

Přírodovědecká fakulta Univerzity Palackého v Olomouci

Diplomová práce

Strukturní změny železo obsahujících materiálů  
indukované ozářením rychlými těžkými ionty



Autor:	Bc. René Vondrášek
Vedoucí práce:	doc. RNDr. Jiří Pechoušek, Ph.D.
Studijní obor:	Nanotechnologie
Forma studia:	Prezenční
Rok:	2020

*Autor děkuje vnitřnímu IGA grantu univerzity Palackého v Olomouci (IGA\_PrF\_2019\_002), doc. Mgr. Vítu Procházkovi, Ph.D. za proměření vzorků pomocí RTG difraktometru a svému vedoucímu diplomové práce doc. RNDr. Jiřímu Pechouškovi, Ph.D. za ochotnou pomoc, věnovaný čas, a mnoho cenných rad a připomínek, bez kterých by vytvoření této práce nebylo možné.*

Prohlašuji, že jsem předloženou diplomovou práci vypracoval samostatně pod vedením doc. RNDr. Jiřího Pechouška, Ph.D. a že jsem použil zdrojů, které cituji a uvádím v seznamu použitých zdrojů.

V Olomouci .....

.....

## Bibliografická identifikace

Jméno a příjmení autora:	René Vondrášek
Název práce:	Strukturní změny železo obsahujících materiálů indukované ozářením rychlými těžkými ionty
Typ práce:	Diplomová
Pracoviště:	Katedra experimentální fyziky, Přírodovědecká fakulta UP
Vedoucí práce:	doc. RNDr. Jiří Pechoušek, Ph.D.
Rok obhajoby práce:	2020
Abstrakt:	Ozařování materiálů ionty je fenomén známý více než století, kdy doprovázel počátky atomové a jaderné fyziky. Dnes nalézá uplatnění například v materiálovém inženýrství, v oblastech atomové a částicové fyziky, a v neposlední řadě v elektrotechnickém průmyslu k dopování polovodičů a v energetickém průmyslu k výzkumu materiálů pro stavbu částí jaderných reaktorů. Úkolem této práce je vytvořit teoretický a rešeršní základ věnující se tématu ozařování železo obsahujících materiálů těžkými ionty a získané informace doplnit vlastními experimenty.
Klíčová slova:	Energetický těžký iont, energetické ztráty, Mössbauerova spektroskopie, strukturní změny, fázové změny, amorfizace, železo
Počet stran:	77
Počet příloh:	1
Jazyk:	Český

## Bibliographic identification

Autor's first name and surname: René Vondrášek

Title: Structural changes of iron-bearing materials induced by swift heavy ions irradiation

Type of thesis: Diploma

Department: Department of experimental physics, Faculty of science UP

Supervisor: doc. RNDr. Jiří Pechoušek, Ph.D.

Year of presentation: 2020

Abstract: Ion irradiation is phenomenon known for more than one century, accompanying first steps of atomic and nuclear physics. Nowadays, this phenomenon finds application for example in material engineering, in area of atomic and particle physics and finally in electrotechnics industry for semiconductors doping and in energetical industry for research of materials used to build parts of nuclear reactors. The aim of presented work is to create theoretical and research basis for heavy ion irradiation of iron-bearing materials and gained knowledge complete with own experiments.

Key words: Swift heavy ion, energy loses, Mössbauer spectroscopy, structural changes, phase changes, amorphization, iron

Number of pages: 77

Number of appendixes: 1

Language: Czech

## Obsah

Úvod.....	1
Teoretická část.....	2
1. Kinematika srážky iontu a atomu pevné látky .....	2
1.1. Interakční potenciály.....	2
1.2. Aproximace Rutherfordovým rozptylem .....	3
2. Ionizační kolize .....	6
2.1. Zastavovací energie.....	6
2.1.1. Elastické ztráty .....	6
2.1.2. Elektronické ztráty .....	7
2.1.3. Srovnání elastických a elektronických ztrát.....	7
2.2. Trajektorie iontu a penetrační hloubka.....	8
2.3. Software SRIM .....	9
2.3.1. Zahrnuté interakce ve výpočtech .....	9
2.3.2. Výpočet deponované energie těžkých, energetických iontů.....	10
3. Amorfní fáze indukovaná ozářením rychlými těžkými ionty.....	11
3.1. Model dvou teplot.....	11
3.1.1. Rovnice pro tepelnou difúzi.....	11
3.1.2. Zdrojový člen $S_E(r, t)$ .....	12
3.2. Systém elektronů.....	13
3.2.1. Tepelná kapacita elektronů .....	14
3.2.2. Difúze elektronů .....	15
3.3. Systém fononů .....	16
3.4. Elektronové – fononové interakce .....	16
4. Dosavadní poznatky .....	17
4.1. Ozařování nanomateriálů .....	17
4.2. Ozařování ocelí.....	24
Experimentální část.....	27
5. Vzorky.....	27
5.1. Práškové vzorky .....	27
Oxid železitý $Fe_2O_3$ (Hematit).....	27
Prášková ocel CL 50WS .....	27
5.2. Podkládací ocelové pásy .....	28
6. Laboratorní urychlovač IC – 100.....	29
7. Použité analytické techniky .....	32

7.1.	Mössbauerova spektroskopie .....	32
7.2.	Rentgenová difrakce .....	32
8.	Výsledky ozařování .....	33
8.1.	Transmisní Mössbauerova spektroskopie při pokojové teplotě.....	33
	Ocelové pásky 1.1274.....	33
	Ocelové pásky 1.4310.....	33
	Prášková ocel CL 50WS.....	39
	Oxid železitý Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Hematit).....	43
8.2.	Transmisní Mössbauerova spektroskopie za teploty 5 K .....	46
	Prášková ocel CL 50WS.....	46
	Oxid železitý Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Hematit).....	49
8.3.	RTG difrakce .....	52
	Prášková ocel CL 50WS.....	52
	Oxid železitý Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Hematit).....	53
	Ocelové pásky 1.1274 a 1.4310 .....	54
	Diskuse .....	56
	Oxid železitý Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Hematit) .....	56
	Prášková ocel CL 50WS.....	56
	Ocelové pásky.....	57
	Ocelové pásky 1.1274.....	57
	Ocelové pásky 1.4310.....	58
	Závěr .....	60
	Seznam použitých symbolů .....	62
	Seznam použitých zkratek.....	64
	Seznam použité literatury.....	65
	Příloha č. 1.....	70
	Ocelové pásky 1.1274.....	70

# Úvod

Účinky ozáření povrchu pevné látky ionty jsou známy a studovány déle než 100 let. Připomeňme například jedno z nejznámějších použití  $\alpha$  částic při ostřelování zlaté fólie v Rutherfordově experimentu, provedeném v roce 1909, který pomohl osvětlit podstatu atomu. Velmi čtivou a nenásilnou formou pojednává o prvotních experimentech v oblasti atomové a jaderné fyziky útlá publikace Ernesta Rutherforda – Novodobá alchymie, přeložená do češtiny Dr. V. Petržilkou [1].

Obecně může během dopadu iontu na povrch pevné látky docházet k různým jevům a interakcím. Jaká interakce bude preferována, závisí především na hmotnosti a energii iontu a na materiálu pevné látky. Může dojít ke zpětnému odrazu iontu pryč od povrchu látky, emisi elektronů z povrchu pevné látky, emisi rentgenového záření nebo záření z viditelné oblasti nebo emisi ionizovaných (popř. neutrálních) atomů z povrchu pevné látky. Tyto jevy jsou pozorovány nejčastěji při použití lehkých a nízko energetických iontů a využívají se především pro analýzu povrchu materiálu.

Dále může dojít k implementaci iontu do povrchu pevné látky, k ohřevu látky nebo k vyvolání strukturních změn v krystalické mřížce pevné látky. Tyto jevy jsou typické pro těžké ionty s vysokou energií. [2]

Hlavní zaměření této práce je právě studium strukturních změn a amorfizace železo obsahujících vzorků po ozáření urychlenými, těžkými ionty.



# Teoretická část

## 1. Kinematika srážky iontu a atomu pevné látky

Při kolizích typu atom–atom nebo iont–atom dochází k interakcím mezi jejich elektronovými oblaky, mezi elektronovými oblaky a jádry a mezi jádry samotnými. Abychom mohli určit energii, kterou může iont předat při kolizi atomu pevné látky a určit účinný průřez této interakce, musíme vědět, jak vypadá tzv. interakční potenciál mezi iontem a atomem pevné látky. Bohužel pro takový potenciál neexistuje jeden univerzální předpis, protože výsledná interakce silně závisí na energii iontu. Standardně se využívá několik modelů.

### 1.1. Interakční potenciály

Interakční potenciály jsou detailně popsány ve zdroji [3], ze kterého je čerpáno.

#### 1. Bornův – Mayerův

$$V(r) = Ae^{\left(\frac{-r}{B}\right)}, \quad (1)$$

kde  $A$  a  $B$  jsou konstanty získané z elastického modelu. Model je použitelný v rozsahu energií meV až keV a v rozsahu vzdáleností iontu a jádra atomu pevné látky mezi hodnotou  $a_0 < r \leq r_e$ , kde  $r_e$  je klidová/rovnovážná vzdálenost mezi sousedními atomy v mřížce pevné látky a  $a_0$  je Bohrov poloměr.

#### 2. Inverzní kvadratický

$$V(r) = \frac{2E_R}{e} (Z_1 Z_2)^{5/6} \left(\frac{a_0}{r}\right)^2, \quad (2)$$

kde  $E_R = 13,6$  eV je Rydbergova energie,  $Z_1$  je protonové číslo iontu a  $Z_2$  protonové číslo atomu pevné látky a  $a_0$  je Bohrov poloměr. Model je použitelný pro vzdálenosti  $r$  v rozsahu  $\frac{a}{2} < r < 5a$ , kde  $a$  je tzv. stínící poloměr. Pro výpočet stínícího poloměru  $a$  je možné využít empirických vztahů

$$a = \frac{C a_0}{(Z_1 Z_2)^{1/6}} \text{ nebo } a = \frac{C a_0}{\left(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3}\right)^{1/2}}, \quad (3)$$

kde  $C = 0,8853$  je empirická konstanta.

#### 3. Stíněný Coulombický

$$V(r) = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{r}\right) e^{\left(\frac{-r}{a}\right)}, \quad (4)$$

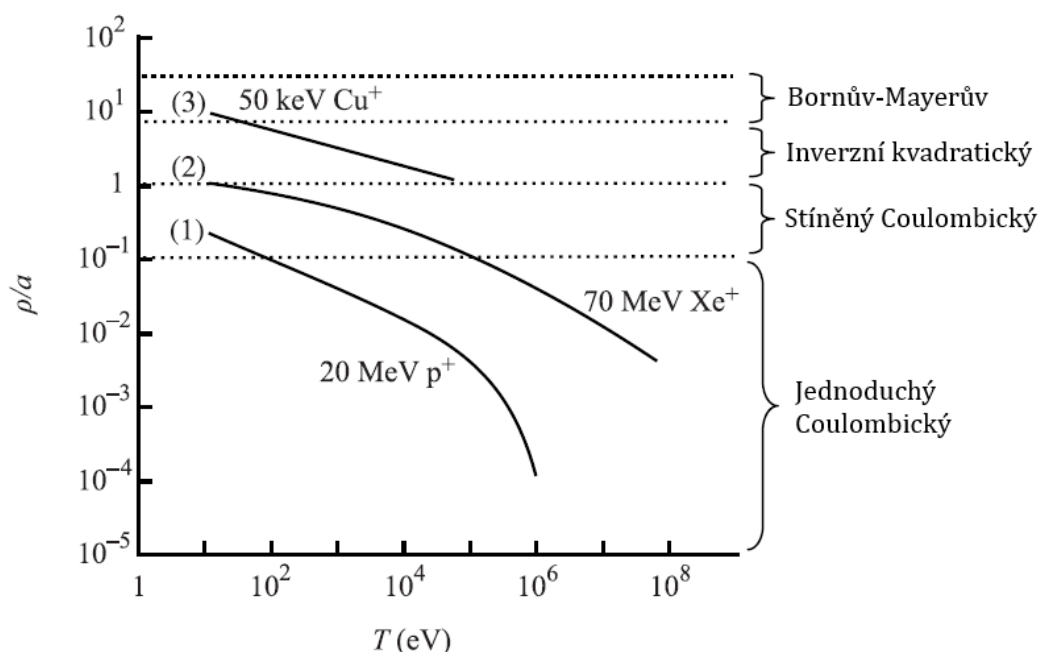
kde  $e$  je elementární náboj. Model je použitelný, pokud je dráha  $R$ , kterou iont urazí v pevné látce, menší, než  $a_0$ .

#### 4. Jednoduchý Coulombický

$$V(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r}. \quad (5)$$

Model platí, pokud se iont dostane velmi blízko k jádru atomu pevné látky, tj. jejich vzájemná vzdálenost  $r$  je mnohem menší než  $a_0$ . [3]

Ukazuje se, že chování těžkých, vysokoenergetických (v řádu MeV) iontů v blízkosti atomů pevné látky velmi dobře popisuje právě jednoduchý Coulombický potenciál. Kritéria aplikací různých potenciálů shrnuje obrázek č. 1, kde je vyobrazena závislost bezrozměrné vzdálenosti (podílu nejmenší vzdálenosti, na kterou se iont přiblíží k jádru atomu  $\rho$  a stínícího poloměru  $a$ ) na kinetické energii částice  $T$ . [3]



Obrázek č. 1: Závislost podílu  $\frac{\rho}{a}$  na energii částice  $T$  a typu částice při dopadu na měděnou desku (upraveno z [3]).

## 1.2. Aproximace Rutherfordovým rozptylem

Kinematika srážky těžkého, energetického iontu a atomu pevné látky se dá do určité míry popsat pomocí Rutherfordova rozptylu. Model Rutherfordova rozptylu počítá s energetickými (v řádu MeV), lehkými ionty a použitím jednoduchého, Coulombického potenciálu. Takto sestavený model může sloužit v hrubém přiblížení také pro popis kinematiky těžkého iontu.

V následujících odstavcích jsou předvedeny vztahy pro maximální možnou předanou kinetickou energii  $\hat{T}$ , minimální možnou předanou kinetickou energii  $\check{T}$  a průměrnou kinetickou energii  $\bar{T}$ , účinný průřez kolize  $\sigma$  a účinný diferenciální průřez přenosu energie  $\sigma_e$  pro kolizi iontu a atomu pevné látky.

Maximální možná kinetická energie  $\hat{T}$ , kterou může iont atomu pevné látky předat, je jednoduše dána jako:

$$\hat{T} = \gamma E_i, \quad (6)$$

kde člen  $\gamma$  je dán jako:  $\gamma = \frac{4M_1M_2}{(M_1+M_2)^2}$ ,  $M_1$  je hmotnost iontu,  $M_2$  je hmotnost atomu pevné látky a  $E_i$  je energie dopadajícího iontu.

Minimální kinetická energie  $\bar{T}$  je v podstatě rovna energii  $E_d$ , což je energie nutná k uvolnění atomu pevné látky ze svého místa v krystalické mřížce. Energie  $E_d$  je tedy parametrem materiálu terče a její výpočet značně složitý. Abychom získali hodnotu  $E_d$ , je nutné řešit problém více těles. Zároveň, energie  $E_d$  je závislá na krystalografickém směru, ve kterém získá zvolený atom moment hybnosti. Z těchto důvodů se pro určení energie  $E_d$  používá počítačových simulací.

Střední kinetická energie  $\bar{T}$ , kterou může iont atomu předat je:

$$\bar{T} = E_d \ln\left(\frac{\gamma E_i}{E_d}\right). \quad (7)$$

Účinný diferenciální průřez pro přenos energie při kolizi iontu a atomu  $\sigma_e$ , který nám říká, s jakou pravděpodobností se při kolizi předá dané množství energie, je dán jako

$$\sigma_e(E_i, T) = \frac{\pi b_0^2}{4} \frac{\gamma E_i}{T^2}, \quad (8)$$

kde  $T$  je kinetická energie iontu a  $b_0$  představuje parametr nárazu pro čelní srážku atomu a iontu

$$b_0 = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{\eta E_i}, \quad (9)$$

kde  $\eta = \frac{M_2}{M_1+M_2}$ . Pro lepší představu je parametr  $b_0$ , společně s obecným parametrem nárazu  $b$  ukázán v obrázku č. 2.

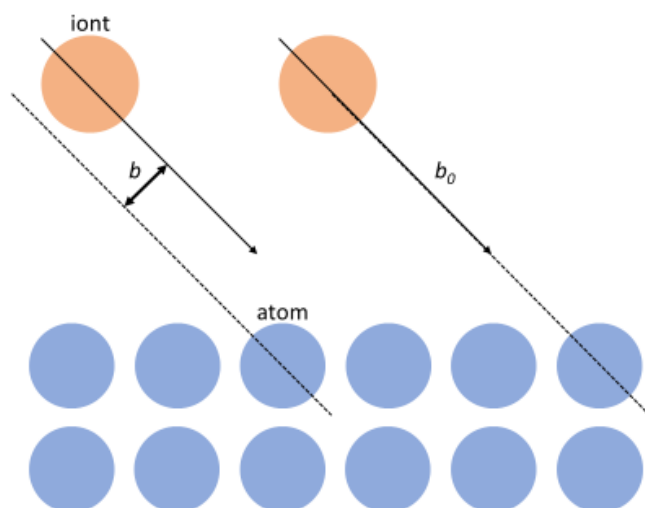
Jak lze vidět, závislost  $\sigma_e$  na kinetické energii je  $\frac{1}{T^2}$ . Tato závislost je dostatečně přesná, jen pokud se kinetická energie  $T$  blíží maximální možné předané kinetické energii  $\hat{T} = \gamma E_i$  a jestliže pro vzájemnou vzdálenost  $r$  iontu a jádra atomu platí:  $r \ll a$  (tedy používáme jednoduchý Coulombický potenciál).

Pro nás to znamená, že dokud má iont relativně vysokou kinetickou energii, je velmi malá pravděpodobnost, že dojde během kolize iontu a atomu k přenosu dané kinetické energie.

Pro nižší energie iontu už se bude projevovat tzv. stínící efekt, kde vnitřní slupky elektronového obalu atomu odstíní kladný náboj jádra, díky kterému bude i citlivost  $\sigma_e$  na kinetickou energii  $T$  nižší. Náš popis by proto byl nedostačující a bylo by nutné použít přesnější aproximace. [3]

Celkový účinný průřez  $\sigma$  pro elastickou kolizi iontu a atomu pevné látky je dán vztahem

$$\sigma(E_i) = \frac{\pi b_0^2}{4} \frac{\gamma E_i}{E_d}. \quad (10)$$



Obrázek č. 2: Znázornění obecného parametru nárazu  $b$  a parametru  $b_0$  pro čelní srážku – pole modrých kuliček představuje pevnou látku.

Pokud bychom dosadili do výrazu (10) za výraz (9), zjistíme, že celkový účinný průřez  $\sigma(E_i)$  závisí na  $E_i$  nepřímo úměrně. Čím větší je tedy energie dopadajícího iontu, tím menší je pravděpodobnost, že dojde ke kolizi jádra iontu a atomu pevné látky. [3]

## 2. Ionizační kolize

V kinematice jsme považovali jednotlivé kolize za diskrétní. Iont však může při průchodu materiálem ztrácet energii nejen skrze interakce mezi jádry, ale také excitací nebo ionizací elektronů atomů pevné látky nebo skrze generaci brzdného rentgenového záření. Všechny tyto ztráty můžeme více méně považovat za spojité. [3]

### 2.1. Zastavovací energie

Definujme zastavovací energii jako  $\left(-\frac{dE}{dx}\right)$ , tedy jako energii  $dE$ , kterou iont ztratí po uražení vzdálenosti  $dx$  v pevné látce. Ekvivalentně také můžeme psát

$$\left(-\frac{dE}{dx}\right) = N_{\text{at}}S(E), \quad (11)$$

kde  $N_{\text{at}}$  je atomární hustota a  $S(E)$  je zastavovací energie v jednotkách  $[\text{eV} \cdot \text{cm}^2]$ .

Celkovou zastavovací energii  $\left(-\frac{dE}{dx}\right)_t$  můžeme rozepsat jako:

$$\left(-\frac{dE}{dx}\right)_t = \left(-\frac{dE}{dx}\right)_n + \left(-\frac{dE}{dx}\right)_e + \left(-\frac{dE}{dx}\right)_r, \quad (12)$$

kde  $\left(-\frac{dE}{dx}\right)_n$  jsou ztráty energie způsobené elastickým rozptylem,  $\left(-\frac{dE}{dx}\right)_e$  jsou ztráty způsobené předáváním energie elektronům atomů pevné látky (elektronické) a  $\left(-\frac{dE}{dx}\right)_r$  představují tzv. radiační ztráty, kdy iont vyzařuje energii ve formě brzdného rentgenového záření během svého pohybu v blízkosti jádra atomu pevné látky. Radiační ztráty jsou vzhledem k elektronickým a rozptylovým ztrátám relativně malé a nebudeme je uvažovat.

Pro popis zpomalení těžkého iontu s energií v řádech MeV po energie v řádu jednotek eV nám opět nebude stačit pouze jedno vyjádření interakčního potenciálu. Naštěstí ale opět můžeme jednotlivé oblasti rozdělit podle povahy interakce atomu a iontu, a tedy podle energie iontu. [3]

#### 2.1.1. Elastické ztráty

Nejprve zmíníme ztráty způsobené elastickým rozptylem. Budeme zde uvažovat dva případy: Iont s vysokou energií ( $\rho \ll a$ ), kdy nám pro vystihnutí interakce iontu a atomu pevné látky postačí jednoduchý, Coulombický potenciál. Druhým je iont s nízkou energií ( $\rho \cong a$ ), pro jehož řešení byl použit stíněný, Coulombický potenciál.

Pro vysoké energie jsou energetické ztráty skrze elastický rozptyl dány jako

$$\left(-\frac{dE}{dx}\right)_n = -\frac{N_{\text{at}}\pi Z_1^2 Z_2^2 e^4}{E_i} \frac{M_1}{M_2} \ln\left(\frac{\gamma E_i}{\tilde{r}}\right). \quad (13)$$

Pro nízké energie se výraz  $\left(\frac{dE}{dx}\right)_n$  změní na

$$\left(-\frac{dE}{dx}\right)_n = -K \frac{NZ_1 Z_2}{\sqrt{Z_1^{\frac{2}{3}} + Z_2^{\frac{2}{3}}}} \frac{M_1}{M_1 + M_2}, \quad (14)$$

kde  $K = 1,158\pi e^2 a_0$ . [3]

## 2.1.2. Elektronické ztráty

V případě elektronických ztrát budeme opět uvažovat iont o vysoké a nízké energii.

Pro vysoké energie iontu je elektronická zastavovací energie  $\left(-\frac{dE}{dx}\right)_e$  dostatečně přesně přiblížená Betheho – Blochovou formulí. Pro demonstrační účel nám v prvním přiblížení postačí dokonce Bohrova klasická verze, bez relativistických korekcí

$$\left(-\frac{dE}{dx}\right)_e = -\frac{2N_{at}\pi Z_1^2 Z_2 e^4 M_1}{E_i m_e} \ln\left(\frac{\gamma_e E_i}{\bar{I}}\right), \quad (15)$$

kde  $\bar{I}$  je střední ionizační potenciál pevné látky,  $\gamma_e$  je dáno jako:  $\gamma_e = \frac{4M_1 m_e}{(M_1 + m_e)^2}$ .

Pro nízké energie bude mít elektronická zastavovací energie  $\left(-\frac{dE}{dx}\right)_e$  tvar

$$\left(-\frac{dE}{dx}\right)_e = -3,83 \frac{Z_1^{7/6} Z_2 \sqrt{E_i}}{\sqrt{M_1} \left(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3}\right)^{3/2}} \cdot [3] \quad (16)$$

## 2.1.3. Srovnání elastických a elektronických ztrát

Protože naším zaměřením je účinek vysokoenergetických iontů, porovnáme elastickou a elektronickou zastavovací energii právě pro případ vysokých energií:

$$\frac{\left(-\frac{dE}{dx}\right)_e}{\left(-\frac{dE}{dx}\right)_n} = \frac{-\frac{2N_{at}\pi Z_1^2 Z_2 e^4 M_1}{E_i m_e} \ln\left(\frac{\gamma_e E_i}{\bar{I}}\right)}{-\frac{N_{at}\pi Z_1^2 Z_2^2 e^4 M_1}{E_i M_2} \ln\left(\frac{\gamma_e E_i}{\bar{T}}\right)} = \frac{2M_2}{Z_2 m_e} \frac{\ln\left(\frac{\gamma_e E_i}{\bar{I}}\right)}{\ln\left(\frac{\gamma_e E_i}{\bar{T}}\right)}. \quad (17)$$

Pro názornost si zkusme do vztahu (17) postupně dosadit. Uvažujme například železný terč a dopadající iont kryptonu o energii  $E_i = 250$  MeV. Hmotnost atomu železa je  $M_2 = 9,27 \cdot 10^{-26}$  kg, protonové číslo atomu železa je  $Z_2 = 26$ , hmotnost elektronu  $m_e = 9,10 \cdot 10^{-31}$  kg a hmotnost atomu kryptonu  $M_1 = 1,39 \cdot 10^{-25}$  kg.

