

A Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem  
Doktori téziszfüzetei  
Közlekedésmérnöki Kar Doktori Tanácsa

Írta:

**Varga Béla**  
okleveles gépészmérnök

**Lágymágneses tulajdonságok változása Fe-Si alapú  
ötvözetek amorf-nanokristályos átalakulása során**

című témakörből,  
amellyel a Ph.D. fokozat elnyerésére pályázik

Budapest, 2001

## Bevezetés

A mágneses anyagok sokféle alkalmazási lehetőségüknek köszönhetően a mindennapi élet nélkülözhetetlen szereplőivé váltak. A gyógyászati, az információtárolási alkalmazásoktól a járműiparban történő felhasználásig a mágneses anyagokkal szemben támasztott követelmények óriási változatosságot mutatnak. A felhasználói oldalon felmerült igények kielégítésére kezdetben a keménymágnesek egyre szélesebb és újabb területeken történő alkalmazása volt jellemző. A tömeggyártás és a váltakozóáramú technika megjelenésével azonban egyre jobban előtérbe kerültek a lágymágneses anyagok. Ezek fokozatosan – mennyiségben és értékben is – meghatározóvá váltak az összes alkalmazásokon belül. Az elektrotechnika előretörése a járműipar területén is töretlen. Újabb és újabb elektromágneses elven működő eszközökkel (érzékelőkkel, kapcsolókkal, szűrőkkel, jelátalakítókkal, stb.) találkozhatunk mind a gyártócsarnokokban, mind a járművekben. Ezeknek közös eleme valamilyen lágymágneses anyag.

Az 1980-as évek végén fedezték fel azokat a lágymágneses ötvözeteket, amelyek az azonos összetételű, gyorsított előállított fémüvegek részleges kristályosításával állíthatók elő [1]. Megfelelő kristályosító hőkezeléssel elérhető, hogy a kialakuló szemcseméret 10 – 20 nm között legyen, ami különleges lágymágneses tulajdonságok megjelenéséhez vezet (rendkívül kicsi koercitív erő, óriási kezdeti relatív permeabilitás). Ezek a különleges tulajdonságok azzal magyarázhatók, hogy ha az anyagszerkezet jellemző mérete valamely fizikai jelenségre jellemző korrelációs hossz mérettartományába kerül, akkor a tulajdonságokban ugrásszerű változások következhetnek be. Ebben az esetben a mágneses korrelációs hosszhoz közeli értékű az anyagra jellemző átlagos szemcseméret, ami a kristályanizotrópia kiátlagoló hatásához vezet, különleges lágymágneses tulajdonságokat biztosítva [2]. A jellemző szemcseméret nanométeres nagyságrendje miatt nanokristályos ötvözeteknek nevezik ezeket az anyagokat. Telítési mágnességük valamelyest nagyobb, mint a klasszikus kristályos PERMALLOY típusú ötvözeteké, permeabilitásuk ugyanakkor jelentősen túlszámolja azokat [3]. Alkalmazásuk terét tovább bővíti, hogy mágnességi görbéjük (B-H görbe) alakja mágneses hőkezeléssel a legkülönfélébb igényeknek megfelelően alakítható [4]. Ezért ennek az anyagcsaládnak jelentős térhódítása várható az elektro-mágneses eszközökben történő alkalmazásokban. Az elektrotechnika közlekedésbeni térhódításával a járműiparban is előtérbe kerül a hagyományos mágneses anyagok nanokristályos lágymágneses ötvözetekkel történő kiváltása. Igen sikeresen alkalmazzák a nanokristályos anyagokat például a mágneses adatrögzítő berendezések író- és olvasófejeiben. Különböző járművek elektronikus egységeiben ugyancsak szerepelnek ilyen ötvözetek. Sikeres alkalmazásaik valósultak meg kisméretű transzformátorokban, relékben, életvédelmi kapcsolókban, jeladóknak, jelfogókban, jelátalakítóknak és elektronikus erősítőknél [5, 6]. A kis mágneses veszteség és nagy permeabilitás hozzájárulhat például a légi közlekedésben igen lényeges össztömeg további csökkentéséhez. A felsorolt elektrotechnikai berendezések ma már szinte egyetlen modern járműből sem hiányozhatnak. Az alkalmazási lehetőségek további feltárására napjainkban is kiterjedt

kutatások folynak.

A nanométeres szemcseméret-eloszlás tudatos kialakításának, így a mágneses tulajdonságok tervezésének kulcsa a kristályosodási folyamat részletes ismeretében van. Különösen nagy jelentősége van annak, hogy miként alakulnak a lágymágneses tulajdonságok a kristályosítási folyamat során, és ezeknek milyen szerkezeti változások felelnek meg. Ennek az összefüggésben vizsgáltam Fe-Si alapú ötvözetekben az amorfnanokristályos átalakulást kísérő lágymágneses tulajdonságok változását. A kristályosodási részfolyamatokhoz tartozó hőmérsékletek, hőkezelési körülmények (hőntartási időtartam, atmoszféra, nyomás, stb.) pontos feltérképezése, az izoterm és folyamatos hőkezelési módok hatásainak összehasonlítása képezi a kísérleti munka gerincét. Ugyancsak a vizsgálatok tárgya volt az átalakulást kísérő termikus és mágneses jelenségek illetve ezek néhány összetétellel kapcsolatos vonatkozása, ami nélkülözhetetlen a szóban forgó anyagcsalád technológiai alkalmazhatóságának kiszélesítésében.

## Az irodalomban korábban vizsgált kérdések

A korábbi, irodalmi adatok alapján már eddig is ismertek voltak a Fe-Si alapú amorfnanokristályos ötvözetek egyes típusainak kitért lágymágneses tulajdonságai. Az alapösszetétel további módosításával, illetve az előállítási körülmények megfelelő változtatásával lehetőség nyílt arra, hogy a lágymágneses tulajdonságokat tovább javítsák, illetve az alkalmazások körét kiszélesítsék. Így jött létre az úgynevezett FINEMET anyagcsalád, amely a nanokristályos ötvözetek egyik alapösszetételét adja [1]. A tényleges  $Fe_{73,5}Nb_3Si_{13,5}B_9Cu_1$  összetétel – az üvegeképződés miatt szükséges B mellett – a Nb és Cu adalékok hozzáadásával eredményezi a különlegesen alacsony veszteséget (főként a nagyfrekvenciás tartományban). Noha ennek az ötvözetcsaládnak gyakorlati alkalmazása már napjainkban elkezdődött, az optimális tulajdonságok kialakítására vezető kristályosítási folyamat egyes részletei még ma sem ismertek teljes egészében.

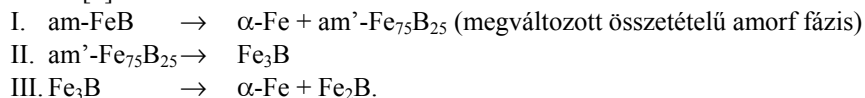
Ahhoz, hogy az anyagcsaládban rejlő tulajdonságokat teljes mértékben ki tudjuk használni:

- ki kell dolgozni az előállítás során lejátszódó folyamatok megfigyelésére alkalmas módszereket;
- meg kell határozni az előállítás során lejátszódó folyamatokat és azok sorrendjét;
- meg kell ismerni az ötvözet alkotóinak hatását, annak szerkezeti és technikai tulajdonságaira;
- fel kell tárnunk az előállítás jellemzőinek hatását, mind a szerkezeti, mind a technikai tulajdonságokra.

Az amorfnanokristályos átalakulás folyamatának vizsgálatára többféle módszer is alkalmas. Ezek egyrészt olyan eljárások, amelyek során az amorfnanokristályos ötvözet bizonyos tulajdonságait hasonlítják össze a belőle előállított, részben illetve teljesen kristályosított mintákkal. Emellett nagy jelentőségűek az úgynevezett „in-situ” vizsgálatok is, ahol a kristályosítási folyamat során egyes fizikai tulajdonságok (pl. elektromos ellenállás, hőntartalom, mágneses jellemzők) változását mérik folyama-

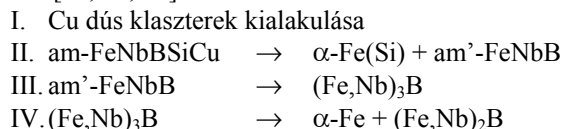
tosan. Az „in-situ” ellenállás-mérés [7] például a kristályosodási folyamatban keletkező termékek különböző elektromos ellenállásán alapul, a dilatometria [8] pedig a kristályosodási termékek különböző hőtágulásán alapszik. A DSC (Differential Scanning Calorimetry) mérés az egyik legáltalánosabban alkalmazott eljárás a fémüvegek bomlási folyamatainak feltárására [9-13], ahol az átalakulással járó termikus effektusokat érzékelik. Termomágneses méréseket is alkalmaznak a kristályosodás folyamatainak feltérképezésére ferromágneses fémüvegek esetében, mivel az amorf fázis és a belőle képződő reakciótermékek mágneses tulajdonságai különböznek, azonban ezeknek a méréseknek az értelmezéséhez a mágneses jelenségek átlapolódása miatt rendszerint egyéb kiegészítő mérésekre is szükség van [9-14] (pl. DSC, röntgen fázis-analízis, stb.).

