

SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE
FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A INFORMATIKY

Mgr. Dominika Holková
Autoreferát dizertačnej práce

**MODIFIKÁCIA AMORFNÝCH KOVOVÝCH ZLIATIN
A NANOKRYŠTÁLOV POMOCOU ŽIARENIA**

Evidenčné číslo: FEI-104400-82206

Bratislava, august 2018

Obsah

Abstrakt	4
Abstract	5
ÚVOD	7
1. SÚČASNÝ STAV PROBLEMATIKY VÝSKUMU A VÝVOJA AMORFNÝCH PREKURZOROV A NANOKRŠŤALICKÝCH ZLIATIN.....	9
1.1.Všeobecné vlastnosti amorfných prekurzorov a nanokryštalických zliatin.....	9
1.2. Štruktúra amorfných a nanokryštalických zliatin.	10
1.3. Základné vlastnosti mäkkých magnetických materiálov	13
1.4. Základné charakteristické magnetické vlastnosti amorfných a nanokryštalických zliatin.....	14
2. NANOMET	15
3. MODIFIKÁCIA ZLIATIN POMOCOÚ ŽIARENIA	17
3.1. Radiačné poškodenie	17
3.2. Vplyv elektrónov	17
4. METÓDY ANALÝZY	18
4.1. Využitie Mössbauerovej spektrometrie pri skúmaní nanokryštalických zliatin.....	18
4.2. Röntgenova difrakcia (XRD)	19

5. OŽAROVANIE ELEKTRÓNMI.....	20
5.1. Simulácia ožarovania vzoriek elektrónmi	20
5.1.1. Vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$	21
5.1.2. Vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$	24
6. SIMULÁCIA IMPLANTÁCIE IÓNOV CU.....	28
6.1. Vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$	29
6.2. Vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$	36
ZÁVER.....	41
Zoznam publikačnej činnosti	43
Bibliografia.....	48

Abstrakt

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

Študijný program: Fyzikálne inžinierstvo

Autor: Mgr. Dominika Holková

Názov dizertačnej práce: Modifikácia amorfných kovových zliatin a nanokryštálov pomocou žiarenia

Školiteľ: prof. Ing. Jozef Sitek, DrSc

Dátum odovzdania: august 2018

Dizertačná práca sa zaoberá aktuálnou témou modifikácie amorfných zliatinových vzoriek a nanokryštálov pomocou elektrónového ožarovania a implantácie Cu iónov. Jednotlivé radiačné účinky sú v práci kombinované s tepelným žihaním. Táto práca je zameraná na využitie elektrónov, prípadne ťažkých iónov na modifikáciu amorfných kovových zliatin a nanokryštálov. Ukazuje sa, že práve vplyvom ionizujúceho žiarenia a tepelným žihaním by bolo možné modifikovať vlastnosti niektorých amorfných a nanokryštalických zliatin. Predmetom záujmu tejto práce je poukázať na možnosti takejto technológie s vyústením na aplikáciu pre nový typ kryštalickej zliatiny NANOMET. Ťažisková vyhodnocovacia metóda dizertačnej práce je Mössbauerova spektroskopia. Výsledky v práci sú vyhodnotené meraniami XRD a tiež AFM analýzou povrchov. Vo výsledkoch sú uvedené možnosti modifikácie zliatinových vzoriek pomocou implantácie a elektrónového ožarovania. Práca uvádza, že je možné vplyvom ožarovania a implantácie vytvoriť modifikované zliatinové vzorky s požadovanými vlastnosťami. Zároveň uvádza faktory ovplyvnenia modifikácie ako je chemické zloženie a prvkové zastúpenie.

Abstract

SLOVAK UNIVERSITY OF TECHNOLOGY IN BRATISLAVA
FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND
INFORMATION TECHNOLOGY
INSTITUTE OF NUCLEAR AND PHYSICAL ENGINEERING

Degree course: Physical Engineering

Author: Mgr. Dominika Holková

Title of dissertation thesis: Modification of amorphous metallic alloys and nanocrystals using radiation

Supervisor: prof. Ing. Jozef Sitek, DrSc

Submission: August 2018

Dissertation thesis was focused on the current topic of amorphous alloys and nanocrystal samples modification by the electron irradiation and by the implantation of copper ions. Particular radiation effects are in combination with thermal annealing in this thesis. This thesis is focused on electrons, eventually ions that can modify the amorphous metal alloys and nanocrystals. It is shown, that the effects of ionizing radiation and thermal annealing can modify properties of some amorphous and nanocrystal alloys. The subject of the interest of this thesis is to point out the possibilities of this technology with possible application for new type of nanocrystal alloy NANOMET. Main evaluation method in the dissertation thesis is Mössbauer spectroscopy. Results proposed in the thesis were evaluated by XRD measurement and also by AFM surface analysis. The possible modifications of alloy samples by the implantation and electron irradiation are described in the results. The thesis shows that by the effect of irradiation and implantation is possible to create modified alloy samples with required properties. Moreover, the factors that influence the modification are described such as chemical composition and element content.

CIELE DIZERTAČNEJ PRÁCE

Témou dizertačnej práce je modifikácia vlastností amorfných kovových zliatin a nanokryštálov pomocou žiarenia. V práci by mali byť zhodnotené súčasné poznatky a možnosti modifikácie vlastností uvedených materiálov pomocou implantácie iónov Cu a ožarovania elektrónmi.

1. Spracovať prehľad vlastností v súčasnosti využívaných nanokryštalických zliatin na báze železa so zameraním na detailné rozpracovanie vlastností NANOMETU. Zamerať sa pritom na vplyv rôznych druhov žiarenia na uvedený druh zliatin.
2. Upriamiť pozornosť na tepelné žihanie NANOMETU pri rôznych teplotách a časoch žihania, pričom žihanie by nasledovalo vždy po ožiarení rôznymi dávkami elektrónov a implantácie iónov medi.
3. Implantovať ióny medi do základného NANOMETU v amorfnom i nanokryštalickom stave a taktiež do NANOMETU s obsahom kobaltu.
4. Ako nosnú metódu použiť Mössbauerovu spektroskopiu, ako doplňujúcu XRD prípadne ďalšie analytické metódy.
5. Zostaviť simulácie priebehu ožarovania elektrónmi a simulácie o implantácií iónov medi do štruktúry.
6. Na základe získaných výsledkov stanoviť možnosti poprípadne technológiu modifikácie vybraných amorfných kovových zliatin pôsobením elektrónov a implantáciou iónov na prípravu nanokryštálov.

ÚVOD

Dizertačná práca sa zaoberá aktuálnou témou modifikácie amorfných vzoriek a nanokryštálov pomocou ožarovania elektrónmi a implantácie Cu iónov. Jednotlivé radiačné účinky sú v práci kombinované s tepelným žihaním. Nanokryštalické materiály sa stali atraktívne pre viaceré aplikácie. Medzi známe nanokryštalické materiály patria FINEMENT, NANOPERM, HITPERM. V poslednej dobe sa do centra pozornosti dostal nový nanokryštalický materiál NANOMET. Všetky nanokryštalické materiály sú známe svojimi mäkkými magnetickými vlastnosťami, ktoré sú súčasťou elektrotechnického odvetvia.

Táto práca je zameraná na využitie elektrónov, prípadne ťažkých iónov, na modifikáciu amorfných kovových zliatin a nanokryštálov. Ukazuje sa, že práve vplyvom ionizujúceho žiarenia a tepelným žihaním by bolo možné modifikovať vlastnosti niektorých amorfných a nanokryštalických zliatin. Predmetom záujmu tejto práce je poukázať na možnosti technológie s vyústením na aplikáciu pre nový typ kryštalickej zliatiny NANOMET.

Teoretická časť je venovaná všeobecným poznatkom o amorfných a nanokryštalických vzorkách na báze Fe. Súčasný stav zahrňuje problematiku výskumu zliatiny NANOMET. Ďalej je všeobecne popísané radiačné poškodenie materiálov ako aj zhodnotený prehľad vplyvu ožarovania elektrónmi na nanokryštály. V kapitole súčasný stav sú rozobraté efekty prítomných prvkov ako sú Cu, Si, P, Co a ich vplyv na štruktúru pri žihaní. Zároveň sa venujeme radiačnému poškodeniu a modifikácii amorfných kovových zliatin ožarovaním elektrónmi a implantáciou iónov Cu do štruktúry.

Ťažisková vyhodnocovacia metóda dizertačnej práce je Mössbaueroverova spektroskopia, pričom bol kladený dôraz na tie parametre, ktoré charakterizujú amorfné kovové zliatiny a nanokryštály z hľadiska ich štruktúry, ako aj z hľadiska vplyvu ožarovania elektrónmi a implantácie Cu iónov na ich vlastnosti. Výsledky práce sú doplnené meraniami XRD a AFM. Sú uvedené aj výsledky získané pomocou simulačných programov, ktoré nám poskytujú informácie o trajektórii častíc vo vzorke v procese ožarovania elektrónmi a implantácie Cu.

V práci sú posudzované vplyvy ožarovania elektrónmi a implantácie na obsahové zloženie a ich účinok pri vytvorení kryštalickej štruktúry, redistribúcia atómov v amorfnej vzorke, k zmene magnetickej mikroštruktúry, ktoré sa prejavili v zmene štrukturálneho zloženia vzoriek. Skúmané zloženie a obsahové zastúpenie prvkov je jedným z podstatných faktorov modifikácie a rozhoduje o možnostiach modifikácie, radiačnej a tepelnej stability vzorky. Vo výsledkoch sú uvedené možnosti modifikácie vzoriek pomocou implantácie a ožarovania elektrónmi. Práca poukázala, že je možné vplyvom ožarovania a implantácie vytvoriť modifikované vzorky s požadovanými vlastnosťami. Zároveň uvádza faktory ovplyvnenia modifikácie ako je chemické zloženie a prvkové zastúpenie.

Všetky faktory skúmané v dizertačnej práci sú dôležité pre posúdenie vzoriek ako vhodných materiálov s magneticky mäkkými vlastnosťami, ktoré sú nevyhnutné pre nezastaviteľne napredujúci technológiu. Kombinácia žihania a ožarovania elektrónmi alebo implantácia iónov vedie k sofistikovanejšej výrobe požadovaných materiálov.

1. SÚČASNÝ STAV PROBLEMATIKY VÝSKUMU A VÝVOJA AMORFNÝCH PREKURZOROV A NANOKRŠŤALICKÝCH ZLIATIN

1.1. Všeobecné vlastnosti amorfných prekurzorov a nanokryštalických zliatin

Amorfné kovové zliatiny známe aj ako kovové sklá (anglicky „metallic glasses“) predstavujú dvoj- alebo viac-fázový systém s neusporiadanou štruktúrou a s vysokým obsahom kovových prvkov [1]. Amorfná kovová zliatina je látka, v ktorej neexistuje kryštalické (alebo kvázikryštalické) pravidelné usporiadanie atómov. Amorfnú štruktúru možno prirovnať k „zamrznutej“ kvapaline. Pri klasifikácii amorfných a nanokryštalických zliatin by sa malo brať do úvahy usporiadanie atómov na krátku a dlhú vzdialenosť.

