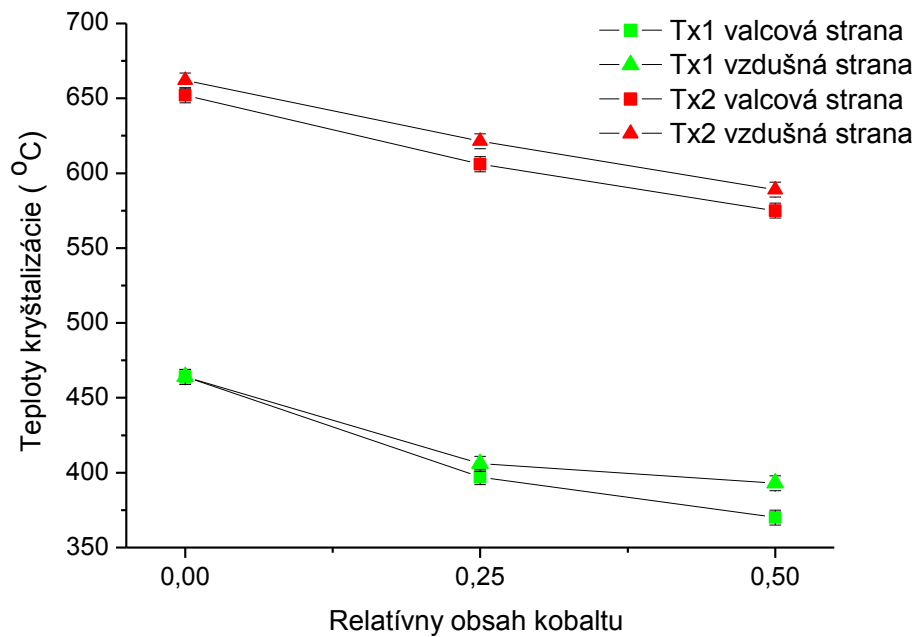
5.1. Výsledky získané meraním difrakcie synchrotrónového žiarenia

Obrázok 1 ilustruje kontúrový graf zliatiny $Fe_{76}Mo_8Cu_1B_{15}$ ($x = 0$) zaznamenaný *in situ* difrakciou synchrotrónového žiarenia s vyznačeným nástupom prvej T_{x1} a druhej T_{x2} teploty kryštalizácie pre vzdušnú stranu pásky.

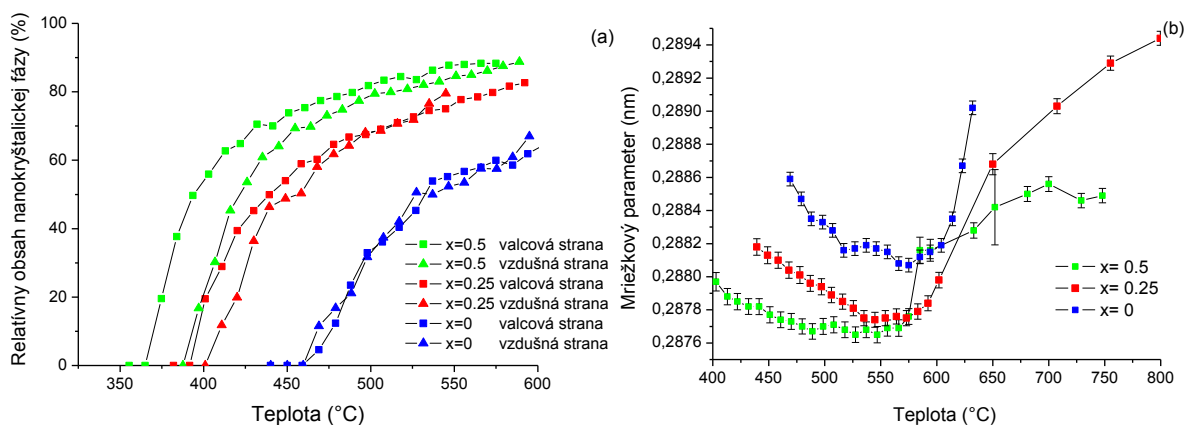
Zliatiny sú po prvú teplotu kryštalizácie T_{x1} v amorfnom stave. Pri dosiahnutí T_{x1} je pozorovaný nárast nanokryštalickej fázy bcc-Fe. Tieto nanokryštalické zrná majú veľkosť rádovo 10 nm [14]. Ďalším zvyšovaním teploty dochádza ku vývinu nanokryštalickej bcc-Fe fázy po druhú kryštalizačnú teplotu T_{x2} . V tejto oblasti sú už zrná bcc-Fe dobre rozvinuté a začínajú sa vytvárať aj iné kryštalické fázy. Závislosť teploty prvej T_{x1} a druhej kryštalizácie T_{x2} v závislosti od relatívneho obsahu kobaltu v zliatinách ilustruje obr. 2. S rastúcim obsahom kobaltu v zliatinách je pozorovateľný pokles prvej T_{x1} aj druhej T_{x2} teploty kryštalizácie, pričom kryštalizácia nastáva pri nižšej teplote na valcovej strane pásky v porovnaní so vzdušnou stranou. Dekonvolúciou primárnych difraktogramov bola získaná závislosť relatívneho obsahu nanokryštalickej fázy od teploty a od obsahu kobaltu v zliatinách. Obrázok 3a ilustruje priebehy relatívnych obsahov vytvárajúcich sa bcc-Fe a bcc-Fe,Co nanokryštalických zrn. Zo stanovených polôh Lorentzovej čiary, prislúchajúcej nanokryštalickej fáze bcc-Fe,Co, sme vypočítali pre reflexiu (110) mriežkový parameter v závislosti od teploty a tiež od obsahu kobaltu, obr. 3b.



Obr. 1 Kontúrový graf v závislosti od teploty žihania zliatiny $Fe_{76}Mo_8Cu_1B_{15}$ ($x = 0$), s vyznačením prvej T_{x1} a druhej T_{x2} teploty kryštalizácie, pre vzdušnú stranu pásky $T_{x1} = 464 \pm 5$ °C a $T_{x2} = 662 \pm 5$ °C.



Obr. 2 Závislosť prvej T_{x1} a druhej T_{x2} teploty kryštalizácie od relatívneho obsahu kobaltu v zliatine získané z experimentov difrakcie synchrotrónového žiarenia.