A gyakorlatban használt Fe-Si alapú amorf ötvözetek – mivel szükségszerűen tartalmaznak bizonyos mennyiségű bórt az üvegeképződés biztosítása érdekében – kristályosodási mechanizmusa a hipoeutektikus Fe-B ( $c_B < 17$  at.%) binér ötvözetek kristályosodása alapján értelmezhető [S1]. Ez a reakciósorozat a következő lépésekből áll [9]:



Ennek a kristályosodási mechanizmusnak az I. lépcsőjét nevezik primer kristályosodásnak [15].

Az iparban használt FINEMET-típusú ötvözetek kristályosodása ennél összetettebb folyamat, ami a nagy számú ötvözővel (Fe-Nb-B-Si-Cu) magyarázható. Ennek fő lépései [14, 16, 28]:



K. Suzuki és munkatársai munkája nyomán [17] ismertté vált, hogy a nanokristályos lágymágneses anyagok prekursoraiban jelen lévő Fe-nak a mágneses tulajdonságok alakításában, elsősorban a telítési indukció emelésében van szerepe.

Az ötvözetrendszerben szereplő B hatására már korábbi, a Fe-B kétalkotós rendszerek vizsgálatakor szerzett tapasztalatok alapján lehetett következtetni [9, 18]. Ezen kutatások alapján a B növeli az amorf prekursor Curie-hőmérsékletét, az első kristályosodási lépcső beindulási hőmérsékletét emeli, míg a másodikét csökkenti. G. Herzer munkája [19] alapján a FINEMET-típusú ötvözetek nanokristályosításakor visszamaradó amorf mátrixot stabilizálja a jelen lévő B, továbbá csökkenti a nanoszemcsék méretét és térfogati hányadát.

Több kutatócsoport is vizsgálta a Si/B arány változásának hatását a FINEMET-típusú ötvözetek kristályosodási folyamatára [14, 20-22]. Megállapították, hogy a B-nak Si-mal történő részleges helyettesítésével a kristályosodás első lépcsőjének beindulási hőmérséklete csökken, a képződő nanokristályos ötvözet magnetostríciós együtthatója növekszik, míg Curie-hőmérséklete csökken. A bórtartalom növe-

lésével az első kristályosodási lépcsőben lelassul a nukleáció és a második kristályosodási lépcsőben felgyorsul a szemcsenövekedés.

Az Si hatásával két- és háromalkotós ötvözetekben Y. Jirásková és szerzőtársai [23] illetve R. Hasegawa [24] is foglalkozott. Munkájuk alapján megállapítható, hogy a Si a Fe-alapú ötvözetekben az üvegeképződést javítja, ami a nanokristályos anyagok előállítási technológiája miatt fontos, ugyanakkor a kristályosodás során segíti a  $\text{Fe}_2\text{B}$  képződését.

Több publikációból ismert [25-27], hogy a Nb növeli a kristályosodási hőmérsékletet, késlelteti a Fe-boridok képződését és csökkenti a nanokristályosításkor kialakuló szemcseméretet. J.D. Ayers és munkatársai [16] közleményéből tudjuk, hogy a Nb lassítja a nukleációt és a nanoszemcsék növekedését is. K. Yamauchi és Y. Yoshizawa [3] azt is kimutatták, hogy a Nb hatására megnő az első és a második kristályosodási lépcső közti hőmérsékletköz. Ezeket a jelenségeket H. Hermann és munkatársai [28] szimulációs számításokkal is alátámasztották.

A csekély mennyiségben jelen lévő Cu ötvöző a kristályosodási mechanizmus alakításában játszik fontos szerepet [3, 16]. A Cu még a kristályosodás beindulása előtt szegregál az amorf prekurból, Cu dús klaszterek létrehozásával. Ezzel segíti elő az  $\alpha\text{-Fe(Si)}$  nanoszemcsék homogén nukleációját, ami a kitűnő lágymágneses tulajdonságok feltétele. Hatására drasztikusan csökkennek a kristályosodási lépcsők hőmérsékletei, ugyanakkor a két kristályosodási lépcső közötti hőmérséklet-különbség megnő [17, 34]. Ezáltal a Cu a technikai mágneses tulajdonságokra (koercitív erő, permeabilitás, veszteség) jelentős befolyással bír, amit Y. Yoshizawa és munkatársai [1] vizsgáltak, kimutatva, hogy 1 at.% Cu tartalom körül érhető el a legkedvezőbb értékek.

Az amorf ötvözetek kristályosodási mechanizmusáról érdekes információk nyerhetők a nyomás alatt végzett kristályosító kísérletekkel. A nyomás hatását a kristályosodás folyamatára Fe-B ötvözeteken hipereutektikus összetétellel ( $c_B > 17$  at.%) M. Cedergen és G. Bäckström [30], eutektikus összetétellel ( $c_B = 17$  at.%) pedig W.K. Wang és munkatársai [31] vizsgálták. Kutatásaik szerint a nyomás hatására a kristályosodási reakció beindulási hőmérséklete 10 – 15 K/GPa értékkel emelkedik. A FINEMET-ötvözet nyomás alatti kristályosodásakor keletkező termékeket X.Y. Zhang és munkatársai [32] vizsgálták. Megállapították, hogy a nyomás csökkenti a nanoszemcsék méretét, azonban a kristályosodás típusát és termékeit nem változtatja meg.

Az irodalomban fellelhető publikációk szerint FINEMET-ötvözetben az optimális lágymágneses tulajdonságok 540 – 580 °C-on történő 1 óra időtartamú hőntartással biztosíthatók [1, 14, 19]. A gyártástechnológia titkossága miatt érthető, hogy csak kevés publikáció foglalkozik a mágneses jellemzők optimalálásának paramétereivel, ami elsősorban a hőmérséklet és a hőntartási idő pontos ismeretét jelenti. G. Herzer közlése [19] alapján ismertek a permeabilitás és koercitív erő változását a hőkezelés hőmérsékletének függvényében bemutató adatok. M. Müller és munkatársai [14] előállították több FINEMET-típusú ötvözet T-T-T (time-temperature-transition) diagramját és elemzést adtak ezekben az ötvözetekben a magnetostríció, a

veszteség és a koercitív erő hőntartási hőmérséklet függéséről. FINEMET-re vonatkozó T-T-T diagramot és a magnetrokció hőkezelési hőmérséklet-függését mutató ábrát tett közzé K. Yamauchi és Y. Yoshizawa [3]. Ugyanez a szerzőpáros a veszteség és a permeabilitás frekvencia-függését [4, 29] és a hőkezelés alatt alkalmazott külső mágneses térnek az ötvözetek mágnesezési folyamataira gyakorolt hatását [4] mutatta be más cikkekben.

## Az irodalmi eredmények összegzése

A termomágneses vizsgálatok és az elérhető más amorfnanokristályos átalakulást vizsgáló módszerek eredményeit tartalmazó közlemények értékelése alapján megállapítható, hogy külön-külön egyik módszer sem ad felvilágosítást a technikailag fontos mágneses jellemzők kialakulási mechanizmusáról. A lágymágneses nanokristályos ötvözetek hőkezelési paramétereinek meghatározásában jelentős szerep jut a termomágneses vizsgálatoknak, hiszen az ötvözetek felhasználása szempontjából legfontosabb tulajdonságok – a mágneses jellemzők – kristályosítás közbeni alakulásáról csak ez az eljárás szolgáltat információt. A termomágneses mérések alkalmazhatóságában azonban nehézséget jelent, hogy nem teljesen tisztázott a termomágneses görbék alakját befolyásoló tényezők – pl. az oxidáció és a diffúzió nélküli átalakulás Fe-alapú ötvözetekben – hatása. Ugyanis, annak ellenére, hogy a FINEMET-típusú ötvözetekben lejátszódó átalakulások önmagukban diffúzió-kontrollált folyamatok, ezek bonyolult módon keverednek diffúzió nélküli átalakulásokkal (például diffúzióval képződő ferromágneses fázis megjelenése és annak mágneses fázisátalakulása).

Bár több kutató is foglalkozott a Nb kristályosodási folyamatra gyakorolt hatásának vizsgálatával FINEMET-típusú ötvözetekben, mindeddig nem állnak rendelkezésre az iparban felhasznált ötvözetrel azonos metalloidd tartalmú ( $\text{Fe}_{76,5-x}\text{Nb}_x\text{Si}_{13,5}\text{B}_9\text{Cu}_1$ ) rendszeren végzett mérések eredményei. Nyilvánvaló ugyanis, hogy a metalloiddok koncentrációaránya maga is jelentős hatással van a kristályosodási folyamat jellegére.

Ugyancsak nem világos a primer kristályosodást megelőző nukleációs folyamatban szerepet játszó Cu adalék hatásmechanizmusa.