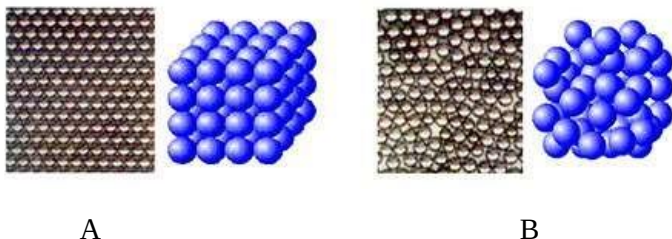
Nanokryštalické kovové zliatiny predstavujú dvoj- alebo viac-fázový systém pozostávajúci súčasne z neusporiadanej amorfnej fázy a kryštalickej fázy s rozmerom zŕn rádovo nanometre [2]. Unikátna štruktúra a vlastnosti týchto malých atómových zhlukov vzbudili vedecký a technický záujem, pretože predstavujú prechodný stav medzi štruktúrou s vlastnosťami izolovaných atómov a objemovou tuhú látkou [3].

Ich nesporne významnou vlastnosťou je, že každé nanokryštalické zrno sa správa ako magnetická doména. V posledných rokoch sa nanokryštalické zliatiny stali atraktívne pre mnoho aplikácií [1]. Metódou kontrolovanej kryštalizácie z amorfných prekurzorov je možné pripraviť špičkové magneticky mäkké nanokryštalické materiály (nízka hodnota koercitívneho poľa a premagnetizačných strát, vysoká hodnota permeability) [4].

1.2. Štruktúra amorfných a nanokryštalických zliatin

Štruktúra amorfných prekurzorov a nanokryštalických zliatin sa výrazne odlišuje od základných štruktúr tuhých látok, znázornených na obr. 1.1. a to:

- a) kryštalický stav- charakteristický usporiadaním častíc na dlhú vzdialenosť,
- b) amorfný stav- charakteristický usporiadaním častíc na krátku vzdialenosť.

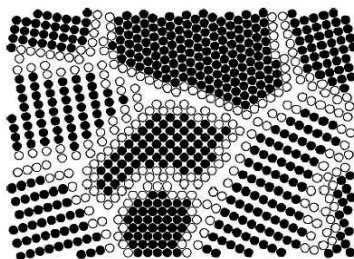


Obr.1.1.: A.) Kryštalická štruktúra, B.) Amorfná štruktúra [2]

Usporiadanie atómov na hranici jedného zrna závisí od orientačných vzťahov príľahlých zŕn. Štruktúra atómov na hraniciach zŕn nezodpovedá usporiadaniu na krátku ani dlhú vzdialenosť. Atómy na hranici jedného zrna je možné v priblížení popísať ako typ štruktúry tuhého stavu s náhodným usporiadaním častíc. S určitým zjednodušením sa môžu nanokryštalické vzorky považovať za zliatiny zložené čiastočne z jemnozrnných kryštálov a čiastočne zo špecifických fáz, podobných usporiadaniu v amorfnom stave [3].

Z hľadiska štruktúry nanokryštalických materiálov [5] sa určitá časť atómov nachádza na hraniciach zŕn, ktoré obsahujú aj pravidelne usporiadané atómy. Zrná sú oddelené hranicami,

na ktorých dochádza k výrazným rozdielom v štruktúrnej stavbe zliatiny. Na hraniciach sa mení najmä pravidelné usporiadanie atómov, čo vedie k zmenám medziatómových vzdialeností a počtu navzájom susediacich atómov. Na obr. 1.2. je schematicky znázornený model štruktúry nanokryštalických materiálov [6].



Obr.1.2.: Model štruktúry nanokryštalických zliatin. Čierne body predstavujú atómy kryštálov, biele body znázorňujú atómy hraníc – fázového rozhrania [6].

Nanokryštalické zliatiny majú sklon k rastu zŕn. Zatiaľ čo pri jednofázových materiáloch nastáva rast zŕn pri nízkyh teplotách, u viacfázových sa naruší veľkosť zŕn a dochádza k rastu veľkosti až pri teplotách 500 – 600 °C. Nanokryštalické zliatiny majú oveľa väčšiu rozťažnosť ako kryštalické či amorfné materiály podobného zloženia. Na hranici zŕn dochádza k výraznej difúzii, čo spôsobuje, že je samodifúzia v nanokryštalických zliatinách oveľa väčšia ako v kryštalických materiáloch [7, 8]. Tvrdosť sa v porovnaní s amorfnými prekurzormi podstatne zväčší, čo má za následok vyššiu krehkosť materiálu.

Z hľadiska zloženia je známych niekoľko typov nanokryštalických zliatin:

- FINEMET-zliatiny Fe-M-Si-B-Cu (M = Nb, Ta, V, ...) . Táto zliatina bola pripravená ako jedna z prvých. Vykazuje mimoriadne dobré mäkké magnetické vlastnosti, ktoré sú

pripisované nízkej magnetokryštalickej anizotropii [9]. Ide predovšetkým o vysokú hodnotu počiatočnej permeability a malú koercitívnu silu. Ďalej je to vysoké magnetické nasýtenie, takmer nulová magnetostrikcia a nízka štruktúrna anizotropia. Táto zliatina tiež vykazuje časovú stabilitu štruktúry.

□ NANOPERM - zliatiny Fe-M-B(-Cu) (M = Zr, Nb, Hf, ...). Pre tento typ zliatin bola dosiahnutá nízka hodnota koeficientu magnetostrikcie a súčasne vysoká hodnota permeability. Kryštalicá štruktúra je z hľadiska fázového zloženia jednoduchšia ako pri FINEMETe.

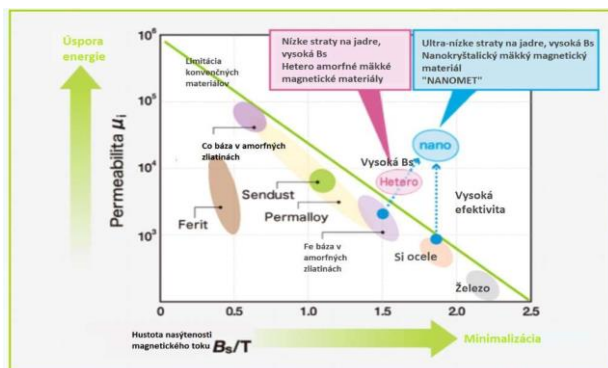
□ HITPERM - zliatiny Fe-Co-M-B(-Cu) (M = Zr, Nb, Hf, ...). Vyznačuje sa kombináciou magnetickej indukcie s vysokou hodnotou permeability a vysokou Currieho teplotou [3].

□ NANOMET- jedná sa o nový typ zliatiny, ktorý sa skladá z Fe-Si-B-P-Cu. Základ zliatiny tvorí klasický FINEMET FeSiB s prídavkom fosforu 3-4 %, taktiež obsahuje menej než 1% medi a obsah železa je viac ako 80 %. Výsledná amorfná štruktúra pozostáva z hrubých zŕn alfa železa (α -Fe), ktoré sú nerovnomerne rozmiestnené v amorfnej matici. Zloženie takejto zliatiny sa označuje ako hetero-amorfná zliatina. Prídavok železa a medi spôsobuje zníženie zhlukov α -Fe z hodnoty 90-100nm na hodnotu 2-3nm. Nanokryštalicá štruktúra je sprostredkovaná prostredníctvom α -Fe zŕn o veľkosti 10nm. V súčasnosti sa do tejto zliatiny pridáva aj určité množstvo kobaltu, čím sa modifikujú jej vlastnosti, ako bude uvedené v nasledujúcich kapitolách [10].

1.3. Základné vlastnosti mäkkých magnetických materiálov

Mäkké magnetické materiály s vysokou permeabilitou a nízkou stratou jadra zahŕňajú: ferit, amorfne zliatiny na báze Co a zliatiny Ni-Fe na obr. 1.3. Avšak tieto materiály majú B_s (saturácia hustoty magnetického toku) približnú len jednej desatine čistého železa, ktorá predstavuje mimoriadne vysokú B_s . Na rozdiel od toho, železo a kremíková oceľ s vysokou hodnotou B_s vykazujú nižšiu permeabilitu, rádovo o jednu desatinu ako amorfne zliatiny na báze Co s vysokou permeabilitou.

Vysoko účinný nanokryštalický mäkký magnetický materiál obsahujúci zliatinu na báze železa je v súčasnosti významným materiálom [15]. Predstavuje magneticky mäkký materiál, ktorý dosahuje nízke straty jadra a vysokú hodnotu permeability B_s podobnú s permeabilitou B_s kremíkových ocelí. Nazýva sa „NANOMET®“ a je znázornený na obr. 1.3.



Obr.1.3.: Vývojová mapa nanokryštalickej zliatiny s ultra nízkou stratou „NANOMET®“ [15]

1.4. Základné charakteristické magnetické vlastnosti amorfných a nanokryštalických zliatin

Amorfné a nanokryštalické zliatiny sú feromagnetické materiály. Všeobecne sa feromagnetické materiály delia na dve skupiny [16]:

1. magneticky mäkké materiály, ktoré majú vysokú permeabilitu, ľahko sa magnetizujú aj demagnetizujú, čo znamená, že ich koercitívna sila je relatívne nízka a hysterézná slučka je úzka;
2. magneticky tvrdé materiály s relatívne nízkou permeabilitou, ktoré sa ťažko magnetizujú aj demagnetizujú, majú teda vysokú koercitívnu silu a širokú takmer obdĺžnikovú hysteréznú slučku.

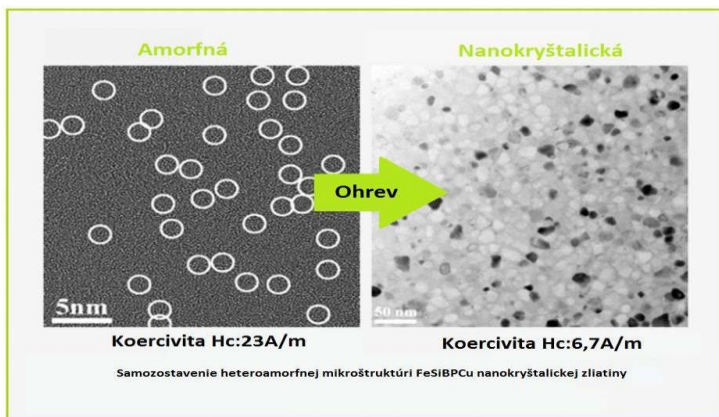
Spomenuté amorfné a magnetické materiály v predošlej kapitole typu FINEMENT, NANOPERM, HITPERM a NANOPERM patria medzi magneticky mäkké materiály.

Dôsledkom ich neusporiadanej štruktúry [17] je, že v amorfnom stave má hodnota vnútorného magnetického poľa charakter distribučnej funkcie $P(B)$, ktorá vyjadruje závislosť pravdepodobnosti výskytu magnetických polí v danej amorfnej kovovej zliatine. V nanokryštalickom stave sa k distribučnej funkcii amorfného zvyšku priradujú diskrétné hodnoty vnútorného magnetického poľa, ktoré sú typické pre kryštalickú štruktúru [18]. Parametre týchto hodnôt možno identifikovať pomocou Mössbauerovej spektroskopie.

2. NANOMET

V súčasnej dobe a v doterajších aplikáciách sa používajú neusporiadané amorfné zliatiny na báze Fe a amorfné zliatiny ako prekursor nanokryštalických mäkkých magnetických materiálov, ktoré majú amorfnú fázu a obsah železa 78% alebo menej. Donedávna nebola vytvorená amorfná fáza pre zliatiny na báze Fe s vysokým obsahom Fe nad 80%. V dôsledku týchto okolností je zvyčajne možné získať zliatiny s α -Fe s priermi v rozmedzí niekoľko desiatok až 100 nm. V zliatinách býva α -Fe nehomogénne rozptýlené, čo vedie k ťažkostiam s magnetickými vlastnosťami, aj keď sú zliatiny pripravené prietokovým tavením [15].