Střední ionizační potenciál terče  $\bar{I}$  je možné dopočítat jako  $\bar{I} = 11,5Z_2$  [eV], energie  $\bar{T}$  představuje vazebnou energii atomu železa v mřížce  $E_{d,Fe}$ , která odpovídá přibližně 40 eV. [3, 8]

Po dosazení do vztahu (17) a následném zaokrouhlení výsledku získáme hodnotu 1547. Jinak řečeno, elektronické ztráty jsou 1547-krát vyšší než elastické. Elektronické ztráty tedy dominují v oblasti vysokých energií. Ukazuje se, že elastické ztráty budou naopak převládat v oblasti nízkých energií. [3]

## 2.2. Trajektorie iontu a penetrační hloubka

Předpokládejme, že elektronické a elastické ztráty iontu při průchodu pevnou látkou jsou na sobě nezávislé. Díky tomuto předpokladu a vztahu (11) můžeme celkovou energetickou ztrátu iontu psát jako

$$S_t(E) = N_{at}[S_e(E) + S_n(E)] = \left(-\frac{dE}{dx}\right)_t. \quad (17)$$

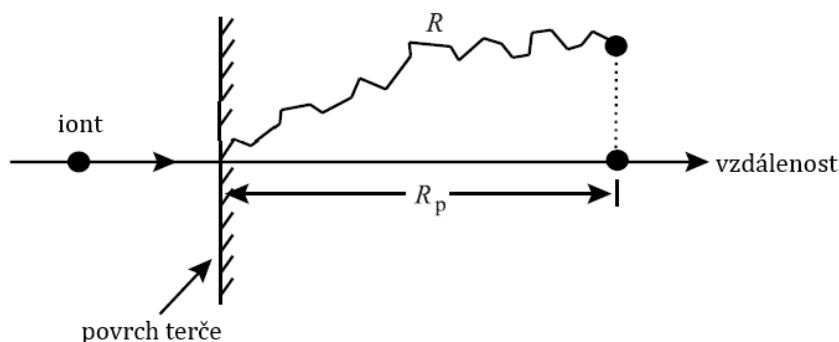
Rovnici (17) lze integrovat, za účelem získání celkové uražené dráhy  $R$  iontu

$$R = \int_0^R dx = \frac{1}{N_{at}} \int_0^{E_i} \frac{dE}{S_e(E) + S_n(E)}, \quad (18)$$

díky které získáme první odhad o penetrační hloubce iontu v pevné látce. [3]

Řádově se tato dráha pohybuje v rozmezí od desítek nm (pro nízkoenergetické ionty s energií v řádu keV) až po desítky  $\mu\text{m}$  (pro vysokoenergetické ionty s energií v řádu stovek MeV).

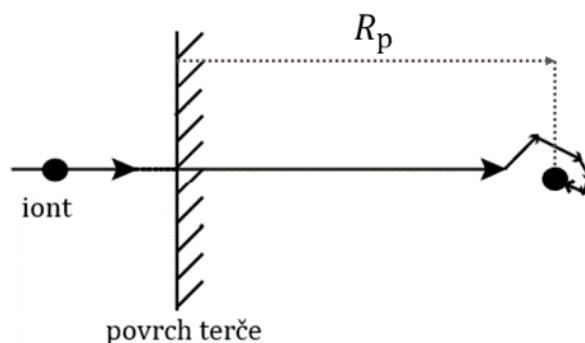
Veličina, která nás však opravdu zajímá není celková uražená dráha  $R$ , ale projekce této dráhy do prvotního směru šíření iontu  $R_p$ , protože se iont obecně nemusí pohybovat ve stejném směru, v jakém dopadl na povrch terče, jak ukazuje obrázek č. 3.



Obrázek č. 3: Celková uražená dráha iontu  $R$  a její projekce  $R_p$  (upraveno z [3]).

Ukazuje se však, že tato projekce je podstatná pouze pro ionty o nízké energii v řádech keV a méně, což koresponduje s předešlým poznatkem, že v této oblasti dominují ztráty elastickým rozptylem na jádrech atomů terče. [3]

V případě vysokoenergetických iontů je drtivá část jejich trajektorie tvořena rovnou čarou ve směru dopadu iontu na terč, což opět koresponduje s faktem, že je zde energie předávána elektronům pevné látky. V konečné oblasti bude opět docházet k rozptylu na jádrech v důsledku poklesu energie iontu. Se snižující se energií totiž roste účinný průřez této interakce (viz vztah č. 10). Dráhu iontu s vysokou energií vystihuje obrázek č. 4. [3]



Obrázek č. 4: Obecná trajektorie iontu s vysokou energií.

## 2.3. Software SRIM

Ačkoli rovnice (13), (15) a (18) jsou pro demonstraci teorie určení deponované energie a trajektorie průchodu vysokoenergetického iontu pevnou látkou dostačující, existuje v dnešní době možnost využít softwaru pro rychlé a dostatečně přesné výpočty těchto parametrů.

Jedním takovým je volně dostupný softwarový balík SRIM – The Stopping and Range of Ions in Matter [4] sepsaný J. F. Zieglerem, který dokáže na základě vybraných vstupních dat (energie, náboj a typ iontu + složení a hustota ostřelované pevné látky) přesně dopočítat deponovanou energii iontu v pevné látce a jeho uraženou trajektorii.

SRIM byl poprvé uveden v roce 1985, přičemž od té doby prochází majoritními úpravami a korekcemi přibližně každých 6 let, v závislosti na nových experimentálních datech. Patří tak mezi věrohodné způsoby, jak získat zmíněné parametry a nasimulovat a připravit si tak vlastní experimenty.

### 2.3.1. Zahrnuté interakce ve výpočtech

Uvedený program už uvažuje kvantově mechanické ošetření jednotlivých kolizí iontu s atomy. Jednotlivé výpočty jsou efektivně provedeny pomocí statistických algoritmů, jenž umožňují iontu provádět „skoky“ mezi vypočtenými kolizemi a následně zprůměrovat výsledky kolizí přes jednotlivé mezery mezi „skoky“. Během kolize iontu s atomem je uvažován stíněný, Coulombický potenciál (viz vztah (4) a obrázek č. 1), společně s výměnnými a korelačními interakcemi mezi překrývajícími se elektronovými obaly. [4]

Výpočty také zahrnují excitaci elektronů a buzení plazmonů uvnitř pevné látky – ty jsou popsány zahrnutím kolektivní elektronické struktury a struktury mezi atomárních vazeb. [4]

Změna náboje iontu během průchodu pevnou látkou je popsána pomocí konceptu efektivního náboje, který zahrnuje závislost procházejícího iontu na jeho rychlosti a stínění náboje iontu elektrony pevné látky. [4]



### 2.3.2. Výpočet deponované energie těžkých, energetických iontů

Výpočet deponované energie softwarem SRIM má dvě komponenty. Prvním je efektivní náboj iontu, který je ošetřen použitím Brandtovy–Kitagawovy teorie. Druhým je moderní Betheho – Blochova teorie, která zahrnuje mnoho vysokorychlostních efektů při průchodu iontu pevnou látkou. [5]

Efektivní náboj je obecně funkcí rychlosti iontu a hustoty náboje pevné látky (ostřelovaného terče). Brandtova – Kitagawova teorie předpokládá, že elektrony iontu, jejichž orbitální rychlost je nižší, než relativní rychlost mezi iontem a elektrony pevné látky, jsou od iontu odtrženy pryč. Využití tohoto předpokladu výrazně zpřesnilo výpočty zastavovací energie. [5, 6]

Moderní Betheho–Blochova teorie opět obsahuje dvě složky, z nichž není ani jedna dokonale popsána čistě teoretickými úvahami. První je střední ionizační potenciál a druhým jsou korekce elektronových slupek pro danou pevnou látku terče. [5]

Střední ionizační potenciál poskytuje opravu na dané elektronové hladiny v pevné látce, zakázaný pás a fázi terče. Korekce elektronových slupek opravuje předpoklad Betheho – Blochovy formule, že rychlost iontu je mnohem vyšší, než je rychlost pohybu elektronu v pevné látce. Tato korekce je počítána detailním zahrnutím interakce iontu s elektronovými orbitaly různých prvků. [5]

Vzhledem k tomu, že střední ionizační potenciál i korekce elektronových slupek jsou dané pouze vlastnostmi terče, předpokládá se, že jsou totožné jak pro těžké, tak pro lehké ionty. [5]

### 3. Amorfni fáze indukovaná ozářením rychlými těžkými ionty

Jakákoliv krystalická struktura se po dostatečně dlouhé době a nenulové termodynamické teplotě dostane ve fázovém prostoru do stavu s nejnižší možnou volnou energií – do stavu termodynamické rovnováhy. Mimo stav termodynamické rovnováhy ale existují i další oblasti s lokálním minimem volné energie – tzv. metastabilní stavy. Těch je možné docílit za splnění určitých podmínek. [3]

Za vznik amorfni fáze po ozáření rychlým, těžkým iontem mohou dva hlavní mechanismy. Prvním je postupná akumulace defektů, které destabilizují krystalickou strukturu až po určitou kritickou hodnotu. Tento mechanismus je typický pro ionty s nízkou energií a pro jeho popis stačí řešit ztráty energie iontu pomocí elastických kolizí s atomy pevné látky. Druhým mechanismem je rychlé ochlazení ozářením indukované kapané fáze vzniklé v oblasti tzv. teplotních vrcholů. Tento mechanismus je vlastní pro těžké, energetické ionty a pro jeho popis je standardně používán mnohem složitější model dvou teplot. [3, 7]

#### 3.1. Model dvou teplot

Podstatou tohoto modelu je, že těžký energetický iont při průchodu pevnou látkou excituje její elektrony. Elektrony, které ve velmi krátkém čase získaly velké množství energie se nazývají „horké“ a snaží se dostat zpět do termodynamické rovnováhy tak, že přenáší svou energii mezi další elektrony skrze elektron–elektronovou interakci a také mezi mřížkou, kterou můžeme v daném okamžiku považovat za „studenou“ skrze elektron–fononovou interakci. Každému ze systémů kvazičástic tedy přiřazujeme nějakou teplotu.

Tento model objasňuje do hloubky tvorbu amorfni fáze v krystalické látce při průchodu těžkým, energetickým iontem. Je pro nás proto velmi důležitý a bude mu věnována vyšší pozornost.

##### 3.1.1. Rovnice pro tepelnou difúzi

Jak již bylo zmíněno, během pohybu krystalickou mřížkou iont ztrácí svou kinetickou energii skrze neelastické kolize s elektrony pevné látky (terče). Tyto elektrony se budou dále pohybovat skrze terč a ztrácet energii pomocí emise fononu, což má za následek ohřev krystalické mřížky. Tento mechanismus je v modelu dvou teplot ošetřen pomocí dvou navzájem provázaných difúzních rovnic (19) a (20), které popisují časový i prostorový vývoj obou podsystémů elektronů a fononů: [9, 10]

$$C_e(T_e) \cdot \frac{dT_e(\vec{r}, t)}{dt} = \nabla[\kappa_e(T_e) \cdot \nabla T_e(\vec{r}, t)] - g(T_e, T_p) \cdot [T_e(\vec{r}, t) - T_p(\vec{r}, t)] + S_E(\vec{r}, t), \quad (19)$$

$$C_p(T_p) \cdot \frac{dT_p(\vec{r}, t)}{dt} = \nabla[\kappa_p(T_p) \cdot \nabla T_p(\vec{r}, t)] + g(T_e, T_p) \cdot [T_e(\vec{r}, t) - T_p(\vec{r}, t)]. \quad (20)$$

Indexy  $e$  zde představují elektronový a  $p$  fononový systém. Symboly  $T_e$  a  $T_p$  představují teplotu elektronů a fononů,  $\kappa_e(T_e)$  a  $\kappa_p(T_p)$  jsou tepelné vodivosti a  $C_e(T_e)$  a  $C_p(T_p)$  teplotně závislé tepelné kapacity. Obě rovnice jsou provázány skrze tzv. elektron – fonon párový parametr  $g(T_e, T_p)$ . Člen  $S_E(\vec{r}, t)$  představuje energetické ztráty iontu.

Tepelnou vodivost elektronu i fononu můžeme vyjádřit jako

$$\kappa_e(T_e) = C_e(T_e) \cdot D_e(T_e), \quad (21)$$

$$\kappa_p(T_p) = C_p(T_p) \cdot D_p(T_p), \quad (22)$$

kde  $D_e(T_e)$  a  $D_p(T_p)$  jsou difúzní koeficienty elektronů a fononů. Po dosazení (21) a (22) do (19) a (20) dostaneme

$$C_e(T_e) \cdot \frac{dT_e(\vec{r}, t)}{dt} = \nabla[C_e(T_e) \cdot D_e(T_e) \cdot \nabla T_e(\vec{r}, t)] - \quad (23)$$

$$-g(T_e, T_p) \cdot [T_e(\vec{r}, t) - T_p(\vec{r}, t)] + S_E(\vec{r}, t),$$

$$C_p(T_p) \cdot \frac{dT_p(\vec{r}, t)}{dt} = \nabla[C_p(T_p) \cdot D_p(T_p) \cdot \nabla T_p(\vec{r}, t)] + \quad (24)$$

$$+g(T_e, T_p) \cdot [T_e(\vec{r}, t) - T_p(\vec{r}, t)].$$

Obě rovnice jsou takto řízeny difúzními koeficienty  $D_e(T_e)$  a  $D_p(T_p)$  namísto tepelných vodivostí  $\kappa_e(T_e)$  a  $\kappa_p(T_p)$ . Tepelné kapacity  $C_e(T_e)$  a  $C_p(T_p)$  zde slouží jako převodníky mezi teplotou a energií. [9, 10]

### 3.1.2. Zdrojový člen $S_E(\vec{r}, t)$

Člen  $S_E(\vec{r}, t)$  v rovnici (23) představuje zdroj energie pro prvotní excitaci elektronů při průchodu iontu. Funkční vyjádření tohoto členu hraje podstatnou roli v řešení rovnic (23) a (24). Pro cylindrickou excitaci (procházející iont generuje válcovitý kanálek excitovaných elektronů) můžeme psát

$$S_E(r_{el}, t) = dS_e \exp\left(-\frac{(t-t_0)^2}{2\bar{\sigma}^2}\right) F(r_{el}), \quad (25)$$

kde  $d$  je normalizační konstanta,  $S_e$  jsou elektronické ztráty v jednotkách  $eV \cdot cm^2$ ,  $t$  je doba počítaná od dopadu iontu na povrch terče a  $t_0$  je střední doba pohybu prvotně excitovaných elektronů během pohybu iontu mřížkou. Střední doba  $t_0$  se pohybuje v řádu jednotek femtosekund.  $\bar{\sigma}$  Gaussovy funkce (tzv. half-width) je voleno tak, aby bylo rovno už zmiňovanému  $t_0$ .  $r_{el}$  představuje vzdálenost, jakou urazí prvotně excitovaný elektron v jednotkách  $\frac{g}{cm^2}$ . Funkce  $F(r_{el})$  představuje prostorovou distribuci prvotně excitovaných elektronů. Autoři textu [10] uvádějí funkci  $F(r_{el})$  ve tvaru

$$F(r_{el}) = \frac{n_e e^4 Z^{*2}}{\delta m_e c^2 \beta^2 r_{el}} \left[ \frac{1 - \left(\frac{r_{el} + \theta}{\vartheta + \theta}\right)^{\frac{1}{\delta}}}{r_{el} + \theta} \right], \quad (26)$$

kde  $n_e$  je počet elektronů na  $cm^3$ ,  $e$  je elementární náboj,  $m_e$  je hmotnost elektronu,  $Z^*$  je efektivní náboj iontu,  $\beta$  představuje bezrozměrnou relativistickou rychlost iontu:  $\beta = \frac{v_{iont}}{c}$ ,  $c$  je rychlost světla. [9, 10]

V textu [11] je vztah mezi uraženou dráhou elektronu  $r_{el}$  a energií elektronu  $E_e$  popsán mocinným zákonem

$$r_{el} = kE_e^\delta, \quad (27)$$

kde  $k = 6 \cdot 10^{-6} \frac{\text{g}}{\text{cm}^2 \cdot \text{keV}^\delta}$ . Toto není přepis, neboť jednotka konstanty  $k$  opravdu závisí na hodnotě konstanty  $\delta$ . [9]

Konstanta  $\delta$  může nabývat hodnot

$$\delta = \begin{cases} 1,079 \dots & E_e < 1 \text{ keV} \\ 1,667 \dots & E_e > 1 \text{ keV} \end{cases} \quad (28)$$

Veličina  $\theta$  ve vztahu (26) představuje nejmenší možnou dráhu, kterou může elektron po excitaci iontem urazit. Podle vztahu (27) tomu odpovídá nejmenší možná předaná energie  $E_e = \bar{I}$ , což je střední ionizační potenciál terče

$$\theta = k\bar{I}^\delta. \quad (29)$$

Maximální možná dráha  $\vartheta$ , kterou může excitovaný elektron urazit, je analogicky dána maximální energií  $W$ , kterou může elektron od iontu získat. Ta je omezena tzv. kinematickým limitem

$$W = \frac{2m_e c^2 \beta^2}{1 - \beta^2}, \quad (30)$$

a maximální dráha je pak

$$\vartheta = kW^\delta. \quad (31)$$

Nakonec, normalizační konstanta  $d$ , která byla zmíněna ve vztahu (25), je volena tak, aby byl vztah (25) po integraci roven elektronické zastavovací energii  $S_e$  iontu

$$\int_{t=0}^{\infty} \int_{r_{el}=0}^{r_m} 2\pi r_{el} S_E \exp\left(-\frac{(t-t_0)^2}{2\sigma^2}\right) F(r_{el}) dr_{el} dt = S_e. \quad (32)$$

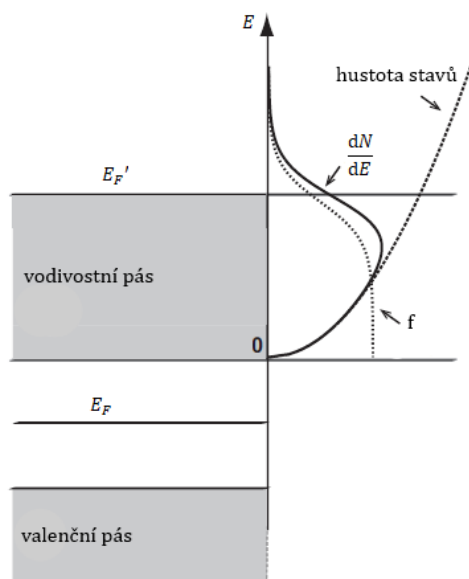
$r_m$  v horní mezi integrálu ve vztahu (32) představuje projekci maximální vzdálenosti, kterou může elektron urazit kolmo ke směru šíření iontu. [9, 10]

## 3.2. Systém elektronů

Popis systému elektronů se různí podle toho, jaké povahy je materiál terče (vodič, dielektrikum...).

Ve vodiči máme vodivostní elektrony, které jsou excitovány a přímo „ohřáty“ průchodem těžkého, energetického iontu.

V případě dielektrika je situace podstatně složitější, protože zde nemáme žádné volné elektrony. Základní myšlenka je taková, že procházející iont excituje vazebné elektrony z valenčního do vodivostního pásu, za doprovodu rozbití vazby a vzniku díry. Teprve potom se mohou elektrony dále podílet na přenosu energie. Můžeme na ně pak nahlížet jako na volný elektronový plyn. Takovému systému je pak přiřazeno tzv. pseudo Fermiho – Diracovo rozdělení a pseudo Fermiho hladina, ukázána na obrázku č. 5. U izolantů jsou tedy přenos tepla a excitace elektronů z valenčního do vodivostního pásu úzce spjaté procesy. [9, 12]



Obrázek č. 5: Náčrt pásové struktury dielektrika se pseudo Fermiho hladinou  $E_F'$  posunutou na horní hranu vodivostního pásu.  $f$  je pseudo Fermiho – Diracovo rozdělení a  $\frac{dN}{dE}$  představuje obsazenost jednotlivých stavů. (upraveno z [9])

### 3.2.1. Tepelná kapacita elektronů

V případě vodiče (kovu) je situace relativně jednoduchá. Vodivostní elektrony v kovu je možné popsat jako plyn volných elektronů. S použitím tohoto přístupu je možné tepelnou kapacitu aproximovat do dvou teplotních režimů. Pro první režim je tepelná kapacita elektronů  $C_e$  dána jako

$$C_e = \frac{\pi^2 k_B n_e}{2T_F} T_e, \quad (33)$$

kde  $k_B$  je Boltzmannova konstanta. Vztah je platný pro teploty nižší, než je Fermiho teplota  $T_F = \frac{E_F}{k_B}$  ( $T_F$  se pro kovy pohybuje v řádu  $10^4$  K [13]), kde  $E_F = \frac{\hbar^2 k_{el}^2}{2m_e}$  je Fermiho energie a  $k_{el}$  je vlnový vektor elektronu. Nad touto teplotou už zůstává tepelná kapacita elektronového plynu konstantní a rovna výrazu

$$C_e = \frac{3}{2} n_e k_B. \quad (34)$$

Oblast přechodu mezi lineárně závislou a konstantní tepelnou kapacitou není přesně definována a nebudeme se jí zabývat do hloubky.

Pro dielektrika je elektronová hustota  $n_e$  zpočátku blízká nule a řešení rovnic (33) a (34) je netriviální. [9, 13]

### 3.2.2. Difúze elektronů

Uvažujme obecně částici v plynu. Z kinetické teorie plynů je známý jednoduchý vztah pro difúzní koeficient  $D$ , který nám charakterizuje, jak snadno budou částice plynu difundovat daným prostředím.

$$D = \frac{1}{3} \lambda \bar{v}, \quad (35)$$

kde  $\lambda$  představuje střední volnou dráhu mezi srážkami s ostatními částicemi a  $\bar{v}$  je střední rychlost částic. Střední volnou dráhu  $\lambda$  můžeme rozepsat pomocí relaxační doby mezi srážkami  $\tau$

$$\lambda = \bar{v} \tau. \quad (36)$$

Po dosazení (36) do (35) získáme difúzní koeficient  $D$  ve tvaru

$$D = \frac{1}{3} \tau \bar{v}^2. \quad (37)$$

Excitované elektrony se rozptylují buď na ostatních elektronech, nebo na fononech. Oba typy rozptylu mají svou relaxační dobu ( $\tau_{e-e}$  pro rozptyl mezi elektrony a  $\tau_{e-p}$  pro rozptyl mezi elektrony a fonony), které můžeme považovat za navzájem nezávislé. Díky tomu můžeme celkovou střední dobu mezi srážkami  $\tau$  psát jako

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_{e-e}} + \frac{1}{\tau_{e-p}}. \quad (38)$$

Autoři v textu [11] uvádějí souvislost mezi teplotami elektronů, fononů a relaxačními časy jednotlivých rozptylů

$$\frac{1}{\tau_{e-e}} = GT_e^2, \quad (39)$$

$$\frac{1}{\tau_{e-p}} = HT_p, \quad (40)$$

kde konstanty  $G$  a  $H$  jsou experimentálně zjištěné parametry.

Dosazením (38), (39) a (40) do výrazu (37) dostaneme podobu difúzního koeficientu  $D$

$$D_e = \frac{1}{3} \frac{\bar{v}^2}{GT_e^2 + HT_p}. \quad (41)$$

V případě kovů je střední rychlost elektronů  $\bar{v}$  rovna Fermiho rychlosti  $v_F$ . [9, 14, 15]

Protože elektrony popisujeme pomocí Fermiho – Diracova rozdělení (v případě dielektrik pseudo Fermiho – Diracovým rozdělením), ukazuje se, že střední rychlost  $\bar{v}$  je úměrná odmocnině z teploty elektronu  $T_e$  [9]. Díky tomu můžeme převést difúzní koeficient  $D$  do finálního tvaru, který bude pouze funkcí teploty elektronů a fononů

$$D_e = \frac{2k_B}{\pi m_e} \frac{T_e}{AT_e^2 + BT_p}. \quad (42)$$

### 3.3. Systém fononů

Ion procházející krystalickou mřížkou pevné látky neinteraguje s fonony. S fonony však interagují excitované elektrony v důsledku jejich vzájemného rozptylu, čímž dochází k ohřevu mřížky. Na rozdíl od difúzního koeficientu elektronů můžeme difúzní koeficient mřížky zapsat jako

$$D_p = \frac{\kappa_p}{C_p}. \quad (42)$$

Tepelnou kapacitu fononu  $C_p$  a tepelnou vodivost  $\kappa_p$  bereme jako lineární funkce teploty  $T_p$  a difúzní koeficient  $D_p$  pak uvažujeme jako konstantní. [9, 16]

### 3.4. Elektronové – fononové interakce

V kapitole 3.1.1. byly představeny fundamentální rovnice (19) a (20), které popisují vývoj fononového a elektronového systému v prostoru a čase. V obou rovnicích se vyskytuje tzv. elektron – fonon párový parametr  $g$ , který nám říká, v jak velké míře dochází k přenosu energie mezi elektronovým a fononovým systémem.

