

Mérési jegyzőkönyv:

Fémüvegek vizsgálata

Jóni Bertalan, Rakyta Péter

4. éves fizikus hallgatók

mérés időpontja: 2007. december

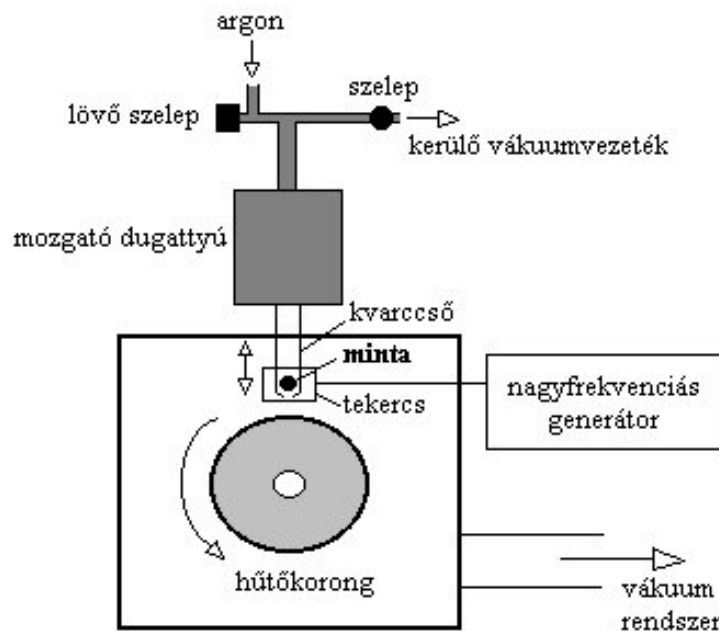
Mérésvezető:
Vincze Imre

1. Bevezetés - Fémüvegek előállítása

Az anyagoknak létezhet az egyensúlyi állapottól nagyobb energiájú ún. *metastabil* állapota is. Többek között az amorf ötvözetek is ilyen nem egyensúlyi szilárd anyagok. Jelen mérés alkalmával ún. olvadéksugaras gyorsítással állítottunk elő amorf ötvözetet. Az eljárás lényege, hogy a mintát olvadékalapotából hirtelen lehűtjük, ezzel az anyag túlhűtött állapotában az amorf szerkezet egyszerűen befagy.

1.1. Nem-egyensúlyi ötvözetek előállítása olvadéksugaras gyorsítással

Lassú hűtés során az olvadékok az olvadáspont alatt elsőrendű fázisátalakulással kristályos szerkezetben szilárdulnak meg. Az olvadásponton a szilárd és folyadék fázisok egyensúlyban vannak. Ha a hőmérséklet tovább csökken, a kristályos fázis energetikailag kedvezőbbé válik. Kellően alacsony hőmérsékleten az atomi diffúzió lelassulásával a rendszer már nem képes csökkenteni energiáját. Ha a folyadékot elég gyorsan hűtjük ahhoz hogy kristályosodás nélkül átjusson a közbenső tartományon, úgy a megszilárdulás a szerkezet lényeges megváltozása nélkül zajlik le, így folyadékhoz közeli szerkezetű amorf szilárdtestet kapunk. A fémesen vezető anyagokat igen gyorsan kell lehűteni az amorf állapot eléréséhez (kb (10³ – 10¹²) K/s sebességgel). A gyakorlat során ezt az ún. olvadéksugaras gyorsítással valósítottuk meg. Az eljáráshoz használt berendezés vázlatát az 1. ábra szemlélteti. Az olvadéksugaras hűtés során a fémeket egy kis nyílású



1. ábra. Olvadéksugaras gyorsító

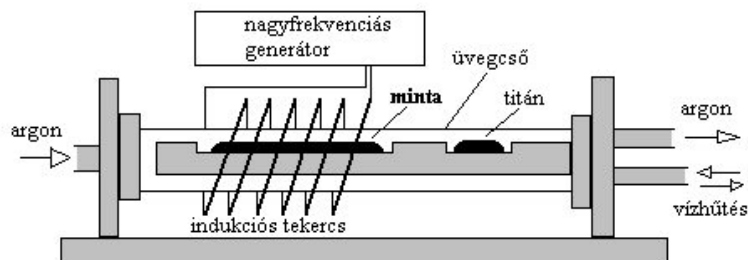
kvarcüvegcső tégelyben indukciós fűtéssel olvasztjuk meg, majd argon gáz túlnyomás segítségével kilőjük egy gyorsan forgó korong felületére. A korong a jó hővezetés céljából rézből készült. A műveletet vákuumban végeztük az oxidáció elkerülése miatt. A kilövéshez szükséges túlnyomást

egy puffertartályban állítottuk elő, melyben a művelet megkezdése előtt szintén vákuumot hozunk létre egy kerülő vákuumvezeték segítségével nehogy a puffer és a vákuumkamra csak a kvarccsőn keresztül legyenek összeköttetésben. Ezt a kerülő csövet a kilövés előtt le kell zárni, nehogy erre távozzon a túlnyomás. Az olvadék kilövésekor a kvarccsőnek közel kell lennie a koronghoz az olvadéksugár stabilitása miatt, viszont a fűtőtekercs nem lehet ilyen közel, mert akkor az a korongot is melegítené. A problémát úgy oldjuk meg, hogy a tekercset kb. 1 cm-rel helyezzük el a korong felett, az olvasztás itt történik, majd közvetlenül a kilövés előtt egy pneumatikus dugattyúval leeresszük a kvarccsövet a koronghoz. A forgó korong egy vékony olvadékréteget ragad magával, melynek megszilárdulásával képződik a gyorsított szalag - *fémüveg*. A mérés során két mintából készítettünk fémüveg-szalagot: egy előre elkészített $Fe_{83}B_{17}$ mintából, illetve egy általunk összeállított $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ ötvözetből.

1.2. A $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minta előállítása

A rendelkezésünkre bocsátott összetevőből egy 3 komponensű ötvözetet ($Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$) készítettünk. 10 g minta elkészítéséhez először a szükséges összetevők mennyiségét kellett kimérnünk. Az összetételnek megfelelő tömegek az alábbiak voltak: $m_{Fe} = 5.746$ g, $m_{Fe_{49}B_{50}} = 3.339$ g, $m_Y = 0.915$ g. Az összetevők kimérése után a minta össztömegét $m = 10.0002$ g-nak találtuk, ami a kitűzött 10 g-hoz képest nagyon jó egyezést jelent.

Az ötvözetet a gyakorlat során egy ún. hidegtégelyes indukciós olvasztó berendezéssel készítettük el, melynek vázlatát 2. ábrán látható. Ha egy váltóáramú tekercs belsejébe elektromosan ve-



2. ábra. A hidegtégelyes indukciós olvasztó

zető anyagot helyezünk, a tekercs áramának mágneses tere által indukált elektromos tér az anyagban örvényáramokat hoz létre. Ezeknek az örvényáramoknak a fűtő hatását használjuk ki az indukciós hevítés gyakorlatában. A tekercs árama magát a tekercset is melegíti, ezért a túlmelegedés elkerülése érdekében a tekercset vörösréz csőből készítik, és ezen átfolyó vízzel hűtik. Az indukciós olvasztás tégyben történik. Egyes anyagoknál gondot jelenthet a megfelelő tégy kiválasztása, mert egyrészt a hőállóságot biztosítani kell, másrészt el kell kerülni az olvadék és a tégy közötti reakciókat. Mindkét problémára megoldást jelent a gyakorlat során általunk is alkalmazott vízzel hűtött tégyben történő ún. *hidegtégelyes olvasztás*. A tégy jó hővezető vörösrézből készül, így a tégy nem melegszik fel a minta hőmérsékletére, így a nemkívánatos reakciók lehetősége is csökken. A minta olvasztását argon védőgázban végezzük, mellyel 5 percn keresztül öblítjük át az üvegcsövet, hogy a minta ne érintkezzen levegővel az olvasztás során. Az átöblítés után esetlegesen megmaradó oxigént úgy kötjük meg, hogy a minta megolvasztása előtt egy titán darabot olvasztunk meg, mely könnyen reakcióba lép a maradék