V súčasnosti bola vyvinutá nová nanokryštalická FeBSiBPCu zliatina zobrazená na obr 2.1 vo forme pásky s vysokým Bs, ktoré je rovnaké ako má kremíková oceľ a vynikajúcimi mäkkými magnetickými vlastnosťami. Nanokryštalická fáza sa precipituje pomocou α -Fe s priemerom 3 nm alebo menej, ako jadrá z heterogénnej amorfnej fázy, ak sa zliatina podrobí optimálnemu žihaniu. Mimoriadne mäkké magnetické vlastnosti boli dosiahnuté prostredníctvom štruktúry obsahujúcej α -Fe ako hlavnú fázu a zvyškovú amorfnú fázu na hraniciach zrna ako menšiu fázu [15].



Obr. 2.1: Hetero-amorfna mikroštruktúra nanokryštalicých zliatin FeSiBPCu [15]

"NANOMET®" je materiál s vysokým hmotnostným obsahom železa, okolo 93-94 %. Inými slovami, "NANOMET®" je vysoko účinný nanokryštalicý mäkký magnetický materiál s vysokým obsahom železa a so štruktúrou α -Fe s priemerom 10 nm obklopený vrstvou nemagnetických prvkov (ochranná známka, "NANOMET®") [15]. Nemagnetická vrstva pozostáva z konvenčných prvkov, ako sú Si, B, P Cu. "NANOMET®" nanokryštalicá zliatina FeSiBPCu, patrí medzi magneticky mäkké materiály. Jedná sa o zliatinu pre výrobu materiálov s dobrými mäkkými magnetickými vlastnosťami kvôli ich vysokému $B_s \geq 1,8$ T, nízkemu H_c , značne nízkym stratám v jadre a nízkym nákladom na materiál. Po dodatočnom pridaní kobaltu do FeSiBPCu zliatiny je pozorované efektívne zlepšenie magnetických vlastností [19, 20].

NANOMET sa javí ako vhodný aj pre komerčné aplikácie. Prejavuje dobré mäkké magnetické vlastnosti v rozsahu 18-20 μm , prípadne aj viac. NANOMET je zliatina citlivá na obsah Si, ak sa jedná o hrúbku. Ak sa vo vzorke nahradí železo kobaltom, tak sa to prejaví vo výraznom zlepšení mäkkých magnetických vlastností [21].

3. MODIFIKÁCIA ZLIATIN POMOCOU ŽIARENIA

3.1. Radiačné poškodenie

Pri výskume rôznych zliatin treba zvážiť nielen typ zliatiny, ale aj prostredie, v ktorom budú využívané. Ak vystavíme materiál ionizujúcemu žiareniu, dochádza k odovzdaniu energie tohto žiarenia atómom ožarovanej látky, a tým dochádza k zmene niektorých jej vlastností. Radiačné poškodenie závisí od typu žiarenia, jeho energie a od typu materiálu a štruktúry, na ktorú žiarenie dopadá [22]. Žiarenie najčastejšie pôsobí na konštrukčné materiály jadrových zariadení, v ktorých je zvlášť dôležité toto poškodenie dôsledne monitorovať a skúmať za účelom zvyšovania jadrovej bezpečnosti. [23]

Dôležitý je aj výskum nových radiačne stabilnejších materiálov, ktoré nám umožnia predĺžiť životnosť takýchto zariadení. Radiačné poškodenie vytvára rôzne poruchy v materiáli. Ide o bodové, čiarové, rovinné a v neposlednom rade priestorové defekty [24]. Ak je materiál vystavený akémukoľvek žiareniu, je radiačne poškodzovaný, preto je potrebné získať nové poznatky o správaní sa amorfných a nanokryštalických zliatin v prostredí s radiačnou záťažou [24].

3.2. Vplyv elektrónov

Výsledky ukázali, že vplyvom elektrónov nedochádza k štrukturálnym zmenám, ale len k veľmi malým zmenám vnútorných magnetických polí, pričom najcitlivejší je parameter A_{23} , ktorý charakterizuje zmenu smeru strednej hodnoty magnetického momentu. Avšak jedna z posledných prác, ktorá

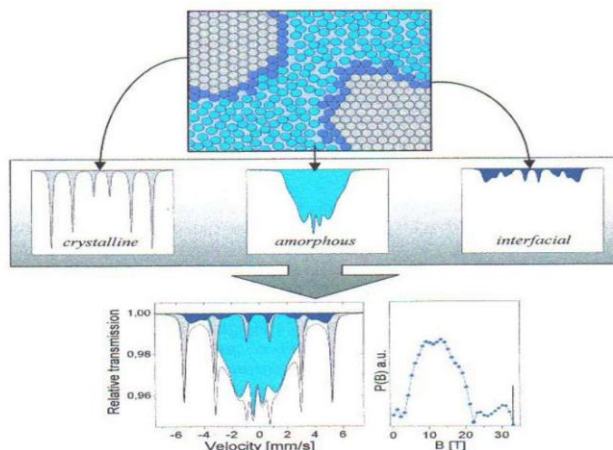
sa zaoberá vplyvom elektrónov na NANOMET [24] dokumentuje, že tento je citlivý na elektrónové žiarenie do takej miery, že môže spôsobiť aj štrukturálne zmeny. Pôsobením elektrónov na heteroamorfnú štruktúru NANOMETU došlo k štrukturálnym zmenám a k tvorbe metalického železa [23].

4. METÓDY ANALÝZY

4.1. Využitie Mössbauerovej spektrometrie pri skúmaní nanokryštalických zliatin

Ako už bolo spomenuté, nanokryštalická zliatina je typ materiálu skladajúci sa z amorfnej, kryštalickej a tzv. „interface“ zložky, ktorú tvoria hranice zŕn. Každá z týchto zložiek má iné vlastnosti, preto je pre skúmanie týchto typov zliatin potrebné vybrať vhodnú metódu, ktorá má vysokú rozlišovaciu schopnosť, aby dokázala vyhodnotiť vlastnosti každej zložky samostatne [25].

Pomocou Mössbauerovej spektroskopie sa dá vypočítať aj pomerné zastúpenie zložiek vo vzorke, čo má významnú úlohu pri stanovovaní vlastností nanokryštalických zliatin [25]. Na obr. 4.1 vidieť Mössbauerovo spektrum nanokryštalickej zliatiny typu NANOPERM.



Obr. 4.1. : Schematické znázornenie nanokryštalickej štruktúry a jej Mössbauerovo spektrum [25]

Na spektre nanokryštalickej zliatiny rozlišujeme kryštalickú, amorfnú a tzv. „interface“ fázu. U amorfnej časti zliatiny určujeme $P(B)$ funkciu. Táto funkcia je závislosť pravdepodobnosti výskytu vnútorných magnetických polí. Pomocou programov na vyhodnocovanie Mössbauerových spektier, ktoré sa používajú na fázovú analýzu, môžeme potom identifikovať amorfnú zložku na základe distribučnej funkcie $P(B)$ a kryštalickú zložku, ktorá bude charakterizovaná diskretnými hodnotami vnútorných magnetických polí jednotlivých kryštalických fáz [26].

4.2. Röntgenova difrakcia (XRD)

Nesporne napredujúca, sofistikovaná technológia vyžaduje v oblasti tenkých vrstiev a materiálov nové analytické metódy, ktoré sú schopné charakterizácie a štrukturálneho popisu nových materiálov radovo na medziatómovej vzdialenosti [27]. Difrakčný záznam slúži k získaniu veľkého množstva

informácii o študovanom materiáli. Napríklad k stanoveniu veľkosti napätia slúži posun alebo zmena difrakčných maxím, integrálna intenzita difrakčných maxím obsahuje informácie o kryštalickej textúre [27], tvar a šírka difrakčných maxím nesie poznatok o veľkosti (distribúcií) domén a o prítomnosti defektov v polykryštáli ako sú dislokácie a vrstvené chyby [28].

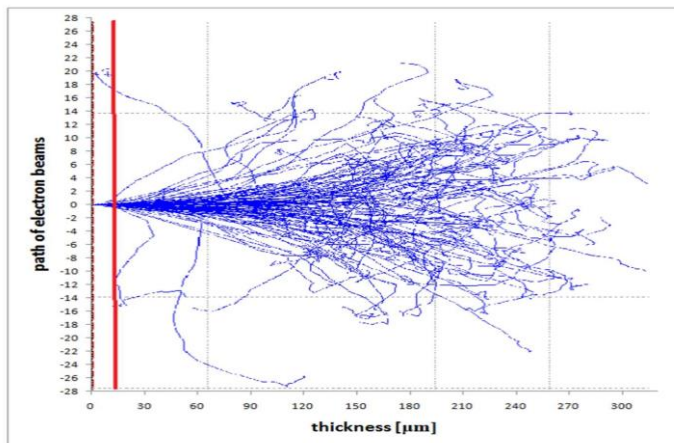
5. OŽAROVANIE ELEKTRÓNMI

Počiatočné experimenty boli zamerané na ožarovanie pomocou elektrónov, pričom za ožarované objekty boli zvolené rôzne amorfné prekursorzory ako aj nanokryštalické zlätiny. Snahou bolo zistiť do akej miery sú jednotlivé zlätiny rôzneho zloženia citlivé na rôzne dávky elektrónov a ako sa tieto dávky elektrónov prejavajú na Mössbauerových spektrách. Niektoré výsledky získané pomocou Mossbauerovej spektrometrie boli porovnávané s výsledkami nameranými pomocou XRD. Dávky sme menili v rozsahu 1-4 MGy. Ukázalo sa, že ožarovanie elektrónmi s dávkami 4 MGy má vplyv na parametre amorfných a kryštalických zložiek vo finálnej nanokryštalickej zliatine.

5.1. Simulácia ožarovania vzoriek elektrónmi

Elektróny sú ľahké častice, ktoré pri energii 5 MeV ľahko preniknú cez naše vzorky. Pre získanie väčšieho množstva poznatkov o ich správaní a či sú schopné mať vplyv na vzorky, sme využili simulácie priebehu ožarovania vzorky elektrónmi. Simulácie pre ožarovanie elektrónmi boli realizované pomocou simulačného programu CASINO. Na obr. 5.1 je uvedená výsledná simulácia pre naše vzorky v procese ožarovania. Červená čiara na obrázku reprezentuje hrúbku vzorky a aj z obrázka je vidieť, že elektróny vzorkou len preletia. Simulácia v programe CASINO určila že 99,9 % elektrónov vzorkou preletí

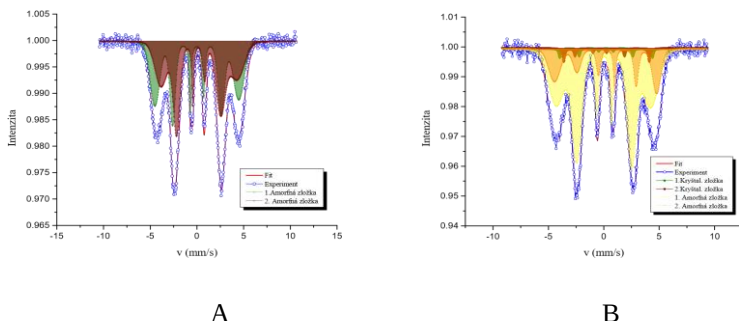
ale 0,1% zostáva zachytené vo vzorke. Celkové množstvo elektrónov vzorke po ožarovaní simulácia stanovila na $1,746 \times 10^{15} \text{ e/cm}^2$.