Míra přenosu energie mezi elektrony a fonony je dána jako

$$\left(\frac{dE}{dt}\right)_{e-p} = g(T_e - T_p). \quad (43)$$

Pokud není teplota krystalické mřížky o mnoho menší, než je Debeyova teplota  $T_D$ , můžeme párový parametr  $g$  aproximovat výrazem

$$g = \frac{\pi^2 \bar{m}_e n_e v_s}{6\tau_e(T_e)T_e}, \quad (44)$$

kde  $v_s$  je rychlost šíření zvuku v kovu,  $n_e$  je elektronová hustota,  $\bar{m}_e$  efektivní hmotnost elektronu,  $\tau_e$  relaxační doba elektronu a  $T_e$  teplota elektronového systému. [9, 10]

Ukazuje se, že získat relaxační dobu  $\tau_e$  je velice obtížné. Autoři textu [10] tento problém elegantně obešli tak, že relaxační dobu  $\tau_e$  dali do souvislosti s naměřenou tepelnou vodivostí  $K_p(T_p)$  mřížky kovu během ozařování energetickými, těžkými ionty. Parametr  $g$  je tak závislý na teplotě fononů  $T_p$

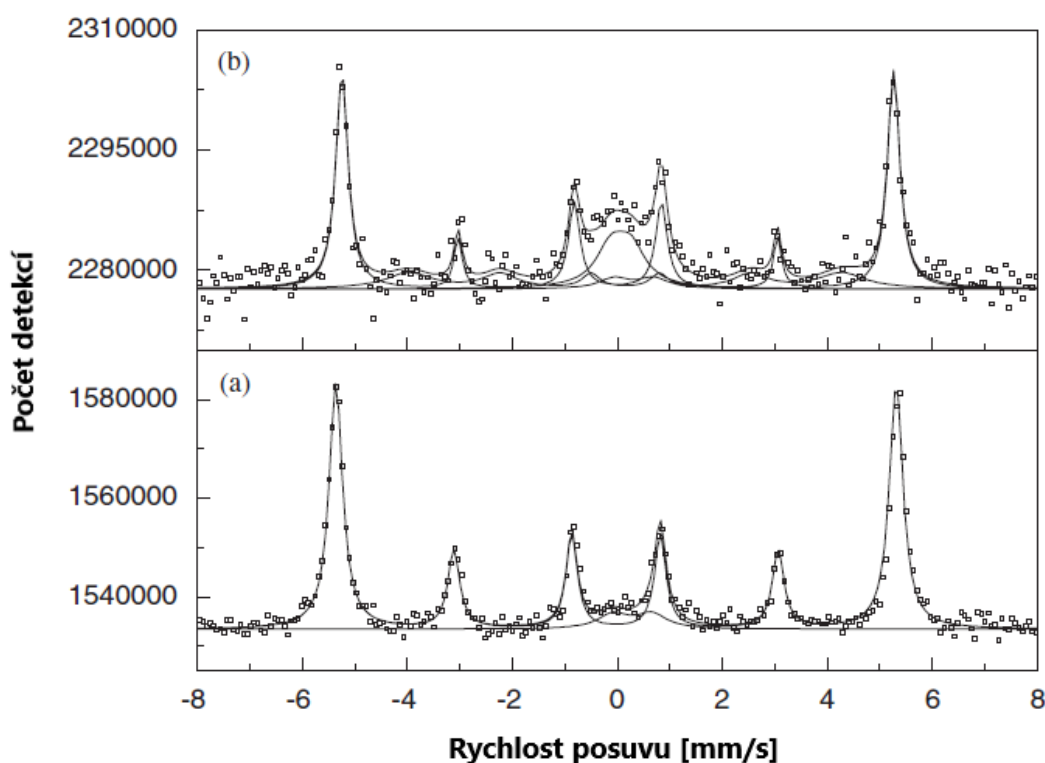
$$g = \frac{\pi^4 (k_B n_e v_s)^2}{18 K_p(T_p)}. \quad (45)$$

## 4. Dosavadní poznatky

### 4.1. Ozařování nanomateriálů

Téma vzniku amorfni fáze v železo obsahujících vzorcích po ozáření těžkými ionty je obecně málo prostudované téma, ke kterému je k dispozici jen velmi málo relevantních studií. I přes tento nedostatek jsou zde shrnuty nejzásadnější zjištění a dosavadní poznatky. Právě malé množství dostupných informací je dobrou motivací k hlubšímu studiu tohoto fenoménu.

Autoři článku [7] pozorovali vznik amorfni fáze z krystalických tenkých železných vrstev po ozáření urychlenými, těžkými ionty. Jejich vrstvy byly připraveny technikou elektrochemické depozice na měděném substrátu, nezmiňují však jejich tloušťku. Pro ozáření byly použity urychlené ionty  $\text{Kr}^{8+}$  na energii 246 MeV s tokem částic  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Stěžejní technikou pro určení amorfni fáze byla Mössbauerova spektroskopie konverzních elektronů. Mössbauerova spektra zmiňovaných vzorků před ozářením a po ozáření jsou ukázána na obrázku č. 6.



Obrázek č. 6: Mössbauerova spektra železných, tenkých vrstev před ozářením (a) a po ozáření (b).  
(upraveno z [7])

Obě Mössbauerova spektra byla rozložena na jednotlivá podspektra, znázorněná souvislými čarami. Na obrázku č. 6 můžeme ve spektru (a) neozářeného vzorku vidět výrazný sextet, který byl autory přiřazen krystalickému alfa železu (velikost magnetického hyperjemného pole 32,6 T). Středový dublet je přiřazen povrchové oxidaci. Ve spektru (b) ozářeného vzorku je na první pohled patrný nový, ačkoli méně výrazný sextet s malým izomerním posuvem (velikost magnetického hyperjemného pole 25,6 T). Tento sextet je výsledkem superpozice podspekter mnoha atomů železa, které se nachází v lehce odlišném mikroprostředí. Zmíněný méně výrazný sextet je autory přiřazen jako typický pro feromagnetické materiály v amorfni stavu. Nově pozorovaný středový dublet je přiřazen



atomům (kovového) železa v paramagnetickém stavu amorfni nebo vysoce neuspořádané fáze. Tímto byla potvrzena existence amorfni fáze ve zmiňovaných železných vrstvách v důsledku ozáření těžkými ionty [7]. Detailní parametry analýzy jsou uvedeny v článku.

V navazující studii [17] autoři dále zkoumají vliv energie a typu iontu (jeho hmotnosti) na generaci amorfni fáze. Jako ozařovaný vzorek opět použili tenké, krystalické vrstvy železa. Použité ionty k ozáření jsou shrnuty v tabulce č. 1. Zastavovací energie byly dopočítány pomocí programu SRIM.

Typ iontu	Energie [MeV]	Tok částic $\left[\frac{\text{iont}}{\text{cm}^2}\right]$	Elektronické ztráty v železe $\left[\frac{\text{keV}}{\text{nm}}\right]$
Kr <sup>8+</sup>	246	10 <sup>14</sup>	24,1
Xe <sup>35+</sup>	470	10 <sup>13</sup>	40,1
Bi <sup>51+</sup>	710	10 <sup>13</sup>	58,6

Tabulka č. 1: Typy iontů s energiemi, tokem částic a dopočítanými elektronickými ztrátami v železe, použitými k ozařování krystalických, železných, tenkých vrstev. [17]

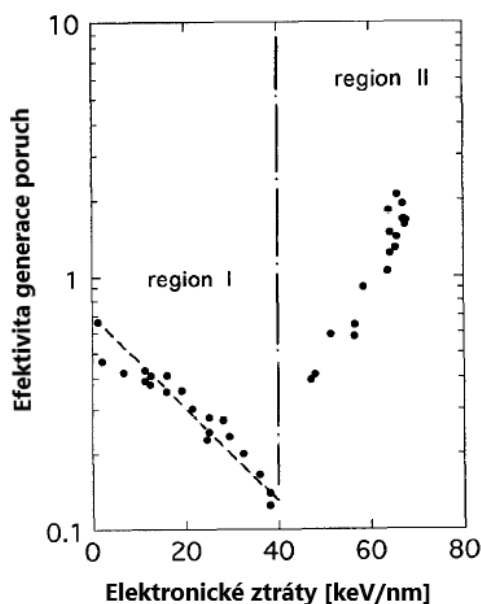
Tokem částic (anglický termín: fluence) se rozumí počet částic, které za daný časový interval dopadnou na plochu o velikosti 1 cm<sup>2</sup>.

Ze svých měření došli autoři textu [17] k následujícímu závěru: Se zvýšením toku částic, energie nebo hmotnosti použitého iontu se zároveň i zvyšuje relativní množství vzniklé amorfni fáze v tenkých železných krystalických vrstvách.

Autoři textu [18] se do hloubky věnují efektům ozařování objemového železa rychlými, těžkými ionty. Výsledky jejich studií ukazují, že v závislosti na hodnotě elektronických ztrát  $\left(\frac{dE}{dx}\right)_e$  existují dva regiony efektivity generování poruch v krystalické mřížce.

První region je oblast elektronických ztrát do 40 keV/nm. V této oblasti se efektivita generování poruch se zvyšujícími se ztrátami snižuje. V důsledku elektronických ztrát zde dochází rovněž k doprovodným elastickým ztrátám – ionizované atomy terče mohou opustit své místo v krystalické mřížce a částečně „hojit“ poruchy generované procházejícím iontem.

Druhým regionem je oblast od 40 keV/nm výše. V této oblasti efektivita generování poruch opět prudce roste a dominantně převládá jakékoli „hojení“ mřížky. Obě oblasti jsou ukázány v obrázku č. 7.



Obrázek č. 7: Efektivita generace poruch (bezrozměrný parametr) jako funkce elektronických ztrát iontu v materiálu. (upraveno z [18])

Autoři textu [17] by tedy podle textu [18] měli pozorovat snížení relativního zastoupení amorfní fáze při použití iontů xenonu, jehož zastavovací energie v železe v tabulce č. 1 pohybuje právě ve zmiňovaném minimu (40 keV/nm – viz obrázek č. 7). Místo toho však pozorovali nárůst relativního množství vytvořené amorfní fáze. Tento jev si autoři textu [17] vysvětlují právě povahou použitého vzorku. Nepracovali totiž s objemovými vzorky, nýbrž nechávali ozařovat tenké, železné vrstvy (autoři textu [17] neuvádějí tloušťku této vrstvy), ve kterých, na rozdíl od objemových materiálů, dochází k posílení rozptylu excitovaných elektronů na hranicích zrn, rozhraních a povrchích. Tyto překážky stavěné elektronům do cesty snižují pohyblivost elektronů, a naopak zvyšují množství elektron-fononových interakcí, což může vést ke snížení prahu efektivit generace defektů. Autoři textu [17] se domnívají, že se ve skutečnosti se všemi použitými typy iontů pohybují v regionu č. 2.

Doposud jsme se zabývali pouze ozařováním vrstev železa. Studie [19] se zabývala charakterizací 70 nm vrstev magnetitu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , které byly ozařovány ionty  $\text{Ar}^{15+}$  o energii 190 MeV. Tok iontů argonu se pohyboval od  $5 \cdot 10^{10} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  do  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Vrstvy magnetitu byly připraveny technikou plazmou zesílené epitaxe z molekulárních svazků na substrátu monokrystalického oxidu hořečnatého MgO. Jako charakterizační techniku autoři textu [19] použili multi-krystalový rentgenový difraktometr s vysokým rozlišením.

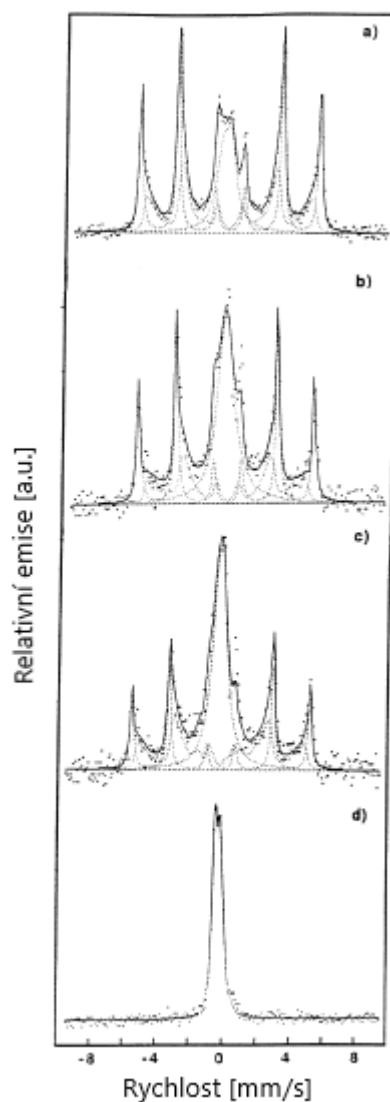
Studie se zabývala hlavně účinkem ozáření na pnutí mezi vrstvou magnetitu a substrátem a možnou transformací magnetitu na maghemit. Studie prokázala, že s použitým svazkem iontů a tokem částic  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  došlo k úplné relaxaci pnutí mezi vrstvou a substrátem. Zároveň se zvyšujícím se tokem částic od hodnoty  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  začalo docházet k transformaci magnetitu na maghemit. S použitím maximálního toku částic  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  byla pozorována úplná transformace magnetitu na maghemit. Zároveň tento maghemit vykazoval neuspořádanou strukturu.

Ve studii [20] autoři nechali ozařovat nanočástice magnetitu o velikosti v rozmezí 8 až 11 nm svazkem iontů  $\text{Ag}^+$  o energii 100 MeV, s tokem částic  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Vlivem ozáření se u nanočástic projeví změny morfologie, a to v důsledku spékání a „bobtnání“ nanočástic. Nedocházelo ke zjevné generaci amorfnní fáze.

Kromě nanočástic a homogenních tenkých vrstev jsou studovány i vlivy ozáření těžkými ionty na tenké multivrstvy různého složení.

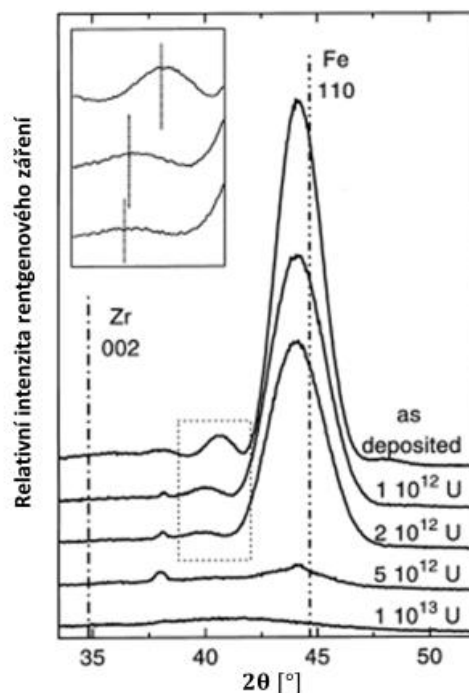
Autoři textu [21] studovali vliv ozáření těžkými, rychlými ionty na napařené multi vrstvy železa, niklu a chromu ionty křemíku o energii 80 MeV a ionty stříbra o energiích 150 MeV a 200 MeV. Autoři [21] neuvádějí ani u jednoho z použitých iontů jejich náboj. Vrstvy byly napařeny v následujícím pořadí: substrát, Ni (4,6 nm),  $^{57}\text{Fe}$  (10 nm), Cr (5 nm), Ni (4,6 nm),  $^{57}\text{Fe}$  (10 nm), Cr (5 nm), Al (2 nm). Poslední vrstva hliníku byla přidána jako ochranná vrstva.  $^{57}\text{Fe}$  bylo použito pro zvýšení odezvy Mössbauerova jevu. Připravené multivrstvy byly nejprve ozářeny svazkem iontů křemíku s tokem  $2 \cdot 10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Následně byl takto ozářený vzorek podroben dalšímu ozařování svazkem iontů stříbra o energii 150 MeV a tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  a poté poslední dávkou iontů stříbra o energii 200 MeV a tokem  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Po každém ozáření byla multi vrstva proměřena pomocí rentgenové reflektometrie. Pro charakterizaci železných vrstev byla použita Mössbauerova spektroskopie. Autoři pozorovali, že po finálním ozáření multivrstvy ionty stříbra o energii 200 MeV se zvýšila tloušťka rozhraní mezi vrstvami z původních 1,6 nm na 4,4 nm. Jinými slovy, vrstvy se v důsledku ozáření navzájem „mísily“. Zároveň, s postupným ozařováním se zvyšovala drsnost rozhraní jednotlivých vrstev. Opět, nejvýraznější zvýšení drsnosti rozhraní bylo dosaženo po ozáření ionty stříbra o energii 200 MeV.

Další studie [22] se zabývala „mísením“ multi nanovrstev zirkonia a železa po ozáření ionty uranu  $^{238}\text{U}$  urychlenými na energii 811 MeV. Multivrstva se skládala z 35 dvojevrstev krystalického alfa železa a amorfnního zirkonia o tloušťce přibližně 7,6 nm tak, aby měla každá vrstva přibližně stejnou tloušťku. Celkově tak měla vrstevnatá struktura tloušťku přibližně 266 nm. Autoři použili jako analyzační techniky rentgenovou difrakční analýzu a Mössbauerovu spektroskopii. Autorům textu [22] se podařilo docílit s tokem částic  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  úplného „promísení“ celé multi vrstvy, a tedy generaci amorfnní slitiny železa a zirkonia. Tyto závěry jsou podloženy Mössbauerovými spektry na obrázku č. 8, která byla pořizována se zvyšujícím se tokem ozařovacího svazku a záznamy z rentgenové strukturní analýzy na obrázku č. 9.



Obrázek č. 8: Mössbauerova spektra multivrstvy železa a zirkonia po ozáření ionty uranu s tokem částic: a) před ozáření a po ozáření tokem částic: b)  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , c)  $2 \cdot 10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , d)  $5 \cdot 10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .  
(upraveno z [22])

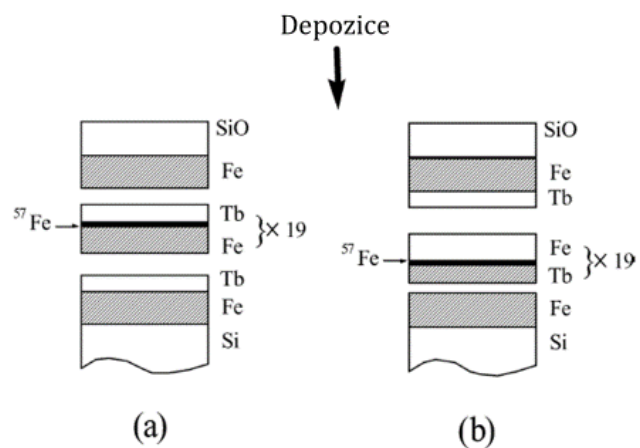
Z obrázku č. 8 je patrné, jak se se zvyšujícím se tokem částic použitého svazku vytrácí sextet příslušející feromagnetickému, krystalickému alfa železu a místo něj se po ozáření svazkem s tokem částic  $5 \cdot 10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  objevil výrazný dublet. Tento dublet byl přiřazen amorfní slitině železa a zirkonia. Spektrum po ozáření svazkem s tokem  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  v textu [22] bohužel nebylo uvedeno, je ale podobné spektru získanému se svazkem s tokem  $5 \cdot 10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  [22].



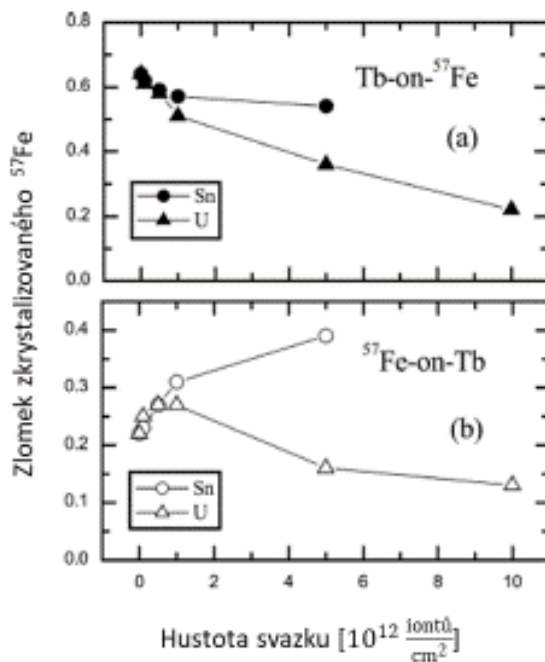
Obrázek č. 9: Difraktogramy multi vrstvy železa a zirkonia před ozářením a po ozáření se zvyšujícím se tokem částic. (upraveno z [22])

Difraktogramy na obrázku č. 9 potvrzují výsledky Mössbauerova měření, že se se zvyšujícím se tokem částic vytrácí krystalická fáze železných vrstev. S tokem částic  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  je na výstupu difraktogramu vidět nevýrazný „hrb“. Tento „hrb“ je právě typický pro amorfni strukturu.

V práci [23] autoři připravili multi vrstvy terbia a železa, které nechali ozařovat ionty cínu o energii  $4,635 \frac{\text{MeV}}{\text{nukleon}}$  a uranu o energii  $3,407 \frac{\text{MeV}}{\text{nukleon}}$ . Tok částic byl pro oba typy iontů až  $5 \cdot 10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Autoři práce [23] nezmiňují ani pro ionty cínu, ani pro ionty uranu jejich náboj. Autoři připravili dva typy multi vrstev. V prvním případě na spodní a ve druhém případě na svrchní stranu vrstvy terbia přidali vrstvu  $^{57}\text{Fe}$ , ze stejného důvodu jako autoři práce [21], tedy pro zesílení Mössbauerova jevu. Tloušťka železných vrstev byla 3,8 nm a tloušťka terbiových vrstev byla 1,9 nm. Autoři práce [23] pozorovali silnou závislost rekrystalizace  $^{57}\text{Fe}$  vrstvy na pořadí nanášení. Ve velké míře docházelo k rekrystalizaci  $^{57}\text{Fe}$ , a to v důsledku segregace terbia a železa. K této segregaci docházelo pouze na rozhraní vrstev  $^{57}\text{Fe}$  a vrstev terbia, pokud byla vrstva  $^{57}\text{Fe}$  nanesena na vrstvu terbia. Naopak, pokud byla nanesena vrstva terbia na vrstvu  $^{57}\text{Fe}$ , docházelo k postupné amorfizaci vrstvy  $^{57}\text{Fe}$  a „promíchávání“ vrstev terbia a železa. Pořadí nanášení demonstruje obrázek č. 10, výsledky studie shrnuje obrázek č. 11.



Obrázek č. 10: Pořadí nanášení vrstev. Vrstva  $^{57}\text{Fe}$  nanesena na spodní stranu (a) a na svrchní stranu (b) vrstvy terbia. (upraveno z [23])



Obrázek č. 11: Závislost množství zkrystalizované vrstvy  $^{57}\text{Fe}$  na hustotě iontového svazku. Graf (a) představuje vrstvu terbia na vrstvě  $^{57}\text{Fe}$  a v graf (b) představuje vrstvu  $^{57}\text{Fe}$  na vrstvě terbia. (upraveno z [23])

## 4.2. Ozařování ocelí

Autoři textu [24] zkoumali efekt ozáření ionty galia na duplexních (austeniticko – feritických) nerezových ocelích v důsledku obrábění zaostřeným iontovým svazkem. Práce je zaměřena na transformaci austenitu (tzv.  $\gamma$ -Fe, FCC mřížka) na ferit (tzv.  $\alpha$ -Fe, BCC mřížka). Autoři se nevyjadřují k energii ani k náboji použitých iontů. Pro obrábění zaostřeným iontovým svazkem se však obecně používají ionty o energii v řádu desítek keV, z našeho pohledu tedy nízkenergetické ionty. V úvodu práce [24] autoři zmiňují povahu a vlastnosti transformace austenitu na martenzit. Jde o termodynamicky možný, ale energeticky náročný proces, který má svou teplotu přechodu a existují empirické rovnice, které tuto teplotu určují podle složení (typicky jde o kryogenní teploty). Transformace však může být indukována i při mnohem vyšší teplotě díky plastickým a stříhovým deformacím (např. válcování za studena). Plastické deformace byly pozorovány i po suchém leptání ionty. Dopadající ionty indukují v oceli vnitřní stres, který se obecně považuje za hlavní faktor ovlivňující studovanou transformaci. Dalším důležitým faktorem je použitý typ iontu, protože různé prvky mohou fungovat jako stabilizátory různých fází v ocelích. Pro austenitickou fázi je stabilizátorem např. nikl nebo dusík a po použití těchto prvků jako zdroje iontů pro ozařování ocelí byla pozorována transformace martenzitické fáze na austenitickou.

Ve svém experimentu autoři práce [24] zkoumají důsledky suchého leptání ionty galia v superduplexních nerezových ocelích (super – od zvýšeného obsahu chromu až 25 %, duplexní – oceli jsou tvořeny austenitickou a feritickou fází v poměru přibližně 1:1). Vzorky byly ve formě válečků s vysoce vyleštěnými podstavami, do kterých byly vyleptány plochy  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$  různou dávkou iontů (dávkou byla ovlivněna proudem iontů a hloubkou leptání). Pro studium byl použit skenovací elektronový mikroskop s možností detekce difraktovaných elektronů – pro získání snímků vyleptaných oblastí a rozlišení austenitických a feritických oblastí a energiově disperzní rentgenový spektrometr (EDS) – pro zjištění rozmístění a obsahu galia. Autoři pozorovali transformaci austenitu na ferit ve všech vyleptaných místech, nezávisle na dávce, kterou dané místo obdrželo. Transformace byla doprovázena vznikem lokálního pnutí v důsledku ozáření ionty, nedošlo však k plastickým deformacím. EDS rovněž potvrdilo, že se galium implementovalo do povrchu oceli. Autoři se domnívají, že za transformaci můžou právě implementované ionty galia, protože právě galium funguje v malém množství jako stabilizátor austenitické fáze.