A kristályosodási folyamat feltérképezésében segítséget nyújthat a kristályosodás nyomásfüggésének elemzése. Ez fényt deríthet arra is, hogy a kristályosodás egyes részfolyamatai dilatációval vagy kontrakcióval járnak-e együtt. Külön érdekes lehet ez a kérdés, ha olyan rendszer tanulmányozását választjuk, amelyben a kristályosodási lépések egymástól jól elkülönülnek. Ilyen ötvözet a hipoeutektikus Fe-B. A nyomásnak a kristályosodási folyamatra gyakorolt hatását már többféle Fe-B ötvözetben, sőt FINEMET-ben is vizsgálták, azonban nem közöltek eredményeket hipoeutektikus Fe-B illetve a FINEMET modell ötvözetének tekinthető Fe-B-Cu ötvözeteken végzett kísérletekről. Így nem kellően tisztázott a nyomásnak a nanokristályos szerkezetet eredményező primer kristályosodást és a nukleációt befolyásoló hatása.

Nem világos az irodalom alapján, hogy a műszakilag fontos mágneses jellemzők

(relatív permeabilitás, veszteség és ezek frekvencia függése) milyen időskálán és hőmérséklet tartományban fejlődnek ki. Az sem teljesen tisztázott, hogy a szerkezeti relaxáció önmagában milyen szerepet játszik a mágneses tulajdonságok kialakításában. Több közlemény is foglalkozik a mágneses jellemzőknek és a hőkezelés adatainak kapcsolatával ipari FINEMET ötvözetben, azonban optimalásukra vonatkozóan az átfogó irodalmi adatok még hiányoznak.

## Célkitűzések

Az irodalmi áttekintés alapján az alábbi kutatási célokat tűztem ki.

- A termomágneses görbék alakját befolyásoló főbb tényezők vizsgálata, elsősorban az ötvözetek összetételének függvényében. Ezen belül különös figyelmet fordítva
  - a termomágneses mérések kiértékelése szempontjából kiemelten fontos diffúzió nélküli és a diffúzióval egybekötött folyamatok hatására a termomágneses görbék alakjában, illetve a különböző átalakulással járó mágneses jelenségek elkülöníthetőségére (ez a jelenségkör jól tanulmányozható Fe-Ni hígötvözetekben, ahol más módszerekkel elvégzett vizsgálatok eredményei is rendelkezésre állnak);
  - a diffúzió kontrollált folyamatokat kísérő mágneses jelenségekre, különös tekintettel a többlépcsős kristályosodási folyamatokra;
  - a magas hőmérsékletre történő felfűtésből eredő nem kívánt mellékfolyamatoknak – például az oxidációnak – mágnesesen értékelhető hatására.
- A kristályosodási folyamattal kapcsolatos termikus események összehasonlítása a termomágneses görbék alakjával, illetve annak a kristályosodási folyamat során történő változásával.
- A Cu hatásának univerzális jellegének vizsgálata – tehát az, hogy a Cu jelenléte más, a FINEMET-nél egyszerűbb összetételű fémüvegben is kifejti-e a nukleációt elősegítő hatását.
- A Nb kristályosodási folyamatra gyakorolt hatásának vizsgálata az iparban felhasznált FINEMET-típusú ötvözetekkel azonos metalloidd tartalmú amorfn rendszeren.
- A nyomás hatásának vizsgálata többlépcsős kristályosodási folyamat során a kristályosodás kezdeti mechanizmusának jobb megértése érdekében. Erre különösen jó lehetőséget adnak azok az ötvözetek, amelyekben a két lépés jól elkülönül. Ilyenek maguk a FINEMET-típusú ötvözetek is vagy ezekkel analóg – ugyancsak kétlépcsős kristályosodást mutató – hipoeutektikus Fe-B ötvözetek. Külön kérdésként vizsgálható, hogy az egyes reakció típusokra ugyanúgy vagy különböző módon hat-e a nyomás.
- Adott mágneses tulajdonságok elérését szolgáló hőkezelés technológiai jellemzőinek pontos meghatározása, mivel a termomágneses mérések eredményeiből, illetve a kristályosodási hőmérséklet-tartományok ismeretéből önmagában nem állapíthatók meg az optimális lágymágneses tulajdonságok elérését eredményező hőkezelések adatai.

A célkitűzések megvalósítását a következőkben bemutatott anyagokkal és vizsgálatokkal tervezem.

- Gyorshűtött  $\text{Fe}_{100-x}\text{Ni}_x$  ( $x = 4, 7, 10$  at.%) modell ötvözetekben a martenzites fázisátalakulás termomágneses görbék alakjára gyakorolt hatásának vizsgálata.
- A Cu adalék kristályosodási hőmérsékletre gyakorolt hatásának vizsgálata amorf  $\text{Fe}_{86}\text{B}_{14}$  és  $\text{Fe}_{85}\text{B}_{14}\text{Cu}_1$  hipoeutektikus modell ötvözetekben.
- Amorf  $\text{Fe}_{76,5-x}\text{Nb}_x\text{Si}_{13,5}\text{B}_9\text{Cu}_1$  ( $x = 1, 2, 3, 4, 5$  at.%) modell ötvözetekben a Nb tartalom hatásának vizsgálata a kristályosodási lépcsők elkülönülésére és az amorf-nanokristályos átalakulás hőmérsékletére.
- A nyomás hatásának vizsgálata hipoeutektikus  $\text{Fe}_{86}\text{B}_{14}$  és  $\text{Fe}_{85}\text{B}_{14}\text{Cu}_1$  ötvözetek kristályosodási folyamataira.
- Izoterm hőkezelések jellemzőinek optimalása a lágymágneses tulajdonságok (permeabilitás, veszteség) adott célra történő alakításában ipari eredetű amorf FINEMET ( $\text{Fe}_{73,5}\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9\text{Cu}_1$ ) ötvözetekben.

## A vizsgált anyagok, alkalmazott eszközök, módszerek

### Vizsgált anyagok

Vizsgálataimat több ötvözet típuson végeztem. Az ötvözetek egy része az MTA SZFKI Fémfizikai Osztályának laboratóriumában készült. Ezen modell ötvözetek összetétele a következő:  $\text{Fe}_{100-x}\text{Ni}_x$  ( $x = 4, 7, 10$  at.%),  $\text{Fe}_{76,5-x}\text{Nb}_x\text{Si}_{13,5}\text{B}_9\text{Cu}_1$  ( $x = 1, 2, 3, 4, 5$  at.%) illetve  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$  és  $\text{Fe}_{86}\text{B}_{14}$  valamint  $\text{Fe}_{85}\text{B}_{14}\text{Cu}_1$ . Az ötvözetek nagytisztaságú fémek (4N) felhasználásával, vákuumindukciós illetve elektronsugaras olvasztással készültek. Az amorf (a Fe-Ni ötvözetek esetében kristályos) gyorsított szalagok olvadék fázisból forgó rézhengerre történő öntéssel készültek. Az amorf szalagok vastagsága jellemzően  $25 \pm 5$   $\mu\text{m}$ , szélessége  $1,3 \pm 0,2$  mm volt, míg a Fe-Ni ötvözetek esetében ezek az értékek  $50 \pm 10$   $\mu\text{m}$  és  $2,5 \pm 0,5$  mm voltak. Az ötvözetek másik része ipari eredetű FINEMET-ötvözet a Vacuumschmelze GmbH cégtől. Ezek az amorf szalagok  $\text{Fe}_{73,5}\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9\text{Cu}_1$  (at.%) összetételűek,  $20 \pm 0,5$   $\mu\text{m}$  vastagsági és  $10 \pm 0,1$  mm szélességi méretekkel. A szalagok a technikai mágneses mérések céljára  $25 \pm 0,5$  mm-es külső,  $16 \pm 0,5$  mm-es belső átmérőre feltekercselt gyűrű alakú próbatetek formájában álltak rendelkezésre.

### Vizsgálati körülmények, mérési módszerek

A termomágneses mérések többségét az MTA SZFKI-ban készített AC szuszceptibilitás-mérővel [33] végeztem. A mérésekhez az 1 cm hosszú mintákat a Pt-csőnekba kell helyezni, amelyet ellenállás-fűtés hevít. A minta hőmérsékletének mérése a csőnekba hegesztett Pt-PtRh termopár segítségével valósul meg. A mintatartó kialakítása lehetővé teszi az áramló Ar atmoszférában történő mérést, ezzel csökkentve a minták oxidációjának sebességét. A termomágneses görbék felvétele személyi számítógép által szabályozott folyamatban valósul meg, előre beállított fűtési illetve hűtési sebességgel.

A termomágneses mérések másik részét a Szlovák Tudományos Akadémia Kísérleti Fizikai Intézetében (Kassa) Foner-típusú vibrációs magnetométeren végeztem.