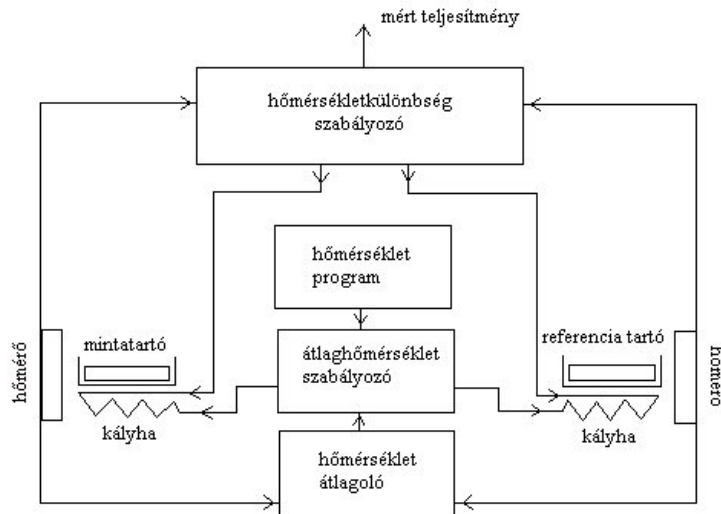
oxigénnel. A mintát egy percig tartjuk olvadékban. A megolvadt mintában folyó örvényáramok keverik ugyan az olvadékot, de a téggel érintkező vékony réteg nem olvad meg ezért a kellő homogenitás eléréséhez a mintát négyszer is megolvasztottuk. Az ötvözet elkészítése után még egyszer leellenőriztük annak tömegét: ellenőriztük, hogy az olvasztás során nem rakódott-e rá idegen anyag. Azt találtuk, hogy a minta tömege 10.0003 g lett, ami azt jelenti, hogy a minta elkészítése sikeres volt, vagyis nem oxidálódott.

2. Kalorimetriai vizsgálatok DSC-vel

A mérés során az általunk készített két fémüveg ($Fe_{83}B_{17}$ és $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$) termikus tulajdonságait vizsgáltuk az ún. DSC (Differential Scanning Calorimetry) módszerrel. Először a készített két fémüveg szalagot daraboltuk fel, hogy az beférjen a DSC mintatartójába. Mindkét összetételű fémüvegből 2 különböző tömegű mintát készítettünk:

- $Fe_{83}B_{17}$ esetében: $m_1 = 4.13$ mg és $m_2 = 29.61$ mg
- $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ esetében: $m_3 = 18.29$ mg és $m_4 = 77.771$ mg

A dinamikus kaloriméterek ideális eszközök különböző anyagokban lejátszódó hőeffektussal járó folyamatok gyors vizsgálatára. A mérés során a két mintatartóban elhelyezett mérendő ill. referenciaminta hőmérséklete lineárisan növekszik az idő függvényében. A kaloriméter kimenő jele arányos a két minta lineáris hőmérsékletnövekedéséhez szükséges teljesítmények különbségével. Ily módon, ha a mérendő mintában hőelnyeléssel vagy hőfelszabadulással járó folyamat játszódik le, a kimenő jelen egy pozitív vagy negatív csúcsot kapunk. A csúcsok helyzetéből és alakjából következtetni lehet a lejátszott átalakulások jellegére és egy sor, az átalakulásra jellemző paraméter meghatározható (pl átalakulási hőmérséklet, az átalakuláshoz szükséges hő, stb.). A mérés során használt dinamikus kaloriméter blokkvázlatát a 3 ábra szemlélteti. A mérendő



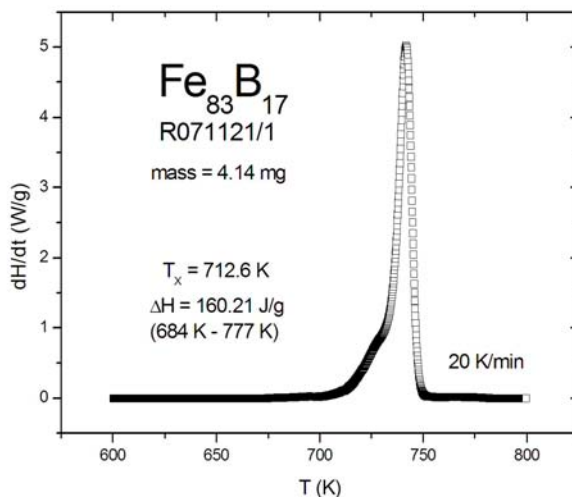
3. ábra. A DSC kaloriméter blokkvázlata

és a referenciaminta egy-egy alulról fűthető platina mintatartóban helyezkedik el. A minták

hőmérsékletét egy-egy ellenállás hőmérővel mérjük. A fűtést biztosító két kályha hőmérsékletének szabályozására egy kétkörös visszacsatoló rendszer szolgál. Az első kör úgy vezérli a két kályha fűtőteljesítményének átlagát, hogy a két minta hőmérsékletét mérő ellenállás hőmérők átlaghőmérséklete a programhőmérsékletnek megfelelően, a beállítható fűtési sebességgel lineárisan változzon. A másik visszacsatoló kör a két hőmérő hőmérséklet különbségével arányos W teljesítménnyel az átlagteljesítményhez képest pozitív ill. negatív irányban eltolja a kályhák fűtőteljesítményét. Ezzel a negatív visszacsatolással a két minta közti hőmérséklet különbség csökken. A kimenetként kapott jel arányos a W teljesítménnyel.

2.1. Fizikai állandók meghatározása

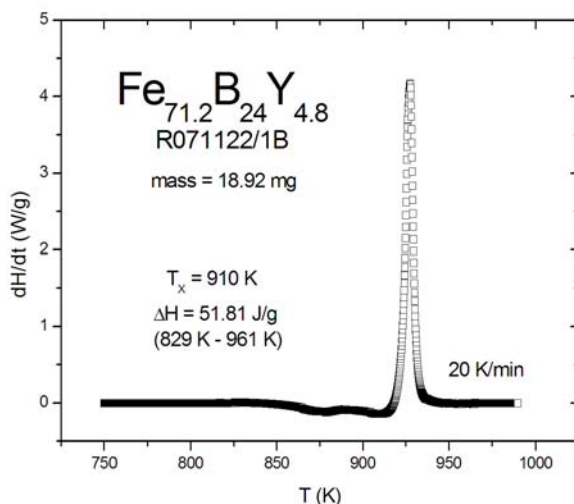
Az egyik gyakran előforduló probléma különböző anyagok olvadáspontjának és olvadáshőjének meghatározása, illetve ötvözetek esetében a fázisdiagramm felvétele. Tekintettel a minta és a kályha közötti véges hővezető képességre, az olvadás nagy tisztaságú anyag olvasztása esetén is egy véges szélességű csúcsot ad a $W(t)$ diagrammon, mivel a minta teljes átolvasztásához időre van szükség. Az olvadáspont nyilván ott kell legyen, ahol a csúcs elkezdődik. Ennek pontos meghatározása azonban nem lehetséges, így a csúcs felfutó részének állandó meredekségű szakaszára illesztett egyenesnek a tengelymetszetét (a hőmérséklet és az idő között lineáris kapcsolat áll fenn a fűtési programnak megfelelően) tekintjük az olvadáspontnak. Az olvadáshőt a $W(t)$ görbe idő szerinti integrálja (görbe alatti terület) adja meg a minta tömegével normálva. Két különböző összetételű mintát olvasztottunk meg ($Fe_{83}B_{17}$ és $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$). Az első olvasztáskor jól látszik az amorf fémüveg átkristályosodásának megfelelő fűtési csúcs. Ha ugyanazt a mintát másodjára is felmelegítjük, ezt a csúcsot nyilvánvalóan nem tapasztaljuk, hiszen már szó sincs fémüvegről. A $Fe_{83}B_{17}$ minta diagramját a 4. ábra szemlélteti (már az alapvonal levonásával). A fűtés és a minta fizikai állandóira nyert adatok:



4. ábra. A $Fe_{83}B_{17}$ minta fűtési diagramja.

A minta anyaga:	$Fe_{83}B_{17}$
A minta tömege:	4.14 mg
Fűtési tartomány:	(684 – 777) K
Fűtési sebesség:	20 K/min
Átalakulási hőmérséklet:	712.6 K
Átalakulási hő:	160.21 J/g

A $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minta diagramját az 5. ábra szemlélteti (már az alapvonal levonásával). A fűtés



5. ábra. A $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minta fűtési diagramja.