Autoři práce [25] nechali ozařovat plíšky austenitické oceli 316L, vyválnované na tloušťku přibližně  $9 \mu\text{m}$ , ionty uhlíku  $\text{C}^{6+}$  o energii 54 MeV a tokem částic  $3,3 \cdot 10^{16} \frac{\text{částic}}{\text{cm}^2}$ . Předmětem práce bylo studium transformace austenitické fáze. Vzhledem k možné tvorbě martenzitu v důsledku válcování za studena byly vzorky po válcování vyžihány po dobu 30 minut při  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$  a následně pomalu schlazeny ve vakuu, aby autoři získali vzorky s jednotnou austenitickou strukturou. Čtyři plíšky byly položeny za sebou v řadě, a tak také ozařovány při teplotě  $500 \text{ }^\circ\text{C}$ . Vzorky byly analyzovány transmisní Mössbauerovou spektroskopií při pokojové teplotě a RTG difrakcí. Autoři pomocí simulace spočítali, že nejvyšší účinný průřez poškození mají ionty při průchodu nerezovými plíškami po uražení trajektorie  $28 \mu\text{m}$  – tedy ve 4. plíšku. Po analýze vzorků autoři práce [25] zjistili, že neozářený plíšek a plíšek č. 1 a č. 2 (první dva, které byly postaveny iontovému svazku do cesty) neobsahovaly feritickou fázi (v Mössbauerových spektrech se neobjevil žádný sextet, výsledky byly potvrzeny RTG difrakcí). Plíšky č. 3 a č. 4 byly přitahovány magnetem, stejně tak se objevil v Mössbauerově spektru sextet a výsledek potvrzený RTG difrakcí. V daných vzorcích proběhla fázová přeměna austenitu (FCC mřížka) na ferit (BCC mřížka). Zároveň, ve vzorku č. 4 byl vyšší

podíl feritické fáze než ve vzorku č. 3, což souhlasilo s teoretickým předpokladem, že nejvyšší efekt budou mít ionty po uražení projektované trajektorie 28  $\mu\text{m}$ . Autoři se domnívají, že pozorovanou transformaci způsobil vnitřní stres indukovaný průchodem iontů vzorkem.

Autoři práce [26] nechali ozařovat plíšky nerezové oceli 304 protony a ionty helia  $\text{He}^+$  a pozorovali transformaci austenitické fáze na martenzitickou. Tloušťka plíšků byla 10  $\mu\text{m}$  a byly vyžihány. Protony i ionty helia byly urychleny na energii 8 keV. Pro protony byl použit tok částic  $2,1 \cdot 10^{19} \frac{\text{částic}}{\text{cm}^2}$ , v případě iontů helia byly použity toky částic  $1,7 \cdot 10^{17} \frac{\text{částic}}{\text{cm}^2}$ ,  $4,9 \cdot 10^{17} \frac{\text{částic}}{\text{cm}^2}$  a  $9,4 \cdot 10^{17} \frac{\text{částic}}{\text{cm}^2}$ . Simulací byla spočítána projekce trajektorie iontu pro helium na 40 nm a pro protony na 50 nm. Vzorky byly během ozařování ohřáty na 200 °C. Autoři práce [26] došli k následujícím závěrům. Efektivita generace martenzitu je závislá na použitém iontu – v případě použití iontů helia byla transformace mnohem účinnější (ionty helia na povrchu oceli agregovaly a vytvořily „puchýře“) než v případě použití protonů (bez povrchových puchýřů). Protony jsou tak považovány za neefektivní pro použitou aplikaci. Zároveň, se zvyšujícím se tokem částic se zvyšuje procento vzniklé martenzitické fáze.

Práce [27] navazuje na předchozí práci. Autoři ozařovali plíšky nerezové oceli AIS316 o tloušťce přibližně 0,1 mm vyžihané při 1100 °C ionty helia  $\text{He}^+$  o energii 40 keV a tokem částic od  $3 \cdot 10^{18}$  až  $10^{19} \frac{\text{částic}}{\text{cm}^2}$ . Vzorek byl v důsledku ozařování ohřát na teplotu přibližně 200 °C. Pro charakterizaci transformace fází byla použita Mössbauerova spektroskopie konverzních elektronů a pro topografické snímky skenovací elektronový mikroskop. Autoři práce [26] pozorovali, že se zvyšujícím se tokem částic klesá obsazení austenitické fáze a roste podíl magnetické fáze (vznik sextetu v Mössbauerově spektru) společně s dubletem. Společně s fázovými změnami pozorovali strukturní změny povrchu – po ozáření byl povrch vzorku poset „puchýřky“. Magnetickou fázi autoři přiřadili martenzitu a původ transformace přiřadili vzniklému vnitřnímu pnutí a poškozením mřížky ionty helia. Původ dubletu přiřadili atomům uhlíku, které byly strhávány ionty helia a společně s nimi zabudovány v mřížce, jelikož pro dosažení vakua použili olejovou difúzní vývěvu.

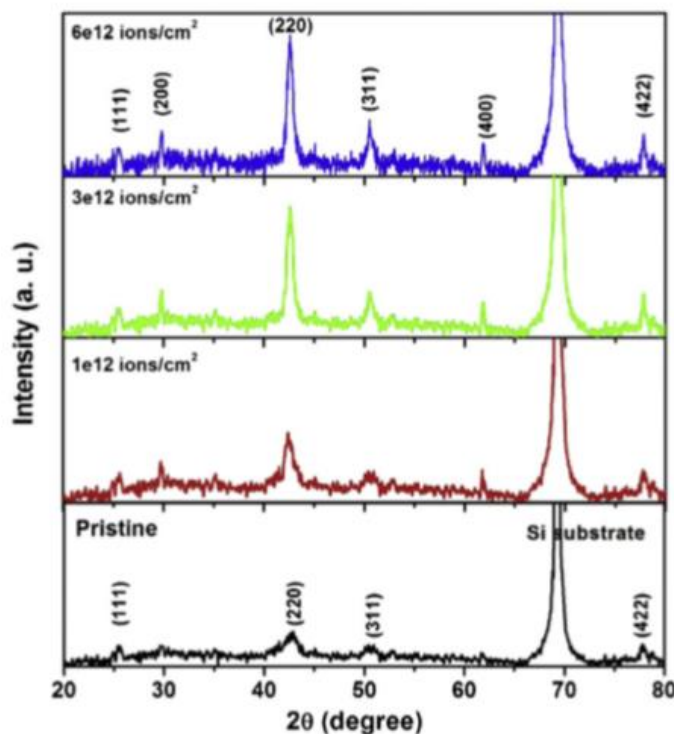
V práci [28] autoři ozařovali plíšky nerezové oceli C18N9T protony o energii 30 MeV a toku až  $5 \cdot 10^{17} \frac{\text{částic}}{\text{cm}^2}$ . Z vyžihané 50  $\mu\text{m}$  folie byl vyválcovány vzorky o tloušťce 30, 15 a 10  $\mu\text{m}$ . Autoři zjistili, že tvary spekter žíhaného, neozářeného, plasticky deformovaného vzorku a totožného vzorku ozářeného protony o energii 30 MeV jsou identické. – martenzitická fáze vzniklá plastickou deformací zkoumané nerezové oceli byla stabilní vůči ozáření. V případě porovnání ozářeného a neozářeného vzorku byly rozdíly dané Mössbauerovými spektry následující. Vyžiháný, neozářený plíšek měl v Mössbauerově spektru pouze singlet příslušející austenitu. Ve vyžiháném, ozářeném plíšku singlet v Mössbauerově spektru úplně vymizel a nahradil jej sextet, který byl přiřazen martenzitu. Původ fázové přeměny austenitu na martenzit byl stejně jako v minulých pracích vysvětlen pomocí vzniku vnitřních deformací ve vzorku v důsledku ozáření. Tyto deformace mají stejný vliv jako plastické deformace vlivem např. válcování za studena. Zároveň, v oblastech ovlivněných vnitřními deformacemi docházelo k reorganizaci atomů vzorku. Tyto pohyby atomů mohly mít za následek ochuzení dané oblasti o nikl, jenž je významným stabilizátorem austenitu. Proto byla pozorována transformace na martenzit.

V práci [29] autoři ozařovali nerezové oceli typu 304, 316 a železo alfa ionty uhlíku C urychlenými na energii 180 keV. Pro nerezové oceli byl použit tok částic  $2,62 \cdot 10^{17} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  a pro alfa železo  $8,9 \cdot 10^{17} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Vzorky nerezových ocelí byly válcovány za studena na plíšky



o tloušťce 0,5 mm a pomocí RTG difrakce zjištěno, že původně čistě austenitické oceli jsou tvořeny v případě typu 316 z 80 % martenzitem a v případě typu 316 z 60 % martenzitem. Některé vzorky nerezových ocelí byly následně vyžháný při 1050 °C po dobu 30 minut, čímž stoupl obsah austenitu k původním téměř 100 %. Pro analýzu byla použita RTG difrakce, Mössbauerova spektroskopie konverzních elektronů a skenovací elektronový mikroskop. Autoři zjistili, že ke změně fáze z austenitu na martenzit došlo po ozáření pouze ve vzorcích nerezových ocelí, které nebyly žháný. U alfa železa a žháných vzorků nebyla pozorována po ozáření žádná viditelná změna. Autoři si vysvětlují pozorovanou změnu fáze tak, že ionty kromě pnutí na povrchu ocele ještě generují elastický stres přímo uvnitř oceli (resp. pod jejím povrchem). Zbýlý austenit, který zůstal ve válcované oceli, zde existuje s vyšší elastickou energií, než jakou by měl ve vyžháné austenitické oceli. Dopadající ionty elastickou energii austenitu díky indukovanému stresu ještě zvýší, čímž nastartují fázovou přeměnu zbylého austenitu na martenzit.

Ve studii [30] autoři nechali ozařovat vrstvu feromagnetické paměťové slitiny Ni-Mn-Sn ionty argonu o energii 120 MeV a tokem částic v rozmezí od  $1 \cdot 10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  do  $6 \cdot 10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Vrstva o tloušťce cca 900 nm byla nanášena na křemíkový substrát metodou naprašování. Jako prekurzor byl použit kousek slitiny  $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{36}\text{Sn}_{14}$ . Autoři pomocí programu SRIM spočítali, že použité ionty argonu urazí ve slitině vzdálenost přibližně 9,1  $\mu\text{m}$ , drtivá většina iontů tak projde celým vzorkem. Autoři pomocí RTG difrakce zjistili, že neozařená vrstva slitiny vykazovala velmi nekvalitní, krystalickou strukturu (v difrakčním spektru byly malé, relativně široké píky). Kvalita krystalické struktury se zvyšovala se zvyšujícím se tokem částic. Ke zvýšení kvality krystalické fáze podle autorů došlo díky procházejícím iontům, které ve vrstvě deponovaly část své energie a uvolnily pnutí, které vzniklo ve vrstvě během její tvorby. Uvolnění vnitřního pnutí mělo za následek usnadnění růstu krystalografických zrn. Difrakční spektra potvrzující toto pozorování jsou vykreslena v obrázku č. 12.



Obrázek č. 12: Difrakční spektra vrstvy slitiny  $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{36}\text{Sn}_{14}$  (černě – bez ozáření, červeně – ozářeno tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , zeleně – tok  $3 \cdot 10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , modře – tok  $6 \cdot 10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ ). (převzato z [30])

# Experimentální část

## 5. Vzorky

Níže uvedené vzorky byly zvoleny pro studium vlivu ozáření. Vzorky byly ozařovány ve Spojeném ústavu jaderných reakcí (SÚJV) v Dubně (Ruská Federace) na urychlovači ve Flerovově Laboratoři jaderných reakcí v rámci společných výzkumných projektů UPOL-SÚJV přidělovaných programem pro vzájemnou spolupráci ČR s SÚJV. Vzorky byly ozařovány týmem pod vedením dr. Vladimíra Skuratova.

### 5.1. Práškové vzorky

#### Oxid železitý $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (Hematit)

Hematit patří mezi teplotně nejstabilnější oxidy železa. V teplotní oblasti od 265 K (teplota Morinova přechodu) do asi 950 K (Neelova teplota) je slabě feromagnetický a při ochlazení pod teplotu 265 K přechází do antiferomagnetického stavu. Jeho magnetické vlastnosti však nejsou příliš významné a nachází více uplatnění jako katalyzátor nebo barvivo v textilním, popř. sklářském průmyslu. [31,32]

Pro účely práce byl použit komerčně dostupný hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) od společnosti Lach-ner s.r.o. Parametry jsou uvedeny v tabulce č. 2.

Molekulová hmotnost	Bod tání [°C]	Látky nerozpustné v $\text{H}_2\text{O}$ [%]	Látky nerozpustné v $\text{HCl}$ [%]	Barva
159,68	1562	max. 2,5	max. 2,5	červenohnědá

Tabulka č. 2: Informace pro práškový  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  od společnosti Lach-ner s.r.o. [31]

#### Prášková ocel CL 50WS

Dalším materiálem pro studium byla ocel CL 50WS ve formě prášku používaná pro 3D tisk s průměrnou velikostí práškového zrna okolo 30  $\mu\text{m}$  a poměrně širokou velikostní distribucí částic. [33]

Tato ocel má martenzitickou strukturu a je označena jakostí 1.2709. S tvrdostí až 52 HRC Rockwellovy zkoušky je vhodná pro výrobu kovoobráběcích nástrojů. [34]

Legující prvek	Zastoupení [%]
Cr	$\leq 0,250$
Ni	17,000–19,000
Mo	4,500–5,200
Mn	$\leq 0,150$
Co	8,500–10,000
Ti	0,800–1,200
Si	$\leq 0,100$
P	$\leq 0,010$
S	$\leq 0,010$
C	$\leq 0,030$

Tabulka č. 3: Procentuální zastoupení legujících prvků v martenzitické práškové oceli CL 50WS.

[34]

## 5.2. Podkládací ocelové pásy

Dále byly k označení vybrány podkladové pásy z pružinové oceli jakosti 1.1274 o tloušťkách 0,02 mm, 0,04 mm, 0,06 mm, 0,08 mm, 0,1 mm a nerezové oceli jakosti 1.4310 o tloušťce 0,06 mm. Procentuální zastoupení legujících prvků obou jakostí je uvedeno v tabulce č. 4.

Legující prvek	Zastoupení v jakosti 1.1274[%]	Zastoupení v jakosti 1.4310 [%]
Cr	≤0,400	16,000 - 18,000
Ni	-	7,000 - 9,000
Mo	-	≤ 0,800
Mn	0,300-0,450	≤ 2,000
Co	-	-
Ti	-	-
Si	0,150-0,300	≤1,500
P	≤0,020	≤0,045
S	≤0,020	≤ 0,030
C	≤1,050	≤ 0,150

Tabulka č. 4: zastoupení legujících prvků ocelí s jakostmi 1.1274 a 1.4310. [35]

## 6. Laboratorní urychlovač IC – 100

Uvedený urychlovač byl použit pro ozáření výše zmíněných vzorků. Jeho historie sahá až do roku 1985, kdy byl navržen ve Spojeném ústavu jaderného výzkumu v Dubně, ve Flerovově laboratoři jaderných reakcí. Původní návrh počítal s urychlováním iontů od uhlíku  $C^{+2}$  po argon  $Ar^{+7}$  s fixovanou energií 1,2 MeV na nukleon. [36]

V letech 2003 až 2005 prodělal urychlovač spoustu úprav, přičemž mezi největší patří zisk externího axiálního iontového injektoru společně se supravodivým iontovým zdrojem na principu elektronové cyklotronové rezonance. Tato vylepšení umožnila získat iontové svazky ještě těžších atomů (železa, kryptonu, xenonu, jódu, wolframu aj...) a o mnohem vyšších intenzitách, než umožňovala původní konstrukce. [36]

Uvedený urychlovač byl použit pro ozáření vzorků popsaných v kapitole 5. K ozáření byly použity ionty xenonu  $Xe^{+26}$  o energii 160 MeV.

Uvedený urychlovač byl v minulosti použit např. pro výrobu porézních polymerních filmů [36], k implantaci krystalu safíru [37] (známý pro svou radiační odolnost) a následnému studiu jejich optických vlastností (luminiscenční výtěžnost, absorpce...) nebo k implantaci karbidu křemíku [38] a mnoho dalších ...



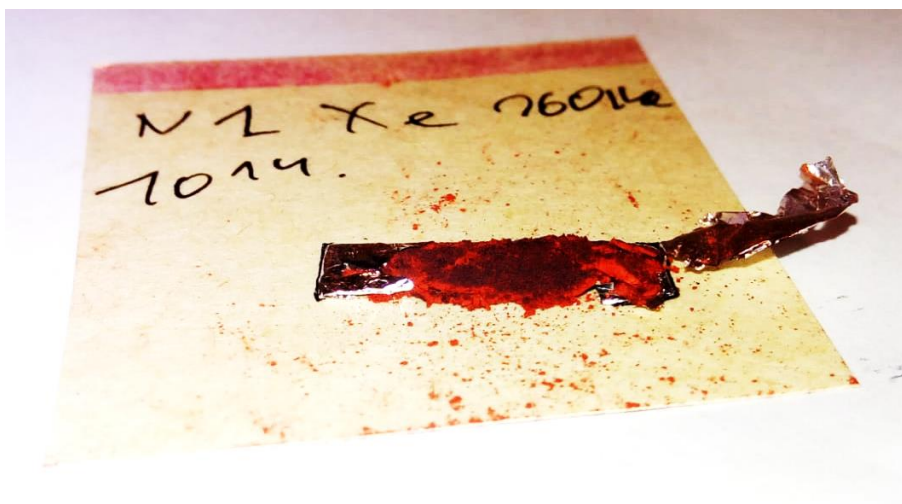
Obrázek č. 13: Magnetické jádro urychlovače IC – 100, nad jádrem je umístěna plošina s iontovým injektorem, vpravo od jádra je umístěna „hlaveň“ urychlovače.

Vzorky připravené k ozáření (plíšky, kapsle s práškovým vzorkem) byly připevněny oboustrannou, lepicí, uhlíkovou páskou na měděné podložce, které se vkládaly do otočné cely, vyobrazeném na obrázku č. 14. Uhlíková lepicí fólie společně s měděnou podložkou zároveň sloužily k odvodu tepla z ozařovaného vzorku. Do otočné cely bylo najednou možné vložit nejvýše čtyři vzorky.

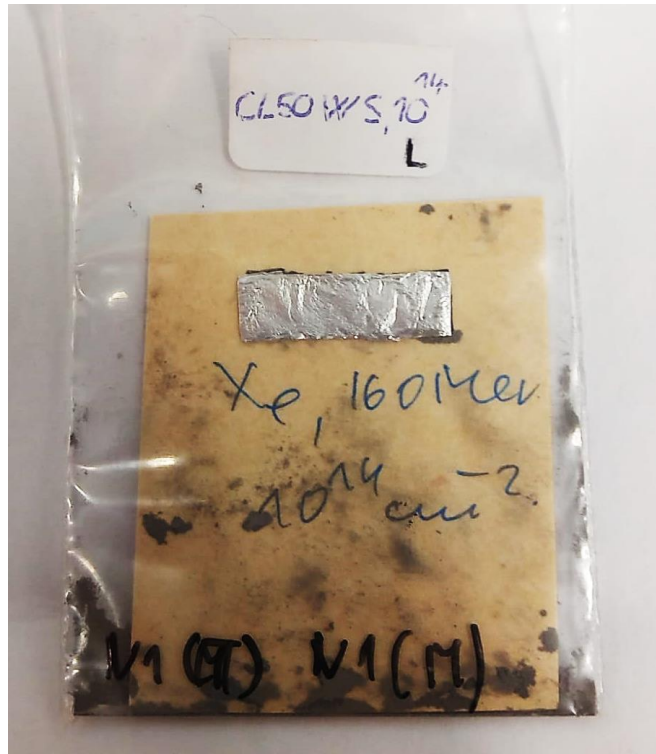


Obrázek č. 14: Urychlovač IC – 100, cela pro umístění vzorků.

Pro výrobu kapslí s práškovými vzorky byla použita 5 mikrometrů tlustá, hliníková fólie. Fólie by měla pohltit co nejméně iontů a udržet práškový vzorek v kompaktní vrstvě ve vertikální poloze. Ukázky použitých kapslí jsou na obrázcích č. 15 a č. 16.



Obr. č. 15: Otevřená kapsle hematitu, ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .



Obrázek č. 16: Kapsle práškové oceli CL 50WS, ozářená tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

Rozměry kapslí byly přibližně  $20 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ . Z obrázku č. 15 je možné pozorovat, že došlo pouze k částečnému ozáření našeho vzorku hematitu. Tmavá, povrchová část byla ozářena, zatímco vnitřní, světlá část zůstala ionty xenonu pravděpodobně netknuta. Na obrázku č. 16 je vyobrazena kapsle práškové oceli CL 50WS po transportu z Dubny do Olomouce.

## 7. Použité analytické techniky

Ještě před úvodem námi použitých analytických technik je důležité, abychom uvedli parametry námi použitého iontu xenonu v kombinaci se vzorky, které jím byly ozářeny. V následující tabulce č. 5 jsou uvedeny elastické ztráty  $\left(-\frac{dE}{dx}\right)_n$ , elektronické ztráty  $\left(-\frac{dE}{dx}\right)_e$  a projekce uražených vzdáleností  $R_p$  pro výše uvedené ionty xenonu o energii 160 MeV v námi studovaných vzorcích, dopočítané pomocí programu SRIM.

Ionty xenonu, 160 MeV	$\left(-\frac{dE}{dx}\right)_e \left[\frac{\text{keV}}{\text{nm}}\right]$	$\left(-\frac{dE}{dx}\right)_n \left[\frac{\text{keV}}{\text{nm}}\right]$	podíl elektronických/elastických ztrát	$R_p \text{ } [\mu\text{m}]$
Hematit	26,91	0,1253	214,76	10,27
CL 50WS	35,19	0,1799	195,60	8,12
1.1274	34,77	0,1744	199,37	8,22
1.4310	35,85	0,1789	200,39	7,90

Tabulka č. 5: elastické ztráty  $\left(-\frac{dE}{dx}\right)_n$ , elektronické ztráty  $\left(-\frac{dE}{dx}\right)_e$ , jejich podíl a projekce uražených vzdáleností  $R_p$  iontu xenonu o energii 160 MeV v námi použitých materiálech terče (hematit, CL 50WS a oceli 1.1274 a 1.4310)

### 7.1. Mössbauerova spektroskopie

Metoda  $^{57}\text{Fe}$  Mössbauerovy spektroskopie [39] slouží ke strukturní, fázové a magnetické charakterizaci železo obsahujících pevných látek. Metoda je prvkově selektivní a umožňuje určení a kvantifikaci fázového složení vzorků, a to včetně amorfních a nanokrystalických. Lze též stanovit valenční a spinový stav atomů Fe, magnetické stavy a lokální uspořádání magnetických momentů.

Pro měření v transmisní geometrii pokojových i nízkoteplotních spekter byl použit laboratorní Mössbauerův spektrometr [39, 40] pracující v režimu konstantního zrychlení, vybavený zářičem  $^{57}\text{Co}(\text{Rh})$ . Pro získání spekter byl použit mnohakanálový spektrální analyzátor s 512 kanály. Pro měření za nízkých teplot (5 K) byla použita kryostanice (Montana Instruments), pracující v uzavřeném cyklu bez kryogenního média. Pro povrchové analýzy bylo využito měření Mössbauerových spekter vzorků (plíšků) v geometrii zpětného rozptylu. Získaná Mössbauerova spektra byla zpracována pomocí programu MossWinn 4.0 [41, 42].

### 7.2. Rentgenová difrakce

Pro měření difrakčních spekter byl použit RTG difraktometr BRUKER D8 ADVANCE.

Difraktometr je vybaven dvoukružnicovým goniometrem s nezávislými krokovými motory a optickými kodéry pro kružnice  $\theta$  a  $2\theta$ . Jako zdroj RTG záření byla použita keramická, kobaltová rentgenka. Difraktometr je dále vybaven tříosou kolíbkou společně s platformou umožňující pohyb vzorku ve třech osách. Mezi další vybavení patří reakční komůrka, která umožňuje měření v rozsahu teplot od 20 °C až do 900 °C, a to za různých atmosfér. [43, 44]

Difrakční spektra byla měřena v rozsahu úhlů  $2\theta$  pro ocelové pásy od 5° do 120°, pro práškový hematit od 10° do 120° a pro práškovou ocel CL 50WS od 45° do 120°.

## 8. Výsledky ozařování

Během měření Mössbauerových spekter byla u ocelových plíšků provedena náhodná sondovací měření, abychom zjistili, zdali je patrná jakákoli závislost tvaru Mössbauerových spekter na tloušťce ocelové pásky a jejím ozáření. Po dalším uvážení byly dále studovány pouze pásky z pružinové oceli 1. 1274 o tloušťce 0,02 mm a nerezové pásky 1.4310 o tloušťce 0,06 mm. Každé měření probíhalo přibližně po dobu dvou dnů. Přibližně stejná doba měření byla věnována práškovým vzorkům hematitu a práškové oceli CL 50WS.