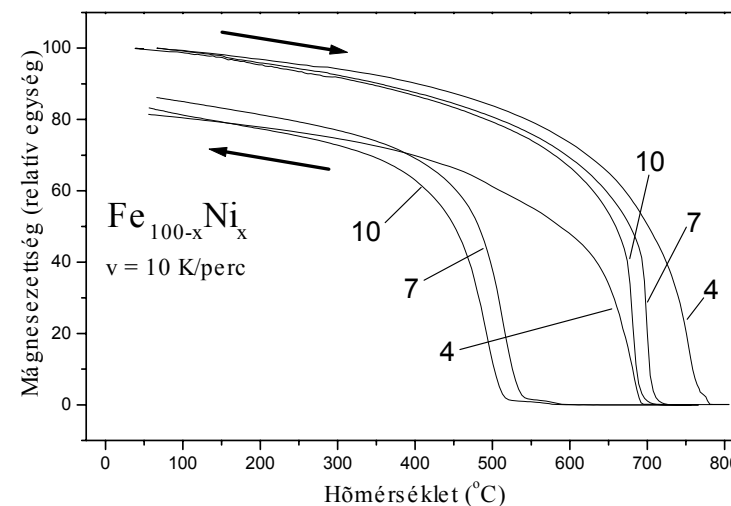
Ennek célja az összehasonlítás, a mérési módszer ellenőrzése volt.

A minták hőkezelése csökemencében történt. A permeabilitást HP univerzális LRC-meter segítségével számítottam ki. A DSC mérések Perkin-Elmer DSC-7 berendezéssel történtek. A röntgen fázisanalízis Rikagu berendezésen történt  $\text{Cu K}\alpha$  sugárzással.

A nagynyomású kristályosítási kísérleteket a Kínai Tudományos Akadémia Fémkutatási Intézete Gyorshűtött Ötvözetek Laboratóriumában végeztem. A berendezés egyedi fejlesztés eredménye. A vákuumtérben a hengerbe helyezett mintára a nyomást hidraulikus dugattyúval hozzuk létre. A minta fűtése személyi számítógép által szabályozott folyamatban hőszugárzással valósul meg, hőtágulását piezo-elektromos elven működő érzékelő rögzíti.

## Kísérleti eredmények

### Gyorshűtött $\text{Fe}_{100-x}\text{Ni}_x$ modell ötvözetek termomágneses vizsgálata

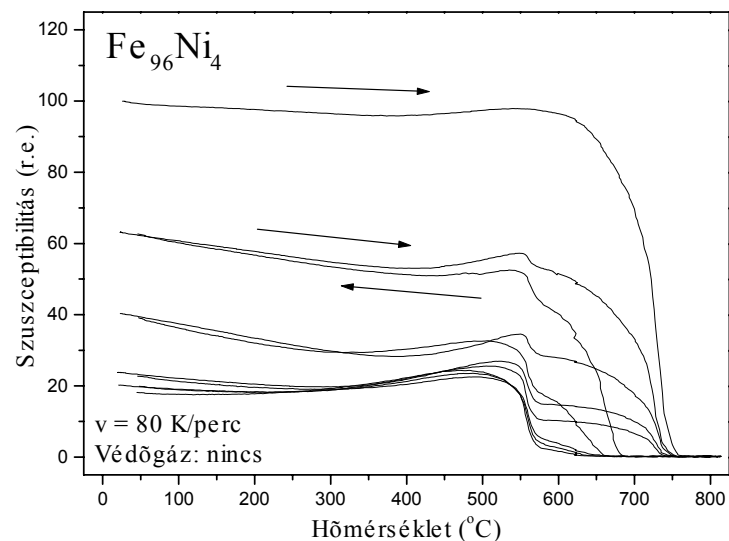


1. ábra: Gyorshűtött  $\text{Fe}_{100-x}\text{Ni}_x$  ötvözetek termomágneses görbéi

Az 1. ábrán a  $\text{Fe}_{100-x}\text{Ni}_x$  ( $x = 4, 7, 10$  at.%) modell ötvözetek Foner-típusú magnetométerrel felvett termomágneses görbéi láthatók. A Fe-Ni ötvözetrendszer fázisátalakulási digramja alapján [35] megállapítható, hogy a termomágneses görbék felmelegítési ágában 4 at.% Ni tartalomnál a ferromágneses  $\rightarrow$  paramágneses átalakulás, míg 7 és 10 at.% Ni tartalomnál az  $\alpha \rightarrow \gamma$  fázisátalakulás okozza a mágneszettség megszűnését. Ugyanakkor a hűtési ágban mindhárom ötvözetnél a  $\gamma \rightarrow \alpha$  fázisátalakulás okozza a mágneszettség növekedését. A  $\gamma$  fázis túlhűthetősége miatt ennek az átalakulásnak a hőmérséklete jóval alacsonyabb hőmérsékleten van, mint az  $\alpha \rightarrow \gamma$  átalakulásé.

A 2. ábrán bemutatott ciklikus kísérletek eredményei – ugyanazon minta termo-

mágneses görbéjének egymás utáni többszöri felvétele – a magas hőmérsékleten bekövetkező fokozatos oxidációra utalnak. Ezt a jelenséget Ar védőgáz alkalmazásával sem sikerült teljesen megszüntetni az abban nyomokban jelenlévő oxigén miatt. A mérések során a védőgáz hiánya miatt az oxidáció fokozottan jelentkezik. Növeli az oxidáció jelentőségét, hogy a vizsgált minták kis tömegűek, viszonylag nagy felülettel. Az 580 °C-nál megjelenő lépcső a ferromágneses magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) jelenlétét bizonyítja, míg a szuszceptibilitás ciklusonkénti csökkenését a nem ferromágneses  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  megjelenése okozza [36]. Ez a folyamat egészen addig folytatódik, amíg a minta teljesen el nem oxidálódik. Ezután az újabb termomágneses görbék alakjában már nem következik be változás. Az oxidok képződését a röntgendiffrakciós mérések is igazolták.

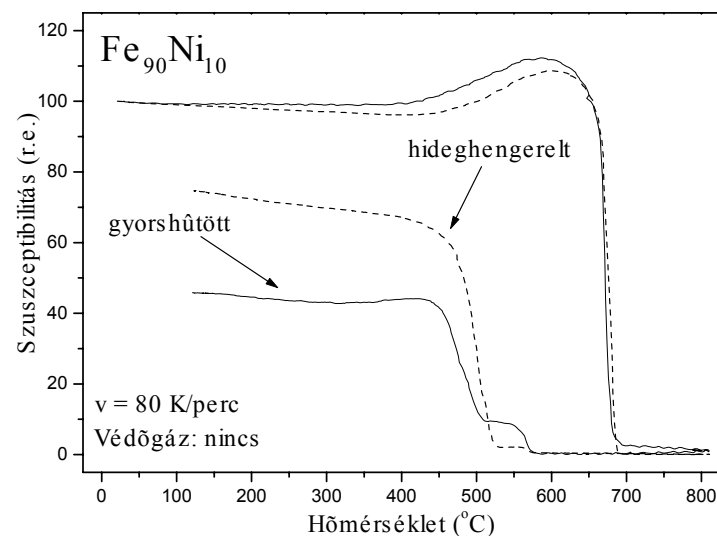


2. ábra: Gyorshűtött  $\text{Fe}_{96}\text{Ni}_4$  ötvözet ciklikus termomágneses görbéi

A gyorshűtött és a hideghengerléssel előállított  $\text{Fe}_{100-x}\text{Ni}_x$  szalagokon végzett termomágneses mérések görbéi csak kisebb eltérést mutattak (3. ábra). Ugyanakkor a  $-261$  °C-on megmért telítési mágneszettség értékek arra engednek következtetni, hogy a gyorshűtött szalagok  $\gamma$  fázis tartalma nagyobb. A kísérlet szerint a gyorshűtött  $\text{Fe}_{90}\text{Ni}_{10}$  minta telítési mágneszettsége  $217,4 (\pm 0,5)$  emu/g, míg ez az érték a hideghengerelt ötvözet esetében  $225,0 (\pm 0,5)$  emu/g. Ezzel egy időben a röntgen fázisanalízis eredménye kis mennyiségű  $\gamma$  fázist mutatott ki mindkét mintában. Feltételezve, hogy a nem mágneses  $\gamma$  fázis csökkenti az alacsony hőmérsékleten mért telítési mágneszettséget, a gyorshűtött  $\text{Fe}_{90}\text{Ni}_{10}$  szalag  $\gamma$  fázis tartalma 4 %-kal tehető nagyobbra, mint a hideghengerelt mintáé. Ilyen kis mértékű különbséget a röntgen fázisanalízis módszerével csak nagyon nehezen lehet kimutatni. A tapasztalatok alapján ez a feltételezett különbség a termomágneses görbék alakjában sem

okoz értékelhető változást.

A lehűtésekor rögzített görbéknél a gyorsított mintánál jelentkező nagyobb mértékű oxidáció miatt a szuszceptibilitás alacsonyabb, mint a hideghengerelt szalagnál. Ez a gyorsított minták aktívabb felületi rétegével magyarázható.