és a minta fizikai állandóira nyert adatok:

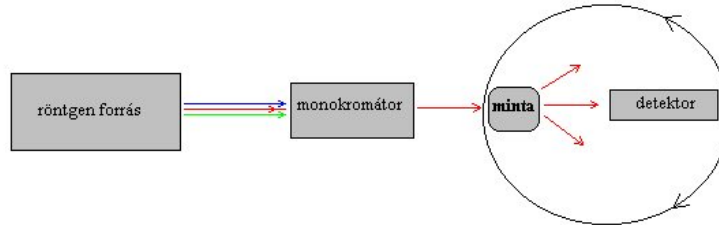
A minta anyaga:	$Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$
A minta tömege:	18.92 mg
Fűtési tartomány:	(829 – 961) K
Fűtési sebesség:	20 K/min
Átalakulási hőmérséklet:	910 K
Átalakulási hő:	51.81 J/g

3. Röntgendiffrakciós vizsgálatok

Az előző laboratóriumi gyakorlatokon készített amorf, illetve hőkezeléssel ismét kristályossá tett minták anyagösszetételének vizsgálatát végeztük röntgen diffrakciós módszerrel.

A röntgen rövid hullámhosszú, nagy energiájú elektromágneses sugárzás. Előállításuk többféleképpen is történhet, mi a gyakorlat során hagyományos röntgen-sugár csövet használtunk. Ebben a röntgensugarak keltése az alábbi módon történik: a katód egy izzított fűtőszál, melyből az izzítás hatására a felgerjesztett elektronok egy része kilép a katódból. Ezek az elektronok az anód és a fűtőszál közötti gyorsító feszültség (~ (5000 – 80000) V) hatására elindulnak az anód

irányába, majd az anódba ütközve fékeződésük során leadják energiájukat. A cső spektrumát az anód anyaga határozza meg. Az elektronok fékeződése ún. *fékezési sugárzást* okoz. Az elektronok ütközése során az anód atomjainak belső héjain elektron vakancia keletkezhet. Ez a vakancia magasabb héjról legerjesztődő elektronnal betöltődhet, miközben foton emittálódik az energiakülönbségnek megfelelően. Ez a karakterisztikus sugárzás magyarázata. Következésképp az intenzitás-hullámhossz karakterisztikán keskeny csúcsok jelennek meg. A mérés blokkvázlatát a 6. ábra szemlélteti. A röntgen sugarak a röntgen forrásból egy $1\text{ cm} \times$



6. ábra. A röntgendiffrakciós mérés elrendezésének blokkvázlata.

1 mm-es résen keresztül jönnek ki. A kijövő sugarat monokromatizálni kell, ezért a spektrumból egy csúcsot választunk ki ($\lambda \approx 154\text{ nm}$), hogy a diffrakciós kép ne több hullámhosszú komponens szuperpozíciója legyen. Ezt a minta és a forrás közé helyezett monokromátor segítségével érjük el. A mérés alatt a minta folyamatosan forog saját tengelye körül, hogy kiátlagolódjának az esetleges irány-inhomogenitások. A mérés során ún. *párhuzamos mérést* alkalmaztunk. Ennek lényege, hogy a detektor előtt párhuzamos lemezek vannak. Adott irányba tartó szórt nyaláb így csak akkor tud eljutni a detektorba, amikor a nyaláb párhuzamos a lemezekkel, amint a detektor tovább fordul a sugarak elnyelődnek a lemezen. A felbontás annál jobb, minél sűrűbben vannak a lemezek és minél hosszabbak. A felbontás finomsága természetesen az intenzitás csökkenésével jár.

A mérés során az alábbi 4 feladatot végeztük el:

- Megfigyeltük az amorf $Fe_{83}B_{17}$ minta diffrakciós eloszlását.
- Bcc szerkezetben kristályosodott Fe (α -vas) nyomait kerestük a $Fe_{83}B_{17}$ mintáról készített diffrakciós eloszláson.
- Kaloriméterben átkristályosított $Fe_{83}B_{17}$ minta diffrakciós eloszlását elemeztük.
- Ugyancsak a kaloriméterben átkristályosított $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minta diffrakciós eloszlását elemeztük.

3.1. Az amorf minta diffrakciós eloszlása

Az amorf mintáról készített diffrakciós eloszlást a 7. ábra szemlélteti. A diffrakciós képen nem mutatkozik semmiféle diffrakciós csúcs, ahogy az várható is volt.

3.2. Bcc szerkezetben kristályosodott Fe (α -vas) diffrakciós eloszlása

A $Fe_{83}B_{17}$ mintáról készített diffrakciós eloszláson megkerestük az α -vashoz rendelhető diffrakciós csúcsokat. A spektrumban ezután csupán ezeket a tartományokat tartottuk meg, ezekre az adatokra próbáltuk illeszteni a fizikai paramétereket (rácsállandó, különböző háttértípusok, stb.) a rendelkezésünkre álló program segítségével. Az illesztés eredményét a 8. ábrán látható. Az illesztésből nyert rácsállandó:

$$a \approx 2.87 \text{ \AA} \quad (1)$$

3.3. Az átkristályosított $Fe_{83}B_{17}$ minta diffrakciós eloszlása

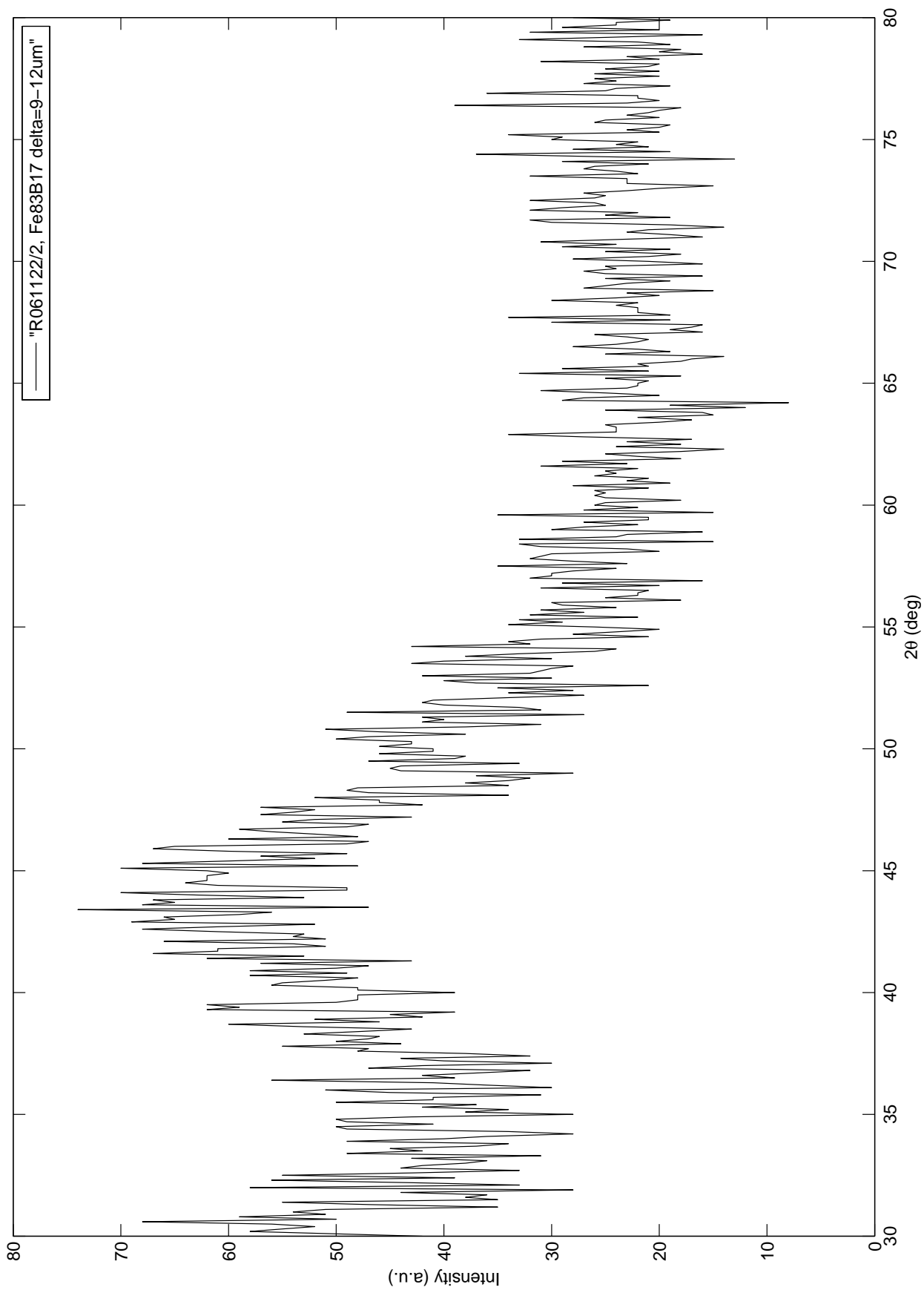
A minta diffrakciós eloszlását a 9. ábra szemlélteti. Az ábrán jól felismerhetőek az α -vashoz tartozó diffrakciós csúcsok. Ezekon kívül azonban megfigyelhető számos egyéb jól definiált diffrakciós csúcs is. Ezek a csúcsok azzal magyarázhatóak, hogy a kristályos α -vas fázison kívül a mintában szerepel más kristályos fázis is. Nagy valószínűséggel valamilyen Fe_xB_y vegyületről lehet szó. A rendelkezésünre bocsátott táblázatok rövid időn belül fényt derítettek arra, hogy az ismeretlen módus a Fe_3B valamelyik kristályos módosulata lehet. A tetragonális és ortorombos kristályszerkezetek illesztése közül a tetragonális szerkezet bizonyult megfelelőnek. Az illesztés során illesztettük az α -vas rácsállandóját, a Fe_3B kiválás tetragonális elemi cellájának rácsállandóit, valamint az átlagos szemcseméretüket is. Az illesztésekből az alábbi adatok adódtak:

- α -vas rácsállandója: $a \approx 2.86 \text{ \AA}$
- a Fe_3B kiválás tetragonális elemi cellájának rácsállandói: $a = b \approx 8.63 \text{ \AA}$, $c \approx 4.28 \text{ \AA}$
- a kiválások átlagos szemcsemérete: $\Delta_{\alpha\text{-vas}} \approx 0.35$, $\Delta_{Fe_3B} \approx 0.53$ a program által használt egységekben mérve.

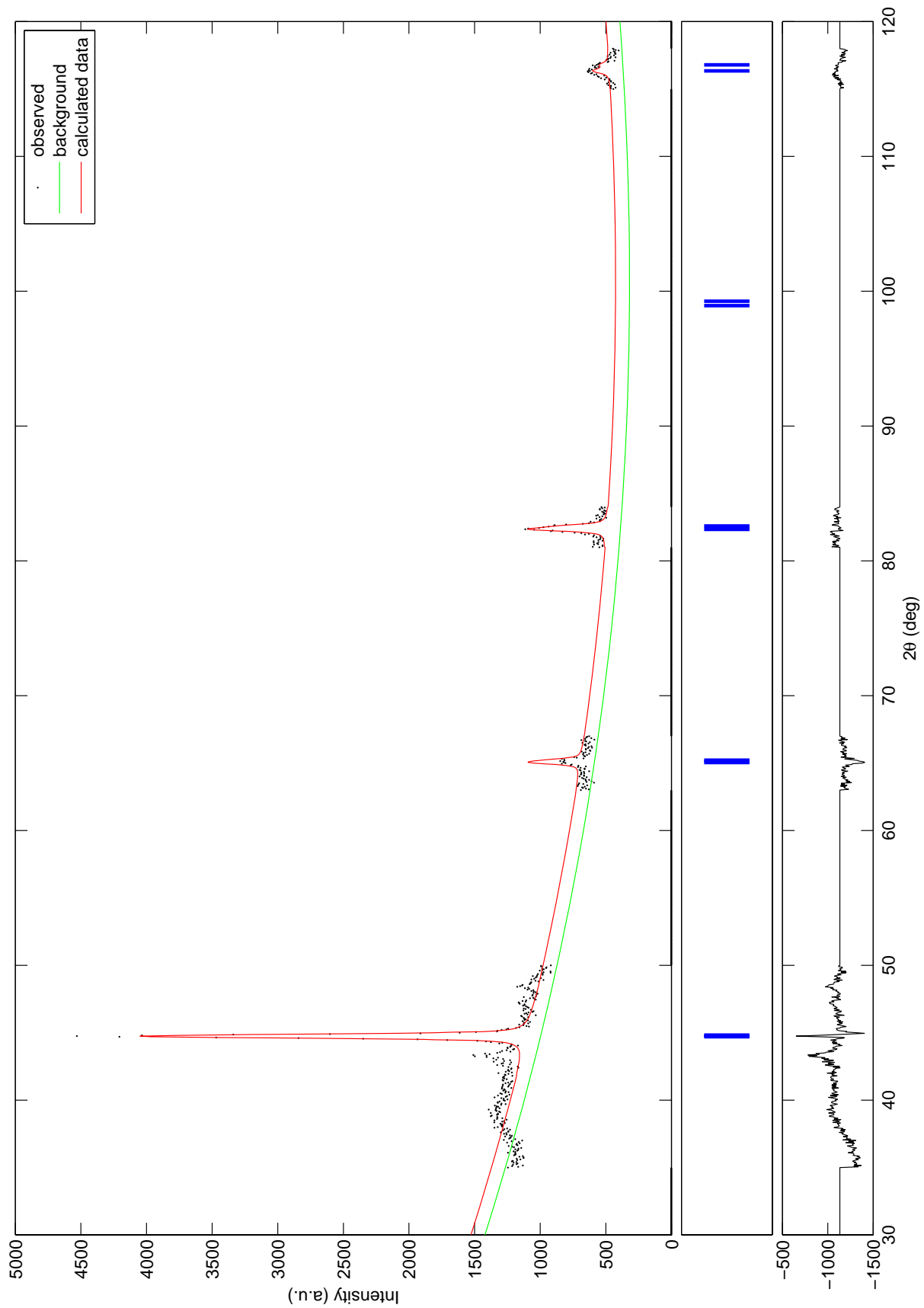
3.4. Az átkristályosított $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minta diffrakciós eloszlása

A kiértékelésnél a legtöbb gondot ezen minta diffrakciós eloszlása okozta. A minta diffrakciós eloszlását a 10. ábra szemlélteti. A diffrakciós eloszlásban α -vashoz és a Fe_3B kiváláshoz tartozó csúcsokat próbáltuk először beazonosítani: a megfelelő fizikai paraméterek illesztésével próbálkoztunk. A háttér menetét csupán manuális kiértékeléssel lehetett beilleszteni. Újabb Y tartalmú fázist már nem sikerült beleilleszteni a diffrakciós eloszlásba. Valójában az α -vas jelenléte is eléggé kétséges volt. A vas rácsállandóját nem is illesztettük, mivel a numerikus számolások csődöt mondtak erre az esetre! Ennek ellenére a tetragonális szerkezetű Fe_3B kiválás rácsállandóira az előzőekhez hasonló értékeket kaptunk:

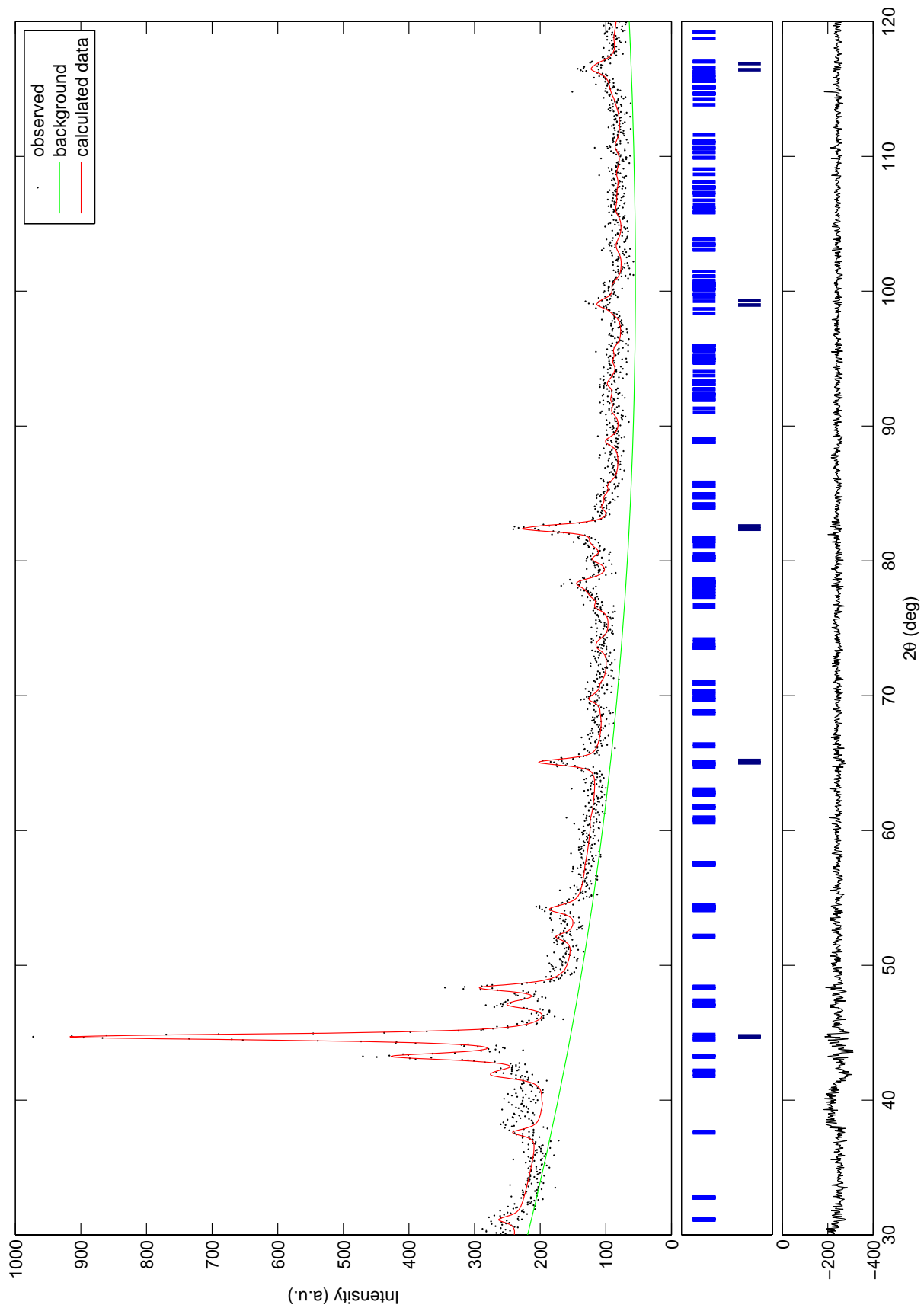
$$a = b \approx 8.68 \text{ \AA} , \quad c \approx 4.30 \text{ \AA} \quad (2)$$



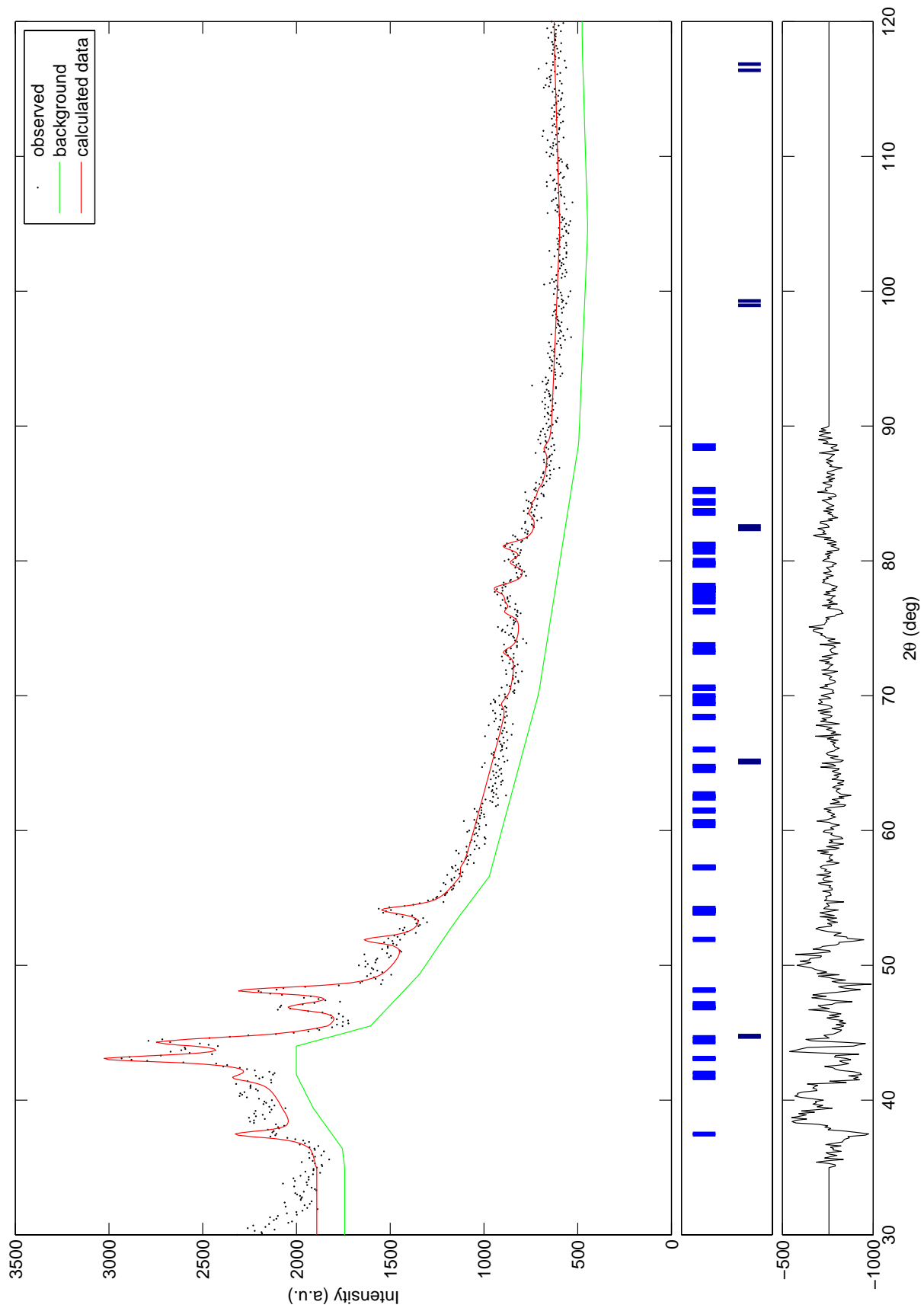
7. ábra. Az amorf $Fe_{83}B_{17}$ minta diffrakciós eloszlása.



8. ábra. Az α -vashoz tartozó diffrakciós csúcsok.



9. ábra. A kristályos $Fe_{83}B_{17}$ minta diffrakciós eloszlása.



10. ábra. A kristályos $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minta diffrakciós eloszlása.

4. A minták vizsgálata Mössbauer-effektussal

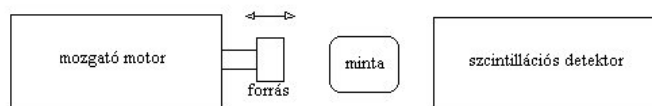
Ezen mérés során az amorf, illetve hőkezeléssel ismét kristályossá tett minták anyagösszetételét vizsgáltuk Mössbauer-effektus segítségével. A visszalökődés nélküli magrezonancia fluoreszcencia a lágy gamma-sugárzások tartományában az egyik legérzékenyebb anyagszerkezet-kutatási módszer. Segítségével nagy pontossággal tudunk relatív energia mérést megvalósítani, így kísérleti úton a természetes vonalszélesség alakját is kimérhetjük. Mivel a mag energianívóit környezeti hatások perturbálják, így ezeket a hatásokat is észlelhetjük (pl izomér eltolódás, kvadrupólfelhasadás, stb. következtében).

Egy gerjesztett állapotú atommag alapállapotba történő visszatérésekor fotont bocsát ki. Ezt egy ugyanolyan mag el tudja nyelni, így felvéve egy γ -spektrumot az adott hullámhosszon abszorpciót várhatunk. A rezonancia fluoreszcencia jelenségét sokáig nem tudták kimutatni magfizikai kísérletekben, mivel az impulzus megmaradás következtében az atommag a foton kibocsátásakor jelentős mértékben visszalökődik, ezzel az energia egy részét elveszi, a foton energiája pedig ennyivel kisebb lesz. Ugyanezen gondolatmenettel ahhoz, hogy egy mag elnyelje a fotont, az átmenethez tartozó energiánál valamivel nagyobb energia lenne szükséges. A rezonancia-abszorpció így általában nem jön létre.