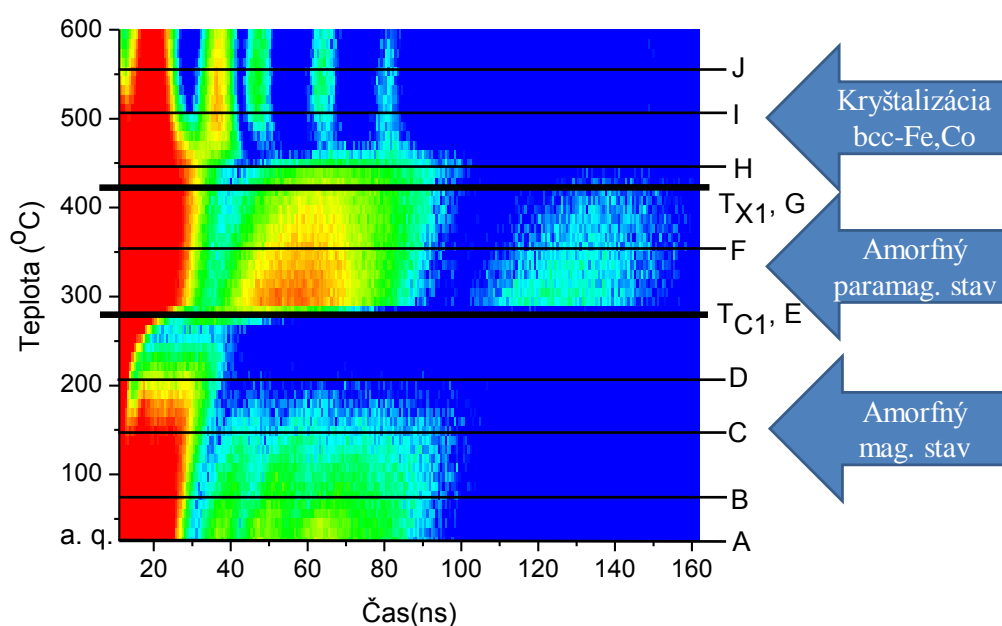


Obr. 3 Relatívny obsah nanokryštalickej fázy v zliatinách v závislosti od teploty a od obsahu kobaltu (a) a závislosť mriežkového parametra od teploty a tiež od obsahu kobaltu na valcovej strane pásy (b).

Pozorovaný počiatočný pokles mriežkového parametra od teploty na obr. 3b je spôsobený formovaním sa mriežky bcc-Fe,Co v procese jej vytvárania. Pri teplotách pre $x = 0$ a 0.25 a 521 °C pre $x = 0.5$ dochádza k optimalizácii usporiadania sformovanej bcc-Fe,Co mriežky, kedy mriežkový parameter dosahuje svoje minimum. Pozorovaný nárast mriežkového parametra od rastúcej teploty je spôsobený teplotnou rozťažnosťou bcc-Fe,Co mriežky počas žihania. Substitučný efekt kobaltu je pozorovateľný v posune optimálnej konfigurácie bcc-Fe,Co mriežky s nárastom obsahu kobaltu, minimálna (optimálna) hodnota mriežkového parametra klesá. Najsilnejší vplyv je pozorovateľný pre obsah Co v Fe 1:1 ($x = 0.5$), kde sa mriežkový parameter ($0,2877\text{ nm}$) blíži ku hodnote pre mriežkový parameter bcc-Fe pri izbovej teplote ($0,2866\text{ nm}$). Odchýlky mriežkového parametra v bezkobaltovej zliatine ($x = 0$) od čistej bcc-Fe fázy sú zrejme spôsobené prítomnosťou Mo v mriežke Fe. V procese formovania sa bcc-Fe,Co mriežky dochádza k vytláčaniu atómov molybdénu atómami kobaltu.

5.2. Výsledky získané meraním dopredného jadrového rozptylu

Obrázok 4 zobrazuje kontúrový graf teplotného vývoja časových záznamov pre zliatinu ($^{57}\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25}$) $_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$, ktorá bola meraná dopredným jadrovým rozptylom. Na grafe sú pozorované tri oblasti. Prvá siaha po teplotu označenú ako $T_{c1} = 281 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$, ktorá predstavuje Curieho teplotu magnetického prechodu v amorfnom stave. Zliatina je v pôvodnom amorfnom stave magnetická. Je v nej pozorovaná distribúcia hyperjemného magnetického poľa, ktorá postupne s rastúcou teplotou klesá k nule. V druhej oblasti po teplote T_{c1} sa ešte stále amorfná zliatina nachádza v paramagnetickom stave, ktorý je charakterizovaný distribúciou elektrických kvadrupólových interakcií. V tomto stave zliatina zotrúva až po teplotu $T_{x1} = 421 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$, kedy začína kryštalizovať a dochádza k vytváraniu bcc-Fe,Co zrn. V týchto troch oblastiach, ktoré sú rozdelené teplotami T_{c1} a T_{x1} , bol pre každú oblasť použitý samostatný fitovací model. Pre oblasť od pôvodného amorfného stavu po T_{c1} sme predpokladali existenciu paramagnetickej komponenty, ktorá bola reprezentovaná distribúciou kvadrupólového štiepenia a dvoma magnetickými komponentami, ktoré boli modelované distribúciami hyperjemných magnetických polí. Tieto komponenty predstavujú celkové zastúpenie hyperjemného magnetického poľa v amorfnom stave. Obrázok 5a zobrazuje teplotnú závislosť relatívneho zastúpenia paramagnetickej a celkovej magnetickej komponenty od žihacej teploty. V nej je pozorovateľný nárast paramagnetickej komponenty a postupný pokles komponenty magnetickej. Táto komponenta postupne vymizne pri teplote T_{c1} a následne je pozorovaná len paramagnetická komponenta amorfného stavu. Tento prechod v obr. 5a nie je zobrazený z dôvodu nízkej početnosti nameraných hodnôt dopredného jadrového rozptylu, ktoré sú porovnateľné s ich chybami, kde po teplote $205 \text{ }^\circ\text{C}$ navrhovaný model už nevyhovoval a pri použití modelu len s jednou magneticou komponentou sme dostali taktiež nepoužiteľné výsledky. Následne boli tieto body vynechané z našej teplotnej závislosti. Na obr. 5.b je zobrazený pokles strednej hodnoty celkového hyperjemného magnetického poľa, pričom v danom teplotnom rozsahu pozorujeme pokles z hodnoty 25 T na 16 T.