Obr. 5.1 : Simulácia ožarovania vzorky elektrónmi na x osi je hrúbka materiálu, červená čiara reprezentuje hrúbku našich vzoriek a y os vyjadruje dráhu elektrónového lúča. Modré čiary sú dráhy elektrónov.

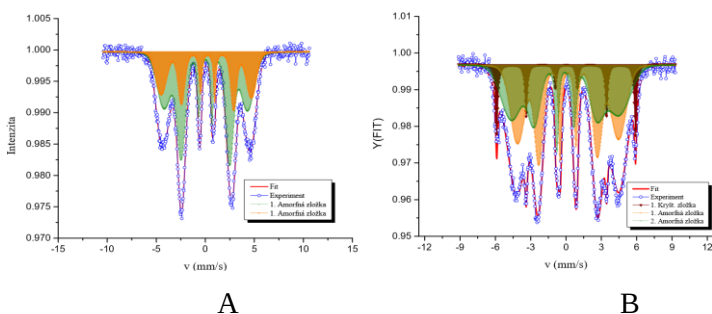
5.1.1. Vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$

Mössbauerove spektrá danej vzorky boli vyhodnotené použitím fitovacieho modelu zloženého z dvoch sextetových distribúcií reprezentujúcich amorfny zvyšok, a z jedného alebo dvoch sextetov, zodpovedajúce prítomnosti kryštalickej fázy. Po ožarovaní amorfneho prekursora $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ elektrónovým zväzkom o dávke 4 MGy sme pozorovali stopy kryštalickej zložky v hodnote 6%. Amorfny prekursor a amorfny prekursor po ožiarení elektrónmi sú zobrazované na obr. 5.2.



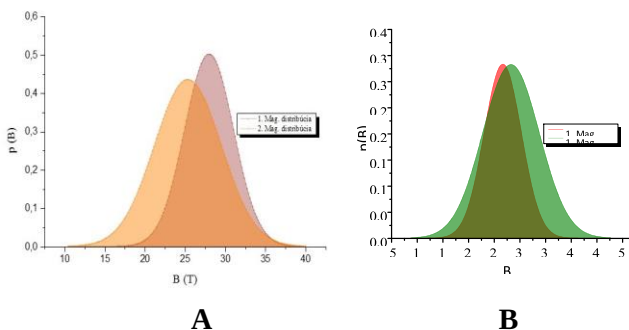
Obr. 5.2 : **A.)** $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ Amorfna vzorka, **B.)** $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ Amorfna vzorka po ožiarení elektrónmi

Po tepelnom žíhaní, (400°C 30 minút) neožiarenej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ sa vzorka netransformovala do nanokryštalického stavu v predpokladanom objeme vzorky, pretože sme na MS spektre nepozorovali kryštalickú zložku. Po tepelnom žíhaní ožiarených vzoriek $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ sa zliatina transformovala do nanokryštalického stavu a identifikovali sme kryštalickú zložku, ktorá odpovedá Fe-Co fáze. Na obr. 5.3 sú uvedené MS amorfnej zliatiny $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ po žíhaní a zliatiny $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ ožiarenej elektrónmi a následne vyžihanej.



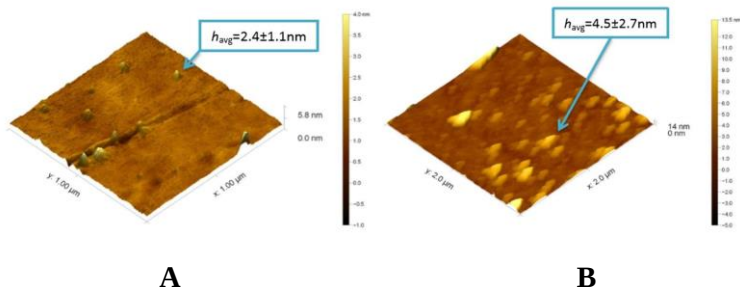
Obr. 5.3 : Mössbauerove spektra **A.)** Amorfnej zliatiny $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ a **B.)** Zliatiny $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ ožiarenej elektrónmi a následne vyžihanej.

Tento výsledok potvrdzuje, že ožiarenie amorfneho prekursora má vplyv na výslednú nanokryštalickú štruktúru. Prítomnosť kobaltu v základnej štruktúre vzorky spôsobuje vytvorenie kryštalickej fázy, ktorá pozostáva z Fe-Co fázy, ktorej odpovedá hodnota 36,6 T. Ak by kobalt nebol prítomný v štruktúre vzorky, s najvyššou pravdepodobnosťou by kryštalická fáza zodpovedala metalickému železu. Pribeh distribučných funkcií, ktoré pojednávajú o vnútorných magnetických poliach vo vnútri amorfnej vzorky ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{96}\text{P}_4$ a vzorky ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{96}\text{P}_4$ ožiarenej elektrónmi sú znázornené na obr. 5.4. .



Obr. 5.4 : **A.)** Distribučná funkcia vnútorných magnetických polí pre amorfnú zliatinu ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{96}\text{P}_4$ a **B.)** Distribučná funkcia vnútorných magnetických polí pre zliatinu ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{96}\text{P}_4$ ktorá bola ožiarená a následne vyžíhaná.

Na obrázku vľavo je vzdušná strana (lesklá strana) AFM povrchu amorfneho prekursora ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{96}\text{P}_4$ a vpravo je povrch amorfneho prekursora ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{96}\text{P}_4$ po ožiarení elektrónmi. Na uvedených obrázkoch môžeme pozorovať že pri ožiarení elektrónmi nastali viditeľné zmeny. AFM obr.: 5.5.

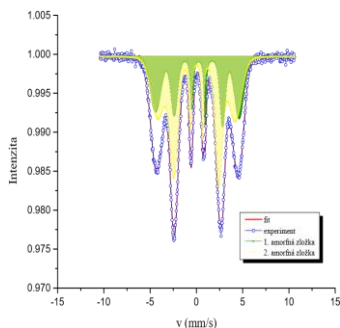


Obr. 5.5: 3D-AFM, **A.)** Amorfný prekursor, **B.)** Amorfný prekursor po ožiarení elektrónmi

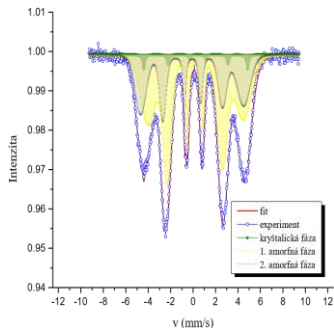
Na matnej strane (valcovej strane) nedošlo k žiadnym zmenám po ožiarení vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ elektrónmi. Matná strana má vďaka spôsobu výroby viac defektov.

5.1.2. Vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$

Vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ sa od predchádzajúcej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ líši len prítomnosťou Cu. Do základnej štruktúry $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ sme pridali 1 % medi a sledovali sme jej vplyv na štruktúru, priebeh spektra a kryštalizáciu po ožiarení elektrónmi a vyžíhaní. Na obr. 5.6 je znázornené spektrum amorfného prekursora vľavo a na pravej strane je znázornené spektrum amorfného prekursora po ožiarení elektrónmi. Po ožiarení elektrónmi došlo vo vzorke amorfného prekursora $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ k zmene orientácie magnetického momentu, k zmene v hodnote priemerného hyperjemného magnetického poľa a k zmene v objemovej frakcii amorfných a kryštalických zložiek.



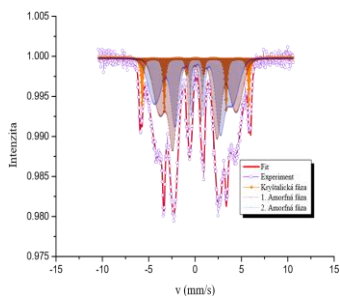
A



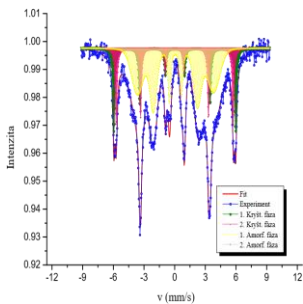
B

Obr. 5.6 : **A.)** Amorfný prekursor $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ **B.)** Amorfnú prekursor $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ po ožiarení elektrónmi

Po ožiarení amorfného prekursora vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ elektrónmi pozorujeme vytvorenie jemnej kryštalickej fázy, ktorá mala obsah 2% . Pri ožiarení vzorky elektrónmi sme taktiež sledovali pokles parametru A_{23} . Na obr. 5.7 sú uvedené spektrá vyžihanej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ (vľavo) a vyžihanej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ po elektrónovom ožiarení (vpravo).



A

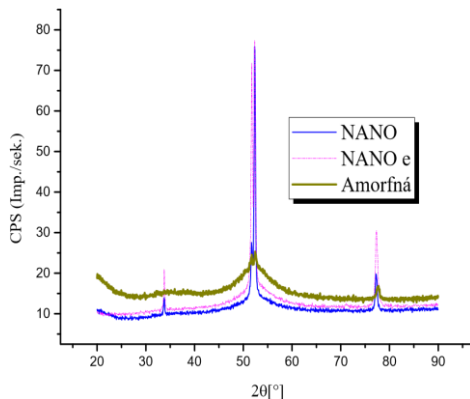


B

Obr. 5.7. : **A.)** Spektrum nanokryštalickej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$. **B.)** Spektrum nanokryštalickej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ ožiarenej elektrónmi.

Je zjavné, že pridanie Cu do štruktúry podporí proces kryštalizácie v neožiarenej vzorke $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$. Kryštalické zložky boli identifikované ako Fe-Co báza, a to na základe hodnoty vnútorného magnetického poľa. Kryštalická fáza pre neožiarenú vzorku $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ mala hodnotu 16%. Táto kryštalická zložka bola potvrdená meraniami XRD.

Difrakčný záznam pre amorfnú, nanokryštalickú a nanokryštalickú ožiarenú sú uvedené na obr. 5.8. XRD analýza ukázala, že nanokryštalická neožiarená vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ obsahuje 17% kryštalickej zložky a ožiarená nanokryštalická vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ dokonca 34% kryštalickej zložky.

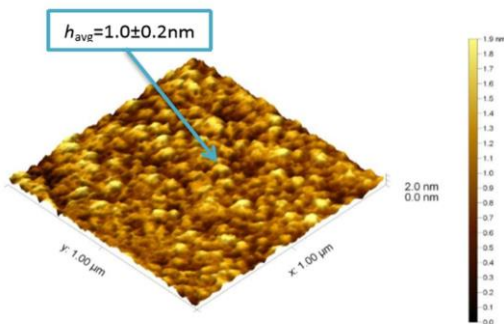


Obr. 5.8. : Difrakčný záznam vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ v amorfnom stave, v nanokryštalickom stave a v nanokryštalickom stave po ožiarení elektrónmi

Na MS spektrách bolo vidieť rozdiely pri vzorke žihanej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ a vzorke $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ ožiarenej a žihanej. V prípade vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ ožiarenej elektrónmi a následne vyžihanej je výraznejší pokles amorfnej zložky a vyššie percento kryštalickej vzorky. Kryštalická zložka

prislúcha Fe-Co báze a v celkovom objeme vzorky sa jej nachádza 28 %.