1951-ben Malmfors sikeres magrezonancia-abszorpciót hozott létre (P. B. Moon egy másik módszerrel szintén elérte ugyanezt ugyanabban az évben) a következő módszerrel: a hőmérséklet növelésével elérte, hogy minél több foton energiája legyen elegendő a rezonancia abszorpcióhoz, kihasználva azt, hogy a hőmérsékleti Doppler-effektus miatt a spektrumvonalak kiszélesednek, így lehetővé válik az abszorpció.

R. L. Mössbauer 1958-ban szintén elvégezte ezt a kísérletet az $Ir - 191$ izotóp 129 keV-es vonalával. Tapasztalatai viszont a várakozásokkal ellentétben azt mutatták, hogy a hőmérséklet csökkentésével a rezonancia abszorpció megnő. A jelenség oka a róla elnevezett *Mössbauer-effektus*: a kristályban kötött magok közül a csökkenő hőmérséklettel egyre több képes természetes vonalszélességű és visszalökődés nélküli abszorpcióra, vagy emisszióra. Magyarán a kvantummechanika segítségével kaphatunk, mely szerint a kristályrács rezgéseinek energiája kvantált, és alacsony hőmérsékleten az alapállapot és az első gerjesztett állapot közötti energia-különbség nagyobb, mint amit a beérkező foton le tudna adni, így nem történik fonongerjesztés.

Az általában használt mérési elrendezés blokkvázlatát a 11. ábra szemlélteti. A mérőberendezésben



11. ábra. A Mössbauer-méréshez használt mérőberendezés blokkvázlata.

^{57}Co forrás 14.41 keV-es fotonjait alkalmaztuk. A forrás egyes atomjai egy elektron befogás után ^{57}Fe -vé alakulnak, melyek legerjesztődésük során 91% valószínűséggel egy 14,4 keV energiájú fotont bocsátanak ki. A többi kibocsátott nagyenergiás fotont (13 keV és 122,6 keV) A forrás mellett szól, hogy a gerjesztett ^{57}Fe -nak elég nagy az átlagos élettartama, ezért a kibocsátott foton természetes vonalszélessége kicsi. A detektor jelét egy erősítőn keresztül egy „diszkriminátorra”, vezetjük, mellyel kiszűrhetjük a 14,4 keV energiájú fotonok jelét. A diszkriminátor

tehát fontos alkotóeleme a berendezésnek, a munkát ennek a beállításával kezdtük: két hitelesített fóliát használtunk melyek közül

- az egyik a 14,4 keV energiánál nagyobb energiájú fotonokat engedte át,
- a másik pedig a 14,4 keV és nagyobb energiájú fotonokat.

A fóliákat használva azonosítottuk a forrás spektrumában a 14,4 keV-es csúcsot. A besugárzás γ fotonjainak energia-modulációját a megszokott módon egy lineárisan vibráló mozgó rendszerrel való fixálás tette lehetővé, amely a forrást az abszorbenshez fele és vissza mozgatja. Az emittált foton energiája eltolódik a Doppler effektusnak megfelelően. A nem abszorbeálódott fotonokat szcintillációs detektorral detektáljuk, melyhez egy fotoelektron sokszorozó csatlakozik, ennek a jelét pedig egy számítógép bemenetére vezetjük. Egy megfelelő program segítségével ki tudjuk értékelni az abszorpció görbét.

A berendezést a vas spektrumának kimérésével kalibráltuk. A spektrumra illesztett görbét a 12. ábra szemlélteti. A kalibráció eredménye:

```

*****
Evaluating IRON calibration (FeCalWin2006)

071123.10a Fe-kalibracio (hallgatoi meres) RT

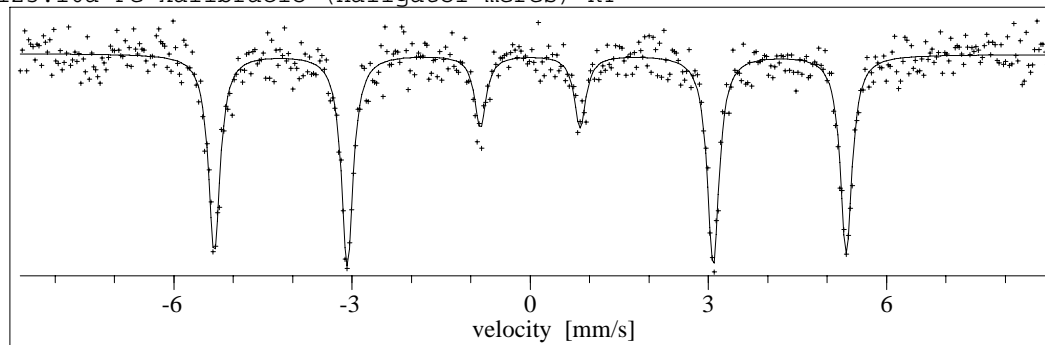
Damping= 1.00      HI-square= 366.18      reduced HI-square= 0.75
      EVALUATION from 5 to 495
RELATIVE LINE INTENSITIES: outer=3.000  middle=3.200  inner=1.100

  2.iteration
KONVERGENT

The correct origo : 248.31
The correct calibration factor : 0.03529
The linewidth : 0.236

071123.10a Fe-kalibracio (hallgatoi meres) RT

```



12. ábra. A kalibrációhoz használt vas-spektrum.

- A spektrum közepe az $O \approx 248.31$ „számú” csatornánál volt.
- 1 csatorna $v \approx 0.035 \text{ mms}^{-1}$ Doppler-sebességnek felelt meg.

4.1. Az átkristályosított $Fe_{83}B_{17}$ minta spektruma

A minta spektrumát a 13. ábra szemlélteti. A spektrumra 4 különböző 6-os csúcsot illesztettünk.

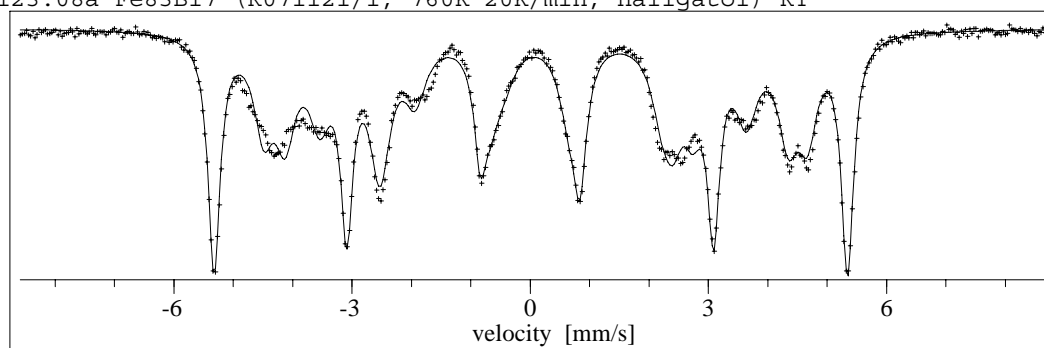
```
*****
Damping= 1.00      HI-square= 2478.49      reduced HI-square= 5.05
FITTING of SIX-LINE PATTERNS

071123.08a Fe83B17 (R071121/1, 760K 20K/min, hallgatoi) RT

CALIBRATION FACTOR= 0.03529  ORIGO= 248.31
CHANNEL NUMBER= 500  EVALUATION from 5 to 495
RELATIVE LINE INTENSITIES: outer=3.000  middle=2.300  inner=1.150

3.iteration
KONVERGENT
The parameters:
BASELINE: 1629627 322 SLOPE: 0.2 0.9
AMPL. HF.FIELD(T) IS.SHIFT(mm/s) QUAD.SPL.(mm/s) L.WIDTH(mm/s) R.AREA
34403 303 33.080 0.008 0.004 0.001 0.011 0.002 0.251 0.004 0.355
13439 545 26.276 0.051 0.031 0.004 0.155 0.009 0.419 0.025 0.231
11024 250 22.284 0.040 0.095 0.005 -0.095 0.010 0.454 0.018 0.206
12628 539 28.396 0.053 0.088 0.004 0.004 0.009 0.400 0.023 0.208

071123.08a Fe83B17 (R071121/1, 760K 20K/min, hallgatoi) RT
```