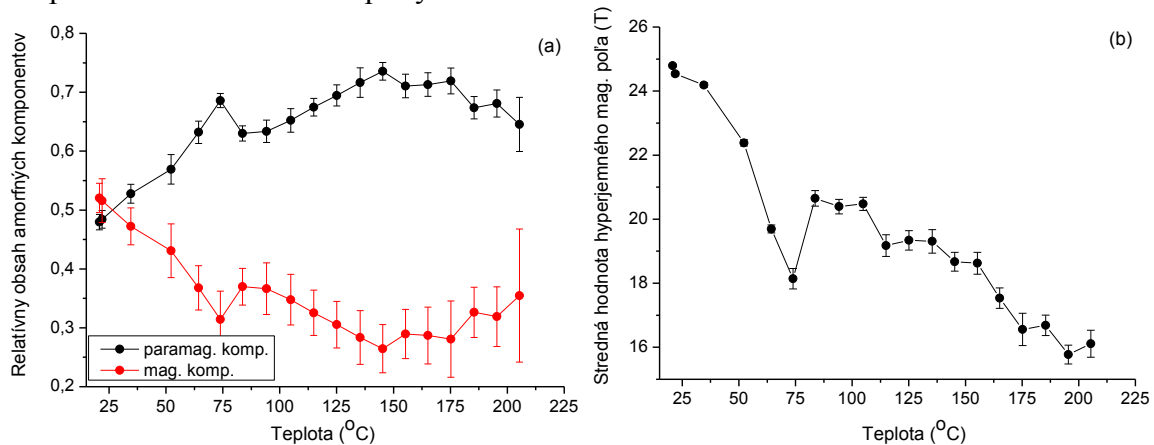


Obr. 4 Kontúrový graf, ktorý zobrazuje vývoj časových záznamov dopredného jadrového rozptylu v závislosti od žihacej teploty pre zliatinu ($^{57}\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25}$) $_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$ s označením Curieho teploty pre amorfný stav T_{c1} a prvej teploty kryštalizácie, T_{x1} . Na grafe sú vynesené teploty (A= $20 \text{ }^\circ\text{C}$, B= $74 \text{ }^\circ\text{C}$, C= $145 \text{ }^\circ\text{C}$, D= $205 \text{ }^\circ\text{C}$, E= $286 \text{ }^\circ\text{C}$, F= $356 \text{ }^\circ\text{C}$, G= $426 \text{ }^\circ\text{C}$, H= $446 \text{ }^\circ\text{C}$, I= $506 \text{ }^\circ\text{C}$, J= $556 \text{ }^\circ\text{C}$).

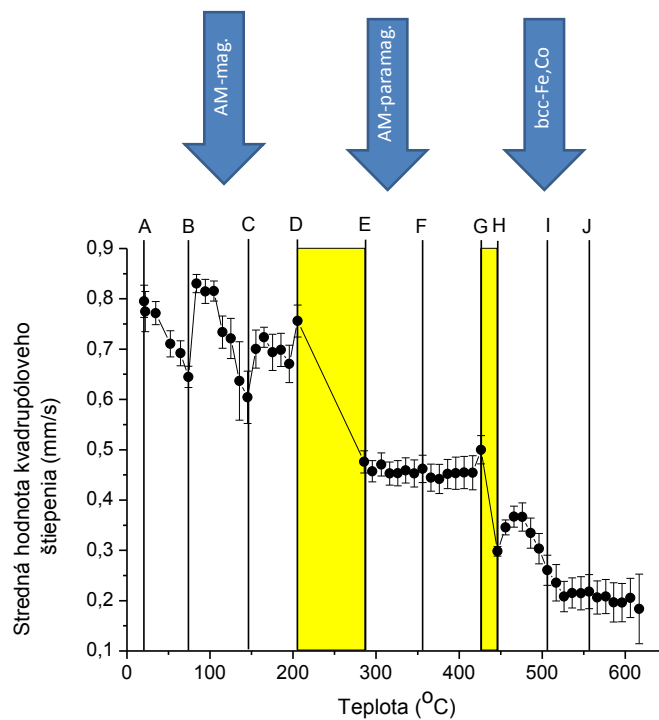
Na obr. 6 je vynesená teplotná závislosť elektrických kvadrupólových interakcií pre celý teplotný beh. Relatívne veľké rozdiely v hodnotách QS súvisia s tým, že v určitej oblasti teplôt, ktorej zodpovedá príslušný štruktúrny stav, je ťažké stanoviť, o aké hyperjemné interakcie sa jedná. Fitovacie modely sme volili na základe tvaru záznamov dopredných jadrových rozptylov, vid' obr. 4. Pre oblasť amorfného magnetického stavu bol navrhnutý model použiteľný po teplote 205 °C. Od 205 °C až po pozorovaný paramagnetický stav je oblasť označená žltou farbou. V tomto rozsahu teplôt nami navrhované modely neboli uspokojujúce. Po teplote T_{c1} totiž model použitý neskôr pre amorfnú paramagnetickú časť, ktorý pozostával len z distribúcie kvadrupólového štiepenia, už nevyhovoval. Dobrá zhoda s použitým modelom bola pozorovaná až v teplotnom intervale od T_{c1} po teplotu T_{x1} , ktorá označuje teplotu prvého kryštalizačného stupňa. V tomto rozsahu teplôt sa amorfná zliatina nachádzala už v paramagnetickom stave, kde pozorujeme pokles QS na hodnotu 0,5 mm/s. Táto hodnota sa drží až po teplotu T_{x1} , kde pozorujeme jej zmenu. Odlišnosti v hodnotách QS pred teplotou T_{c1} a po teplote T_{x1} sú teda spôsobené fitovacími modelmi, ktoré obsahujú rozdielne počty a tiež typy jednotlivých komponent.

Od T_{x1} vyššie sme predpokladali koexistenciu amorfnej a kryštalickej fázy, kde bol amorfný zvyšok modelovaný distribúciou kvadrupólového štiepenia. Rozvíjajúci sa kryštalický stav bol modelovaný použitím dvoch distribúcií hyperjemného magnetického poľa, pričom obidve komponenty popisujú vytvárajúci sa nanokryštalický stav. Týmto distribuovanými magnetickými komponentmi sme odzrkadlili fakt, že nie všetci najbližší susedia v bcc mriežke železa sú len atómy železa, ale treba uvážiť, že kobalt je v bcc mriežke železa zabudovaný nejakým zastúpením [15].