Z dôvodu výskytu vyššieho percenta kryštalickej zložky v nanokryštalickej vzorke $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ ožiarenej elektrónmi pri XRD meraniach a Mössbauerovej spektroskopii sme zmerali povrch vzorky aj AFM meraniami a zistili sme morfologické zmeny povrchu. Na obr. 5.9 je 3D-AFM nanokryštalickej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ ožiarenej elektrónmi. Zmeny a výstupy na povrchu sú pripísané ožarovaniu elektrónmi a následnému žihaniu.



Obr. 5.9 : 3D-AFM povrchu nanokryštalickej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ ožiarenej elektrónmi.

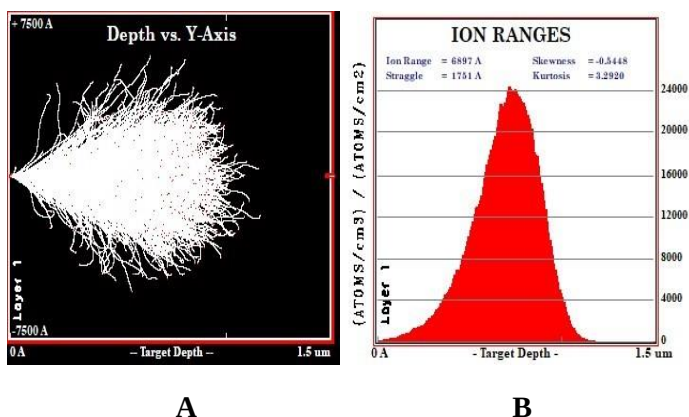
Výsledky prítomných vzoriek $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{96}\text{P}_4$ a $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ ukazujú, že prítomnosť Cu vo vzorke umožňuje kryštalizáciu, zatiaľ čo pri jej neprítomnosti nedochádza k transformácii vzoriek do kryštalickeho štádia. Hodnota parametra A_{23} vplyvom ožarovania elektrónmi klesá, a tým sa smer osi magnetizácie orientuje kolmo na rovinu vzorky pri všetkých vzorkách. Ožarovanie vzoriek elektrónmi spôsobilo posunutie atómov z ich pôvodných pozícií. Elektrónovým ožarovaním dochádza k prestaveniu veľkého množstva defektov, intersticiálnymi a voľnými priestormi, cez ktoré sa nepretržite

presúvajú. A to sú hlavné dôvody, prečo sa konečná štruktúra po tepelnom žíhaní líši od štruktúry bez vplyvu ožarovania.

6. SIMULÁCIA IMPLANTÁCIE IÓNOV CU

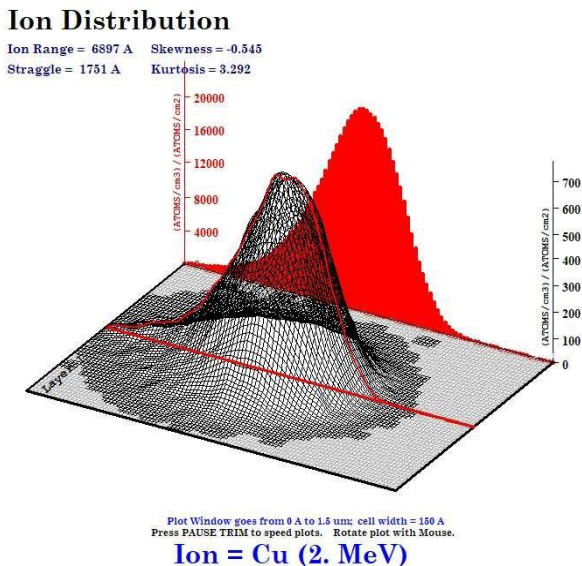
Vybrané vzorky boli modifikované implantáciou iónov Cu do štruktúry s fluenciou 10^{16} ión/cm² a energiou 2MeV. Pomocou simulačného programu SRIM bola stanovená hĺbka implantácie a množstvo naimplantovanej Cu. Bola identifikovaná tenká vrstva medi na povrchu. Simulačný program stanovil hĺbku implantácie na 1,4 μ m, pričom hrúbka vzoriek bola 25 μ m.

Simulácia preukázala, že všetka Cu sa vo vzorkách zachytí. Po implantácii sa v štruktúre vzoriek nachádza 24×10^{19} množstva medi. Celkový obsah medi vo vzorkách po implantácii v percentuálnom zastúpení bol stanovený na 0,98%. Na obr. 6.1 vľavo je znázornená pravdepodobnosť trajektórie iónov medi v štruktúre a hĺbka implantácie vybraných vzoriek. Množstvo naimplantovanej Cu vo vzorkách je na grafe, ktorý sa nachádza na obr. 6.1 vpravo.



Obr. 6.1 : Výsledky simulácii **A.)** hĺbka implantácie Cu. **B.)** graf množstva naimplantovanej Cu v štruktúre.

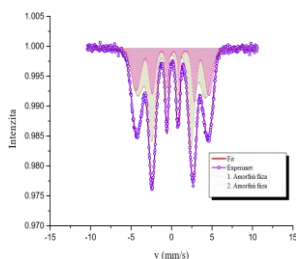
Na základe parametrov a matematického modelu použitého v simulácii bol zostavený 3D model distribúcie iónov Cu vo vzorkách a je uvedený na obr. 6.2. Simulácia prezentuje výsledky aj iónového rozsahu 6892 Å, iónový rozptyl bol stanovený na 1751Å.



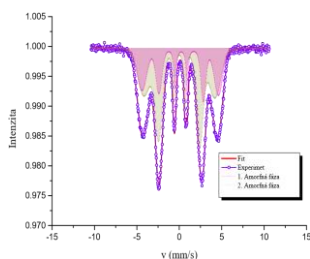
Obr.6.2.: 3D model implantácie iónov Cu do vzoriek.

6.1. Vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$

Na preskúmanie vplyvu implantácie Cu sme taktiež vybrali vzorku, ktorá vo svojej štruktúre mala už Cu prítomnú. Chemické zloženie sa od predchádzajúcej vzorky líši len prítomnosťou jedného percenta Cu v základnej štruktúre. Na obr. 6.3 sú uvedené MS spektrá amorfnej neimplantovanej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ vzorky a amorfnej implantovanej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ vzorky.



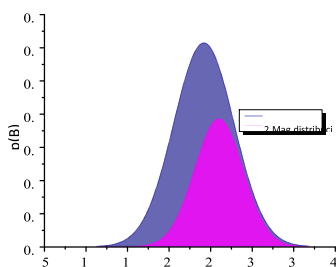
A



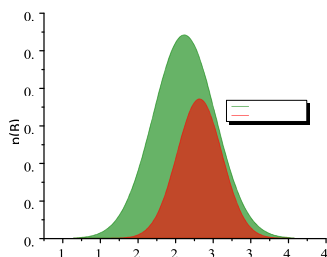
B

Obr. 6.3: **A.)** amorfna neimplantovaná ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ vzorka **B.)** amorfna implantovaná

Vzorka po implantácii Cu ostala stabilná a neboli pozorované žiadne štrukturálne zmeny. K modifikácii vzorky nedošlo ani v oblasti redistribúcie atómov medzi zložkami amorfnej štruktúry. Vzorka ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ ostala voči radiačným účinkom implantácie iónov Cu stabilná. Boli študované aj distribučné funkcie pojednávajúce o pravdepodobnosti výskytu hyperjemných polí, ktoré sú uvedené na obr. 6.4.



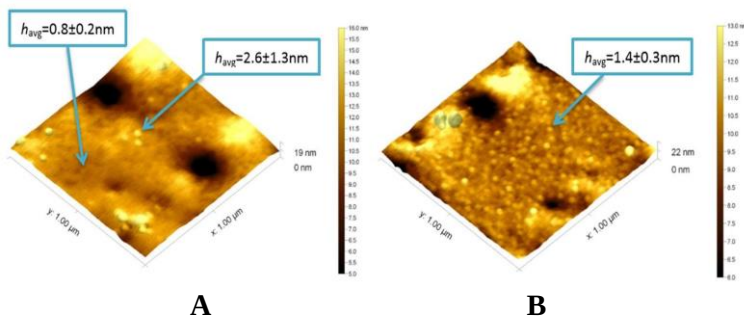
A



B

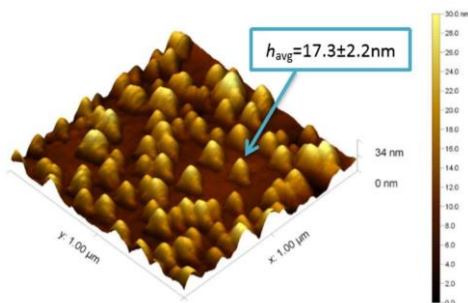
Obr.6.4 : Distribučné funkcie **A.)** neimplantovaná amorfna ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ **B.)** implantovaná amorfna vzorka ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$

AFM analýza morfológie povrchu ukázala zmeny po naimplantovaní Cu iónov. Výsledky AFM sú na obr.6.5.



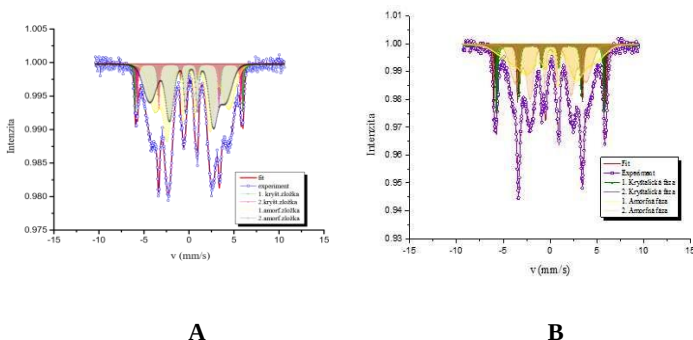
Obr. 6.5: AFM meranie **A.)** neimplantovaná amorfná vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ a **B.)** implantovaná vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$

Po implantácii Cu iónov sledujeme zhustenie výstupov na povrchu. Naimplantovaná vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ vykazovala významné morfológické zmeny v podobe symetrických valcovitých výstupov ktoré sú znázornené na obr. 6.6. A dokazujú prítomnosť naimplantovaných Cu iónov na povrchovej časti vzorky.



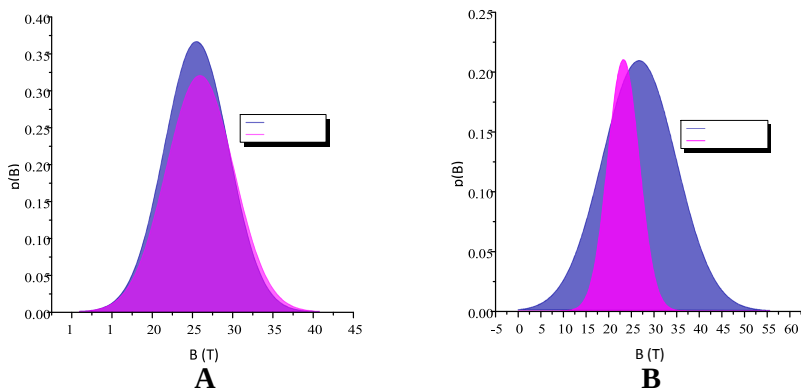
Obr. 6.6 : 3D AFM povrch naimplantovanej amorfnej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$.