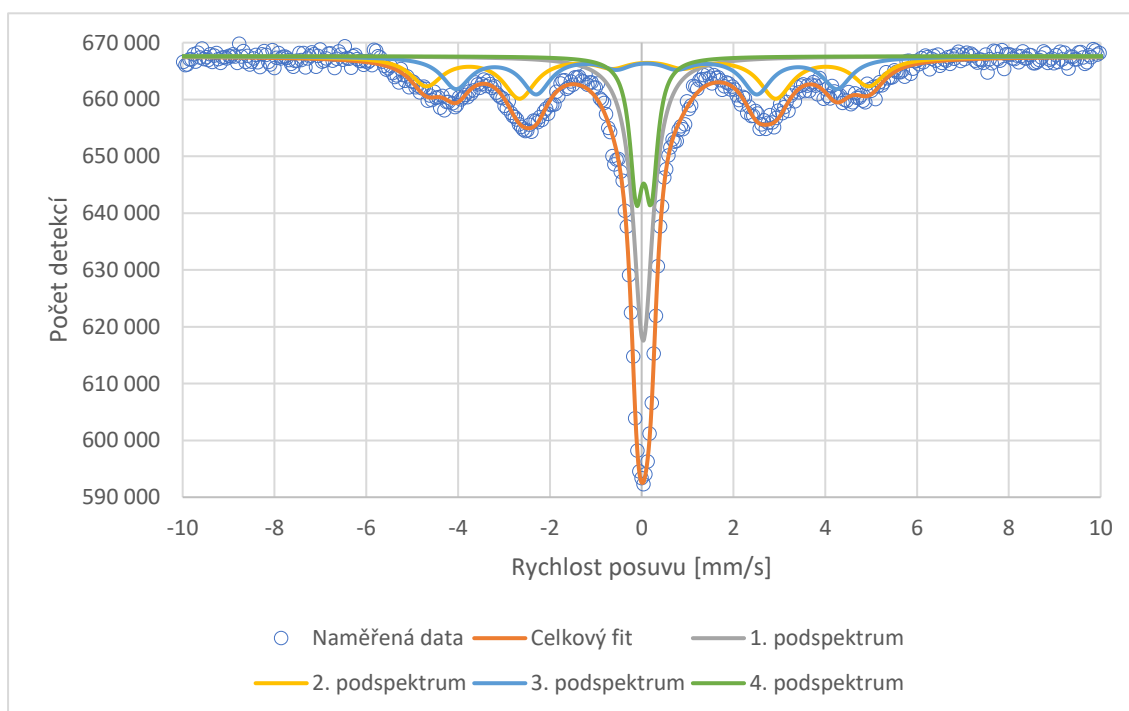
### 8.1. Transmisní Mössbauerova spektroskopie při pokojové teplotě

#### Ocelové pásky 1.1274

Uvedené ocelové pásky patří ke vzorkům, u kterých námi nebyla pozorována zjevná fázová přeměna nebo jiná strukturní změna způsobená ozáření. Aby nebyla diplomová práce zahlcena množstvím téměř totožných Mössbauerových spekter, byla tato spektra vložena do přílohy, kde si je bude moci čtenář prohlédnout.

#### Ocelové pásky 1.4310

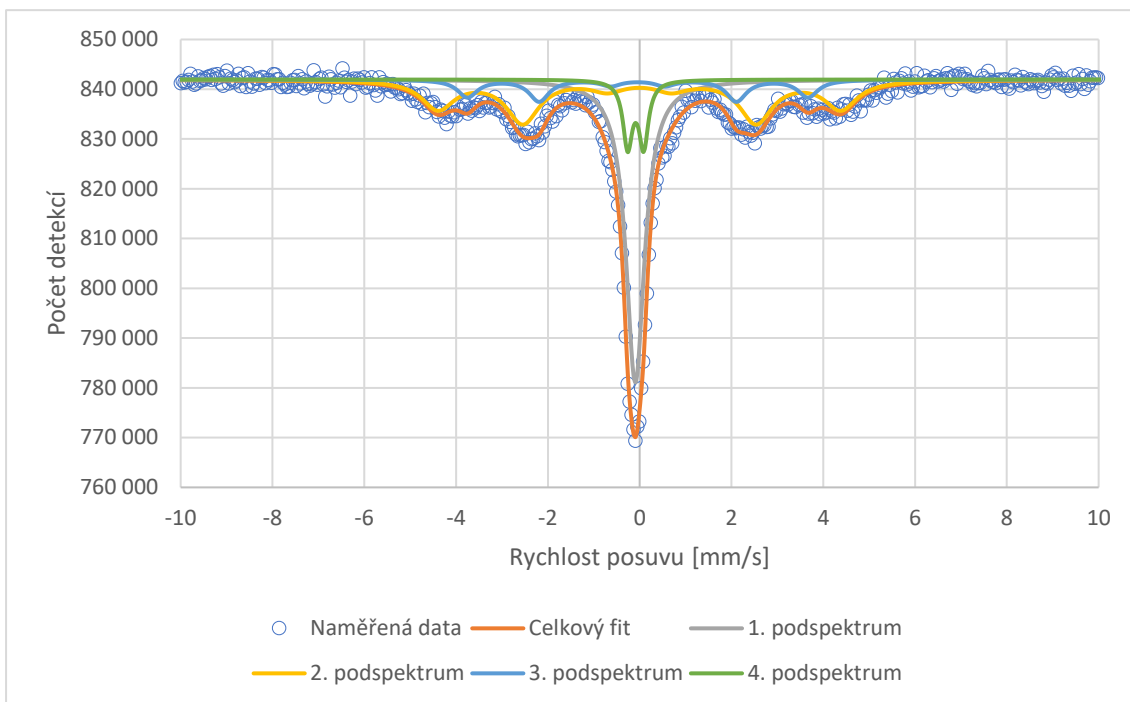
Grafy č. 1 až č. 4 ukazují naměřená data, jednotlivá podspektra a celkový fit neozářené pásky 1. 4310 a pásek ozářených toky  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ ,  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  a  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .



Graf č. 1: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra neozářené pásky 1.4310.

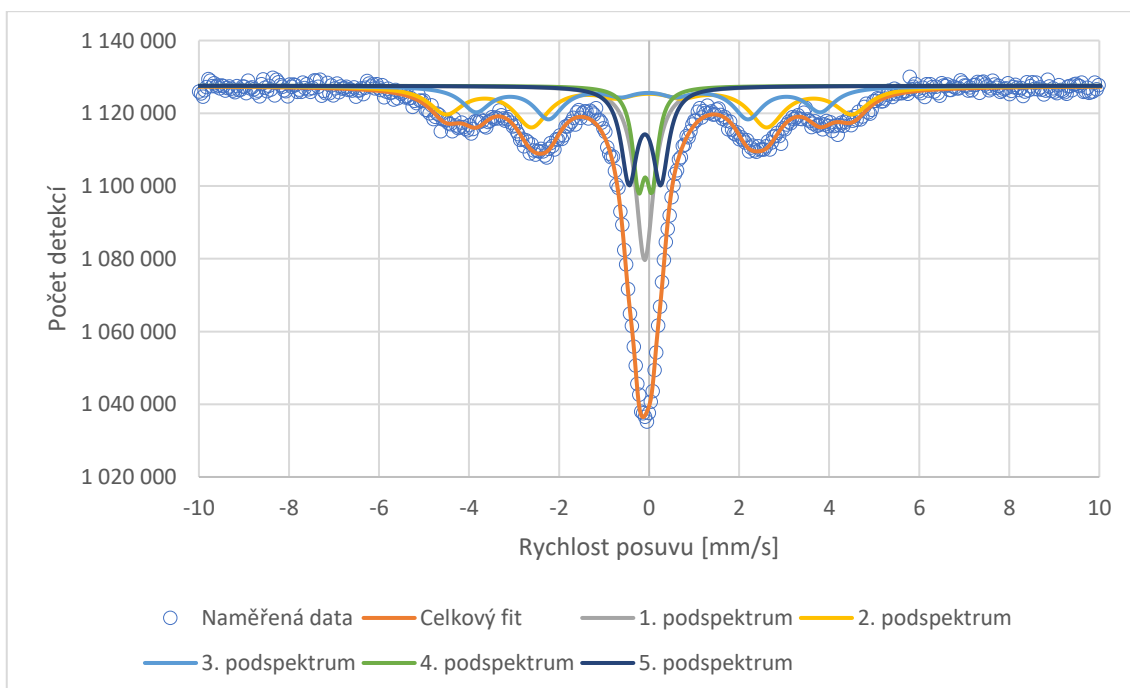
Mössbauerovo spektrum v grafu č. 1 lze rozložit na dominantní singlet s hyperjemnými parametry (tabulka č. 6) typickými pro fázi austenitu a dva sextety reprezentující martenzitickou fázi. Z důvodu minimalizace chyby celkového fitu byl ještě přidán úzký středový dublet, který by mohl být také přiřazen austenitické fázi.





Graf č. 2: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra pásy 1.4310 ozářené tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

Spektrum nejméně ozářeného plíšku 1.4310 v grafu č. 2 je velmi podobné spektru neozářeného vzorku. Podle výsledků měření Mössbauerovy spektroskopie (dále jen: MS) v transmisní geometrii tedy předpokládáme, že po ozáření tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  nedošlo k pozorovatelné fázové nebo jiné změně. Parametry jsou uvedeny v tabulce č. 7.



Graf č. 3: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra pásy 1.4310 ozářené tokem  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

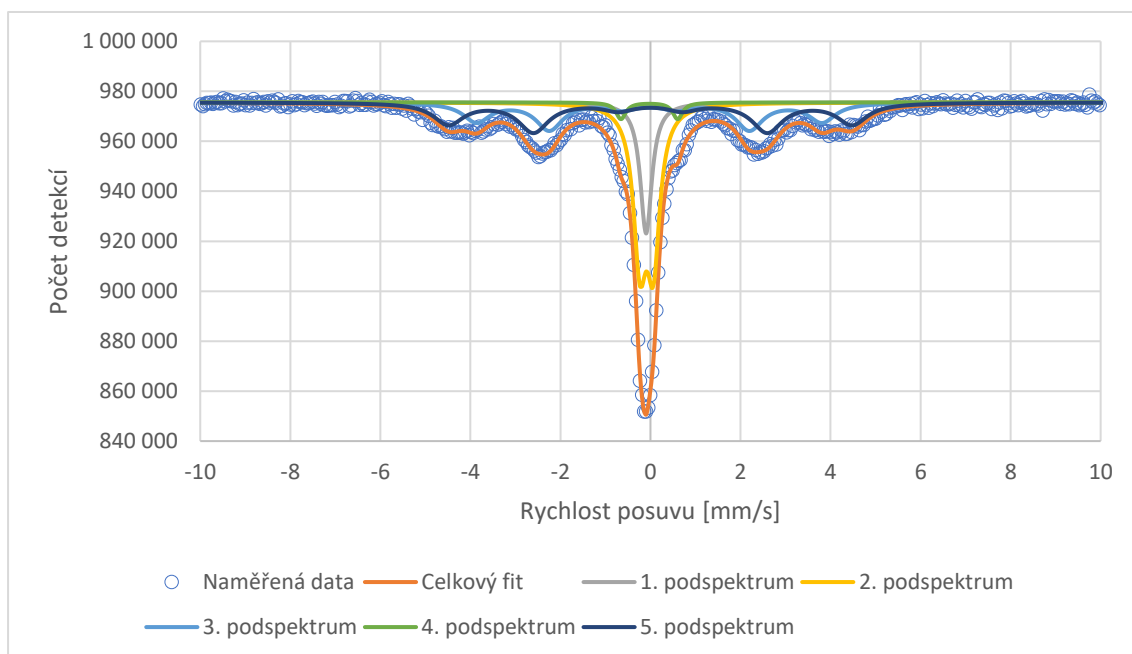
Spektrum středně ozářeného plíšku oceli 1.4310 na grafu č. 3 je mírně odlišné než spektrum neozařeného vzorku. Nejvýraznější změna je v okolí středu spektra, kde lze dofitovat nové podspektrum: dublet s přibližně s dvojnásobným kvadrupólovým štěpením než původní dublet. Pro vysvětlení původu tohoto dubletu máme dvě hypotézy:

Ocel 1.4310 podle tabulky č. 4 obsahuje přibližně 0,8 % molybdenu a mezi 16 % a 18 % chromu. Chrom i molybden patří do skupiny několika prvků, které v ocelích mohou tvořit tzv. speciální karbidy, které se mohou v důsledku ozáření vysrážet z tuhého roztoku austenitu. Srážení těchto karbidů bylo pozorováno ve studii [45], která se zabývá účinkem ozáření austenitických, feritických/martenzitických ocelí těžkými ionty za podmínek, které simulují podmínky uvnitř štěpných a fúzních reaktorů (agresivní prostředí, zvýšená teplota). Autoři ozařovali vzorky austenitické oceli A709 (kompozitně podobná námi studované 1.4310) o tloušťce přibližně 100 $\mu$ m ionty železa Fe<sup>2+</sup> o energii 3,5 MeV. Přítomnost karbidů byla pozorována u vzorků, které byly ozářeny nejvyšší dávkou 150 dpa (displacement per atom – kolik atomů bylo iontem vyraženo ze svého místa při daném toku částic) při teplotách 500 °C a 600 °C. V našem případě jsme sice nedosahovali uvedených teplot, zato jsme ale použili ionty o mnohem vyšší energii.

Druhou možností je zabudování iontů xenonu do krystalické mřížky austenitu. Vzhledem k tloušťce vzorku a spočtené projektované trajektorii je velmi pravděpodobné, že některé ionty „uvízly“ ve vzorku. Přítomnost iontů xenonu může lokálně změnit symetrii rozložení elektronů v okolí železných atomů v austenitu, což by mohlo mít za následek pozorovanou vyšší hodnotu kvadrupólového štěpení.

Třetí možností může být kombinace předchozích dvou: Došlo k precipitaci speciálních karbidů v důsledku ozáření. Zároveň s tím mohlo dojít k inkorporaci iontů xenonu do krystalické mřížky, což by mohlo vyvolat velmi silné kvadrupólové štěpení.

Parametry podspekter jsou uvedeny v tabulce č. 7.



Graf č. 4: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra pásky 1.4310 ozářené tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

Spektrum nejvíce ozářeného vzorku na grafu č. 4 opět nevykazuje výrazné změny oproti spektru neozářeného vzorku. Procentuální zastoupení austenitu je ale oproti neozářenému vzorku menší. Dále je do fitu přidán nový, široký dublet s velmi malým zastoupením, který dopomohl k přesnějšímu fitu experimentálních dat.

Původ malého dubletu by mohl být stejný, jako v předcházejícím případě vzorku ozářeného tokem  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  – tedy buď od speciálních karbidů, anebo inkorporovaných iontů xenonu, popřípadě opětovné kombinace obou možností. Parametry podspekter jsou uvedeny v tabulce č. 9.

Společně s grafy jsou připojeny i tabulky s parametry jednotlivých podspekter (procentuální zastoupení, šířka spektrální čáry, izomerní posuv, magnetické pole, popř. kvadrupólové štěpení).

Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Singlet	31	0,48	-0,10	---	---
2.	Sextet	28	0,79	-0,01	27,8	---
3.	Sextet	24	0,70	-0,03	24,0	---
4.	Dublet	17	*0,29	-0,09	---	0,30

Tabulka č. 6: Parametry podspekter neozářeného plíšku 1.4310, parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,02$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,02$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,02$  mm/s. Hodnota se znakem „\*“ byla fixována.

Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Singlet	40	0,49	-0,10	---	---
2.	Sextet	38	0,87	-0,01	27,3	---
3.	Sextet	13	0,53	-0,04	23,1	---
4.	Dublet	9	0,25	-0,09	---	0,35

Tabulka č. 7: Parametry podspekter plíšku 1.4310 ozářeného tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,02$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,02$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,02$  mm/s.

Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Singlet	19	0,48	-0,10	---	---
2.	Sextet	30	0,92	0,00	28,0	---
3.	Sextet	22	0,78	-0,02	23,8	---
4.	Dublet	12	0,31	-0,09	---	0,30
5.	Dublet	17	0,42	-0,09	---	0,70

Tabulka č. 8: Parametry podspekter plíšku 1.4310 ozářeného tokem  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,02$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,02$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,02$  mm/s.

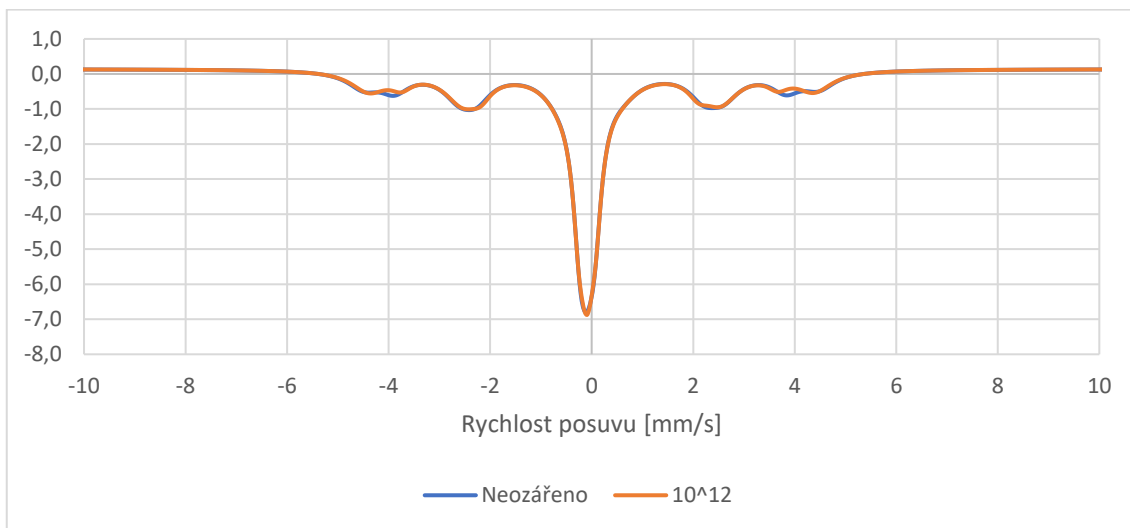
Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Singlet	13	0,31	-0,10	---	---
2.	Dublet	32	0,35	-0,08	---	0,30
3.	Sextet	23	0,72	-0,03	23,8	---
4.	Dublet	3	0,26	-0,03	---	1,26
5.	Sextet	29	0,82	0,00	27,9	---

Tabulka č. 9: Parametry podspekter plíšku 1.4310 ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,02$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,02$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,02$  mm/s.

Při akceptování uvedených vyjádření o zastoupení jednotlivých fází pro neozářený vzorek vychází množství austenitu 58 % (součet zastoupení singletu a dubletu), pro nejméně ozářený vzorek pak množství austenitu poklesne na 49 % (opět součet zastoupení singletu a dubletu), pro středně ozářený vzorek množství austenitu opět poklesne na 31 % (součet zastoupení singletu a úzkého dubletu). Pro nejvíce ozářený vzorek je zde ale nárůst množství austenitu na 45 % (součet zastoupení singletu a úzkého dubletu). Je tedy možné, že při tomto ozařování z nějakého důvodu nedošlo k největšímu ovlivnění vzorku. Mohla zde proběhnout ještě jiná závislost, která nyní není rozpoznána, popřípadě je na vině nehomogenita vzorku, které se budeme podrobněji věnovat v závěru.

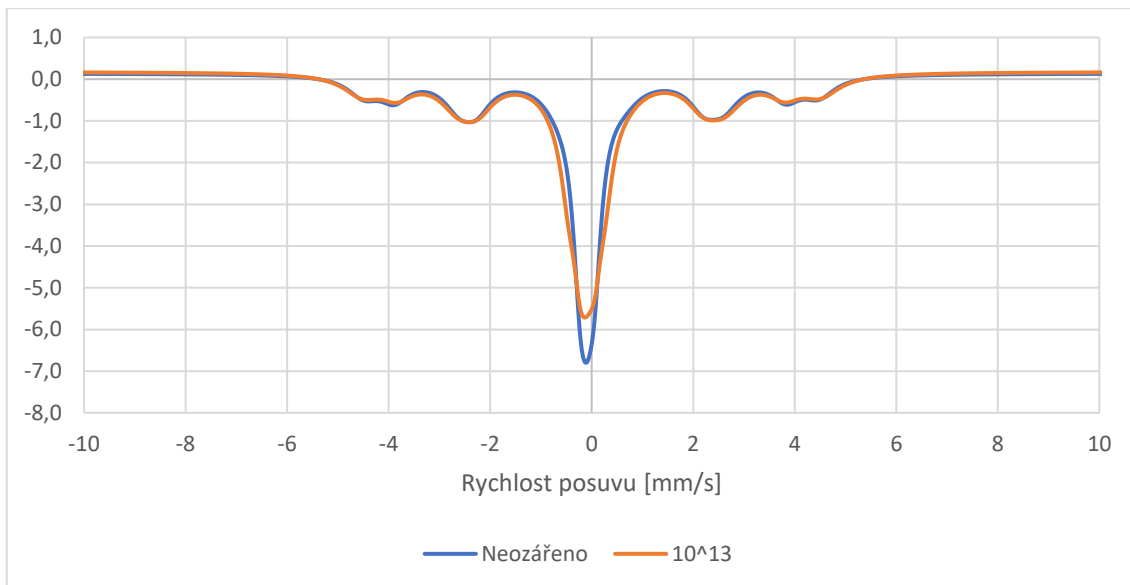
Aby bylo možné lépe vizuálně porovnat fity Mössbauerových spekter ozářeného a neozářeného vzorku, byly fity všech vzorků standardizovány směrodatnou odchylkou. Tímto způsobem je možné spektra překrýt přes sebe nezávisle na době měření (resp. na množství detekcí), která byla pro každý vzorek lehce odlišná. Bylo tak snazší vidět jakékoli rozdíly mezi spektry a snáze vidět, jaký signál ve spektru (resp. část plochy spektra) přibyl či ubyl.

Po provedené standardizaci je vertikální osa grafů bezrozměrná.



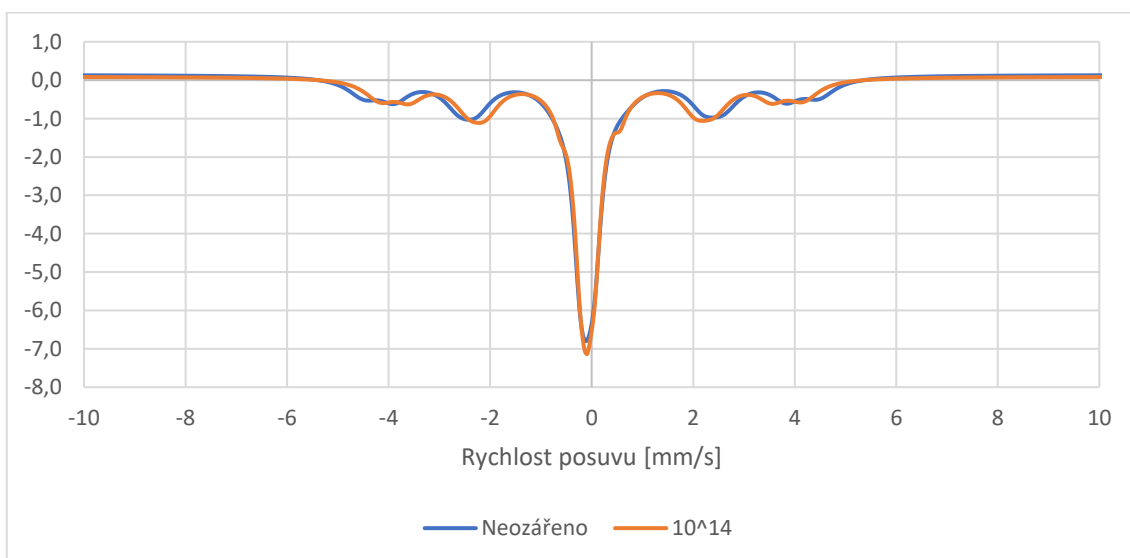
Graf č. 5: Překryv standardizovaného fitu Mössbauerova spektra neozářeného vzorku a vzorku ozářeného tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

Z grafu č. 5 je patrné, že mezi spektra neozářené oceli 1.4310 a ozářené tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  jsou prakticky totožná a podporuje již předcházející tvrzení – ve vzorku oceli 1.4310 není po měření MS v transmisní geometrii patrná žádná viditelná změna v důsledku ozáření.



Graf č. 6: Překryv standardizovaného fitu Mössbauerova spektra neozářeného vzorku a vzorku ozářeného tokem  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

Z grafu č. 6 je patrné, že nejvýraznější změna je lokalizována uprostřed spektra, kde pravděpodobně došlo k úbytku množství austenitu na úkor martenzitu anebo vzniku karbidů železa, popř. už zmiňovaných speciálních karbidů molybdenu a chromu.



Graf č. 7: Překryv standardizovaného fitu Mössbauerova spektra neozářeného vzorku a vzorku ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

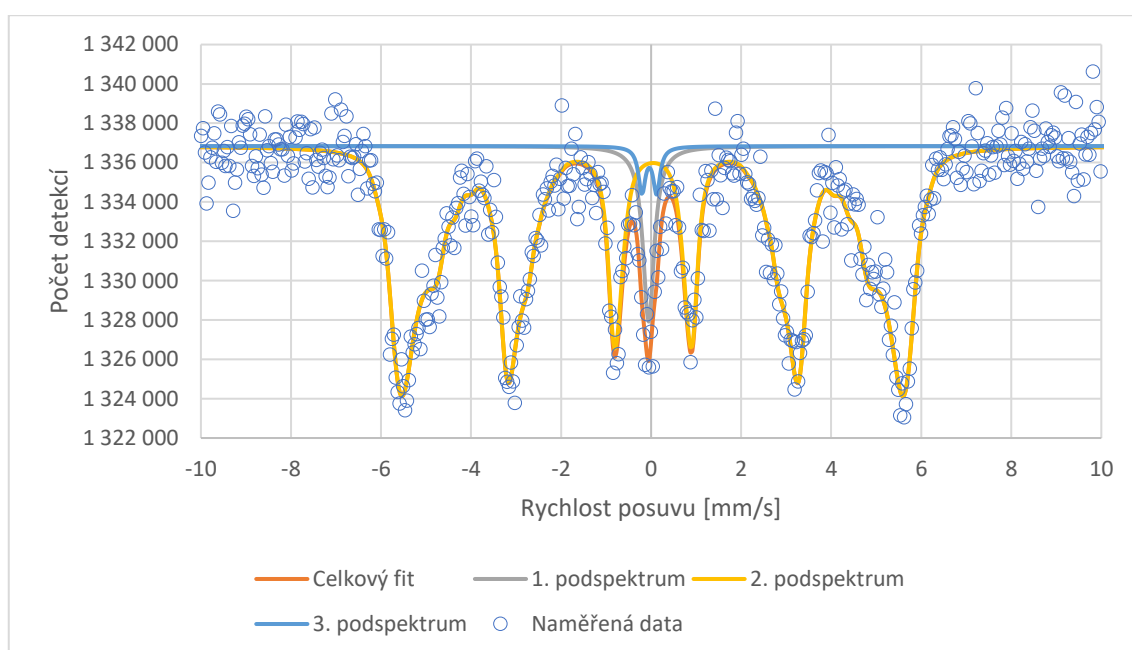
Z grafu č. 7 je patrné, že nejvýraznější změna je v parametrech sextetů. Zastoupení obou sextetů ve spektru neozářeného vzorku a vzorku ozářeného nejvyšším tokem částic je téměř stejné. Zároveň, středový pík příslušející austenitu zůstal téměř nezměněn – usuzujeme tedy, že zřejmě nedošlo k transformaci austenitu na martenzit. Lehce odlišný tvar spektra reprezentující martenzitickou fází mají pravděpodobně za následek ionty xenonu, které byly zakotveny do krystalické mřížky martenzitu.