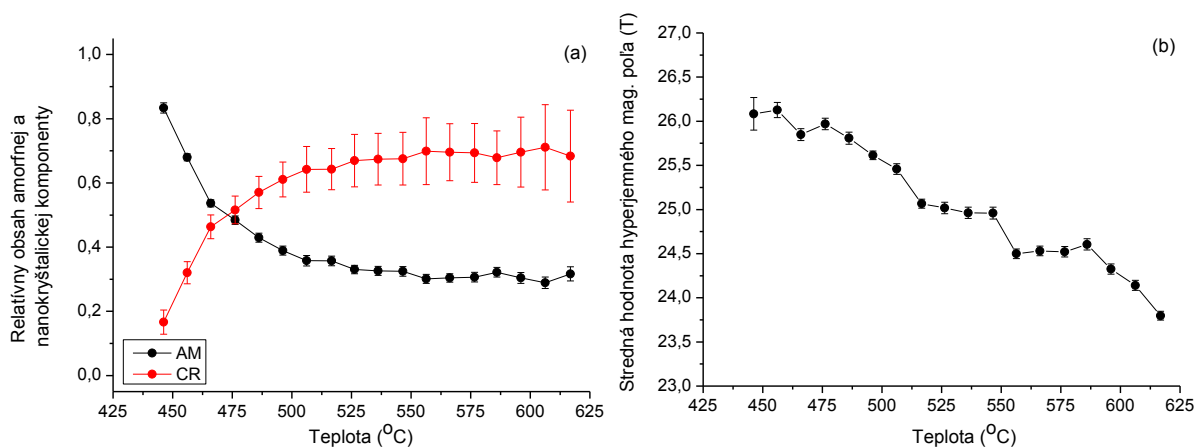
Obrázok 7a ilustruje priebehy relatívneho zastúpenia amorfnej a nanokryštalickej fázy. Z nej je vidieť postupný pokles amorfnej komponenty na úroveň 30 % relatívneho zastúpenia. Priebeh celkového hyperjemného magnetického poľa je zobrazený na obrázku 7b. Z neho je na danom teplotnom intervale pozorovateľný pokles o 2 T, ktorý môže byť spôsobený rastúcou teplotou. Postupným nárastom teploty by zliatina prechádzala do paramagnetického stavu po dosiahnutí Curieho teploty.



Obr. 5 Teplotná závislosť relatívneho obsahu amorfných komponent (a) a strednej hodnoty celkového hyperjemného magnetického poľa (b).

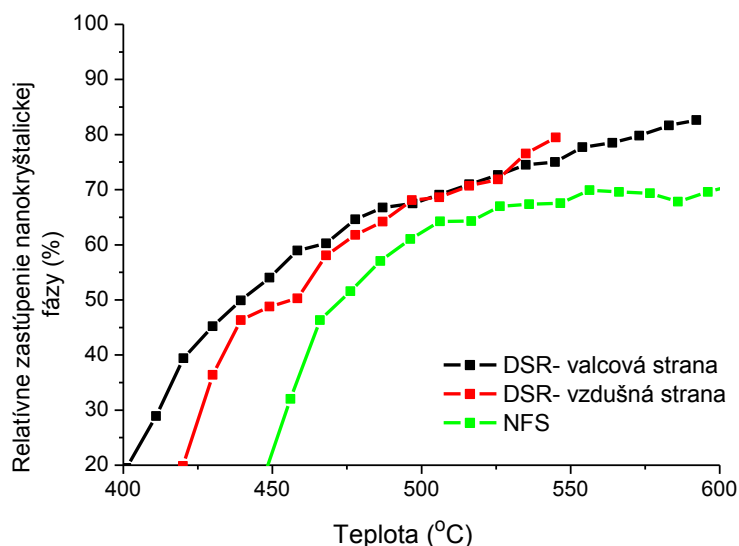


Obr. 6 Teplotný priebeh strednej hodnoty kvadrupólového štiepenia.



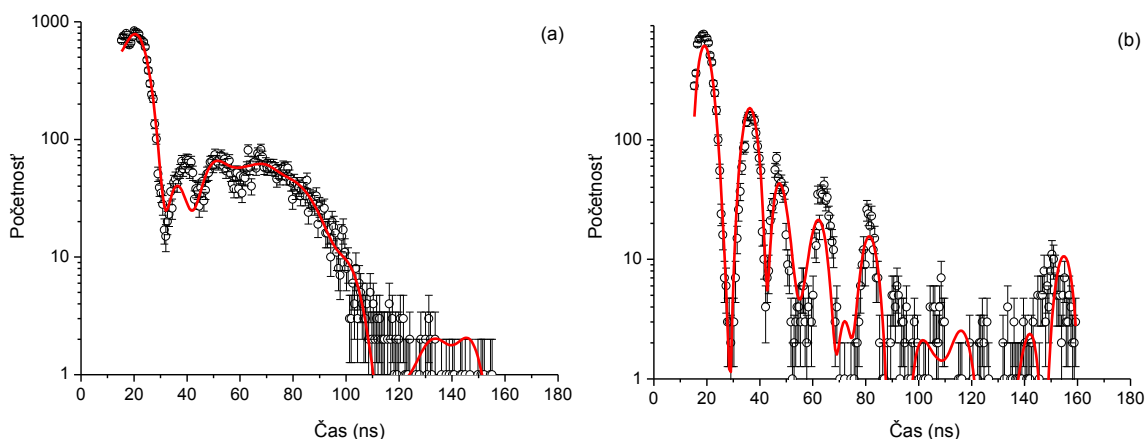
Obr. 7 Závislosť relatívneho obsahu amorfnej (AM) a nanokryštalickej komponenty (CR) od žihacej teploty (a) a teplotný priebeh strednej hodnoty hyperjermného magnetického poľa (b).

Obrázok 8 porovnáva teplotné priebehy relatívneho zastúpenia vznikajúcej nanokryštalickej fázy, ktoré boli získané meraním difrakcie synchrotrónového žiarenia (DSR) a dopredného jadrového rozptylu (NFS). Z obrázka je pozorovateľný podobný trend nárastu pre obe meracie techniky. Treba pripomenúť, že DSR poskytuje informáciu prednostne z podvrchových oblastí do hĺbky asi 1000 nm, kým NFS zachycuje celý objem vyšetrovanej vzorky. Dosažené výsledky však nepriamo potvrdzujú vhodnosť voľby fitovacích modelov pre rekonštrukciu NFS záznamov.



Obr. 8 Porovnanie relatívneho zastúpenia nanokryštalickej bcc-Fe,Co fázy získané z meraní difrakcie synchrotrónového žiarenia (DSR) a dopredného jadrového rozptylu (NFS) pre zliatinu $(^{57}\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25})_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$.

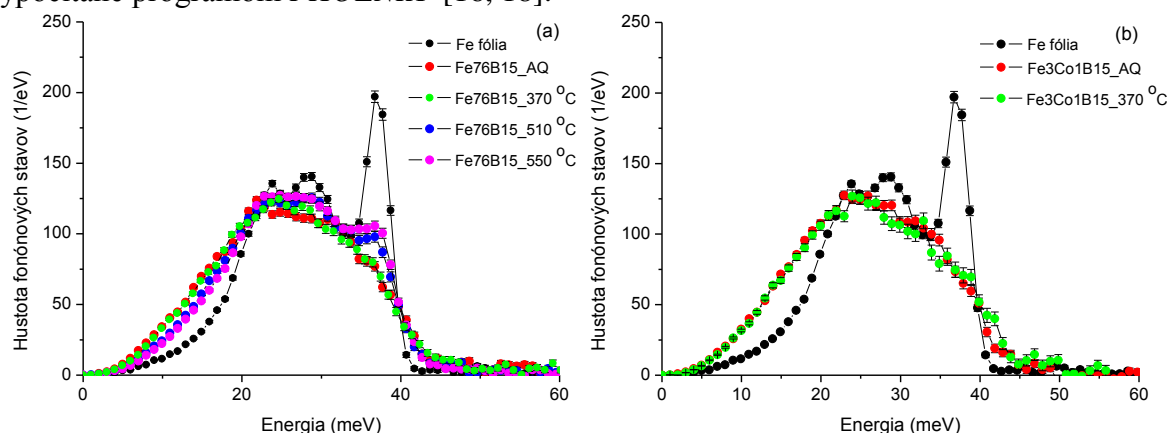
Na fitovanie teplotných priebehov bol použitý výpočtový program *CONNUS* [16, 17] s grafickou nadstavbou *HUBERT*, ktorej autorom je Mgr. Vít Procházka, PhD. a je voľne dostupný na požiadanie. Príklad vypočítaného časového záznamu pre a. q. (20 °C) stav a pre teplotu 556 °C, kde je už rozvinutá kryštalizácia bcc-Fe,Co, je ilustrovaný na obr. 9.