Po vyžíhaní neimplantovaná aj implantovaná vzorka ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ prešli do nanokryštalického stavu. Už len prímes 1% Cu v základnej štruktúre vzorky ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ umožňuje štrukturálne zmeny v porovnaní so vzorkou bez Cu. Na obr. 6.7 sú uvedené MS spektrá neimplantovanej nanokryštalickej vzorky ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ a implantovanej nanokryštalickej vzorky ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$.



Obr. 6.7 : **A.)** Neimplantovaná nanokryštalická vzorka ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$
a B.) Implantovaná nanokryštalická vzorka ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$.

Nanokryštalická neimplantovaná vzorka ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ mala výraznú kryštalickú zložku v obsahu 16 % ktorá je na spektre reprezentovaná dvoma sextetmi s hodnotami vnútorného magnetického poľa 35,7 T a 37,1T ktoré odpovedajú kryštalickej fáze Fe-Co. V dôsledku žihania došlo k posunu atómov a prerozdeleniu atómov v amorfnom zbytku. Pravdepodobnosť výskytu hyperjemných magnetických polí v neimplantovanej nanokryštalickej ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ vzorke a implantovanej nanokryštalickej vzorke ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ je znázornená na obr. 6.8.

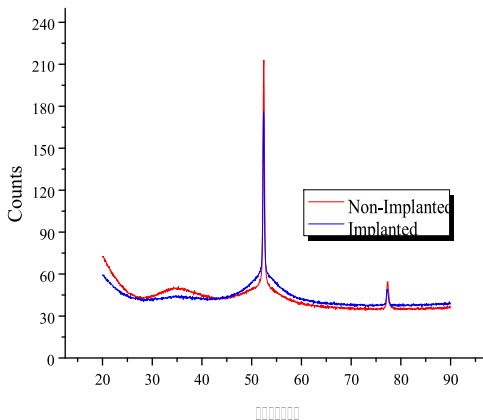


Obr. 6.8 : Distribučné funkcie **A.)** neimplantovaná nanokryštalická vzorka ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ a **B.)** implantovaná nanokryštalická vzorka ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$.

Pri naimplantovanej nanokryštalickej vzorke ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ vidíme razantnú zmenu v priebehu distribučných funkcií. Hodnota vnútorného magnetického poľa nízkej amorfnej zložky klesla na 23,3T. Amorfná zložka s nízkym poľom sa vyznačovala výraznou nehomogenitou čo poskytlo priestor pre vznik kryštalickej zložky. Amorfná zložka s vysokým poľom mala hodnotu 26,8 T. Novo vzniknutá kryštalická zložka mala hodnotu 28% a je popísaná dvoma sextetmi s hodnotou vnútorného magnetického poľa 35,8-37,2T.

Obsah kryštalickej zložky v neimplantovanej nanokryštalickej vzorke ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ a implantovanej nanokryštalickej ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ bol preverený XRD analýzou. Tá potvrdila výsledky z MS spektier. V neimplantovanej nanokryštalickej ($\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$) $_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ identifikovala kryštalickú zložku v obsahu 16,5%. V prípade implantovanej nanokryštalickej vzorky stanovila obsah kryštalickej zložky na 27%. XRD potvrdila prítomnosť kryštalickej zložky v rovnakom obsahu ako MS a identifikovala ju ako Fe-Co fázu. Na obr. 6.9 sú uvedené difrakčné záznamy

neimplantovanej nanokryštalickej vzorke $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$
a implantovanej nanokryštalickej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$.

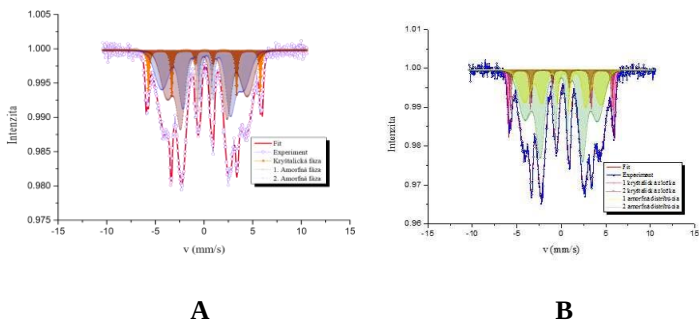


Obr. 6.9: Difrakčné záznamy neimplantovanej nanokryštalickej vzorke $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ a implantovanej nanokryštalickej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$.

Významným zistením je že ak do vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4$ naimplantujeme ióny Cu a následne tento proces skombinujeme s tepelným žihaním 400°C po dobu 30 minút, vznikne nám nanokryštalicá vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$. Nami pripravená vzorka, čiže naimplantovaná a vyžihaná $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4$ má rovnaké MS spektrum ako nanokryštalicá vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$. Zhoda vzoriek je aj pri porovnaní MS parametrov.

Nami pripravená vzorka a nanokryštalicá vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ mali približne rovnaké obsahové zastúpenie kryštalickej zložky. Nami pripravená vzorka mala kryštalicú zložku 18% a nanokryštalicá $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$ vzorka mala kryštalicú zložku v obsahu 16%. v oboch prípadoch reprezentovala kryštalicú zložku Fe-Co fáza s rovnakými hodnotami vnútorného poľa. A na obr. 6.10 sú znázornené spektrá: vľavo nanokryštalicá vzorka

(Fe₆₄Co₂₁B₁₅)₉₅P₄Cu₁ a vpravo naimplantovaná a následne vyžíhaná vzorka (Fe₆₄Co₂₁B₁₅)₉₅P₄.



Obr. 6.10: **A.)** nanokryštalická vzorka (Fe₆₄Co₂₁B₁₅)₉₅P₄Cu₁ **B.)** naimplantovaná a vyžíhaná (Fe₆₄Co₂₁B₁₅)₉₅P₄ vzorka

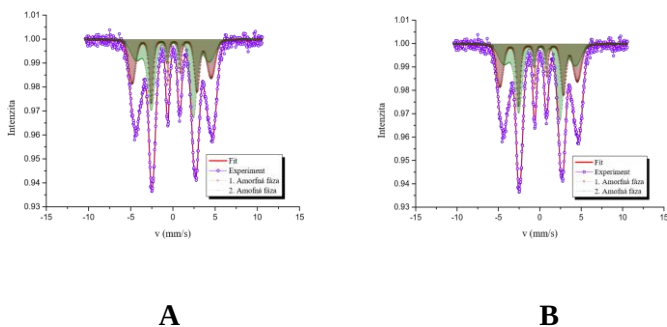
Tab. 6.1. : porovnanie MS parametrov nanokryštalickej vzorky (Fe₆₄Co₂₁B₁₅)₉₅P₄Cu₁ a nami pripravenej naimplantovanej a vyžíhanej (Fe₆₄Co₂₁B₁₅)₉₅P₄ vzorky

Zloženie vzorky	Nanokryštalická vzorka (Fe ₆₄ Co ₂₁ B ₁₅) ₉₅ P ₄ Cu ₁			Naimplantovaná a vyžíhaná (Fe ₆₄ Co ₂₁ B ₁₅) ₉₅ P ₄ vzorka		
	A23	B (T)	A (%)	A23	B (T)	A (%)
Amorfná zložka vysoká	2,80	25,9	40	2,16	26,5	28
Amorfná zložka nízka	2,84	25,5	44	3,21	25,2	54
Kryštalická zložka vysoká	2,0	37,1	8	2,44	37,0	10
Kryštalická zložka nízka	3,39	35,7	8	2,71	35,5	8

Žihanie vzoriek sa uskutočnilo paralelne, čo znamená, že v jednom žihacom klinku boli obe vzorky naraz, čiže nemohlo dôjsť k ovplyvneniu výsledkov v procese žihania. Z experimentu vyplýva že je možné pripraviť požadovanú vzorku $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15})_{95}\text{P}_4\text{Cu}_1$, kombináciou implantácie a žihania. Je to predpoklad pre vytváranie materiálov a ich modifikáciu do budúcnosti.

6.2 Vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$

Vzorka sa vyznačuje obsahom Si a od predchádzajúcej sa líši neprítomnosťou Cu v základnej štruktúre. Bola uskutočnená implantácia iónov Cu do vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ a sledovanie modifikácie vzorky. Na obr.6.11 sú uvedené MS spektrá amorfnej neimplantovanej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorky a amorfnej implantovanej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$.

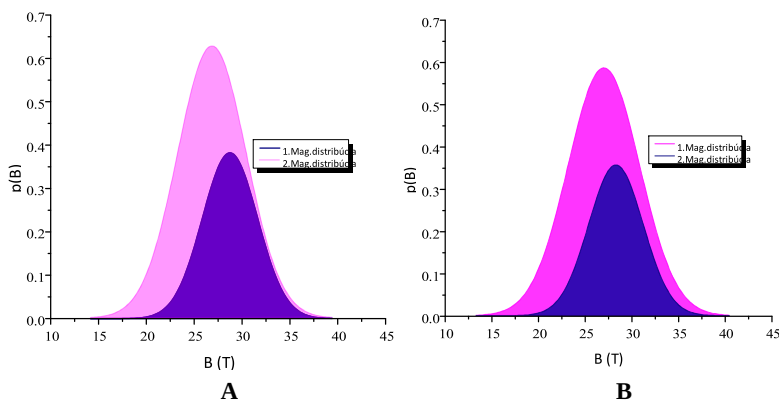


Obr. 6.11.: MS spektrá **A.)** amorfnej neimplantovanej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorky a **B.)** amorfnej implantovanej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$.

Na MS spektre amorfnej neimplantovanej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorky a amorfnej implantovanej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorky nie je viditeľná žiadna morfológická zmena. Parametre vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ po implantácii

iónov Cu ostali stabilné nedošlo ani k prerozdeleniu atómov a posunu v amorfnej vzorke.

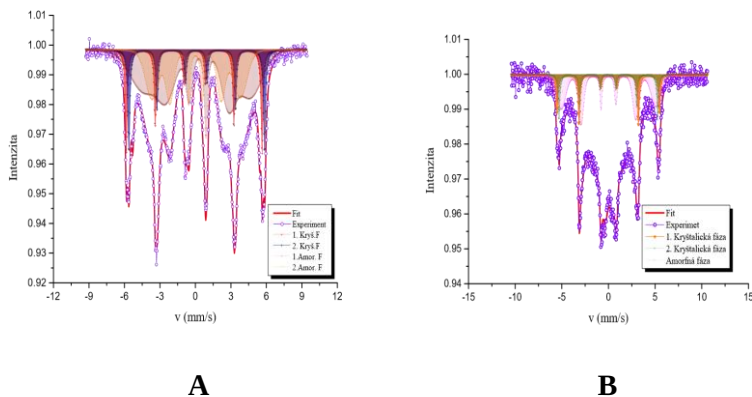
Jediným ukazovateľom implantácie Cu iónov pri vzorke $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ je parameter A_{23} amorfnej vysokej zložky, ktorý minimálne znížil svoju hodnotu a svoj smer natočil do roviny vzorky. Sledovali sa aj distribučné funkcie, pri ktorých došlo k minimálnej zmene v rámci chyby merania. Na obr.6.12 sú uvedené distribučné funkcie amorfnej neimplantovanej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ a implantovanej, amorfnej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$.



Obr. 6.12: Distribučné funkcie **A.)** amorfnej neimplantovanej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ a **B.)** implantovanej, amorfnej vzorky $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$

Z predchádzajúcich zistení vieme že po implantácii sa med' nachádza na povrchu vzorky. Aby došlo k rozdistribuovaniu Cu iónov do štruktúry tak sme implantáciu skombinovali zo žiňaním. Na obr. 6.13. sú uvedené MS spektrá neimplantovanej nanokryštalickej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorky a implantovanej nanokryštalickej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorky. Už len pri pohľade na spektrá je vidieť odlišnú morfológiu a priebeh. Vzorka $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ po implantácii Cu a

vyžihani kryštalizovala inak ako vzorka neimplantovaná a vyžihaná.