Množství martenzitické struktury zůstalo vždy stejné, 51-52 % pro neozářený vzorek i vzorky ozářené (součet zastoupení dvou sextetů).

### Prášková ocel CL 50WS

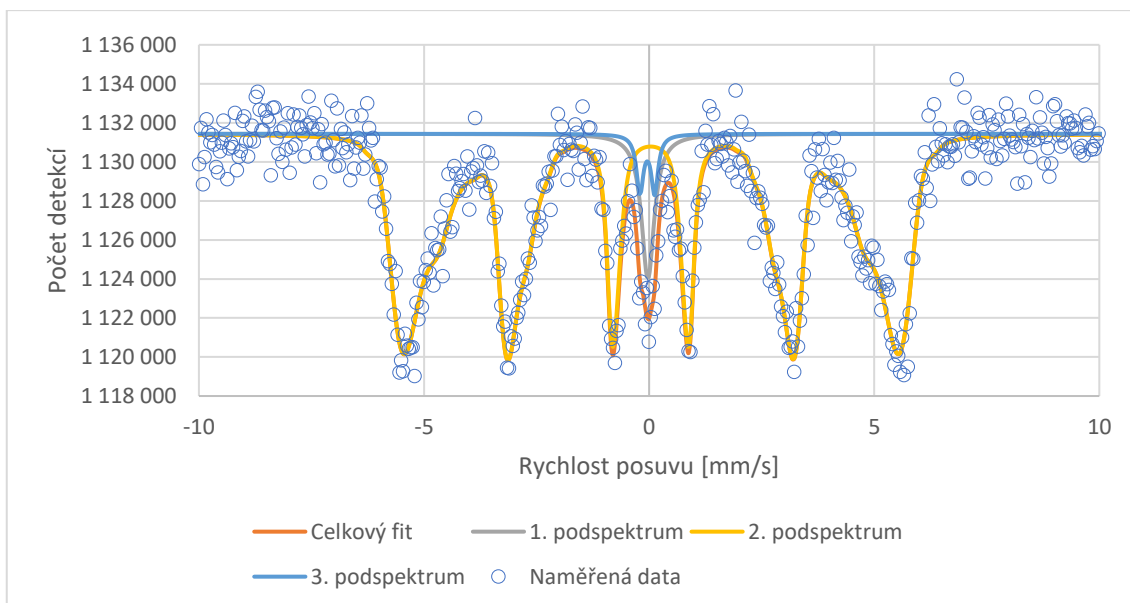
V následujících grafech č. 8 a č. 9 jsou vykreslena naměřená data, celkový fit a podspektra neozářené práškové oceli a oceli ozářené tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Bohužel, z technických důvodů jsme neobdrželi vzorky ozářené tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  a  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Zřejmě při odstraňování přilepené kapsle z držáku došlo k poškození kapslí a ztrátě prášku.

Z důvodu očekávání lepšího pozorování efektu ozáření tohoto vzorku, bylo pro analýzy zvoleno malé množství vzorku, a také z důvodu velké hustoty vzorku bylo pozorování Mössbauerova jevu ve vzorcích obtížné – nízký efekt, resp. horší statistická kvalita spekter.



Graf č. 8: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra neozářené práškové oceli CL 50WS.

Spektrum neozářeného vzorku bylo fitováno zastoupením tří podspekter: singlet, dublet a sextet s tzv. distribucí magnetického pole.



Graf č. 9: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra práškové oceli CL 50WS ozářené tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

Také spektrum ozářeného vzorku bylo fitováno zastoupením tří podspekter, singlet, dublet a sextet s tzv. distribucí magnetického pole.

V následujících tabulkách č. 10 a č. 11 jsou uvedeny parametry jednotlivých podspekter.

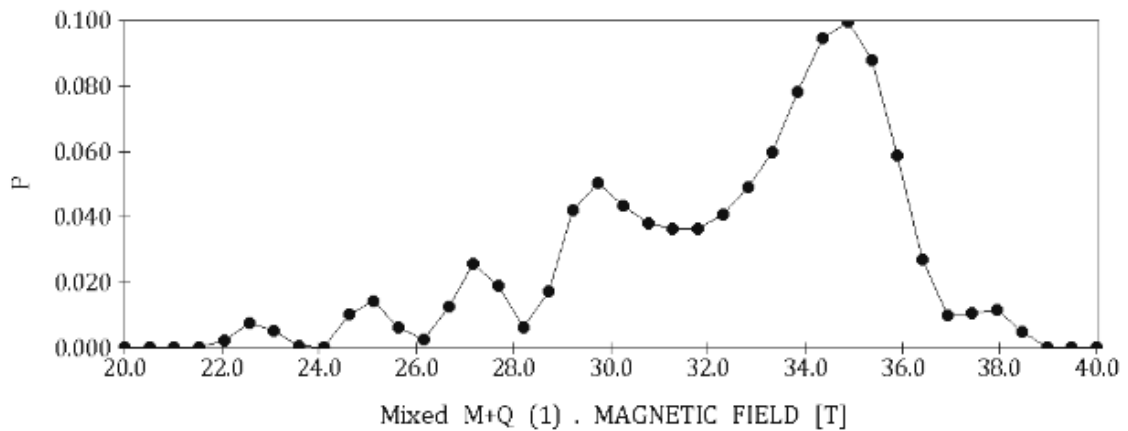
Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Singlet	6	0,30	-0,06	---	---
2.	Sextet	92	0,28	0,04	32,5	-0,01
3.	Dublet	2	*0,18	*-0,04	---	*0,33

Tabulka č. 10: Parametry podspekter neozářené práškové oceli CL 50WS, parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,05$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,03$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,04$  mm/s, Hodnota se znakem „\*“ byla fixována.

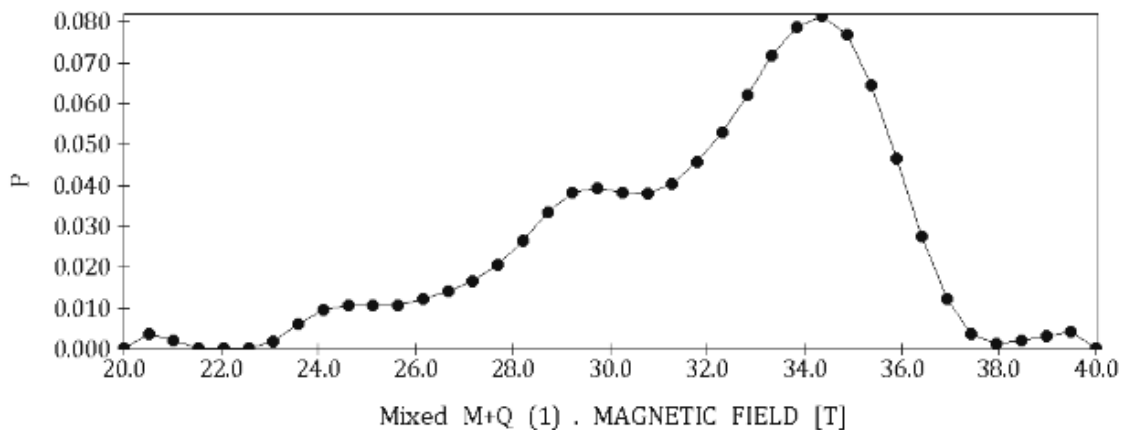
Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Singlet	6	0,34	-0,03	---	---
2.	Sextet	91	0,22	0,04	32,1	0,02
3.	Dublet	3	0,18	-0,04	---	0,33

Tabulka č. 11: Parametry podspekter práškové oceli CL 50WS ozářené tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,05$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,03$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,04$  mm/s.

Jak bylo uvedeno, sextety ve spektrech práškové oceli CL 50WS byly fitovány pomocí techniky distribuce magnetického pole. Vykreslené distribuce jsou uvedeny v obrázcích č. 17 a č. 18.



Obrázek č. 17: Distribuce magnetického pole neožárené práškové oceli CL 50WS (graf je přímo převzat z fitovacího SW MossWinn, bez grafických úprav).

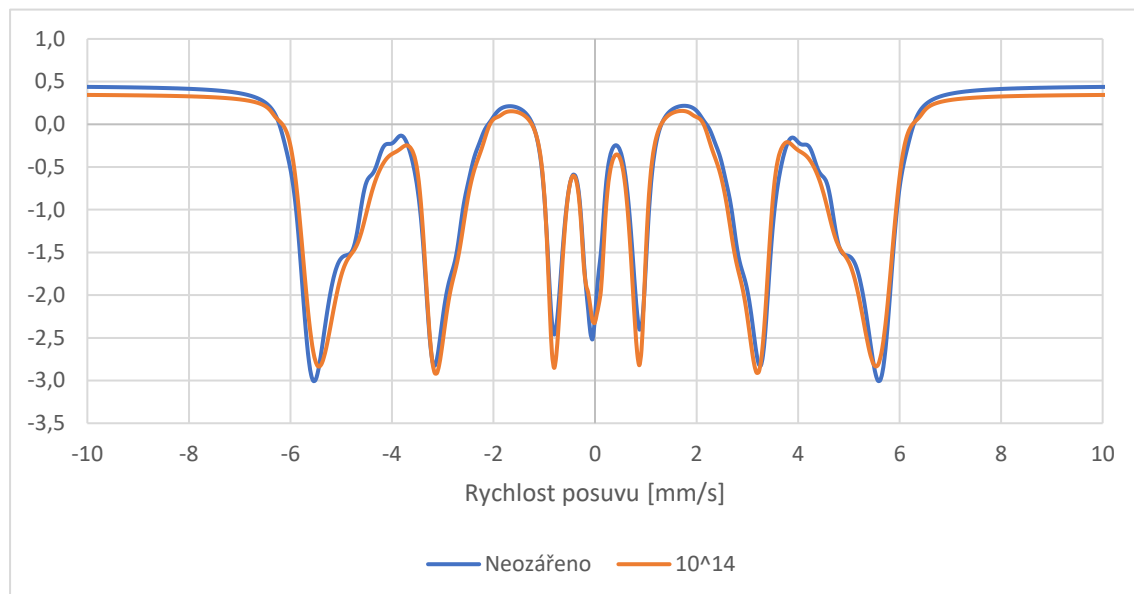


Obrázek č. 18: Distribuce magnetického pole práškové oceli CL 50WS ozárené tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  (graf je přímo převzat z fitovacího SW MossWinn, bez grafických úprav).

Z uvedených distribucí lze usuzovat, že sextetové komponenty by šlo fitovat (proložit) třemi sextety s klesajícím magnetickým polem ( $\sim 34$  T,  $\sim 29$  T a  $\sim 25$  T). Tyto sextety lze přiřadit martenzitické struktuře fází feritu s různými legujícími prvky ve struktuře v pozicích místo atomů železa. Toto platí především pro ozářený vzorek.



Pro lepší porovnání byly fity obou spekter opět standardizovány směrodatnou odchylkou.

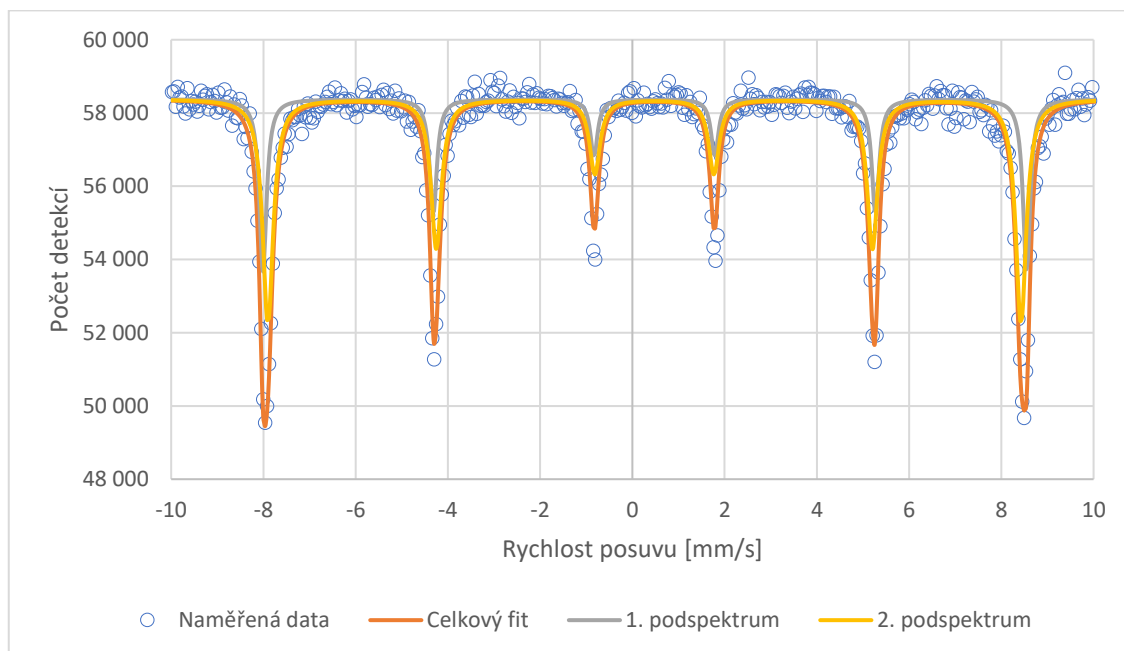


Graf č. 10: Překryv standardizovaného fitu Mössbauerova spektra neozářené oceli CL 50WS a ozářené tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

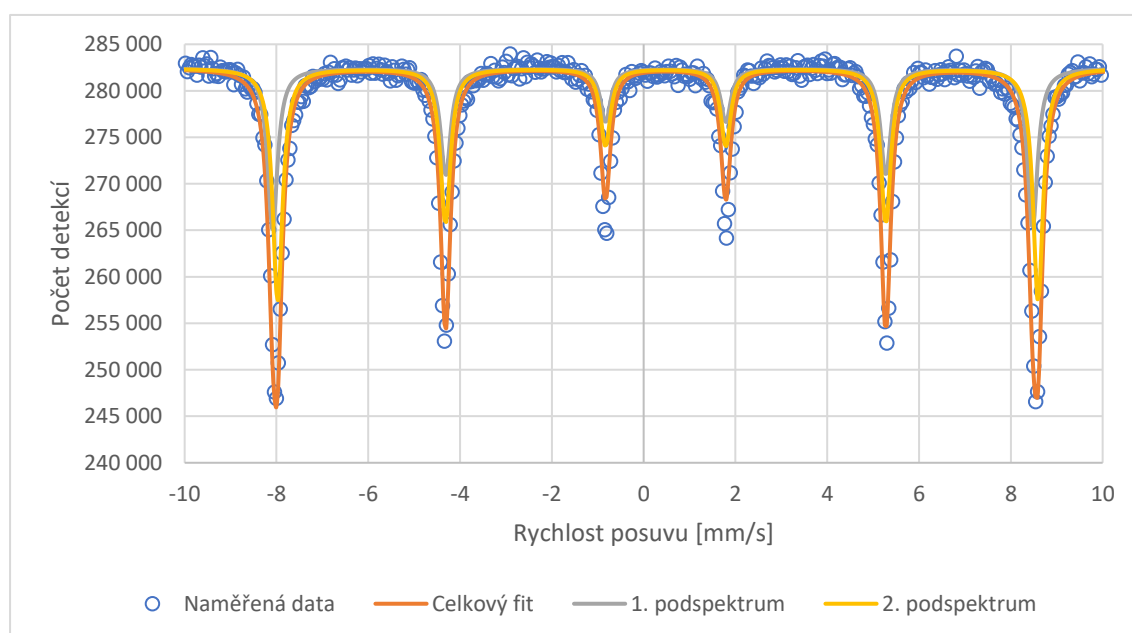
Porovnáním obou spekter (obálek fitu) v grafu č. 10 jsou viditelné mírné rozdíly v průběhu 1. a 6. čáry sextetů a ve středovém singletu. Z toho by bylo možno usuzovat na nepatrnou transformaci. Z důvodu nízké kvality spekter je také možné rozdíly přisoudit právě neúplně správnému fitu.

## Oxid železitý $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (Hematit)

V grafech č. 11 a č. 12 jsou vykreslena naměřená data, celkový fit a podspektra vzorku neozářeného hematitu a hematitu ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Bohužel, stejně jako v případě práškové oceli CL 50WS, jsme z technických důvodů neobdrželi vzorky ozářené tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  a  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .



Graf č. 11: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra neozářeného hematitu.



Graf č. 12: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra hematitu ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

Obě spektra z grafů č. 11 a 12 lze fitovat dvěma sextety s mírně rozdílnými parametry a jejich zastoupením. První sextet/podspektrum lze přisoudit antiferomagnetické složce hematitu a druhý sextet slabě feromagnetické složce [32]. Toto určení bylo možné až

s měřením MS v transmisní geometrii při 5 K a to na základě změny kvadrupólového štěpení po překonání Morinova přechodu (viz. tabulky č. 15 a č. 16).

Následující tabulky č. 12 a č. 13 obsahují parametry jednotlivých podspekter.

Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Sextet	34	0,19	0,37	51,5	-0,21
2.	Sextet	66	0,28	0,37	50,8	-0,22

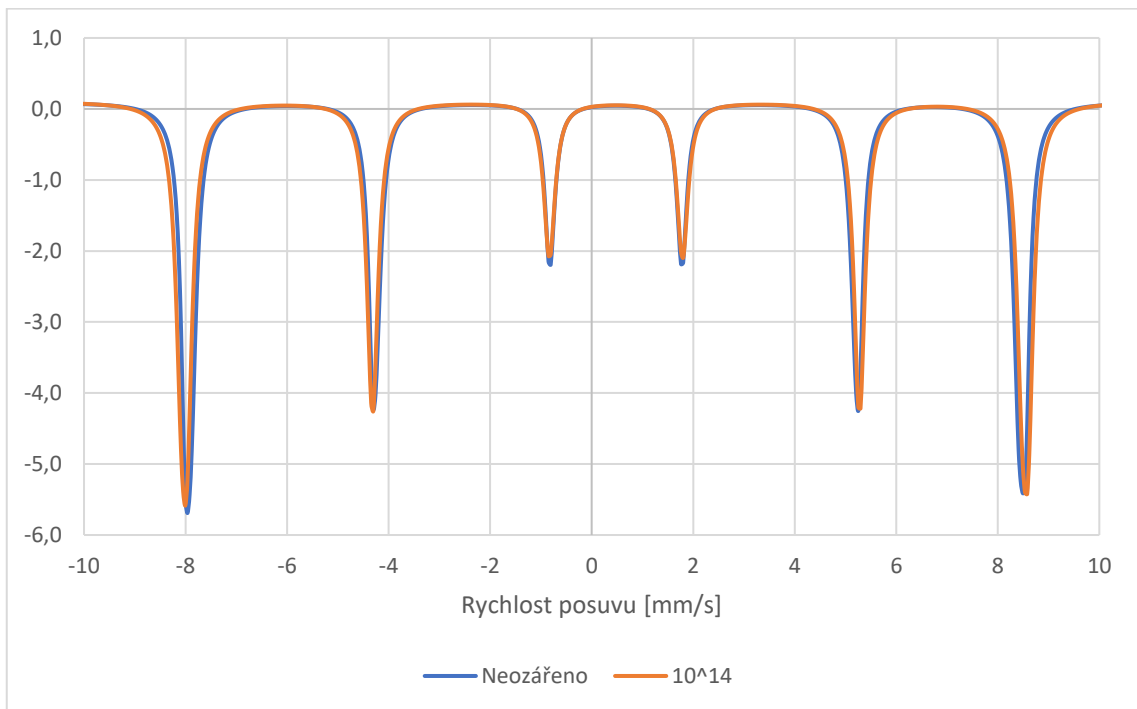
Tabulka č. 12: Parametry podspekter neozářeného hematitu, parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,01$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,01$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,01$  mm/s.

Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Sextet	41	0,26	0,34	51,5	-0,29
2.	Sextet	59	0,26	0,40	51,5	-0,17

Tabulka č. 13: Parametry podspekter hematitu ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,01$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,01$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,01$  mm/s.

Porovnáním parametrů v tabulkách č. 12 a č. 13 lze vidět, že největší změna po ozáření nastala u druhého podspektra, a to zvýšením magnetického pole, zvýšením izomerního posunu a zvýšením kvadrupólového štěpení. Hlavní podíl na těchto změnách má pravděpodobně dopování mřížky hematitu ionty xenonu. Dalším příspěvkem byly pravděpodobně nově generované poruchy v oslabených místech krystalické mřížky (místa s nečistotami) po průchodu iontu. Námi použitý hematit mohl od výroby obsahovat až 5 % nečistot (viz. tabulka č. 2).

V grafu č. 13 jsou vykreslena standardizovaná spektra ozářeného a neozářeného hematitu.



Graf č. 13: Překryv standardizovaného fitu Mössbauerova spektra neozářeného hematitu a ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

I přes zmíněné rozdíly obou podspekter, z uvedeného rozdílu v grafu č. 13 je patrný takřka totožný tvar obálek spekter neozářeného i ozářeného vzorku hematitu.

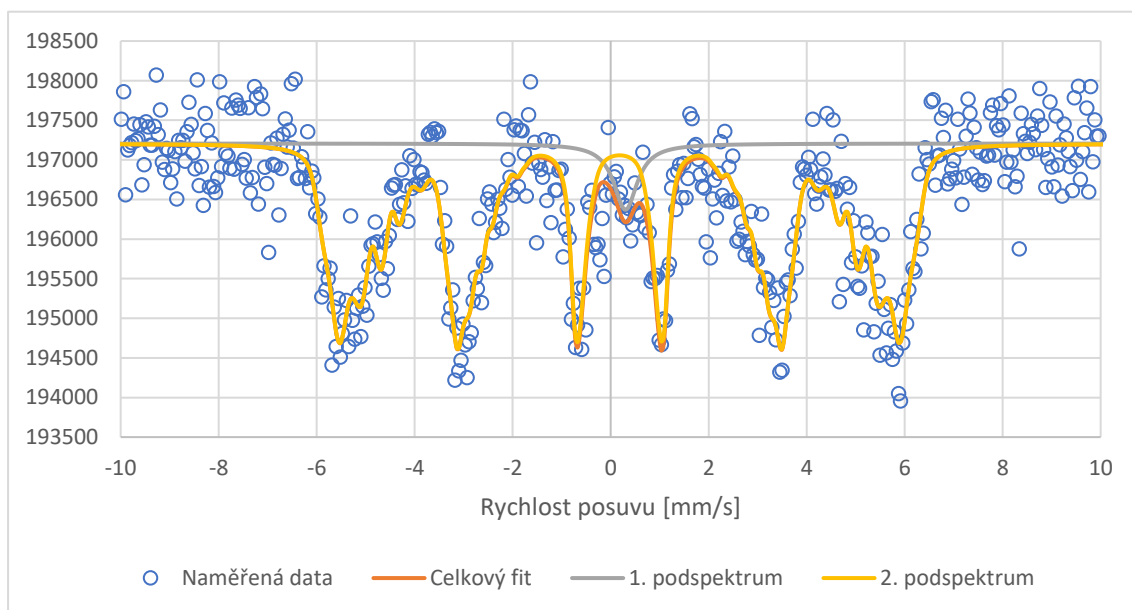
## 8.2. Transmisní Mössbauerova spektroskopie za teploty

### 5 K

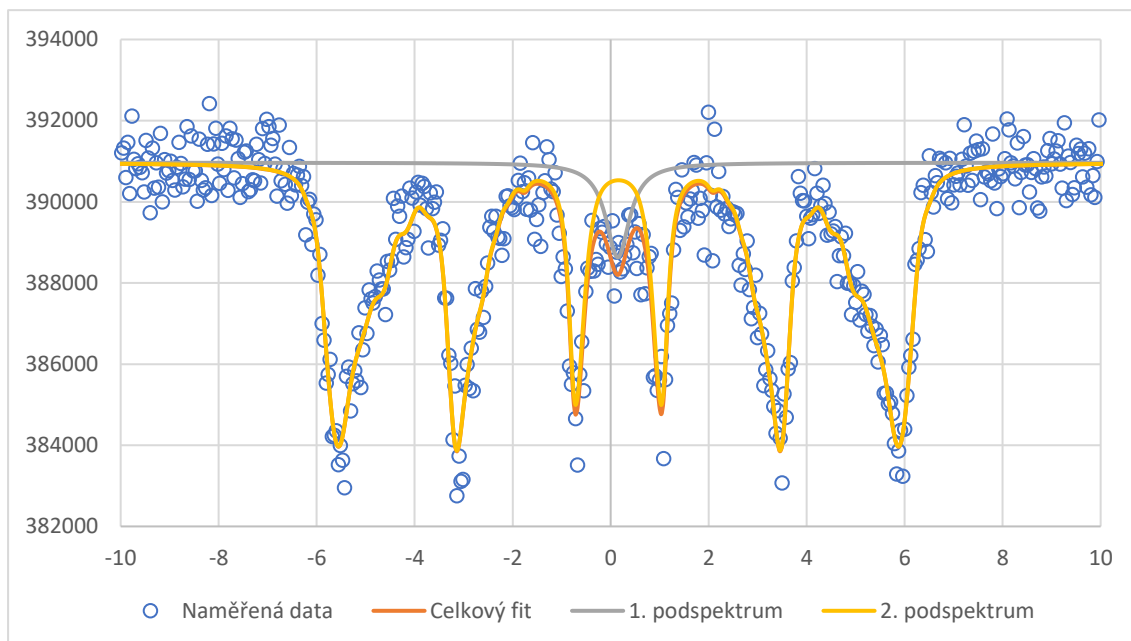
Při měření za nízkých teplot, zejména pod kritickou teplotou fáze (např. charakteristickou teplotou magnetického přechodu), dochází k novým uspořádáním magnetických momentů jader a komplexnější vzorky se spektry reprezentujícími více fází mohou být lépe analyzovány.