Obr. 9 Časové záznamy dopredných jadrových rozptylov a ich teoretické priebehy vypočítané programom *CONNUS* pre a.q. stav (a) a pre teplotu 556 °C (b).

5.3. Výsledky získané meraním nepružného jadrového rozptylu

Obrázky 10a, b ilustrujú hustoty fonónových stavov pre vybrané zliatiny, ktoré boli vypočítané programom *PHOENIX* [16, 18].



Obr. 10 Vypočítané hustoty fonónových stavov pre zliatinu $^{57}\text{Fe}_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$ (a) a pre zliatinu $(^{57}\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25})_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$ (b).

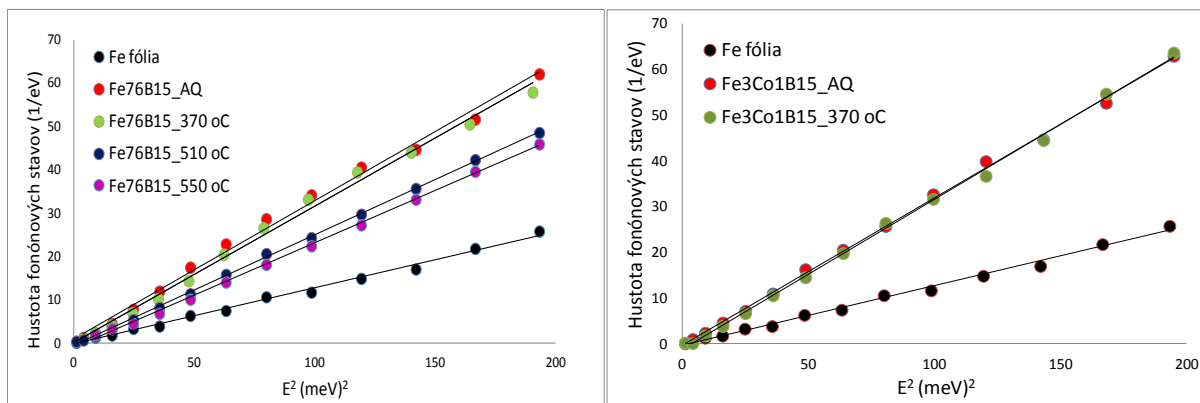
Z hustoty fonónových stavov, obr. 10 sme vybrali oblasť energií od 0 po 14 meV, kde je ešte pozorovateľná lineárna závislosť medzi hustotou fonónového stavu a druhou mocninou energie. Táto závislosť je vynesená v grafe na obr. 11. Vzorky, ktoré sú ešte amorfné, t.j. a. q. a vyžihávané pri nízkej teplote (370 °C), vykazujú výrazné odlišnosti priebehov od plne kryštalického stavu železnej fólie. Rozdielnosti v amorfnej a kryštalickej štruktúre sú dobre identifikovateľné aj z príslušných fonónových stavov. So vzrastajúcim podielom nanokryštalickej fázy vo vzorkách zliatiny $^{57}\text{Fe}_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$, ktoré boli vyžihávané pri teplotách 510 °C a 550 °C, sa ich závislosti fonónových stavov približujú k priebehu pre Fe fóliu, teda úplný kryštalický stav. Podobný jav je popísaný aj pre zliatinu $\text{Fe}_{90}\text{Zr}_7\text{B}_3$ [19]. Nanokryštalický stav je možné popísať ako superpozíciu medzi amorfným a kryštalickým stavom použitím vzťahu [20]:

$$DOS_{NC} = X_{CR} \cdot (DOS_{bcc-Fe})^{\Gamma} + (1 - X_{CR}) \cdot DOS_{AM} \quad (1)$$

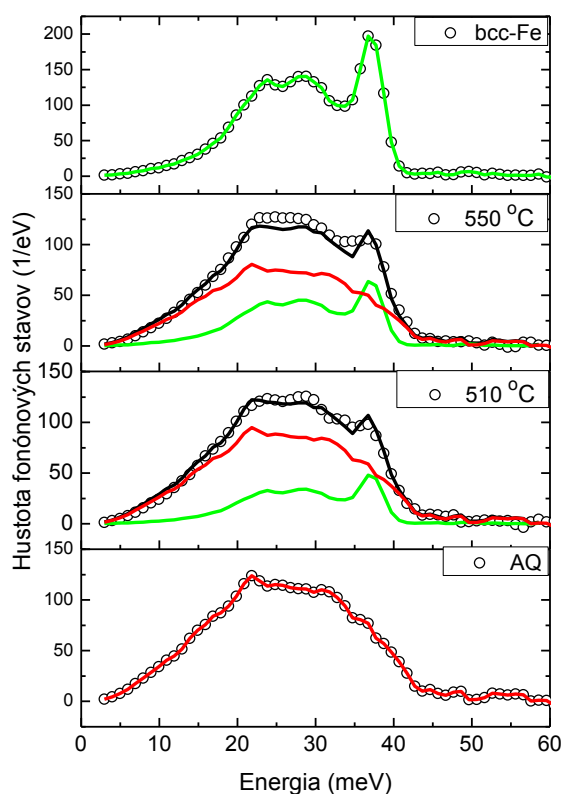
kde X_{CR} , Γ sú voľné parametre, pričom X_{CR} predstavuje relatívne zastúpenie nanokryštalickej fázy, DOS_{NC} , DOS_{bcc-Fe} a DOS_{AM} predstavujú hustoty fonónových stavov pre nanokryštalický, kryštalický a amorfný stav. Vypočítaním parametrov regresnou metódou pre nanokryštalickú zliatinu $^{57}\text{Fe}_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$ sme stanovili hodnoty voľných parametrov a získali sme závislosť hustoty fonónových stavov pre nanokryštalickú a amorfnú časť, ktorá je znázornená na obr. 12. Vypočítané hodnoty voľných parametrov sú uvedené v tabuľke I.