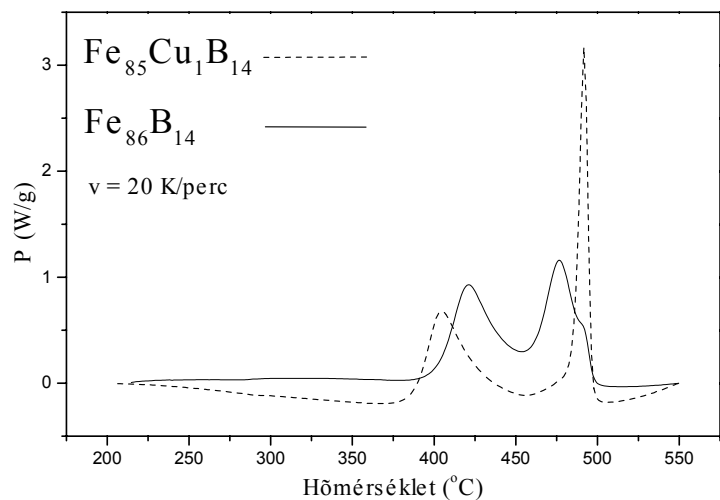
3. ábra:  $\text{Fe}_{90}\text{Ni}_{10}$  ötvözetek termomágneses görbéi

### A Cu adalék hatása hipoeutektikus Fe-B és FINEMET-típusú ötvözetek kristályosodási hőmérsékleteire

A Cu adalék hatásának vizsgálatával arra kerestem választ, hogy a FINEMET-típusú ötvözetekben megfigyelhető, Cu által kifejtett kristályosodási hőmérsékletet csökkentő hatás más, egyszerűbb összetétel esetében is jelentkezik-e. A 4. ábra mutatja, hogy a hipoeutektikus  $\text{Fe}_{86}\text{B}_{14}$  ötvözetben a hozzáadott 1 at.% Cu ötvöző hatására a kristályosodási lépcsők elkülönülnek egymástól. Az 1 at.% Cu hatására az első kristályosodási lépcső hőmérséklete csökken, míg a másodiké emelkedik. Ugyanakkor az egyes reakciókban felszabaduló hőmennyiség időbeli megjelenése is megváltozik.

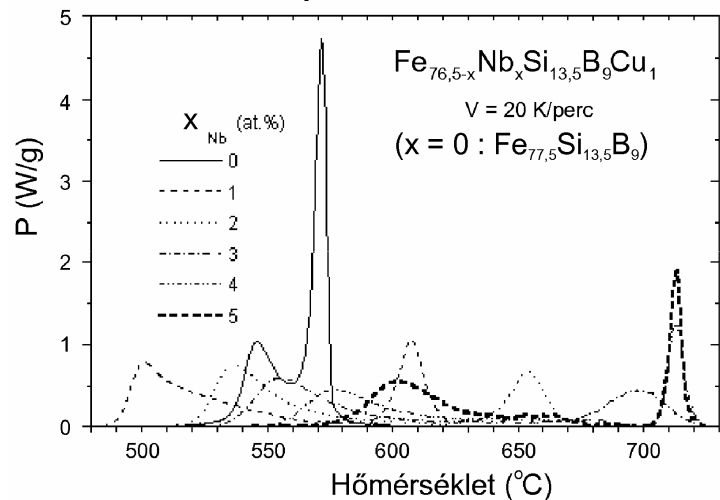
FINEMET-típusú ötvözetekben az 1 at.% hozzáadott Cu ötvözőnek ugyanilyen hatását tapasztaltam (5. ábra). Ezen kísérletek értelmezésekor azt is figyelembe kell venni, hogy az 1 at.% Cu mellett 1 at.% Nb-ot is tartalmazott az ötvözet, így a két adalék hatása már együttesen jelentkezett. A jelenlévő Nb okozta azt, hogy a kristályosodás második lépcsője az eredetihez képest jóval magasabb hőmérsékletre tolódott. Az 1 at.% Nb hatására (az 1 at.% Cu mellett) nyilvánvalóan jobban elkülönül a két kristályosodási lépcső, azonban az elkülönülés nem teljes. Az első lépéssel járó exoterm folyamat széles hőmérséklet-tartományban elnyúló (és a második lépés exotermjébe belenyúló) válla mutatja, hogy a Nb tartalmat optimálni kell.

Ezért szükséges a Nb tartalom vizsgálata, miközben a többi komponens összetételviszonya változatlan.



4. ábra:  $\text{Fe}_{86}\text{B}_{14}$  és  $\text{Fe}_{85}\text{Cu}_1\text{B}_{14}$  ötvözetek amorf-kristályos átalakulásának DSC termogramjai

#### A Nb adalék hatása FINEMET-típusú ötvözetekben

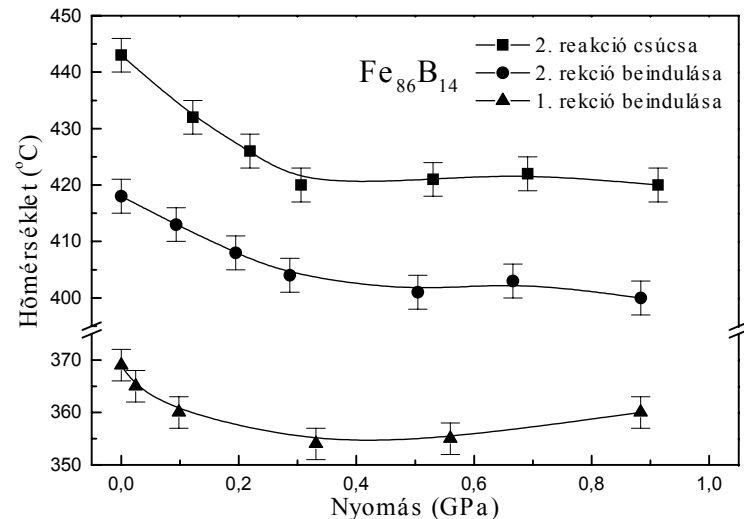


5. ábra: Amorf  $\text{Fe}_{76,5-x}\text{Nb}_x\text{Si}_{13,5}\text{B}_9\text{Cu}_1$  és  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$  prekursorok DSC termogramjainak összehasonlítása

A Nb tartalom hatásának vizsgálata a kristályosodási lépcsők elkülönülésére és hőmérsékleteik változására terjedt ki. Ennek feltárása az ötvözet termikus stabilitási tartományának megállapításához szükséges, ami a biztonságosan kivitelezhető ipari célú hőkezelések kulcsa. A 5. ábrán látható, hogy a Nb tartalom növelésével a FINEMET-típusú amorf ötvözetek kristályosodási hőmérsékletei a magasabb értékek felé tolódnak. A két kristályosodási csúcs közötti hőmérsékletkülönbség legnagyobb értéke 3 at.% Nb tartalom körül van.

#### A nyomás hatásának vizsgálata a kristályosodás folyamatára

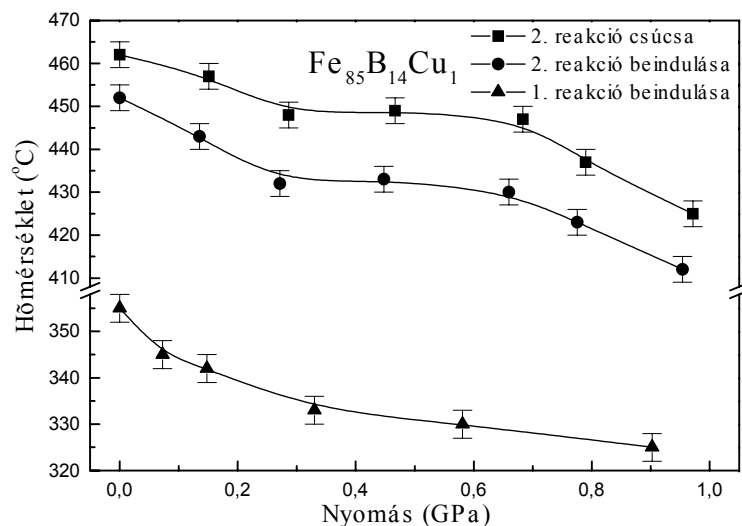
A 6. és 7. ábrák jól szemléltetik, hogy a hipoeutektikus Fe-B illetve Fe-B-Cu ötvözetek termikus stabilitása a nyomás növelésével csökken. Ez jelentős eltérés az irodalomban eddig publikált, eutektikus és hipereutektikus összetételű Fe-B ötvözetek kristályosodásának nyomásfüggésétől, ahol a nyomás emelése a kristályosodási lépcsők hőmérsékletének növekedését okozza. Ennek magyarázatát Ye és Lu legújabb, amorf ötvözetek nyomás alatti kristályosodására felállított modellje [37] adja meg. Közleményük alapvető kijelentése, hogy az amorf rendszerek nyomás alatti kristályosodásának vezérlő tényezője a nukleációval járó amorf / kristályos határfelület képződés.