#### Prášková ocel CL 50WS

V následujících grafech č. 14 a č. 15 jsou vykreslena naměřená data, celkový fit a podspektra neozářené práškové oceli CL 50WS a ozářené oceli tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .



Graf č. 14: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra neozářené práškové oceli CL 50WS, měřeno při teplotě 5 K.



Graf č. 15: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra práškové oceli CL 50WS ozářené tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , měřeno při teplotě 5 K.

Podobně jako u měření za pokojové teploty opět jsou obě spektra fitována singletem a sextetem s distribucí magnetických polí. Spektra mají nízkou kvalitu, i tak lze ale v jejich parametrech sledovat mírné rozdíly.

V tabulkách č. 14 a č. 15 jsou shrnuty parametry jednotlivých podspekter.

Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Singlet	5	0,58	0,30	---	---
2.	Sextet	95	0,21	0,18	32,6	---

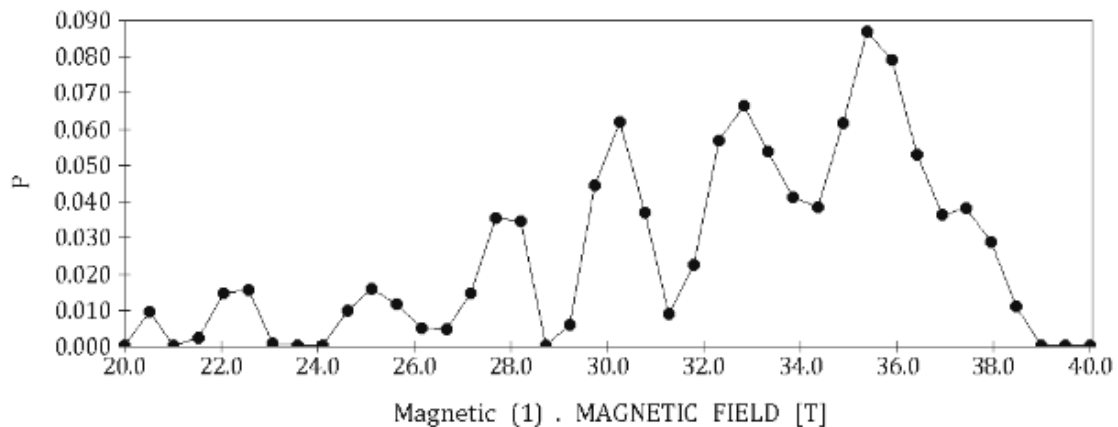
Tabulka č. 14: Parametry podspekter neozářené práškové oceli CL 50WS, měřené při teplotě 5 K, parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,05$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,03$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,04$  mm/s.

Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Singlet	6	0,58	0,15	---	---
2.	Sextet	94	0,26	0,16	33,2	---

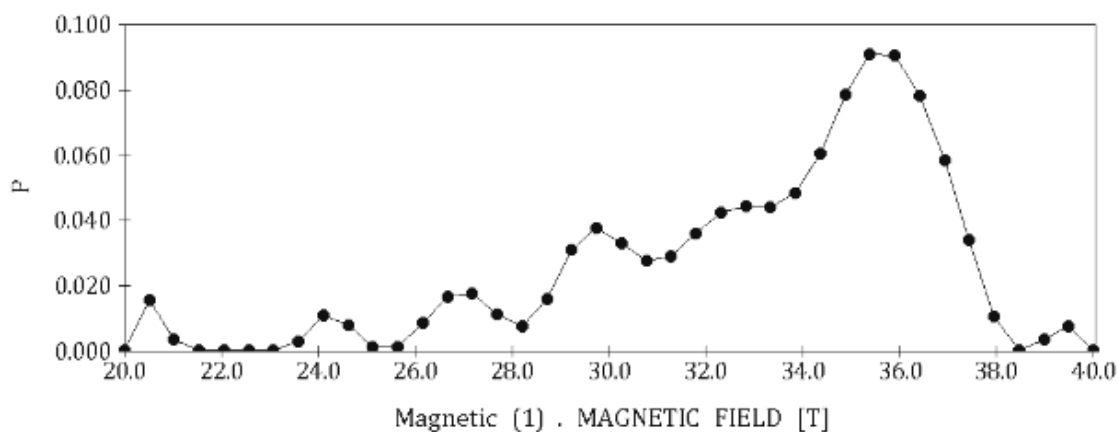
Tabulka č. 15: Parametry podspekter práškové oceli CL 50WS ozářené tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , měřené při teplotě 5 K, parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,05$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,03$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,04$  mm/s.

Největší změna je v izomerním posunu podspektra singletu (snížení) u ozářeného vzorku, i sextetu a zvýšení střední hodnoty distribuce magnetického pole sextetu.

Stejně jako v případě měření za pokojové teploty, i pro spektra naměřená za 5 K byla použita pro fitování technika distribuce magnetického pole. Vykreslené distribuce jsou uvedeny v obrázcích č. 19 a č. 20.

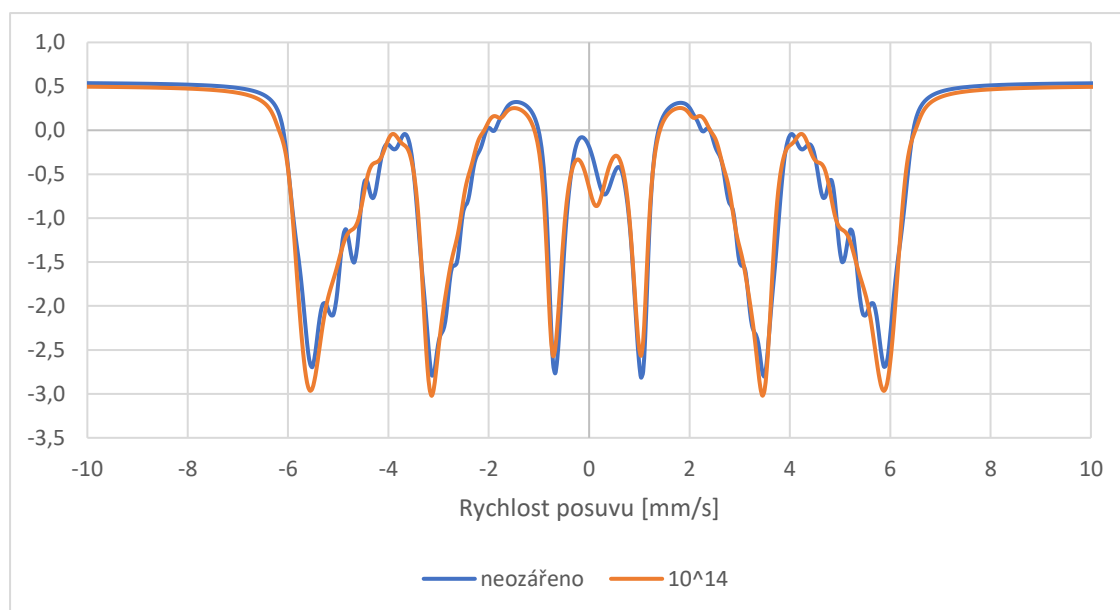


Obrázek č. 19: Distribuce magnetického pole neozářené práškové oceli CL 50WS, měřené při 5 K (graf je přímo převzat z fitovacího SW MossWinn, bez grafických úprav).



Obrázek č. 20: Distribuce magnetického pole práškové oceli CL 50WS ozářené tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , měřené při 5 K (graf je přímo převzat z fitovacího SW MossWinn, bez grafických úprav).

V grafu č. 16 jsou pro srovnání vykreslena standardizovaná spektra neozářené a ozářené práškové oceli CL 50WS.

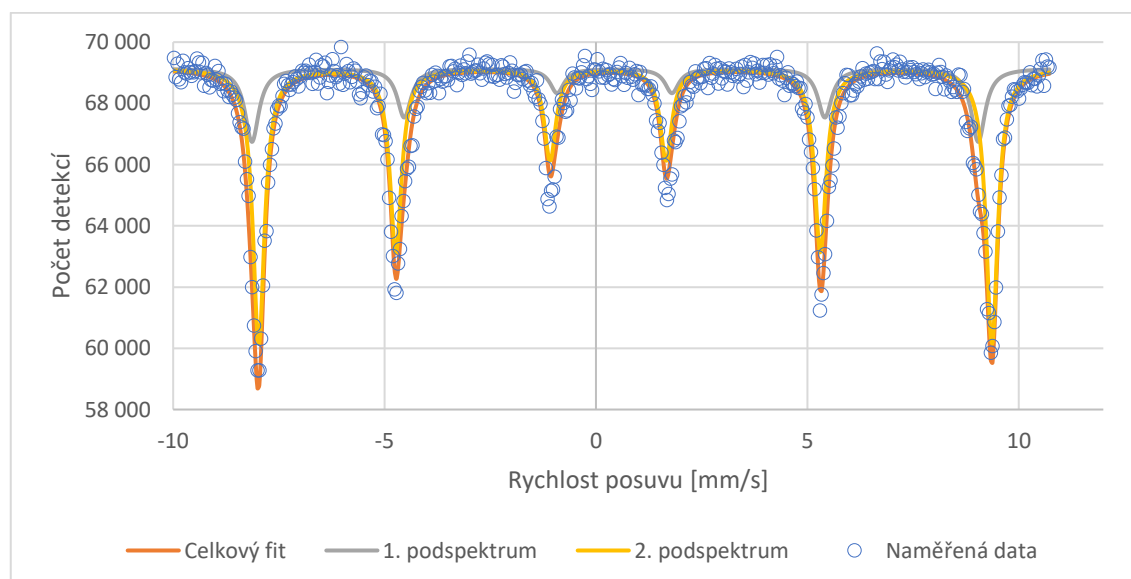


Graf č. 16: Překryv standardizovaného fitu Mössbauerova spektra neozářené práškové oceli CL 50WS a ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Obě spektra byla měřena při 5 K.

Detailnější interpretace by vyžadovala kvalitnější měření. Také následná analýza spekter se sextety s distribucí magnetických polí by vyšla „hladší“, kdy lze v SW MossWinnu použít funkci vyhlazení (smoothing).

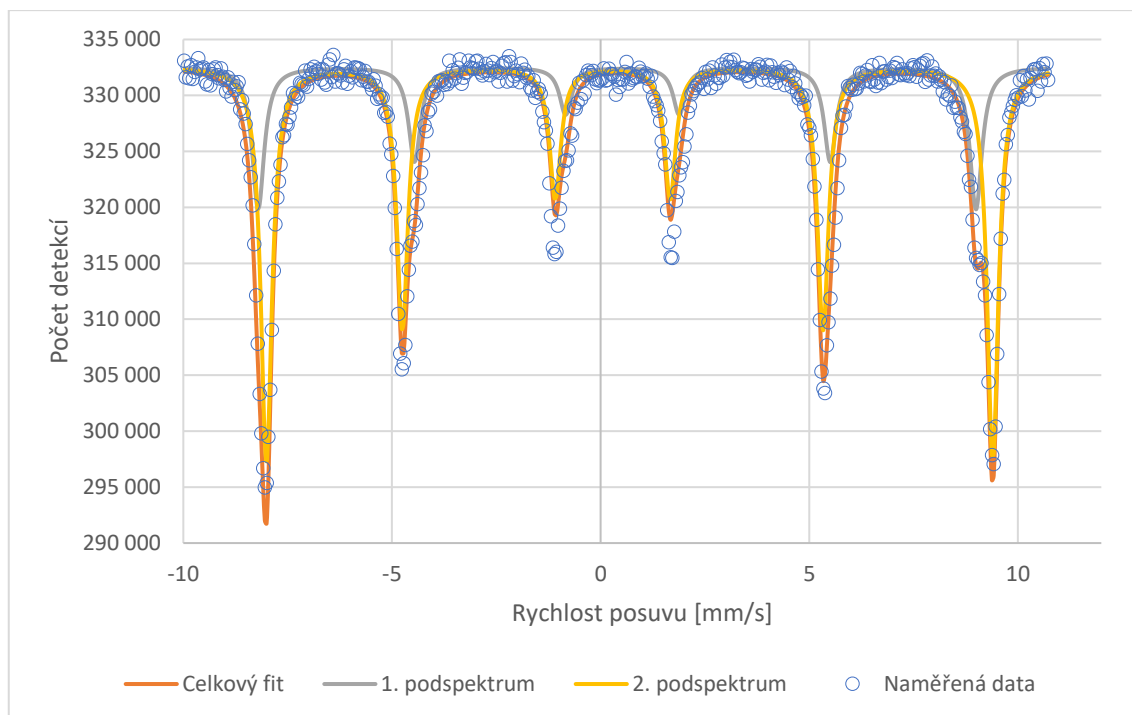
### Oxid železitý $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (Hematit)

V grafech č. 17 a č. 18 jsou vykreslena naměřená data, celkový fit a podspektra neozářeného hematitu ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Obě spektra byla měřena při teplotě 5 K.



Graf č. 17: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra neozářeného hematitu, měřeno při teplotě 5 K.





Graf č. 18: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra hematitu ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , měřeno při teplotě 5 K.

V důsledku měření při nízké teplotě došlo k lepšímu rozlišení jednotlivých podspekter u obou vzorků.

Parametry podspekter jsou uvedeny v tabulkách č. 16 a č. 17.

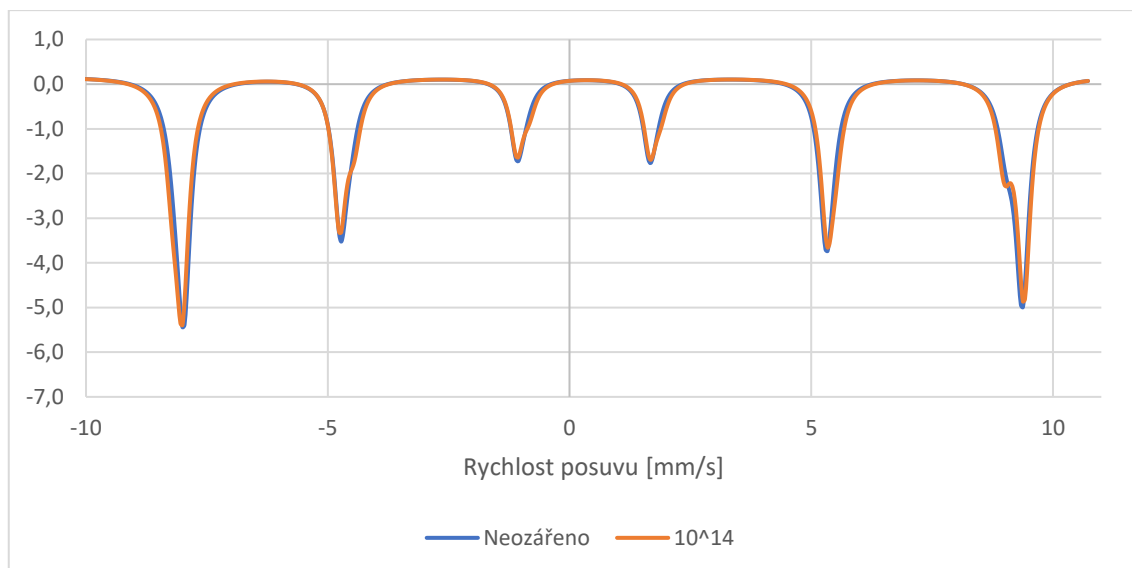
Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Sextet	23	0,40	0,45	53,4	0,01
2.	Sextet	77	0,34	0,49	53,9	0,41

Tabulka č. 16: Parametry podspekter neozářeného hematitu, měřeno při teplotě 5 K, parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1\%$ , Šířka čáry  $\pm 0,01$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,01$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,01$  mm/s.

Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Sextet	28	0,35	0,46	53,5	-0,13
2.	Sextet	72	0,33	0,49	54,1	0,40

Tabulka č. 17: Parametry podspekter hematitu ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , měřeno při teplotě 5 K, parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1\%$ , Šířka čáry  $\pm 0,01$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,01$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,01$  mm/s.

V grafu č. 19 jsou vykreslena standardizovaná spektra ozářeného i neozářeného hematitu, měřená při 5 K.



Graf č. 19: Překryv standardizovaného fitu Mössbauerova spektra neozářeného hematitu a ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Obě spektra byla měřena při 5 K.

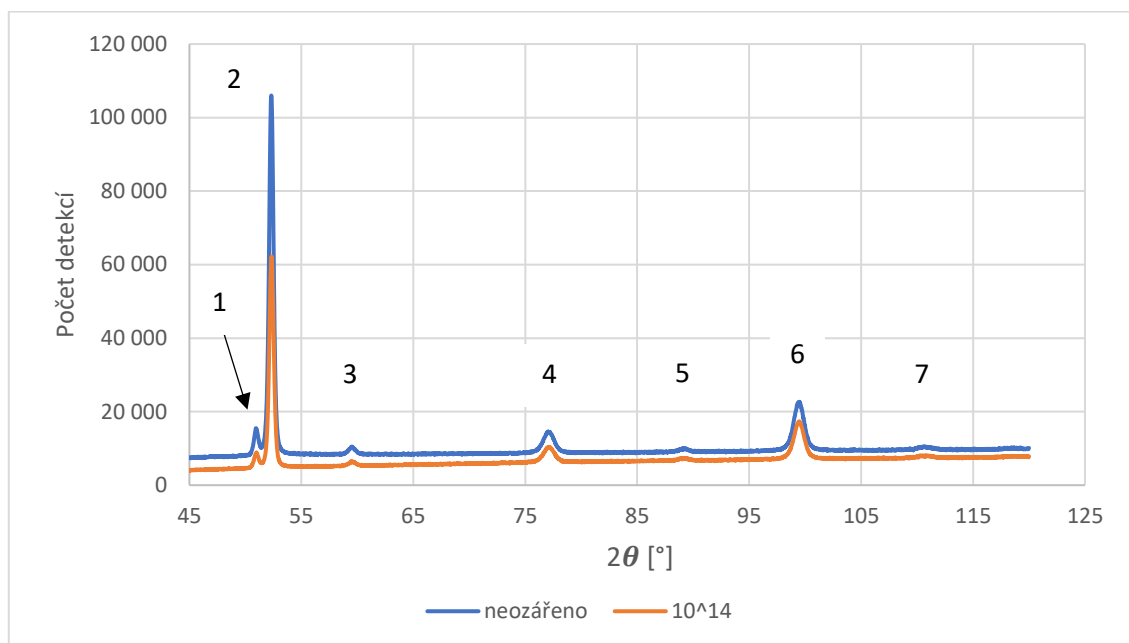
Z uvedeného grafu č. 19 je patrné, že ve fitu ozářeného vzorku se objevuje u píku na pravé straně malý výčnělek – vrchol píku prvního podspektra.

## 8.3. RTG difrakce

### Prášková ocel CL 50WS

I přes nekvalitní výstupy z MS v transmisní geometrii při pokojové teplotě i při 5 K jsme nechali přeměřit ozářený i neozářený vzorek pomocí RTG difrakce. Zajímalo nás, zda mohou drobné změny ve tvaru středového píku MS spekter nasvědčovat jakékoli strukturální změně.

Difrakční spektra ozářeného i neozářeného vzorku jsou vloženy do grafu č. 20. Přiřazení většiny píků bylo provedeno pomocí [46, 48, 49].



Graf č. 20: Difrakční spektra ozářené a neozářené práškové oceli CL 50WS.

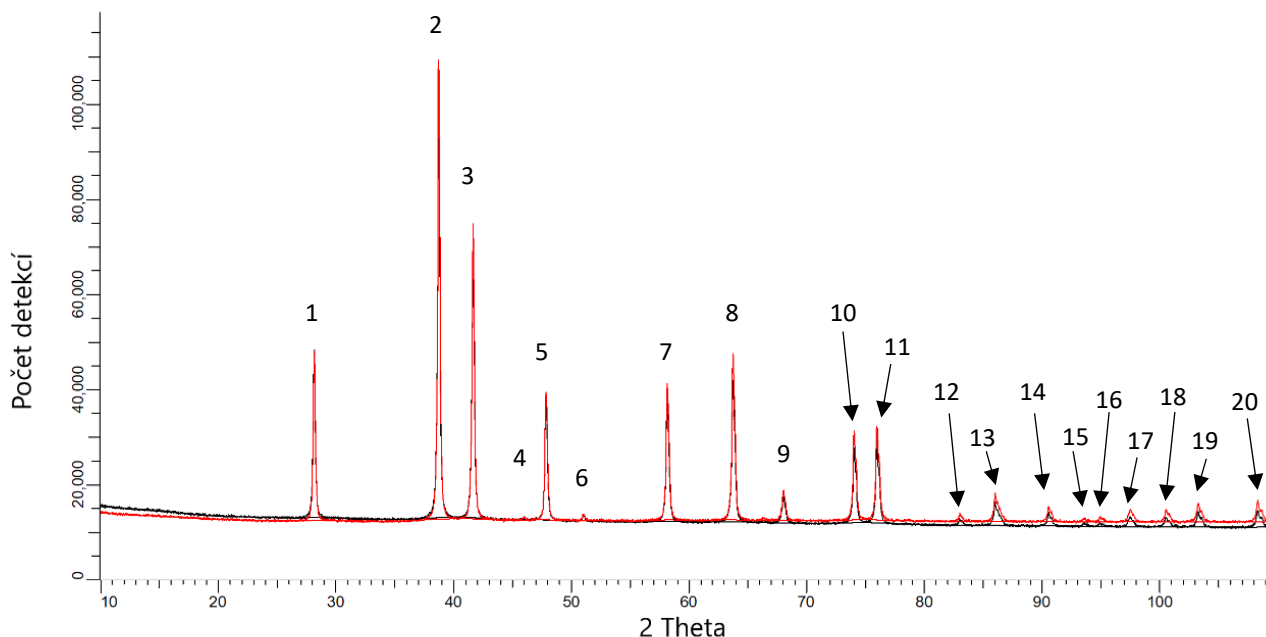
Pík	$2\theta$ [°]	Fáze + rovina
1	51,03	cementit (2 1 0), austenit (1 1 1)
2	52,32	cementit (0 2 2), ferit (1 1 0)
3	59,51	austenit (0 0 2)
4	77,02	martenzit (2 0 0)
5	89,16	?
6	99,48	ferit (1,2,1)
7	110,76	?

Tabulka č. 18: Identifikace píků difrakčního spektra práškové oceli CL 50WS.

Po přihlídnutí ke grafu č. 20 můžeme tvrdit, že difrakční spektra ozářeného i neozářeného vzorku práškové oceli CL 50WS jsou v podstatě totožná a nenaznačují, že by v ozářeném vzorku došlo k jakékoli fázové nebo jiné přeměně.

## Oxid železitý $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (Hematit)

Ze všech vzorků, které byly ozářeny, byla u hematitu pozorována určitá strukturní změna. Po měření Mössbauerovou spektroskopií při 5 K se jedno z podspekter lehce posunulo z překryvu druhého podspektra. Tento jev byl pozorován pouze u ozářeného vzorku hematitu a zasloužil si tím naši zvýšenou pozornost. Rozhodli jsme se nechat vzorky ozářeného a neozářeného hematitu proměřit na RTG difrakci. V obrázku č. 21 jsou vykreslena difrakční spektra ozářeného a neozářeného hematitu.



Obrázek č. 21: Difrakční spektra neozářeného (červeně) a ozářeného (černě) hematitu.

Spektrum vykazuje typický tvar pro krystalický hematit s píky příslušející konstruktivní interferenci RTG záření rozptýleného od různých krystalografických rovin. Přiřazení jednotlivých píků daným rovinám bylo provedeno podle [47] a je sepsáno v tabulce č. 19.