Tab. I Vypočítané hodnoty vybraných parametrov.

parameter	510 °C	550 °C
X_{CR}	0,23±0,02	0,32±0,02
Γ	1,008±0,007	1,010±0,005
χ^2	13	13



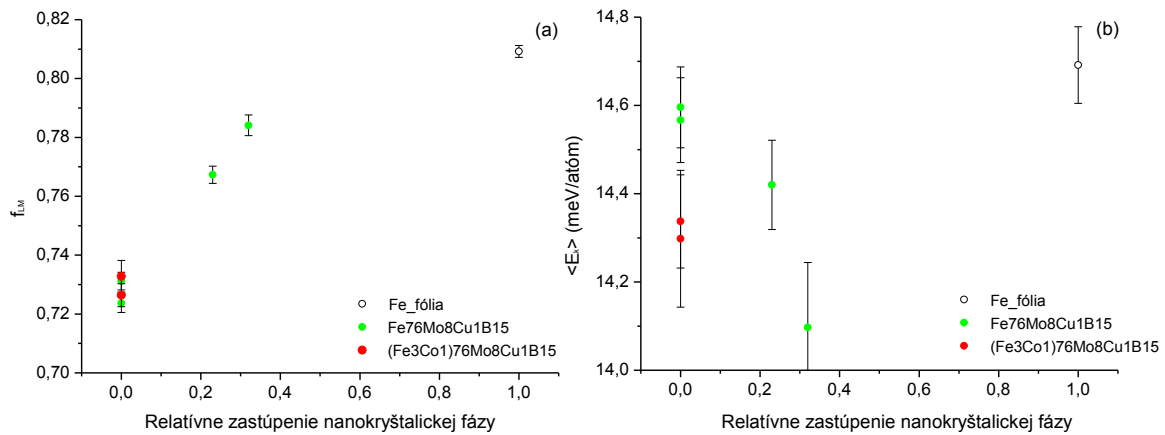
Obr. 11 Závislosť hustoty fonónových stavov od druhej mocniny energie pre zliatinu $^{57}\text{Fe}_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$, (vľavo) a pre zliatinu $(^{57}\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25})_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$ (vpravo).



Obr. 12 Rozklad hustoty fonónových stavov na amorfnú (červená) a nanokryštalickú časť (zelená) pre zliatinu $^{57}\text{Fe}_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$.

Obrázok 13a ilustruje priebeh pravdepodobnosti bezodrazovej gama rezonancie f_{LM} faktora v závislosti od relatívneho zastúpenia nanokryštalickej fázy. Z neho je pozorovateľný nárast s rastúcou hodnotou nanokryštalického stavu. Pre bcc-Fe fóliu má f_{LM} -faktor vypočítaný programom *PHOENIX* hodnotu $0,809 \pm 0,002$. Meranie teplotnej závislosti jadrového nepružného rozptylu bcc-Fe A. Chumakovom a kol. [21] dáva hodnotu pri 294 K $f_{LM} = 0,971(15)$, pričom ju porovnávali aj s údajmi, ktoré boli získané meraním neutrónového rozptylu a stanovili hodnotu $f_{LM} = 0,801$ pri 294 K.

Na obrázku 13b sú vynesené hodnoty strednej kinetickej energie jadier ^{57}Fe tiež v závislosti od relatívneho zastúpenia nanokryštalickej fázy. S rastúcou hodnotou relatívneho zastúpenia táto závislosť klesá. Najväčšiu hodnotu dosahuje pre čistý kryštalický stav.



Obr. 13 Hodnoty vypočítané programom *PHOENIX*. f_{LM} -faktor (a), a stredná kinetická energia jadier ^{57}Fe (b) pre zliatiny $^{57}\text{Fe}_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$, $(^{57}\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25})_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$ a pre bcc-Fe fóliu.

6. Závery pre prax a rozvoj vednej disciplíny

Cieľom práce bolo skúmanie nanokryštalickej zliatin využitím zdrojov synchrotrónového žiarenia. Zliatiny, ktoré sa vyšetřovali, už boli dobre známe z hľadiska ich kryštalizácie a fázového usporiadania. Boli vyšetřované napr. metódami diferenciálnej skenovacej kalorimetrie a Mössbauerovej spektroskopie [9, 10]. Tieto meracie metódy boli vykonané po vyžihnutí zliatiny na danú teplotu a merané pri izbovej teplote. Následne sme využili možnosť *in-situ* teplotných meraní použitím zdrojov synchrotrónového žiarenia tretej generácie. Vlastnosti synchrotrónového žiarenia, akými sú vysoká briliancia, pulzná časová štruktúra, spojitý charakter energie synchrotrónového žiarenia a nízky rozmer lúča, nám umožnili vykonať *in-situ* teplotné merania na vzorkách, ktoré mali plošný rozmer na úrovni 5x2 mm. Na popis vývoja podpovrchovej a objemovej mikroštruktúry počas riadeného nárastu teploty sme na vybraných zliatinách aplikovali difrakciu synchrotrónového žiarenia na synchrotróne *BESSY* v Berlíne a jadrový rezonančný rozptyl v *ESRF* v Grenobli. Konkrétne sme použili meracie techniky dopredného a nepružného jadrového rozptylu.

Merania *in-situ* difrakcie synchrotrónového žiarenia nám poskytli informáciu o štruktúrnych transformáciách tesne pod povrchom vzorky na obidvoch stranách pásky. Touto metódou sme sledovali vplyv kobaltu na kryštalizačné procesy v zliatine $(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$ pre $x = 0, 0.25$ a 0.5 , ktoré začnú prebiehať po dosiahnutí teploty kryštalizácie T_{x1} . Z nameraných teplotných závislostí sme vedeli stanoviť teploty prvého a druhého stupňa kryštalizácie, vid' obr. 2, ako aj nárast relatívneho zastúpenia bcc-Fe,Co nanokryštalickej fázy a vývoj mriežkového parametra v závislosti od rastúcej teploty aj od obsahu kobaltu, vid' obr. 3a, b.

In-situ merania dopredného jadrového rozptylu nám ponúkajú jedinečnú možnosť sledovať vývoj hyperjemných parametrov ako aj samotný vývoj nanokryštalickej bcc-Fe,Co fázy v najbližšom okolí jadier ^{57}Fe v procese tepelného spracovania zliatiny. V práci bola takto vyhodnotená zliatina $(^{57}\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25})_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$, ktorá bola obohatená o jadrá ^{57}Fe a poslúžila ako modelový príklad. Táto zliatina je v pôvodnom amorfnom stave magnetická a postupne s rastúcou teplotou prechádza do paramagnetického stavu pri teplote $T_{c1} = 281 \pm 5$ °C. V tomto stave následne zotrúva po teplotu 421 ± 5 °C, ktorú sme stanovili ako teplotu kryštalizácie, T_{x1} , obr. 4. Po tejto teplote bol pozorovaný trend nárastu nanokryštalickej bcc-Fe,Co fázy, obr. 7a.