6. ábra: Amorf  $\text{Fe}_{86}\text{B}_{14}$  ötvözet nyomás alatti kristályosodásának karakterisztikus hőmérsékletei

Feltételezhető, hogy az ötvözetek magas Fe tartalmának köszönhetően a felületi energia kisebb, mint az eutektikus és hipereutektikus Fe-B ötvözetekben. Ez azt jelenti, hogy a  $\text{Fe}_{86}\text{B}_{14}$  és a  $\text{Fe}_{85}\text{B}_{14}\text{Cu}_1$  fémüvegekben a képződő amorf / kristályos felület viszonylag nagy sűrűségű. Ennek hatására a kritikus nukleusz képződése so-

rán a folyamatot kísérő teljes térfogatváltozás negatív lehet, így a nukleációs energiakorlát és a kristályosodási hőmérsékletek a nyomás növelésével csökkennek.



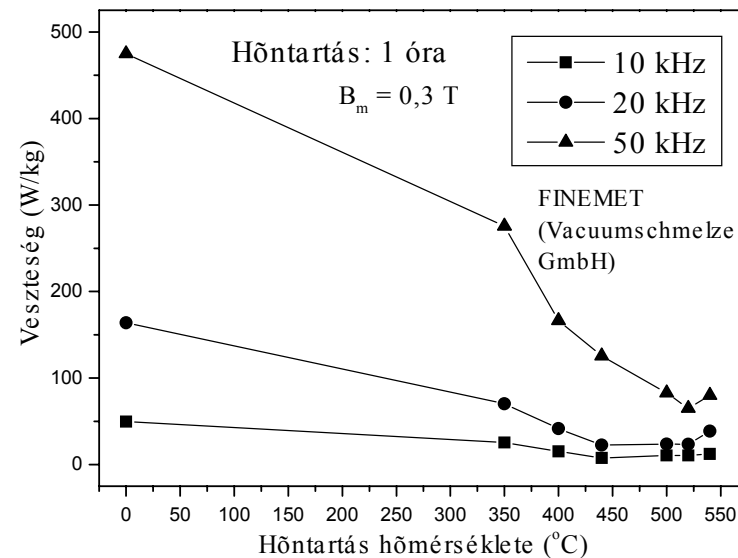
**7. ábra:** Amorf Fe<sub>85</sub>B<sub>14</sub>Cu<sub>1</sub> ötvözet nyomás alatti kristályosodásának karakterisztikus hőmérsékletei

A nyomás alatti kristályosítást kiegészítő röntgen fázisanalízis eredményei alapján kijelenthető, hogy a szóban forgó ötvözetekben a kristályosításkor alkalmazott nyomás növelése (0 – 1 GPa tartományban) a bomlási reakciók termékeit nem változtatja meg.

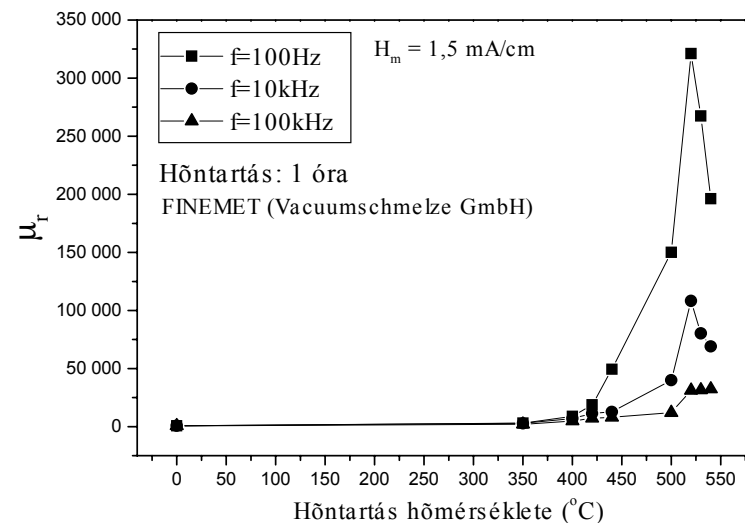
#### A hőkezelési jellemzők hatása FINEMET anyagok mágneses tulajdonságaira

Megvizsgáltam, hogy a különböző hőmérsékleteken végzett izoterm hőkezelések miként változtatják meg a permeabilitás és a veszteség értékeit. A mérések eredményeit a 8. és 9. ábrákon foglaltam össze. Ezekből megállapítható, hogy a 350 °C alatti hőkezelések nem okoznak számottevő javulást a lágymágneses tulajdonságokban. A veszteség jelentős csökkenése következik be a 350 – 440 °C között végzett hőkezelések hatására, míg a permeabilitás növekedése csak a 440 °C felett végzett hőkezelések esetén számottevő.

A nanoszemcsék nukleációja során frekvencia-szelektív permeabilitás-növekedés figyelhető meg (9. ábra). Az alacsony frekvenciákon ( $f \leq 100$  Hz) mérhető permeabilitás már alacsonyabb hőmérsékletű hőkezelések esetén ugrásszerűen megnő. Ezzel szemben magasabb frekvenciákon ( $f \geq 10$  kHz) számottevő permeabilitás növekedés csak nagyobb hőmérsékletű hőkezelések hatására következik be.

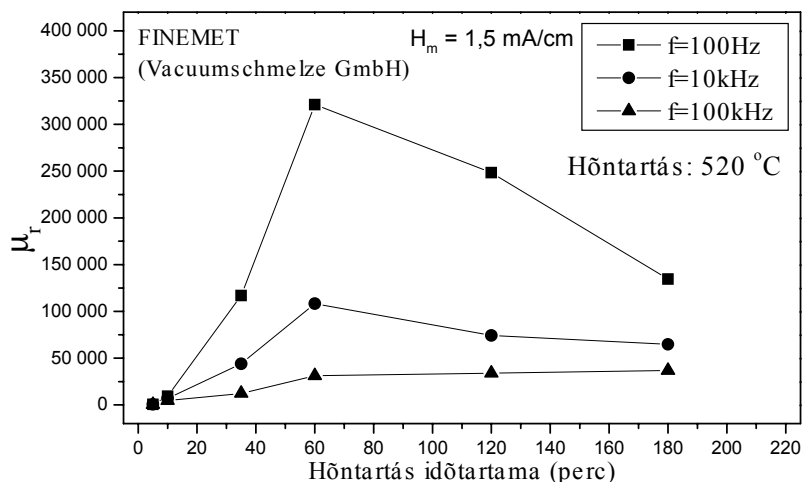


**8. ábra:** A veszteség változása az izoterm hőkezelések hőmérsékletének függvényében

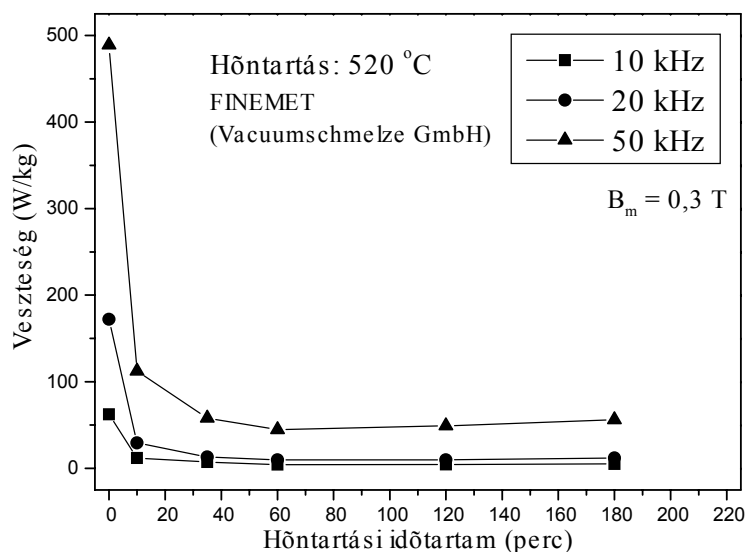


**9. ábra:** A relatív permeabilitás változása az izoterm hőkezelések hőmérsékletének függvényében





10. ábra: A relatív permeabilitás változása az izoterm hőkezelések időtartamának függvényében



11. ábra: A veszteség változása az izoterm hőkezelések időtartamának függvényében

Az elvégzett kísérletek azt is mutatták, hogy az adott frekvencián mért permeabilitásnak maximuma, illetve a veszteségnek minimuma van, a hőntartás időtartama (10. és 11. ábrák) és hőmérséklete (8. és 9. ábrák) függvényében. Hőkezelési körü-

ményeink között (250 K/perces felfűtés mellett) a relatív permeabilitás és a veszteség optimális értéke 520 °C-on végzett 1 óra időtartamú hőntartásnál adódott. Ennek időtartama megegyezik az irodalomban közölt értékkel, azonban hőmérséklete annál 20 – 40 °C-kal alacsonyabb [1, 14, 19, 20]. Meg kell jegyezni azonban, hogy itt lényeges szerepet játszik a védőgáz minősége, a minta közelsége a fűtőtesthez, a kemence kialakítása, stb.