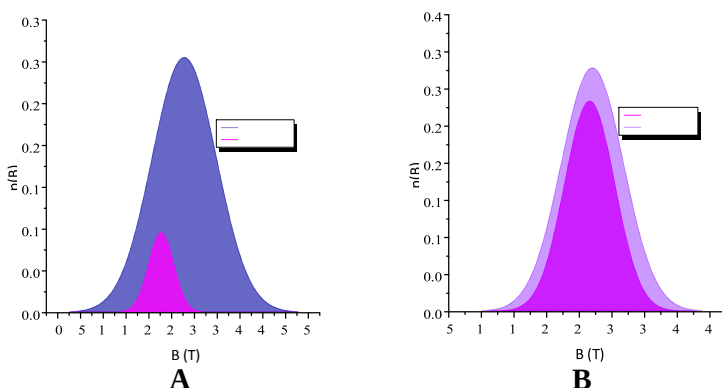
Obr. 6.13.: MS spektrá **A.)** neimplantovaná nanokryštalická vzorka ($(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ a **B.)** implantovaná nanokryštalická ($(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorka.

Pri neimplantovanej nanokryštalickej vzorke ($(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$) je v štruktúre prítomná novovzniknutá kryštalická zložka v obsahu 33%. Kryštalická zložka pozostávala z metalického železa v obsahu 7% a so Fe-Co fázy v obsahu 26%. Vnútorne hyperjemné magnetické polia oboch zložiek klesli. Razantná zmena nastala v parametri A_{23} ktorého hodnota sa znížila v oboch prípadoch amorfných zložiek na hodnotu okolo 1,80 pre nízke pole a na hodnotu 1,98 pre vysoké pole.

V prípade naimplantovanej nanokryštalickej zložky viedol proces modifikácie ku vzniku kryštalickej zložky v obsahu 14 %. Kryštalická zložka bola prevažne tvorená Fe-Co fázou a nedošlo ku vzniku kryštalickej zložky čistého železa. Amorfná zložka vďaka svojej nehomogenite poskytla priestor pre vznik kryštalickej zložky.

Amorfná zložka s vysokým poľom viedla k zvýšeniu hodnoty parametra A_{23} na 2,64 a tým aj k zmene smeru ľahkej

magnetizácie do roviny vzorky. Pravdepodobnosť priebehu hyperjemných magnetických polí pri nanokryštalických vzorkách bola výrazne ovplyvnená implantáciou Cu iónov a ich tepelným roz distribuovaním do štruktúry. Bol vyhodnotený priebeh distribučných funkcií pre neimplantovanú nanokryštalickú $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorku a implantovanú nanokryštalickú vzorku, ktorý je uvedený na obr. 6.14.



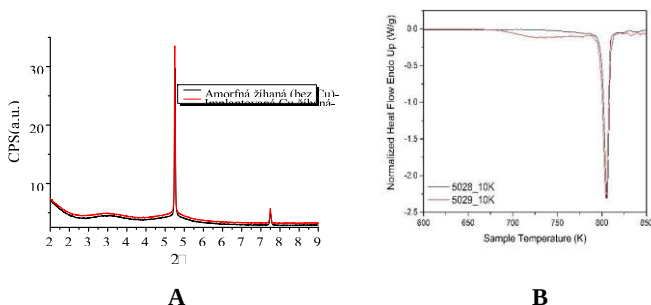
Obr. 6.14.: Distribučné funkcie **A.)** neimplantovaná nanokryštalická $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorka **B.)** implantovaná nanokryštalická $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorka

Obsah kryštalickej zložky v naimplantovanej a implantovanej nanokryštalickej vzorke $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ bol preverený XRD analýzou. XRD analýza ukázala, že v neimplantovanej nanokryštalickej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorke sa nachádza 35% kryštalickej zložky. Kryštalickú zložku identifikovala ako metalické Fe a Fe-Co fázu v rovnakom zastúpení ako MS.

Pri naimplantovanej nanokryštalickej $(\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{10}\text{Si}_5)_{97}\text{P}_3$ vzorke našla prítomnosť kryštalickej vzorky v obsahu 36%. Identifikácia určila, že kryštalická fáza pozostáva zo Fe-Co fázy 25% a z neidentifikovateľnej zložky v obsahu 11%. XRD sa v prípade implantovanej nanokryštalickej

(Fe₆₄Co₂₁B₁₀Si₅)₉₇P₃ nezhodla s výsledkami MS. Čo sa XRD javí ako kryštalická zložka MS ešte nepovažuje a ucelenú kryštalickú zložku, a charakterizuje ju formou užšej distribúcie. Na obr. 6.15 je uvedený difrakčný záznam neimplantovanej a implantovanej nanokryštalickej (Fe₆₄Co₂₁B₁₀Si₅)₉₇P₃ vzorky.

Neimplantovaná nanokryštalická vzorka (Fe₆₄Co₂₁B₁₀Si₅)₉₇P₃ a implantovaná nanokryštalická vzorka boli podrobené aj analýze DSC, čo je kalorimetrická metóda, ktorá skúma kryštalizačnú teplotu. Na obr. 6.15 je uvedený výsledok DSC pre implantovanú a neimplantovanú nanokryštalickú vzorku (Fe₆₄Co₂₁B₁₀Si₅)₉₇P₃.



Obr. 6.15.: **A.)** Difrakčný záznam neimplantovaná a implantovaná nanokryštalická (Fe₆₄Co₂₁B₁₀Si₅)₉₇P₃ **a B.)** DSC analýza neimplantovaná a implantovaná (Fe₆₄Co₂₁B₁₀Si₅)₉₇P₃ vzorka.

Z DSC analýzy je vidieť posun kryštalizačnej teploty. Červená čiara reprezentuje implantovanú nanokryštalickú vzorku (Fe₆₄Co₂₁B₁₀Si₅)₉₇P₃. Prítomnosť Si v štruktúre s kombináciou implantácie iónov Cu a žíhaním posúva kryštalizáciu na vyššiu teplotu, zatiaľ čo neprítomnosť naimplantovanej Cu vedie k ustátej kryštalizácii a posun vplyvom kremíka je minimálny. Neimplantovaná nanokryštalická vzorka je reprezentovaná čiernou čiarou.

ZÁVER

Náplňou dizertačnej práce bola modifikácia amorfných zliatinových vzoriek a nanokryštálov ožarovaním elektrónmi a implantáciou iónov medi do štruktúry. V práci sú zhodnotené základné vlastnosti a parametre amorfných kovových zliatin a nanokryštálov na báze železa z hľadiska štrukturálnych a magnetických vlastností. Práca sa venuje vybraným zliatinovým vzorkám a hovorí aj o novej zliatine NANOMET.

V experimentálnej časti sme skúmali vplyv interakcie zväzku elektrónov a implantovaných iónov Cu na amorfné a nanokryštalické zliatiny. Cieľom bolo modifikovať vlastnosti týchto materiálov pomocou žiarenia v kombinácii s tepelným žihaním. Interakcia elektrónov s vybranými vzorkami bola potvrdená simuláciou, ktorá pojednáva o reakcii elektrónov so štruktúrou vzoriek, ich prelete trajektórií a efekte. Z danej simulácie bolo zrejmé, že aj keď je elektrón ľahká častica má vplyv a schopnosť modifikovať vzorku. Najvýraznejší prejav modifikácie bol zaznamenaný v zmene hodnoty parametra A_{23} , ktorý reprezentuje vektor magnetizácie.

Analýza potvrdila radiačnú odolnosť vybraných zliatin voči pôsobeniu elektrónov. Pri elektrónovom ožarovaní sme preukázali, že modifikácia je možná pri kombinácii s vhodným žihaním a závisí od prvkového zastúpenia a štruktúry zliatinových vzoriek. Niektoré vzorky vykazovali stabilitu a tiež radiačnú a tepelnú odolnosť.

Práca sa venuje zraniteľnosti nízkeho poľa, ktorá spočíva v nehomogenite štruktúry a vyššom obsahu bóru. V druhej časti experimentálnej práce sa preukázalo, že modifikácia zliatinových vzoriek pomocou implantácie iónov Cu je účinná,

ak sa kombinuje s tepelným žihaním. Z výsledkov bolo zistené, že naimplantovaná Cu sa nachádza len na povrchu vzorky. Preverenie daného tvrdenia bolo uskutočnené pomocou simulačného programu SRIM.

Dôležité v procese modifikácie je poznať efekty jednotlivých prvkov na štruktúru a ich správanie. Nesporne významným výsledkom je aj potvrdenie radiačnej a tepelnej odolnosti niektorých zliatinových vzoriek, čo je vyhovujúca vlastnosť materiálov pre elektroniku. Prínosom je možnosť výroby požadovaného materiálu kombináciou implantácie a žihania, pretože predstavuje sofistikované zlepšenie priemyslu.

Zoznam publikačnej činnosti

Pracovisko: E060 - FEI. Ústav jadrového a fyzikálneho inžinierstva

Autor: Holková, Dominika

Rok vydania: 1985~2018

Ďalšie spracovanie: NOT e~f

Zobrazovací formát: Zoznam dokumentov podľa ISO690

Štatistika: Kategória publikačnej činnosti

Triedenie: Kategória publikačnej činnosti, Meno prvého autora

Voľby: Číslovanie kategórií publ.činnosti, Číslovanie ohlasu poradovými číslami, Odsadenie ohlasov doprava, Zobraziť iba ohlasy daného roku, Zobraziť len ohlasy danej kategórie, Zobraziť ohlasy len z danej databázy, Podčiarknuť domácich autorov, Nezobrazovať číslo archívnej kópie, Odsadenie celého záznamu doprava, Skryť červené chybové správy, Rozšírený výpis selekčných kritérií

ADC Vedecké práce v zahraničných karentovaných časopisoch

- ADC01 SITEK, Jozef - HOLKOVÁ, Dominika - DEKAN, Július - NOVÁK, Patrik. Magnetic properties of nanocrystalline alloys after electrons irradiation. In *Acta Physica Polonica A*. Vol. 131, No. 4 (2017), s. 708-710. ISSN 0587-4246. V databáze: CC: 000400907900033 ; SCOPUS: 2-s2.0-85019548798.

AFD Publikované príspevky na domácich vedeckých konferenciách

- AFD01 HOLKOVÁ, Dominika - SITEK, Jozef - NOVÁK, Patrik - DEKAN, Július. Radiation influence on properties of nanocrystalline alloys. In *APCOM 2016 : Proceedings of 22nd international conference on applied physics of*

condensed matter. Štrbské Pleso, Slovak Republic, June 22-24, 2016. 1. vyd. Bratislava : Slovenská technická univerzita v Bratislave, 2016, S. 105-108. ISBN 978-80-227-4572-7.

AFD02 SITEK, Jozef - HOLKOVÁ, Dominika - DEKAN, Július - NOVÁK, Patrik. Change of magnetic properties of nanocrystalline alloys under influence of external factors. In *AIP Conference Proceedings*. Vol. 1781 : Mössbauer spectroscopy in materials science 2016. Liptovský Ján, Slovakia. May 23-27, 2016, (2016), Art. no. 020003 [4] s. ISSN 0094-243X. V databáze: WOS: 000389509200003 ; SCOPUS: 2-s2.0-84995387909.