Teplotný priebeh nárastu nanokryštalickej bcc-Fe,Co fázy bol porovnaný s priebehmi získanými z meraní *in-situ* difrakcie synchrotrónového žiarenia, obr. 8. Z obrázka je

pozorovateľný podobný trend nárastu nanokryštalickej bcc-Fe,Co fázy. Rozdiely vidno pri náraste bcc-Fe,Co nanokryštalickej fázy a teplotách kryštalizácie T_{x1} . Rozdiel v teplotách kryštalizácie je hlavne daný výberom meracej techniky. Kým pri difrakcii synchrotrónového žiarenia dochádzalo ku reflexiám tesne pod povrchom pásky, tým aj teploty kryštalizácie boli získané z týchto meraní na vzdušnej ako aj na valcovej strane. Merania dopredného jadrového rozptylu zaznamenávali jadrové prechody z celého objemu vzorky.

Ako posledná meracia technika, poskytnutá zdrojom synchrotrónového žiarenia tretej generácie, je meranie nepružného jadrového rozptylu. Tieto merania nám umožnili poskytnúť pohľad na vibračné vlastnosti už tepelne spracovaných vzoriek. Meralo sa na obohatených zliatinách $^{57}\text{Fe}_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$ pre pôvodný amorfný stav a zliatiny vyžíhané na 370, 510 a 550 °C. Merala sa tiež zliatina $(^{57}\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25})_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$, a. q. stav a žíhaná na 370 °C. Na porovnanie sme mali zmerajú obohatenú 10 μm fóliu bcc ^{57}Fe . Merania nám priamo poskytli fonónové spektrá, z ktorých sa následne výpočtom stanovili hustoty fonónových stavov, obr. 10. Z nich sa pre nízkoenergetickú oblasť stanovila Debyeova aproximácia, čiže závislosť hustoty fonónových stavov od kvadrátu energie, ktorá má lineárny priebeh. Z obrázku 11 je zrejmé, že túto aproximáciu je možné použiť aj pre amorfný a nanokryštalický stav. Nanokryštalický stav sme popísali ako superpozíciu amorfného a kryštalického stavu. Takto sme vedeli nanokryštalickú fázu rozložiť na kryštalickú a amorfnú časť, aj s ich relatívnymi zastúpeniami, vid' obr. 12. Z nameraného fonónového spektra sme po normalizácii priamo určili hodnoty f_{LM} -faktora, čiže pravdepodobnosť bezodrazovej gama rezonancie od relatívneho zastúpenia nanokryštalickej fázy, obr. 13a, a stredné hodnoty kinetickej energie jadier ^{57}Fe tiež od relatívneho zastúpenia nanokryštalickej fázy, obr. 13b.

Touto prácou sa poukázalo na využitie synchrotrónového žiarenia pri štúdiu transformačných procesov v nanokryštalických zliatinách. Pritom boli vybrané meracie techniky, ktoré sa za bežných laboratórnych podmienok nedajú zrealizovať. Jedná sa hlavne o teplotné merania, kde je potrebný rýchly zber dát s primeranou štatistikou. Tieto nezávislé merania nám poskytli aj prieniky medzi sebou. Meraním difrakcie synchrotrónového žiarenia a dopredného jadrového rozptylu sme vedeli stanoviť nárast kryštalickej teploty a získať priebehy relatívneho zastúpenia nanokryštalickej fázy, vid' zliatina $(^{57}\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25})_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$ a porovnať ich medzi sebou. Okrem iného, každá z týchto meracích techník poskytne informáciu, na ktorú je iná meracia technika necitlivá. Napríklad merania difrakcie synchrotrónového žiarenia nám poskytnú informáciu o fázovom zložení vyšetřovaného systému prípadne o mriežkových parametroch. Informáciu o vývoji hyperjemných parametrov počas kontinuálnej zmeny teploty nám prinesú merania dopredného jadrového rozptylu. Podobne informácie o vibračných a termodynamických vlastnostiach materiálov nám poskytnú len merania nepružného jadrového rozptylu. Toto je dané fyzikálnymi princípmi jednotlivých meracích techník, ktoré nám vedia súčasne poskytnúť iba zdroje synchrotrónového žiarenia tretej generácie.

7. Literatúra

- [1] Pfeifer, F., Radloff, C., *J. Mag. Mag. Mat.* 19 (1980) 190.
- [2] Boll, R., Warlimont, H., *IEEE Transactions* 17(6) (1981) 3053.
- [3] Rajkovic, M., Buckley, R. A., *Metal. Sci.* 15 (1981) 21.
- [4] Chen, C., Magnetism and metallurgy of soft magnetic Materials, New York, Dover Publications, 1986.
- [5] McHenry, M. E., Willard, D. E., Laughlin, D. E., *Prog. Mat. Sci.* 44 (1999) 291.
- [6] Yoshizawa, Y., Oguma, S., Yamauchi, K., *J. Appl. Phys.* 64 (1988) 6044.
- [7] Suzuki, K., Makino, A., Kataika, N., Inoue, A., Masumoto, T., *Mater. Trans. JIM.* 32 (1991) 93.
- [8] Willard, M. A., Huang, M. Q., Laughlin, D. E., McHenry, M. E., Cross, J. O., Harris, V. G., Franchetti, C., *J. Appl. Phys.* 85 (1999) 4421.
- [9] Miglierini, M., Kaňúch, T., Švec, P., Krenický, T., Vůjtek, M., Zbořil, R., *Phys. Stat. Sol.* 243 (2006), 57.
- [10] Kaňúch, T., Miglierini, M., Lančok, A., Švec, P., Illeková, E., *Acta Phys. Pol. A.* 113 (2008) 63.
- [11] Narasimhan, M. C.U. S. Pat. No. 4.142.571. 1979.
- [12] Carpenter, K., Steen, P. H, *J. Mater. Sci.* 27 (1992) 215.
- [13] Paluga, M., „Skúmanie fázovej transformácie amorfného kovového systému Fe-Co-Mo-Cu-B“, *dizertačná práca*, 2009.
- [14] Paluga, M., Švec, P., Janičkovič D., Müller, D., Mrafko, P., Miglierini, M., *Rev. Adv. Mat. Sci.* 18 (2008) 481.
- [15] Miglierini, M., *J. Physics: Conference Series.* 217 (2010) 012092.
- [16] Sturhahn, W., *Hyp. Int.* 74 (2000) 149.
- [17] Sturhahn, W., Gerdau, E., *Phys. Rev. B.* 49 (1994) 9285.
- [18] Sturhahn, W., Toellner, T., Apl, E. E., Zhang, X., Ando, M., Yoda, Y., Kikuta, S., Seto, M., Kimball, C. W., Dabrowski, B., *Phys. Rev. Lett.* 74 (1995) 3832.
- [19] Stankov, S., Miglierini, M., Chumakov, A. I., Sergueev, I., Yue, Y. Z., Sepiol, B., Švec, P., Hu, L., Ruffer, R., *Phys. Rev. B.* 82 (2010) 144301.
- [20] Pasquini, L., Barla, A., Chumakov, A. I., Leupold, O., Ruffer, R., Deriu, A., Bonetti, E., *Phys. Rev. B.* 66 (2002) 073410.
- [21] Chumakov, A. I., Ruffer, R., Baron, A. Q. A., Grünsteudel, H., Grünsteudel, H. F., *Phys. Rev. B.* 54 (1996) 959.