A bemutatott eredményekből az is megállapítható, hogy a veszteség csökkentésében nem a nanokristályosodás a főszerep, hanem az amorf fázis szerkezeti relaxációja eredményezi a veszteség csökkenésének meghatározó részét. Ugyanakkor a permeabilitás javulása során alacsonyabb frekvenciákon az amorf fázis szerkezeti relaxációjának és a nanoszemcsék képződésének egyaránt fontos a szerepe. Ezzel szemben a magasabb frekvenciákon csak a nanoméretű szemcsék nukleációja eredményezi a relatív permeabilitás növekedését.

Az előzőekben közölt ábrák tanulsága az is, hogy a FINEMET anyag lágymágneses tulajdonságait széles tartományok között lehet változtatni. Ez a tulajdonság lehetőséget nyit arra, hogy szinte tetszőleges felhasználói igények is kielégíthetők legyenek a hőkezelési paraméterek megfelelő megválasztásával, megvalósítva ezzel az ötvözet tulajdonságainak testreszabását (tailoring). Azaz az adott felhasználói igényeknek megfelelően ki lehet választani azt az izoterm hőkezelést, amellyel a kívánt permeabilitás biztosítható a megadott frekvencián és térerősség mellett. A hőkezelések arra is lehetőséget biztosítanak, hogy a kívánt mágneses tulajdonságokat (permeabilitás, veszteség) szélesebb frekvencia, illetve térerősség tartományban elégítse ki a FINEMET ötvözet.

## Összefoglaló, következtetések

Dolgozatomban Fe-Si alapú lágymágneses nanokristályos ötvözetek amorf állapottól kristályosítással történő kialakulásának mechanizmusát vizsgáltam a mágneses tulajdonságok változásának nyomon követésével. Ezeket a kísérleteket a Fe-Si alapú lágymágneses anyagcsalád egyik tagjára, a FINEMET ötvözetre összpontosítottam, annak gyakorlati felhasználhatóságának kiszélesítése érdekében. Kísérleteimet kiegészítettem termikus és termomágneses vizsgálatokkal is, amelyek az amorf-nanokristályos átalakulás folyamatáról szolgáltatnak különféle információkat. A termomágneses mérések információ-tartalmának részletes megértése érdekében olyan anyagokon is végeztem méréseket, amelyekben a ferromágneses ↔ paramágneses átalakulás illetve a kristálytani fázisátalakulás ismert módon mutatkozik meg a termomágneses görbék alakjában. A Fe-Si alapú nanokristályos lágymágneses ötvözetek szükségszerűen tartalmaznak Cu és Nb adalékanyagokat, amelyek kristályosodási mechanizmust befolyásoló hatását szintén vizsgáltam. Ugyancsak vizsgáltam a nyomás hatását az amorf-kristályos átalakulásra a kristályosodási folyamat jobb megértése érdekében.

A kísérletek során:

- Fe-Ni hígötvözetek felhasználásával megvizsgáltam a termomágneses görbék alakját meghatározó legfontosabb tényezőket. Ugyanis a termomágneses vizsgálá-

latok során nem csak amorf-kristályos átalakulás játszódik le, hanem néhány kísérő jelenségnek is szerep jut (pl. oxidáció, diffúzió nélküli átalakulás, mágneses fázisátalakulás), ami befolyásolja a termomágneses görbék alakját.

- Megvizsgáltam a Cu adalék hatását hipoeutektikus Fe-B binér ötvözetben. Azt tapasztaltam, hogy a Cu jelenléte itt ugyanúgy fokozza a kristályosodás részfolyamatainak elkülönülését, mint a FINEMET-típusú ötvözetekben.
- Megvizsgáltam Fe-B-Si alapú prekursor ötvözeteken a nanokristályos szerkezet kialakításához nélkülözhetetlen Nb és Cu adalékanyagok hatását. Megállapítottam, hogy ezek az ötvözők a kristályosodási lépcsők elkülönítésében játszanak szerepet. A gyártástechnológia ipari alkalmazásának szempontjából 1 at.% Cu mellett 3 at.% Nb az optimális ötvözőtartalom. Ez az összetétel egyben biztosítja a kitűnő lágymágneses tulajdonságok elérhetőségét is.
- Megvizsgáltam a nyomás hatását hipoeutektikus Fe-B és Fe-B-Cu amorf ötvözetek kristályosodási folyamatára. Megállapítottam, hogy mind a primer, mind a szekunder kristályosodási folyamat hőmérséklete csökken a nyomás növelésével mindkét ötvözetben. A csökkenés a Cu tartalmú ötvözetnél jelentősebb mértékű.
- Megvizsgáltam a gyakorlati felhasználás szempontjából legfontosabb lágymágneses tulajdonságok kristályosodási folyamat során történő alakulását izoterm hőkezelések végzésekor. Megállapítottam, hogy amorf FINEMET ötvözetek hőkezeléssel történő nanokristályosítása során (250 K/perc felfűtési sebesség mellett) az optimális lágymágneses tulajdonságok 520 °C-on végzett 1 óra időtartamú hőntartással érhetőek el. Ugyanakkor a kísérletek az is megmutatták, hogy ezen ötvözet különböző jellemzőkkel (hőmérséklet és időtartam) végzett hőkezelésével a lágymágneses tulajdonságok széles tartományban alakíthatók, ezáltal a legkülönbözőbb felhasználói igények is kielégíthetők.

## Új tudományos eredmények összefoglalása tézisekben

1. A Fe-Ni hígötvözetek termomágneses vizsgálatai alapján [S3, S5, S7, S8] megállapítható, hogy
  - gyorsított Fe<sub>100-x</sub>Ni<sub>x</sub> (x = 4, 7, 10 at.%) modell ötvözetekben a 4 at.% Ni tartalmú ötvözetben felfűtésnél a mágnesezettség eltűnése mágneses fázisátalakulást jelez (Curie-pont), 7 és 10 at.% Ni tartalmú ötvözetekben esetében az  $\alpha \rightarrow \gamma$  fázisátalakulás okozza a mágnesezettség megszűnését a Curie-hőmérséklet és diffúzió nélküli fázisátalakulás átlapolódása miatt;
  - az olvadákból történő gyorsítás nem okoz lényegi változást a Fe-Ni hígötvözetek termomágneses görbéinek alakjában, annak ellenére, hogy a jelenlévő befagyasztott  $\gamma$  fázis mennyisége nagyobb, mint a megfelelő összetételű hideghengerelt mintákban, ami röntgen-szerkezetvizsgálattal és mágnesezettség-méréssel egyaránt kimutatható;
  - a termomágneses görbék felvételekor használt argon védőgáz csekély oxigéntartalma miatt a Fe<sub>100-x</sub>Ni<sub>x</sub> (x = 4, 7, 10 at.%) minták részleges oxidációja (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) figyelhető meg, ami a mágnesezettségben illetve szuszceptibilitásban csökkenést eredményez.

2. A Nb és Cu adalék hatását vizsgálva az amorf-nanokristályos átalakulás hőmérsékletére és a kristályosodási lépcsők elkülönülésére [S1, S2, S4, S9] megállapítható, hogy
  - a Nb jelenléte a FINEMET-típusú ötvözetekben elsősorban a kristályosodási lépcsők hőmérsékletének emelésében játszik szerepet;
  - a Cu adalék – a FINEMET-típusú és a hipoeutektikus Fe-B ötvözetekben egyaránt – csökkenti a primer kristályosodási lépcső hőmérsékletét, a második kristályosodási lépcső (Fe-boridok, illetve (Fe,Nb)-boridok kiválása) hőmérséklet-intervallumát lecsökkentve a két kristályosodási lépcső közti hőmérséklet-különbséget növeli; tehát a Cu adalék kristályosodási lépcsőket szétválasztó hatása hipoeutektikus Fe-B fémüvegekben általános érvényű.
3. A nyomás kristályosodási mechanizmusra gyakorolt hatását vizsgálva amorf Fe<sub>86</sub>B<sub>14</sub> és Fe<sub>85</sub>B<sub>14</sub>Cu<sub>1</sub> hipoeutektikus ötvözetekben [S4] megállapítható, hogy
  - a vizsgált tartományban (0 – 1 GPa) a nyomás növelésével mindkét ötvözetben a kristályosodási hőmérséklet csökken (a Fe<sub>86</sub>B<sub>14</sub> ötvözeté 15 °C/GPa, a Fe<sub>85</sub>B<sub>14</sub>Cu<sub>1</sub> ötvözeté 30 °C/GPa mértékben);
  - a megnövelt nyomás hatására az ötvözetek kristályosodásakor keletkező fázisok nem változnak.
4. Az izoterm hőkezelésének hatása a FINEMET ötvözet mágneses jellemzőinek alakulására [S10] az alábbiakban foglalható össze:
  - 350 °C alatti hőkezelés nem eredményez számottevő javulást a relatív permeabilitásban és a veszteségben;
  - 350 – 440 °C között végzett hőkezelés hatására a veszteség jelentős csökkenése következik be;
  - a relatív permeabilitás növekedése csak 440 °C felett végzett hőkezelés hatására számottevő;
  - a nanoszemcsék nukleációja során frekvencia-szelektív permeabilitás-növekedés indul el, ami elsősorban az alacsony frekvenciákon (50 – 100 Hz) mérhető permeabilitás ugrásszerű növekedését okozza;
  - a relatív permeabilitásnak maximuma illetve a veszteségnek minimuma van, a hőntartás időtartama és hőmérséklete függvényében;
  - a relatív permeabilitás és a veszteség optimális értékei – 250 K/perc felfűtési sebesség mellett, Ar védőgázban – 520 °C-on végzett 1 óra időtartamú hőntartással érhetőek el, amelynek időtartama megegyezik az irodalomban közölt értékkel, azonban hőmérséklete annál 20 – 40 °C-kal alacsonyabb.