AFD03 SITEK, Jozef - HOLKOVÁ, Dominika - DEKAN, Július - DOBROVODSKÝ, Jozef. Nanocrystalline alloys after Cu ions implantation. In *APCOM 2017 : Proceedings of 23rd international conference on applied physics of condensed matter. Štrbské Pleso, Slovak Republic, June 12-14, 2017.* 1. vyd. Bratislava : Vydavateľstvo Spektrum STU, 2017, S. 199-202. ISBN 978-80-227-4699-1.

AFD04 SITEK, Jozef - HOLKOVÁ, Dominika - DEKAN, Július - NOVÁK, Patrik - ŠAGÁTOVÁ, Andrea - SOJAK, Stanislav. Properties of nanocrystalline alloys after electron beam irradiation of amorphous precursor. In *APCOM 2018: 24th International conference on applied physics of condensed matter. Štrbské Pleso, Slovak Republic. June 20-22, 2018.* 1. ed. St. Louis : AIP Publishing, 2018, Art. no. 020043 [5] s. ISBN 978-0-7354-1712-0.

AFG Abstrakty príspevkov zo zahraničných konferencií

- AFG01 SITEK, Jozef - HOLKOVÁ, Dominika - DEKAN, Július - NOVÁK, Patrik. Properties of nanocrystalline alloys after irradiation of amorphous precursors. In *16th Czech-slovak spectroscopic conference : Book of abstracts. Luhačovice, Czech Republic. May 27-31, 2018*. Brno : Spektroskopická spoločnosť Jana Marka Marci, 2018, S. 47. ISBN 978-80-88195-06-1.
- AFG02 SITEK, Jozef - HOLKOVÁ, Dominika - DEKAN, Július - NOVÁK, Patrik - DOBROVODSKÝ, Jozef. Creation of nanocrystalline alloys after Cu ions implantation in amorphous precursors. In *Mössbauer spectroscopy in materials science 2018 : Book of abstracts. Prague, Czech Republic. June 25-28, 2018*. Prague : University of Chemistry and Technology, 2018, S. 43. ISBN 978-80-7592-019-5.

AFH Abstrakty príspevkov z domácich konferencií

- AFH01 SITEK, Jozef - HOLKOVÁ, Dominika - DEKAN, Július - NOVÁK, Patrik. Magnetic properties of nanocrystalline alloys after electrons irradiation. In *CSMAG'16 : Book of abstracts : 16th Czech and Slovak conference on magnetism. Košice, Slovakia. June 13-17, 2016*. Bratislava : Slovak Physical Society, 2016, S. 107. ISBN 978-80-971450-9-5.

AFK Postery zo zahraničných konferencií

- AFK01 DOBROVODSKÝ, Jozef - VAŇA, Dušan - BEŇO, Matúš - NOGA, Pavol –

SITEK, Jozef - HOLKOVÁ, Dominika - DEKAN, Július. Modification of amorphous and nanocrystalline metal alloys containing iron by Cu implantation. In *Ion Beam Modification of Materials [elektronický zdroj] : 20th international conference on Ion Beam Modification of Materials, IBMM 2016, Wellington, 30. 10. - 04. 11. 2016*. New Zealand : GNS Science, 2016, online, s. 116. ISBN 978-1-98-850011-9.

BEE Odborné práce v zahraničných zborníkoch (konferenčných aj nekonferenčných)

BEE01 HOLKOVÁ, Dominika - SITEK, Jozef. Vplyv žiarenia na vlastnosti nanokryštalických zliatin. In *Jaderná energetika v prácich mladej generace - 2015 : 15. Mikulášské setkání mladej generace ČNS. Brno, Czech Republic. 2.-4.12.2015*. Prague : Česká nukleární společnost, 2016, S. 153-157. ISBN 978-80-02-02647-1.

BEF Odborné práce v domácich zborníkoch (konferenčných aj nekonferenčných)

BEF01 HOLKOVÁ, Dominika - SITEK, Jozef - NOVÁK, Patrik. Vplyv iónov Cu na nanokryštalickú štruktúru. In *Odborná konferencia Mladej generácie Slovenskej nukleárnej spoločnosti 2018 : Časť-Papiernička, Slovenská republika, 26. apríl 2018*. Bratislava : Slovenská nukleárna spoločnosť, 2018, S. 9-16. ISBN 978-80-89928-02-6.

BFB Abstrakty odborných prác z domácich podujatí (konferencie...)

BFB01 HOLKOVÁ, Dominika - SITEK, Jozef. Modifikácia amorných kovových zliatin a nanokryštálov pomocou žiarenia. In

Odborná konferencia sekcie WIN SNUS : Zborník abstraktov : Časťá Papiernička, Slovakia. 27. 4. 2017. Trnava : Slovenská nukleárna spoločnosť, 2017, S. 9. ISBN 978-80-971498-9-5.

Štatistika: kategória publikačnej činnosti

ADC	Vedecké práce v zahraničných karentovaných časopisoch	1
AFD	Publikované príspevky na domácich vedeckých konferenciách	4
AFG	Abstrakty príspevkov zo zahraničných konferencií	2
AFH	Abstrakty príspevkov z domácich konferencií	1
AFK	Postery zo zahraničných konferencií	1
BEE	Odborné práce v zahraničných zborníkoch (konferenčných aj nekonferenčných)	1
BEF	Odborné práce v domácich zborníkoch (konferenčných aj nekonferenčných)	1
BFB	Abstrakty odborných prác z domácich podujatí (konferencie...)	1
Súčet		12

Bibliografia

- [1] L. PTÁČEK, *Náuka o materiálu I*, Brno: Akademické nakladatelství CERM s. r. o., 2003.
- [2] P. SKOČOVSKÝ, *Nové konstrukční materiály .Vybrané kapitoly*, Žilina: Vysoká škola dopravy a spojov, 1995.
- [3] T. GLORANT, A. L. GREEN, „Nanostructure meter,“ .Academic Press 10, p. 389, 1998.
- [4] A. INOUE, K. OHTREA, T. ZHANG, T. MASUMOTO,, „Magnetic properties indicate in thin film,“ Japan Journal of Application Physics 27, 1988.
- [5] A. INOUE, , „Prog. Matter Science,“ ,Academic Press 43, p. 365, 1998.
- [6] M. K. D. S. K. P. B. S. MURTY, „Structure and thermal stability of nanocrystalline materials,“ Sadhana, p. 23–45, 2003.
- [7] P. ŠTRICHOVANEČ, R. KÚDELA, I. VÁVRA, J. KOVÁČ, J. NOVÁK, , „Electrical and Optical Properties of QWIP Structure Grown by MOVPE,“ rev. 14th European Workshop on Heterostructure Technology HeTech '05 , Smolenice-Castle, Slovak Republic, 2005.
- [8] P. ŠTRICHOVANEČ, R. KÚDELA, I. VÁVRA, J. KOVÁČ, J. ŠOLTÝS, J. NOVÁK, , „QWIP Structures Prepared on Patterned GaAs Substrates,“ rev. 11th European Workshop on Metalorganic Vapour Phase Epitaxy , Lausanne, Switzerland, 2005.
- [9] V. GIRMAN, „Zliatiny typu FINEMET,“ Materials engineer, 2009.
- [10] R. XIANG, S. ZHOU, B. DONG, G. ZHANG, Z. WANG, C. CHANG, , „Effect of Adition on Crystalization and Magnetic

Properties of FeSiBPCu alloy," *Mat. Int.* , %1. vyd.24, pp. 649.-654, 2014.

[11] M. Galanoa, F.Audebertab, A. GarcíaEscorialc, I.C.Stonea, B.Cantord, „GALANO, N., AUDEBERT, F., CANTOR, B., STONE, I. *Mat. Science Eng*, 375.- 377. 2004.1206.-1211.,“ *Acta Materialia*, zv. 57, %1. vyd.17, pp. 5120-5130, 2009.

[12] H. GLEITER, „Deformation of Polycrystals: Mechanics and Microstructure,“ *Academic Press*, 1981.

[13] P. Duhaj, P.Mrafko, „Non-Isothermal Crystallization of Amorphous Pd-Si Based Alloys,“ *Veda*, pp. 165-172, 1980.

[14] T. KAŇÚCH, DiplomováPráca: Vplyv Teploty na Magnetickú Mikroštruktúru Kovovej ZliatinyFe₇₆Mo₈Cu₁B₁₅, Bratislava: FEI STU, 2004.

[15] A. MAKINO, „Reduction and control of power loss in electrical appliances through ultra-high efficiency soft magnetic nano-crystalline materials,“ *Ultra-Low Core Loss Magnetic Material Technology Area*.

[16] J. DEGMOVA, Ph.D. Thesis: Radiation damage of Fe-based Amorphous and Nanocrystalline Alloys, Bratislava: Slovak University of Technology, 2001.

[17] P. ŠVEC, M. MIGLIERINI, J. DEKAN, J. TURČANOVÁ, G. VLASÁK, I. ŠKORVÁNEK, D. JANIKOVIČ, P. ŠVEC, , „Magn.Influence of Structure Evolution on Magnetic Properties of Fe-Ni-Nb-B System.,“ *IEEE Trans. Magn.* , %1. vyd. 46, pp. 412-415, 2010.

[18] M. E. MCHENRY, M. A. WILARD, D. E. LAUGHIN, , „Magnetization Dynamics of Amorphous Ribbons and Wires Studied by Inductance Spectroscopy,“ *Prog. In Mat.Science* , %1. vyd.44, pp. 291.-234., 1999.

- [19] MAKINO, A., MEN, H., KUBOTA, T., YUBUTA, K., INOUE, A. Mater. Trans. 50, . . ., „Soft magnetic FeSiBPCu heteroamorphous alloys with high Fe content,“ Soft magnetic FeSiBPCu heteroamorphous alloys with high Fe content, %1. vyd.013922, pp. 204-209, 2009.
- [20] A. Inoueabd, F. L. Konga, Q. K. Manb, B. L. Shenc, R. W. Lib, F. Al-Marzoukid, „Development and applications of Fe- and Co-based bulk glassy alloys and their prospects,“ Journal of Alloys and Compounds, %1. vyd.615, pp. 2-8, 2014.
- [51] A. Turoňová, Jadrová chémia, Košice: Univerzita Pavla Jozefa Šafárika v Košiciach, 2011.
- [52] J. KORCOVÁ, Analýza nanokryštalických zliatin po ožiarení neutrónmi, Bratislava: FEI STU, 2013.
- [53] STOLLER, Effects of radiation on materials, Philadelphia: Academic Press Philadelphia, 1996.
- [66] R. VITTEK, Dizertačná práca - Závislosť hyperjemných interakcií od mikroštruktúry vo vybraných nanokryštalických zliatinách typu NANOPERM, Bratislava, 2009.
- [56] J. Degmova, J. Sitek, J. M. Greneche, B. Idzikowski, P. Svec, M. Miglierini, Properties and Applications of Nanocrystalline Alloys from Amorphous Precursors, Dodrecht: Kluwer Academic Publishers, 2005.
- [68] V. VALVODA, M. POLCÁROVÁ, L. PAVEL, Základy strukturní analýzy, Praha: Univerzita Karlova, 1992, pp. 275-281.
- [70] W. SEBASTIAN, Etude des micro - contraintes dans les matériaux texturés hétérogènes par diffraction et modèles de comportement, Krakow: University of Science and Technology , 2007.