8. Zoznam publikácií autora súvisiacich s problematikou dizertačnej práce

Vedecké práce v zahraničných karentovaných časopisoch

- [1] Hatala, T., Miglierini, M., Transformation of Hyperfine Interactions in Co-Substituted Nanoperm- Type Alloy during Annealing, *Acta Physica Polonica A.* 118 (2010) 764.

- [2] Miglierini, M., Hatala, T., Frydrych, J., Šafářová, K., Surface Crystallization of Co-Containing Nanoperm-Type Alloys, *Hyperfine Interactions*. 205 (2012) 125.

Publikované príspevky na domácich vedeckých konferenciách

- [3] Hatala, T., Miglierini, M., In Situ Crystallization of Amorphous Alloy $(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$, for $x=0, 025, 05$, Studied by Diffraction of Synchrotron Radiation, In *ELITECH'10 : 12th Conference of Doctoral Students*. Bratislava, Slovak Republic, 2010.
- [4] Hatala, T., Pavúk, M., Miglierini, M., Kinetics of Crystallization in Co-Substituted Nanoperm-Type Alloys Studied by Diffraction of Synchrotron Radiation, In *APCOM 2010. Applied Physics of Condensed Matter : Proceedings of the 16th International Conference*. Malá Lučivná, Slovak Republic, 2010, 117.
- [5] Hatala, T., Miglierini, M., Crystallization of Amorphous $(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{76}\text{Mo}_8\text{Cu}_1\text{B}_{15}$ Alloy, In *APCOM 2011. Applied Physics of Condensed Matter : Proceedings of the 17th International Conference*. Nový Smokovec, Slovak Republic, 2011, 304.
- [6] Hatala, T., Miglierini, M., Nuclear Forward Scattering of Synchrotron Radiation, In *APCOM 2012. Applied Physics of Condensed Matter : Proceedings of the 18th International Conference*. Štrbské Pleso, Slovak Republic, 2012, 103.
- [7] Pavúk, M., Hatala, T., Miglierini, M., In Situ Crystallization of Amorphous Fe-MoCu-B Alloy Studied by Diffraction of Synchrotron Radiation, In *APCOM 2010. Applied Physics of Condensed Matter : Proceedings of the 16th International Conference*. Malá Lučivná, Slovak Republic, 2010, 113.

Abstrakty príspevkov z domácich konferencií

- [8] Hatala, T., Pavúk, M., Miglierini, M., Co-Substituted NANOPERM-Type Alloys Studied by Synchrotron Radiation, *Nanoved & Nanotech & Techtransfer 2010 : 5th International Conference on Nanosciences, Nanotechnologies, Nanomaterials, Nanomedicine and Technology Transfer. Program and Abstracts*, Bratislava, Slovak Republic, 2010, 10.
- [9] Hatala, T., Miglierini, M., Transformation of Hyperfine Interactions in Co-Substituted Nanoperm-Type Alloy during Annealing, In *CSMAG'10, 14th Czech and Slovak Conference on Magnetism*, Košice, Slovak Republic, 2010, 96.
- [10] Pavúk, M., Hatala, T., Miglierini, M., Influence of Glass-Forming Element (Boron) on Surface Crystallization of NANPERM-Type Alloys, In *Nanoved & Nanotech & Techtransfer 2010 : 5th International Conference on Nanosciences, Nanotechnologies, Nanomaterials, Nanomedicine and Technology Transfer. Program and Abstracts*, Bratislava, Slovak Republic, 2010, 20.

Abstrakty príspevkov zo zahraničných konferencií

- [11] Hatala, T., Miglierini, M., Evolution of Nanocrystalline Grains in Fe-Mo-Cu-B-type NANOPERM Alloy with Varying Co Content, In *7th Seeheim Workshop on Mössbauer Spectroscopy* : Frankfurt, Germany, 2011, 168.
- [12] Miglierini, M., Hatala, T., Frydrych, J., Šafářová, K., Surface Crystallization of Co-Containing Nanoperm-Type Alloys, In *ICAME 2011. International Conference on the Applications of the Mössbauer Effect* : Kobe, Japan, 2011, 158.

9. Summary

This thesis is focused on the investigation of the NANOPERM-type nanocrystalline alloy using the third generation source of synchrotron radiation. High brilliance radiation, focused, with pulse time structure and with combined high resolution monochromators is a powerful tool for the investigation of small size samples during *in-situ* regime. We used the diagnostic methods like diffraction of synchrotron radiation (*DSR*) and nuclear resonant scattering techniques, namely nuclear forward scattering (*NFS*) and nuclear inelastic scattering (*NIS*). Patterns from *DSR* experiment were obtained from the *BESSY* Berlin synchrotron radiation source. Using *DSR* we observed an evolution of the bcc-Fe,Co nanocrystalline state during heat treatment. *NFS* and *NIS* experiments were obtained from *ESRF* Grenoble at the beamline ID22N and ID18, respectively. *NFS* allowed us to obtain hyperfine parameters (quadrupole electric and magnetic dipole interactions) in the nearest surrounding of the nuclei of ^{57}Fe . Using *in-situ* measurements of the *NFS* technique, we obtained an evolution of the magnetic hyperfine field and its transition to the paramagnetic state through the Curie temperature in the amorphous state. After transition of the first crystallization temperature, we have observed a rise of the bcc-Fe,Co nanocrystalline state. Information about vibrational properties of the samples was achieved by *NIS* experiments. In addition, we have obtained density of the phonon states for selected samples and the low energy linear approximation (Debye approx.) from the square of the energy. In case of nanocrystalline samples, the resulting functions were decomposed into contributions from the amorphous and the crystalline states. Finally, Lamb-Mössbauer factor and mean kinetic energy of ^{57}Fe nuclei were calculated.