## A disszertációval kapcsolatos publikációk

- [S1] A. Lovas, L.F. Kiss, B. Varga, P. Kamasa, I. Balogh, I. Bakonyi: Survey of magnetic properties during and after amorphous-nanocrystalline transformation. *J. Phys. IV. France 8 (1998) pp.:291-298.*
- [S2] B. Varga, J. Takács, A. Lovas, P. Kamasa, F. Zhou, J. Vandlik: Comparison of the thermomagnetic and thermal effects during nanocrystallization of amorphous Fe<sub>76.5-x</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>x</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> alloys. *J. Mater. Sci. Technol. Vol. 14, No.*

4 (1998) pp.:323-326.

- [S3] P. Kamasa, P. Mysliński, B. Varga, Z. Jurasz: Investigation of the oxidation process in rod and foil samples iron by thermomagnetic measurements. *Acta Phys. Slov. Vol. 48. No. 6. (1998) pp.:857-860.*
- [S4] B. Varga, A. Lovas, F. Ye, X.J. Gu, K. Lu: Pressure dependence of nanocrystallization in amorphous Fe<sub>86</sub>B<sub>14</sub> and Fe<sub>85</sub>Cu<sub>1</sub>B<sub>14</sub> alloys. *Mat. Sci. Eng. A286 (2000) pp.:193-196*
- [S5] V. Franco, C.F. Conde, A. Conde, B. Varga, A. Lovas: Thermomagnetic study of Fe<sub>73.5-x</sub>Cr<sub>x</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub> (x=1,3,5,10) alloys. *J. Magn. Magn. Mater. 215-216 (2000) pp.:404-406.*
- [S6] B. Varga: Nanocrystalline soft magnetic alloys: production and application. *Proc. of Materials, Technologies, Design, Maintenance Their Application in the Field of Transportation, 15<sup>th</sup> International Colloquium (Zilina, 1998.05.27-29.) pp.:19-23.*
- [S7] B. Varga, É. Zsoldos, G. Gerencsér, A. Lovas: Study of phase transformations in Fe<sub>100-x</sub>Ni<sub>x</sub> rapidly quenched alloys using thermomagnetic measurements. *Proc. of Advanced Manufacturing and Repair Technologies in Vehicle Industry, 16<sup>th</sup> International Colloquium (Balatonfüred, 1999.05.13-15.) pp.:49-54.*
- [S8] B. Varga: On the rate of  $\alpha \leftrightarrow \gamma$  transformations in Fe-rich Fe-Ni alloys. *Proc. of Scientific Conference (Kosice, 1999.09.21-22.) pp.:157-160.*
- [S9] Varga B., Lovas A.: Fémüvegek nanokristályosodásának vizsgálata. *Bányászati és Kohászati Lapok – Kohászat, 132. No. 1. (1999) pp.:27-30.*
- [S10] A. Lovas, L.F. Kiss, B. Varga, P. Kamasa, I. Varga and L. Pogány: Relaxation and early stage of crystallization in FINEMET-type nanocrystal precursor. *Proc. of EMMA 2000 Int. Conf. (Kyiv, 2000.06.07-10.), kiadása folyamatban*

### A téziszűzetben hivatkozott irodalom

- [1] Y. Yoshizawa et al., *J. Appl. Phys.* 64 (10) (1988) pp.:6044-6046.
- [2] G. Herzer, *IEEE Trans. Magn.*, Vol. 25, No.5 (1989) pp.:3327-3329.
- [3] K. Yamauchi et al., *NanoStructured Mater.* 6 (1995) pp.:247-254.
- [4] Y. Yoshizawa et al., *IEEE Trans. Magn.*, Vol. 25, No.5 (1989) pp.:3324-3326.
- [5] A. Inoue et al., *NanoStructured Mater.* 9 (1997) pp.:403-412.
- [6] Y. Yoshizawa et al., *J. Appl. Phys.* 64 (10) (1988) pp.:6047-6049.
- [7] O. Dusa et al., *J. Magn. Magn. Mater.* 41 (1984) pp.:119-121.
- [8] A. Lovas et al., *Proc. 17<sup>th</sup> Int. Colloquium on Advanced Manufacturing and Repair Technologies in Vehicle Industry, Zielona Góra, Poland (2000) pp.:45-50.*
- [9] T. Kemény et al., *Phys. Rev. B, Vol. 20, No. 2 (1979) pp.:476-488.*
- [10] T. Nakajima et al., *J. Mater. Sci.* 23 (1988) pp.:1279-1288.
- [11] C.F. Conde et al., *Phil. Mag. B, Vol. 76, No. 4 (1997) pp.:489-493.*
- [12] E. Illeková et al., *Mater. Sci. Eng. A205 (1996) pp.:166-179.*

- [13] V. Franco et al., *J. Magn. Magn. Mater.* 185 (1998) pp.:353-359.
- [14] M. Müller et al., *Z. Metallkde., Bd. 82, H. 12 (1991) pp.:895-901.*
- [15] K. Lu, *Mater. Sci. Eng., R16 (1996) pp.:161-221.*
- [16] J.D. Ayers et al., *NanoStructured Mater.* 9 (1997) pp.:391-396.
- [17] K. Suzuki et al., *J. Appl. Phys.* 70 (10) (1991) pp.:6232-6237.
- [18] M. Matsuura, *Solid State Comm.* 30 (1979) pp.:231-233.
- [19] G. Herzer, *Scripta Metall. Mater.*, Vol. 33, Nos. 10/11 (1995) pp.:1741-1756.
- [20] V. Franco et al., *J. Appl. Phys.*, Vol. 84, No. 9 (1998) pp.:5108-5113.
- [21] C.F. Conde et al., *NanoStructured Mater.* 6 (1995) pp.:457-460.
- [22] K. Pekala et al., *NanoStructured Mater.* 6 (1995) pp.:497-500.
- [23] Y. Jirásková et al., *Acta Phys. Slov.*, Vol. 46, No. 2 (1996) pp.:121-124.
- [24] R. Hasegawa, *J. Magn. Magn. Mater.* 100 (1991) pp.:1-12.
- [25] N. Mattern et al., *NanoStructured Mater.* 6 (1995) pp.:625-628.
- [26] T. Graf et al., *NanoStructured Mater.* 6 (1995) pp.:469-472.
- [27] R. Würschum, *NanoStructured Mater.* 6 (1995) pp.:93-104.
- [28] H. Hermann et al., *Phys. Rev. B, Vol. 56, No. 21 (1997) pp.13888-13897.*
- [29] Y. Yoshizawa et al., *IEEE Tran. J. Magn. Jap.*, Vol. 5, No. 11 (1990) pp.:1070-1076.
- [30] M. Cedergren et al., *J. Non-Cryst. Solids* 30 (1978) pp.:69-76.
- [31] W.K. Wang et al., *J. Mater. Sci.* 15 (1980) pp.:2701-2708.
- [32] X.Y. Zhang et al., *J. Appl. Phys.* Vol. 84, No. 4 (1998) pp.:1918-1923.
- [33] P. Kamasa et al., *Suppl. to the Proc. 9<sup>th</sup> Int. Conf. on Rapidly Quenched and Metastable Alloys (Bratislava, 1996). Elsevier, Amsterdam (1997) pp.:280-283.*
- [34] C. Suryanarayana, *Int. Materials Reviewers, Vol. 40, No. 2 (1995) pp.:41-64.*
- [35] L.J Swartzendruber et al., in Phase Diagrams of Binary Iron Alloys, ed. H. Okamoto: Fe-Ni. *The Materials Information Society, Materials Park, Ohio, USA (1993) pp.:256-278.*
- [36] H.A. Wriedt, in Phase Diagrams of Binary Iron Alloys, ed. H. Okamoto: Fe-O. *The Materials Information Society, Materials Park, Ohio, USA (1993) pp.:280-306.*
- [37] F. Ye et al., *Phys. Rev. B, Vol. 60, No. 10 (1999) pp.:7018-7024.*