13. ábra. A kristályos $Fe_{83}B_{17}$ minta spektruma

A domináns illesztési paraméter az egyes kiválások (mindegyik csúcs 6-oshoz más kiválás tartozik) belső mágneses tere volt. Az Rtg vizsgálatok arra utaltak, hogy ebben a mintában α -vas és Fe_3B kiválások találhatóak. Mösszbauer spektroszkópia esetében a sok csúcs 6-os azzal magyarázható, hogy ezeknek a kiválásoknak különböző mágneses módosulatai fordulnak elő a mintában. Ezekre a Rtg mérés nem volt érzékeny. Az α -vas magasfokú szimmetriája miatt nem valószínű rá különböző mágneses módosulataok létrejötte. (A tiszta vasmintánál sem tapasztaltunk hasonlót.) A fenmaradó 3 csúcs 6-os ezek szerint a Fe_3B kiválás különböző mágneses módosulatainak tudható be. Az ezekre vonatkozó illesztésből meghatározott belső mágneses tér nagysága:

- α -vas esetében $B \approx 33.1$ T
- a Fe_3B három mágneses változata esetében pedig $B_1 \approx 26.3$ T, $B_2 \approx 22.2$ T, $B_3 \approx 28.4$ T

A csúcsok összterületeinek arányából következtethetünk a minta valódi összetételére, avagy ellenőrizhetjük, hogy a $Fe_{83}B_{17}$ százalékoszlása mennyire felel meg a valóságnak. A 13. ábrán fel vannak tüntetve az egyes csúcs 6-osok összterülete:

- α -vas esetében $T/T_0 = 0.335$
- Fe_3B mágneses módosulatok összterülete: $T_B/T_0 = 0.645$, ahol T_0 a csúcsok összterülete.

Mivel a Mössbauer-effektus a vas atomokra érzékeny, érdemes a vasatomok számával számolni. Legyen a Fe_3B kiválásban lévő vasatomok száma n . Nyilván a mintában szereplő össz vasatomok száma:

$$N_{Fe} = \left(1 + \frac{T}{T_B}\right)n .$$

Hasonlóan egyszerű módon számolhatjuk ki a B atomok számát is:

$$N_B = \frac{n}{3} .$$

A két elem atomszámainak aránya ekkor:

$$\frac{N_{Fe}}{N_B} = 3 \left(1 + \frac{T}{T_B}\right) \approx 4.65 . \quad (3)$$

A megadott összetételből ugyanez az arány:

$$\frac{N_{Fe}}{N_B} = \frac{83}{17} \approx 4.88 . \quad (4)$$

Ez közel 4.7% differenciát jelent, ami nem mondható túl nagynak.

4.2. Az átkristályosított $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minta spektruma

A minta spektrumát a 14. ábra szemlélteti. A $Fe_{83}B_{17}$ minta elemzésekor nyert tapasztalatok szerint ebben a mintában is nagy valószínűséggel előfordulnak az α -vas és a Fe_3B kiválás három mágneses változata. Az illesztések összhangban vannak ezzel a feltételezéssel annyiban, hogy az α -vas kiválás részaránya elhanyagolhatóan kicsi a többihez képest. A spektrumban az említetteken kívül látunk még egy kiválásnak megfelelő csúcspárt. Erre a csúcspárra nyilván nem a mágneses felhasadás jellemző. A spektrumot ennek megfelelően kvadrupólfelhasadásnak megfelelő spektrumkomponenssel egészítettük ki. Ez a kvadrupólmomentum a Fe_2Y kiválásnak tudható be. Az α -vas hiánya összhangban van a röntgendiffrakciós mérésekkel, bár ez utóbbi nem adott egyértelmű eredményt. Az illesztésekből adódó numerikus eredmények:

- a Fe_3B három mágneses változata esetében a belső mágneses tér nagysága: $B_1 \approx 26.46$ T, $B_2 \approx 22.41$ T, $B_3 \approx 28.83$ T
- a Fe_2Y kvadrupól felhasadásának mértéke Doppler-eltolódás egységben: $\Delta E \approx 605$ mms⁻¹.

5. Az amorf $Fe_{83}B_{17}$ és $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minták Mössbauer spektruma

A $Fe_{83}B_{17}$ spektrumát a 15. ábra, a $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minta spektrumát pedig a ?? ábra szemlélteti. Az amorf szerkezet az előzőekhez képest abban nyilvánul meg, hogy a csúcs 6-oshoz nem tartozik egy jól definiált belső mágneses tér, hanem arra egy eloszlás jellemző. A 17. és 18. ábrákon rendre a $Fe_{83}B_{17}$ és $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ mintákhoz tartozó eloszlásgörbe látható.

```

*****
Damping= 1.00      HI-square= 1314.88      reduced HI-square= 2.68
FITTING of SIX-LINE PATTERNS

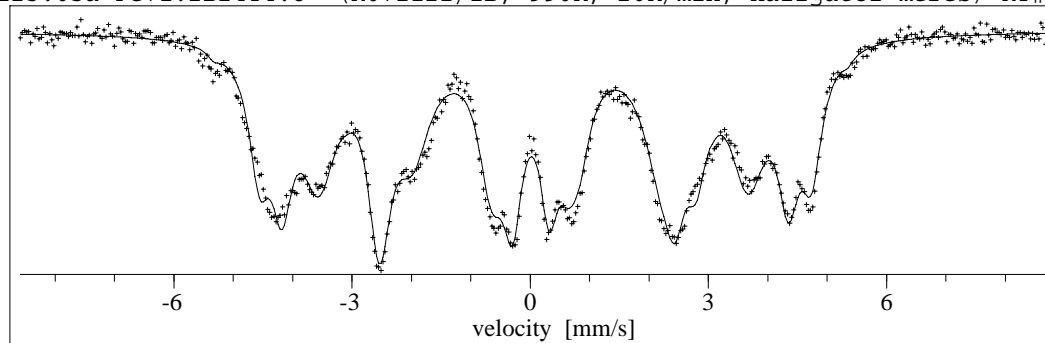
071123.05a Fe71.2B24Y4.8 (R071122/1B, 990K, 20K/min, hallgatoi meres) RT#K1.00

CALIBRATION FACTOR= 0.03529  ORIGO= 248.31
CHANNEL NUMBER= 500  EVALUATION from 5 to 495
RELATIVE LINE INTENSITIES: outer=3.000  middle=2.300  inner=1.150

2.iteration
KONVERGENT
The parameters:
BASELINE: 403704 117 SLOPE: -0.2 0.3
AMPL. HF.FIELD(T) IS.SHIFT(mm/s) QUAD.SPL.(mm/s) L.WIDTH(mm/s) R.AREA
344 fixed 33.080 fixed 0.004 fixed 0.011 fixed 0.251 fixed 0.009
5343 191 26.457 0.047 0.026 0.004 0.113 0.008 0.453 0.025 0.259
5341 93 22.409 0.051 0.079 0.005 -0.055 0.009 0.747 0.018 0.426
4616 177 28.830 0.053 0.097 0.005 -0.016 0.009 0.435 0.022 0.214
1123 40 0.000 fixed -0.292 0.007 0.000 fixed 0.381 0.024 0.046
1131 40 0.000 fixed 0.313 0.007 0.000 fixed 0.375 0.023 0.045

071123.05a Fe71.2B24Y4.8 (R071122/1B, 990K, 20K/min, hallgatoi meres) RT#K1.00

```



14. ábra. A kristályos $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minta spektruma

FITTING of BINOMIAL DISTRIBUTION to SECOND TERM (BinomWin2006)

071123.07a Fe83B17 (R071121, 13-15um, hallgatoi) RT

NUMBER of MAX. ITERATION= 30
CALIBRATION FACTOR= 0.03529 ORIGO= 248.31
CHANNEL NUMBER= 500 EVALUATION from 5 to 495
RELATIVE LINE INTENSITIES: outer= 3.00 middle= 3.28 (0.03) inner= 1.20
BINOMIAL COORDINATION NUMBERS: first= 20 second= 1
CUT-OFF VALUES for BINOMIALS: first= 0.005 second= 0.005
CONCENTRATION or SHAPE-PARAMETER = 0.80

the binomial terms:	first	second
	0	0.034
	1	0.013
	2	0.045
	3	0.103
	4	0.164
	5	0.198
	6	0.186
	7	0.140
	8	0.085
	9	0.043
	10	0.018
	11	0.006

Damping= 1.00 HI-square= 488.00 reduced HI-square= 0.99
3.iteration KONVERGENT

The parameters:

SHAPE (second in next line)	AMPL and SLOPE
0.092 0.005	15565 265
0.958 0.007	0.81 0.25

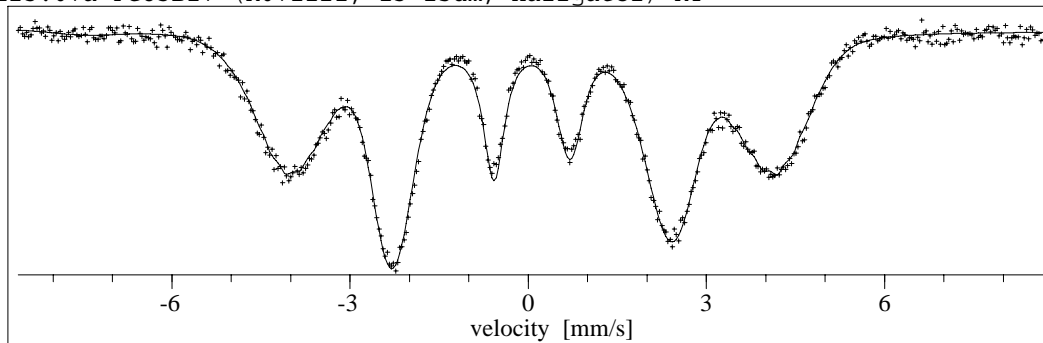
BASELINE: 524163 101

HYPERF.FIELD(T)	ISOMER SHIFT(mm/s)	QUADRUPOLE SPLITTING(mm/s)	LINE WIDTH(mm/s)
45.228 0.779	-1.483 0.089	0.066 0.184	0.410 0.007
-1.527 0.016	-0.012 0.001	0.011 0.003	
-11.919 0.775	1.604 0.093	-0.130 0.193	

Average hyperfine field (= 25.347) Standard width(= 5.188)
Average isomer shift = 0.004 Standard width = 0.312
Average quadrupole splitting= -0.002 Standard width = 0.044

Average hyperfine field peak-1 : 36.877 peak- 2 : 24.958 width = 2.991
Average hyperfine field = 25.357 Standard width = 3.680

071123.07a Fe83B17 (R071121, 13-15um, hallgatoi) RT



15. ábra. A kristályos $Fe_{83}B_{17}$ minta spektruma

```

*****
FITTING of BINOMIAL DISTRIBUTION to SECOND TERM (BinomWin2006)

071123.06a Fe71.2B24Y4.8 (R071122/1B, 100-220um, poritva, hallgatoi) RT

NUMBER of MAX. ITERATION= 30
CALIBRATION FACTOR= 0.03529  ORIGO= 248.31
CHANNEL NUMBER= 500  EVALUATION from 5 to 495
RELATIVE LINE INTENSITIES: outer= 3.00  middle= 2.21 (0.03)  inner= 1.20
BINOMIAL COORDINATION NUMBERS: first= 20  second= 1
CUT-OFF VALUES for BINOMIALS: first= 0.005  second= 0.005
CONCENTRATION or SHAPE-PARAMETER = 0.80

```

```

the binomial terms:  first      second
                    0          0.034
                    1          0.966
                    2          0.014
                    3          0.042
                    4          0.090
                    5          0.145
                    6          0.183
                    7          0.184
                    8          0.150
                    9          0.101
                   10          0.056
                   11          0.026
                   12          0.010

```

```

Damping= 0.40  HI-square= 531.59  reduced HI-square= 1.08
2.iteration

```

```

The parameters:
SHAPE (second in next line)      AMPL and SLOPE
0.168 0.003                      27421 424
0.957 0.007                      1.70 0.47

```

```

BASELINE: 991457 197
HYPERF.FIELD(T)  ISOMER SHIFT(mm/s)  QUADRUPOLE SPLITTING(mm/s)  LINE WIDTH(mm/s)
42.384 0.900    -2.949 0.107    -1.044 0.229    0.475 0.007
-1.956 0.018    -0.006 0.002    0.012 0.002
-8.396 0.870    3.033 0.106    0.962 0.231
Average hyperfine field (= 21.183 )  Standard width(= 5.666)
Average isomer shift = -0.065  Standard width = 0.569
Average quadrupole splitting= -0.033  Standard width = 0.202

```

```

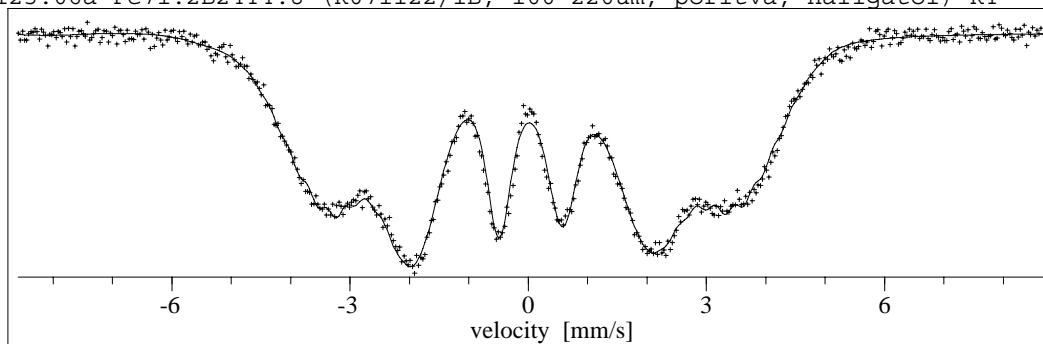
Average hyperfine field peak-1 : 29.301  peak- 2 : 20.906  width = 4.012
Average hyperfine field = 21.198  Standard width = 4.296

```

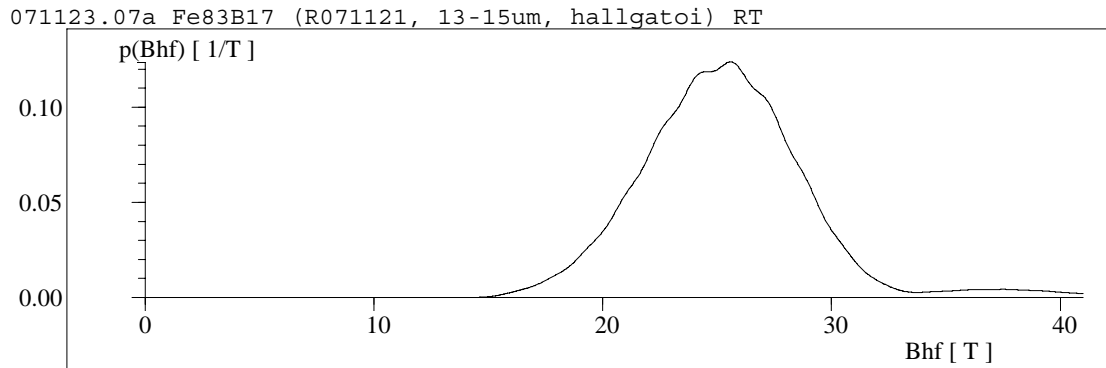
```

071123.06a Fe71.2B24Y4.8 (R071122/1B, 100-220um, poritva, hallgatoi) RT

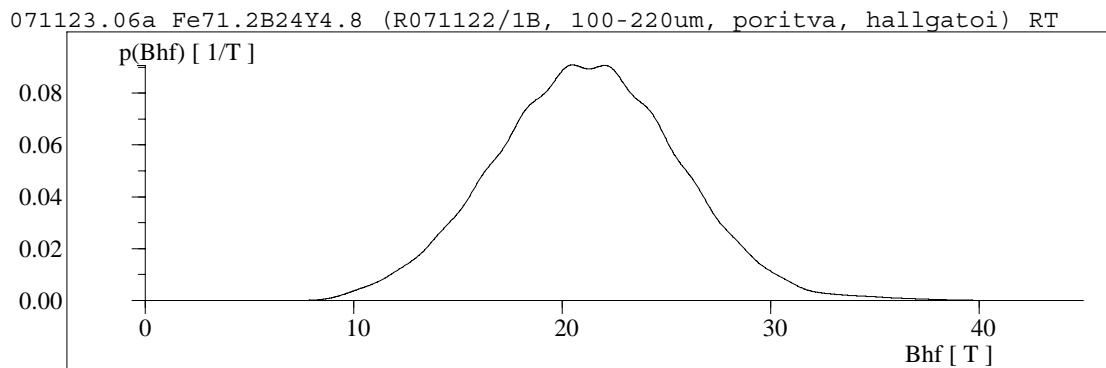
```



16. ábra. A kristályos $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minta spektruma



17. ábra. A belső mágneses tér eloszlása $Fe_{83}B_{17}$ minta esetében



18. ábra. A belső mágneses tér eloszlása $Fe_{71.2}B_{24}Y_{4.8}$ minta esetében