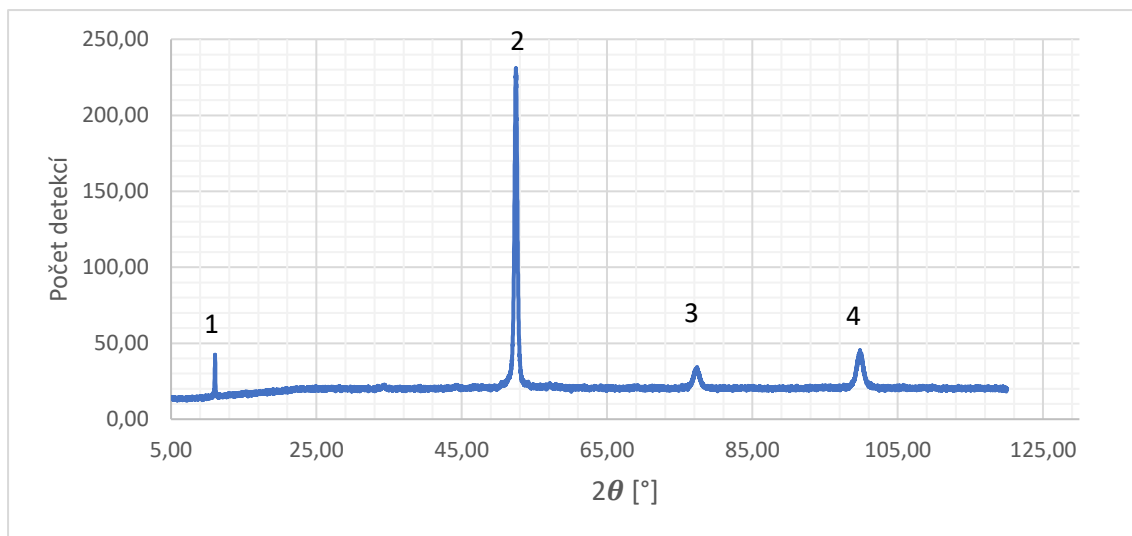
Spektra neozářeného i ozářeného vzorku hematitu jsou téměř identická. Lze tedy tvrdit, že uvedeným měřením nelze prokázat žádnou strukturní změnu indukovanou ozářením.

Číslo píku	$2\theta$ [°]	Rovina	Číslo píku	$2\theta$ [°]	Rovina
1	28,14	(0 1 2)	11	76,06	(3 0 0)
2	38,74	(1 0 4)	12	83,11	(2 0 8)
3	41,67	(1 1 0)	13	86,13	(1 0 10)
4	45,99	(0 0 6)	14	90,69	(2 2 0)
5	47,89	(1 1 3)	15	93,68	(3 0 6)
6	51,05	(2 0 2)	16	95,07	(2 2 3)
7	58,20	(0 2 4)	17	97,49	(3 1 2)
8	63,79	(1 1 6)	18	100,68	(0 2 10)
9	67,94	(1 2 2)	19	103,42	(1 3 4)
10	74,10	(2 1 4)	20	108,51	(2 2 6)

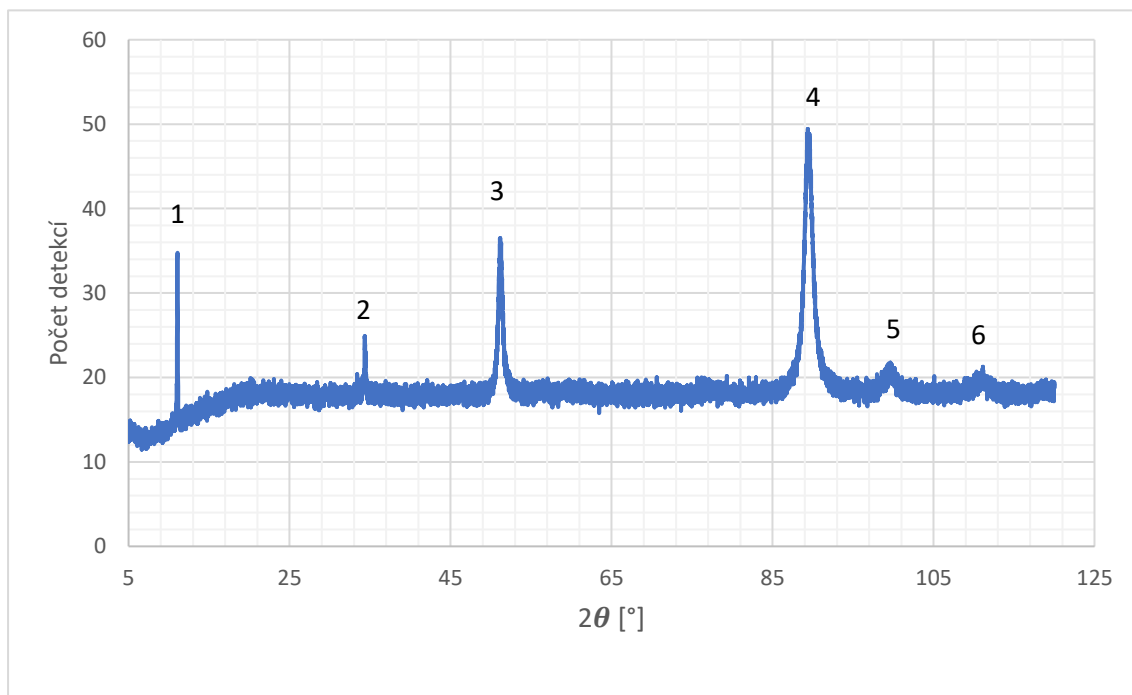
Tabulka č. 19: Identifikace píků difrakčního spektra hematitu.

## Ocelové pásy 1.1274 a 1.4310

Pro snazší interpretaci Mössbauerových spekter byly měřeny na RTG difrakci také neozářené pásy 1.1274 a 1.4310. Interpretace byla provedena podle [48, 49].

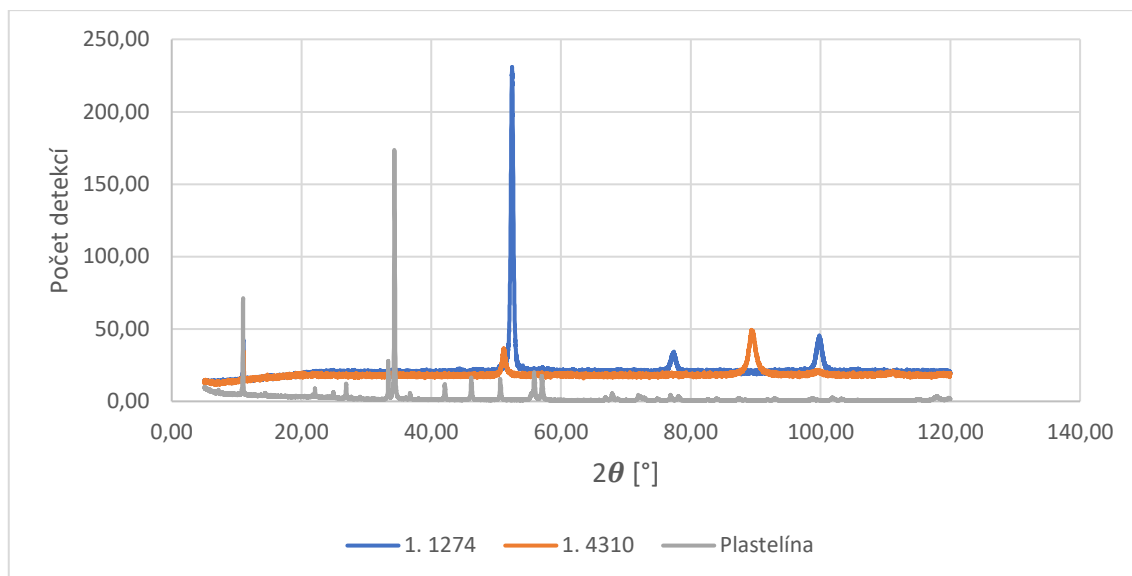


Graf č. 21: Difrakční spektrum neozářené ocelové pásy 1.1274.



Graf č. 22: Difrakční spektrum neozářené ocelové pásy 1.4310.

V grafu č. 23 jsou vykreslena difrakční spektra ocelí 1.1274 a 1.4310 společně s difrakčním spektrem fixační plastelíny, která se používá na uchycení vzorků. Tento srovnávací graf vysvětluje původ píky č. 1 u difrakčních spekter obou ocelí (v grafech č. 21 a č. 22) a píky č. 2 u oceli 1.4310 – tyto píky pochází právě od fixační plastelíny.



Graf č. 23: Srovnání difrakčních spekter 1.1274, 1.4310 a fixační plastelíny.

Každý pík ve spektru je přiřazen konstruktivní interferenci vlny RTG záření od nějaké krystalografické roviny. Přiřazení píků pro obě oceli je shrnuto v tabulce č. 20 a č. 21.

Pík	$2\theta$ [°]	Fáze + rovina
1	11,08	Fixační plastelína
2	52,44	Ferit (1 1 0), Cementit (0 2 2), Cementit (1 0 3)
3	77,65	Ferit (0 0 2)
4	100,01	Ferit (1 2 1)

Tabulka č. 20: Identifikace píků difrakčního spektra ocelové pásky 1.1274.

Pík	$2\theta$ [°]	Fáze + rovina
1	11,06	Fixační plastelína
2	34,33	Fixační plastelína
3	51,16	Austenit (1 1 1), Cementit (2 1 0)
4	89,58	Austenit (0 2 2)
5	99,63	Ferit (1 2 1)
6	111,16	?

Tabulka č. 21: Identifikace píků difrakčního spektra ocelové pásky 1.4310.

## Diskuse

V následujících řádcích se pokusíme okomentovat výsledky získané v experimentální části. Prvotním plánem bylo ozářit všechny studované vzorky třemi různými toky částic:  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ ,  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  a  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Jak už bylo zmíněno v experimentální části, z technických důvodů jsme získali práškové vzorky ozářené pouze nejvyšším tokem. Všechny vzorky byly proměřeny transmisní Mössbauerovou spektroskopií za pokojové teploty (Room Temperature Transmission Mössbauer spectroscopy – RTTMS). Vzorky, které se jevily jako „zajímavé“ byly dále proměřeny transmisní Mössbauerovou spektroskopií při teplotě 5 K (5 Kelvin Transmission Mössbauer spectroscopy – 5KTMS) a popřípadě RTG difraktometrem.

### Oxid železitý $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (Hematit)

Po proměření ozářeného a neozářeného vzorku RTTMS byla obě spektra fitována pomocí dvou kombinovaných dubletů a sextetů. Na první pohled se zdají být spektra RTTMS ozářeného a neozářeného vzorku (graf č. 11, č. 12 a č.13) totožná, ale při pohledu na tabulky č. 12 a č. 13 je zřejmé, že se zastoupení obou podspekter ozářeného a neozářeného vzorku liší. První podspektrum ozářeného hematitu má o 7 % vyšší zastoupení než u neozářeného. K tomuto zvýšení dochází na úkor obsazení druhého podspektra. Zastoupení jednotlivých složek je určováno s přesností na 1 %, tudíž už mluvíme o prokazatelném jevu.

Poté následovalo měření 5KTMS. Zde je při pohledu na grafy č. 17, č. 18 a č. 19 patrné, že u ozářeného vzorku má 1. podspektrum snahu „vystoupit“ z překryvu 2. podspektra, zatímco u neozářeného vzorku tento posuv podspekter vůči sobě není patrný. Protože se posuv 1. podspektra odehrává pouze při nízké teplotě, může jít o náznak, že k antiferomagnetické fázi hematitu se přidala slabě feromagnetická fáze. To může být důsledek implementace iontů xenonu do krystalické mřížky hematitu.

Nakonec byl ozářený i neozářený vzorek proměřen pomocí RTG difraktometru (obrázek č. 21), toto měření však nevykazovalo žádný rozdíl mezi oběma vzorky. Oba vzorky zůstaly krystalické a v žádném nedošlo k pozorovatelné fázové přeměně.

Podle tabulky č. 2 může námi zkoumaný hematit obsahovat až 5 % nečistot. V místech, kde se vyskytují nečistoty se budou lokálně vyskytovat i defekty a poruchy – místa krystalické mřížky, které je snazší poškodit. Domníváme se, že po ozáření ionty xenonu došlo v místech výskytu nečistot k defektům, poruchám a dopování krystalické mřížky hematitu. Tyto efekty pravděpodobně přispěly k lokální změně mikroprostředí některých atomů železa, které způsobily rozeznatelné změny v RTTMS a 5KTMS spektrech.

### Prášková ocel CL 50WS

Nejprve byla ocel CL 50WS proměřena pomocí RTTMS. V grafech č. 8 a č. 9 jsou vykreslena spektra neozářené a ozářené oceli. I přes opakovaná měření a zvýšenou dobu měření (obvykle byl každý vzorek měřen po dobu dvou dnů, vzorky CL 50WS byly měřeny ještě o den déle) je patrný velký rozptyl naměřených hodnot u ozářeného i neozářeného vzorku. V grafu č. 10 jsou překryty standardizované fity neozářeného a ozářeného vzorku. Obě spektra byla fitována pomocí singletu, dubletu a kombinace dubletu a sextetu, který byl získán pomocí distribuce magnetického pole.

Singlet byl přiřazen austenitu (široký singlet může být složen z více singletů nebo úzkých dubletů, špatně rozlišitelných kvůli špatné statistice spektra) a široký sextet martenzitické

struktury alfa železa (feritu). Velikost druhého podspektra (dublet) v grafech č. 8 a č. 9 je srovnatelná s rozptylem naměřených hodnot. Jeho použitím jsme ale získali přesnější fit naměřených dat.

Z obrázků č. 17 a č. 18 je zřejmé, že distribuce magnetického pole nejsou pro oba vzorky totožné – distribuce magnetického pole neozářeného vzorku je mnohem „zubatější“ než v případě ozářeného vzorku. Každý pík v obrázku č. 17 může představovat trochu odlišné mikroprostředí atomu železa.

Pokusili jsme se vzorky proměřit pomocí 5KTMS, avšak ani spektra naměřená po vychlazení nebyla o moc lepší než v případě RTTMS. Zvláště nekvalitní je spektrum neozářené oceli v grafu č. 14, jehož fit je kvůli velkému rozptylu naměřených hodnot „zubatý“. Tento dodatečný artefakt lze zmenšit přístupem fitování v SW MossWinn (smoothing). Spektra měřená při 5 K byla fitována pomocí singletu a kombinace dubletu a sextetu. Po vzájemném srovnání grafů č. 8, č. 9, č. 14 a č. 15 je na první pohled patrné, že vzorky měřené při pokojové teplotě mají vyšší a užší pík prvního podspektra (singletu), než v případě spekter měřených při 5 K. Zastoupení singletu však zůstává pro ozářený i neozářený vzorek měřený při pokojové teplotě i při 5 K přibližně stejné (5 až 6 %) viz. tabulky č. 10, č. 11, č. 14 a č. 15.

I distribuce magnetického pole vychlazených vzorků si udržuje podobný trend jako v případě měření za pokojové teploty (viz. obrázky č. 19 a č. 20). Distribuce magnetického pole neozářeného vzorku obsahuje více ostřejších píků, než v případě ozářeného vzorku.

Bohužel, vzhledem ke kvalitě získaných spekter je velice obtížné určit, zda změny v distribuci magnetického pole obou vzorků byly způsobeny ozářením těžkými ionty, nebo jde o záležitost samotného fitu spekter, který je s každým provedením lehce odlišný.

## Ocelové pásy

K dispozici jsme měli pásy oceli 1.1274 o tloušťkách 0,02 mm, 0,04 mm, 0,06 mm, 0,08 mm a 0,1 mm a pásku oceli 1.4310 o tloušťce 0,06 mm. Od obou typů ocelových pásek byly získány ve všech tloušťkách vzorky ozářené třemi různými toky částic:  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ ,  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  a  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Pro finální interpretaci Mössbauerových spekter byly použity doplňující difraktogramy obou ocelí (graf č. 21 a č. 22).

V provedené rešerši v části 4.2., která se věnuje ozařování ocelí byl velmi často zmiňován vliv legujících prvků jako stabilizátorů dané fáze v ocelích. V tabulce č. 4 je sepsáno složení ocelových pásek 1.1274 a 1.4310. Páska 1.4310 obsahuje přibližně 2 % manganu a mezi 7 a 9 % niklu. Oba tyto prvky fungují jako stabilizátory austenitické fáze. S ohledem na tyto informace se nabízí zjistit, jak se tyto prvky chovají po ozářením ionty. Z tohoto důvodu byla do rešerše přidána práce [30], která studuje vliv ozářením slitiny obsahující hlavně zmíněné dva stabilizační prvky austenitické fáze – mangan a nikl.

### Ocelové pásy 1.1274

Vzhledem k velkému počtu vzorků byla nejprve provedena náhodná měření RTTMS, aby se ukázalo, zda došlo v důsledku ozářením těžkými ionty ke změně fáze a pokud ano, tak zda měla tato transformace závislost na tloušťce vzorku, popř. na použitém toku částic. Měření RTTMS nenasvědčovala jakékoli fázové přeměně nezávisle na tloušťce vzorku nebo použitém toku. Pokud k jakékoli transformaci došlo a v Mössbauerově spektru jsme ji neviděli, mohl být signál od transformované fáze přehlušen signálem od zbytku netknuté oceli, které byla ve vzorku většina.



Podle programu SRIM jsme zjistili, že námi použitý iont xenonu o energii 160 MeV urazí v oceli projektovanou dráhu přibližně 10  $\mu\text{m}$ . Náš nejtenčí ozářený vzorek oceli 1.1274 měl tloušťku 20  $\mu\text{m}$ . Zaměřili jsme tedy na pásku 1.1274 o tloušťce 20  $\mu\text{m}$ , ozářenou tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  a znovu ji proměřili pomocí RTTMS. Bohužel, po srovnání Mössbauerových spekter ozářeného a neozářeného vzorku jsme neviděli žádné znatelné rozdíly. Naměřená spektra jsou k dispozici v příloze.

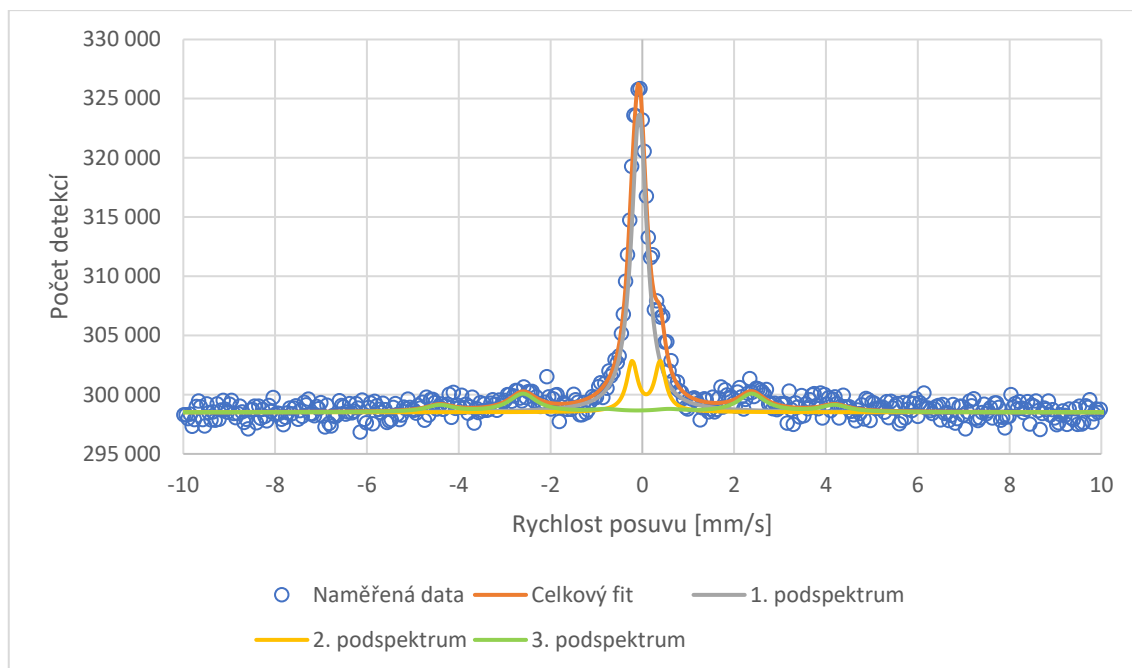
### Ocelové pásky 1.4310

U ocelových pásek 1.4310 se situace ukázala jako obzvláště složitá.

Neozářený vzorek byl měřen pomocí RTTMS a pomocí Mössbauerovy spektroskopie zpětně odraženého záření gama při pokojové teplotě (Room Temperature Mössbauer Spectroscopy of Backscattered Gamma photons – RTMSBG). Ukázalo se, že náš vzorek nebyl v celé tloušťce vzorku homogenní již od výroby. V závislosti na tom, zda byl totožný vzorek měřen tou nebo onou technikou, byly získány různé výsledky. Technika RTMSBG získává signál z povrchových vrstev (v řádu desítek  $\mu\text{m}$ ) plíšku, zatímco technikou RTTMS je signál získáván z celého plíšku, jelikož detekované gama fotony procházejí celým vzorkem. Pokud by byl vzorek homogenní, spektra by byla totožná.

Jako důkaz tohoto tvrzení je v následujícím grafu vykresleno Mössbauerovo spektrum neozářené pásky 1.4310 získané technikou RTMSBG. Protože byl technikou RTMSBG měřen pouze jeden vzorek, spektrum s fity a tabulka s parametry podspekter je přiloženo zde, nikoli v experimentální části.

Jednotlivá podspektra oceli 1.4310 byla interpretována následovně: singlet byl přiřazen austenitu, úzký dublet byl rovněž přiřazen austenitu, sextet s magnetickým polem mezi 23,1 T až 23,9 T byl přiřazen cementitu a sextet s mag. polem mezi 26,7 T a 28 T byl přiřazen feritu.



Graf č. 24: Naměřená data Mössbauerova spektra, celkový fit a podspektra neozářené pásky 1.4310, měřeno Mössbauerovou spektroskopií zpětně odraženého záření gama při pokojové teplotě (RTMSBG).

Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
1.	Singlet	64	0,41	-0,07	---	---
2.	Dublet	15	0,29	0,09	---	0,61
3.	Sextet	21	0,73	-0,11	26,7	---

Tabulka č. 21: Parametry podspekter neozářeného plíšku 1.4310, měřeno Mössbauerovou spektroskopií zpětně odraženého záření gama při pokojové teplotě (RTMSBG), parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,01$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,01$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,1$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,01$  mm/s.

Zastoupení singletu měřeného pomocí RTMSBG je 64 %, zatímco ten samý vzorek měřený pomocí RTTMS vykazuje zastoupení singletu pouze 31 %. Podobně, sextet přidružený feritu má ve vzorku měřeném pomocí RTMSBG zastoupení 21 % a ve stejném vzorku měřeném pomocí RTTMS zastoupení 28 %.

Tyto výsledky je možné vysvětlit přeměnou austenitické fáze ocelové pásky na martenzitickou (feritickou) v důsledku jejího finálního válcování za studena a nedokonalým vyžiháním. Tato transformace je zmíněna v kapitole: Ozařování ocelí.

Vzhledem k nehomogenitě neozářené pásky 1.4310 je velice obtížné přiřadit jakoukoli strukturní změnu důsledku ozáření ionty. Různé fázové složení oceli totiž může být různě rezistentní vůči ozáření (viz. kapitola: Ozařování ocelí).

## Závěr

Po provedení našich experimentů a série měření na páscích austenitické oceli 1.4310 a vysokouhlíkové, pružinové oceli 1.1274 jsme nepozorovali žádné viditelné změny fáze (měření pomocí Mössbauerovy spektroskopie v transmisním módu a módu zpětného rozptylu záření X). Bylo proto nutné provést další rešeršní výzkum a získat další informace.

Z provedeného rešeršního výzkumu jsou fázové přeměny v ocelích (hlavně austenit – ferit, austenit – martenzit) řízené úplně jinými mechanismy, než jakou je řízena generace amorfní fáze, kterou popisuje model dvou teplot. Nejdůležitějšími veličinami je generace pnutí a vnitřního stresu po nárazech a průchodu iontu ocelí, dopace daným iontem (pokud je jako zdroj iontů použit prvek, který je stabilizátorem určité fáze v oceli) nebo ochuzení oceli o stabilizátory, které už ocel obsahovala z výroby, vlivem ozáření.

V případě práškové oceli CL 50WS rovněž nebyla po provedených měřeních prokázána jakákoli viditelná fázová nebo jiná změna v důsledku ozáření. V našich MS spektrech sice byly pozorovány určité tvarové rozdíly, ale vzhledem k jejich statistické nekvalitě mohou být tyto tvarové rozdíly přisuzovány fitu naměřených dat, který může být s každým provedením mírně odlišný.

Jediný pozitivní výsledek přineslo měření vzorku práškového hematitu  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , ve kterých byla po měření RTTMS pozorována prokazatelná změna v parametrech a zastoupení jednotlivých podspekter. Po měření 5KTMS byla kromě změn parametrů a zastoupení jednotlivých podspekter pozorována i změna tvaru spektra: 1. podspektrum mělo snahu „vystoupit“ z překryvu 2. podspektra. Měření pomocí RTG difraktometru však neprokázalo žádnou strukturní změnu. Protože k této změně docházelo při nízkých teplotách (pod teplotou Morinova přechodu), přisuzujeme je změnám v rozložení slabě feromagnetické a antiferomagnetické složky hematitu. Tyto změny v rozložení magnetických složek byly s nejvyšší pravděpodobností indukovány ozářením těžkými ionty, a to v důsledku dopování ionty a generací mřížkových poruch po průchodu iontu. Předpokládáme, že pokud došlo ke generaci poruch mřížky, došlo k nim v již oslabených místech, kde se vyskytovaly nečistoty.

Pro vysvětlení, proč jsme nepozorovali žádnou generaci amorfní fáze využijeme tabulku č. 5 a informace z rešeršní kapitoly: Ozařování nanomateriálů – především výstupy práce [17], [18]. Ukazuje se, že pro objemové vzorky existují dva regiony elektronických ztrát, přičemž hranicí mezi oběma regiony tvoří hodnota elektronických ztrát  $40 \frac{\text{keV}}{\text{nm}}$  (viz. obrázek č. 7). Pod touto hodnotou jsou poruchy mřížky generované procházejícím iontem zpětně „lčeny“, ale nad touto hodnotou dochází k prudkému nárůstu efektivity generace poruch a jakékoli „lčeni“ krystalické mřížky je utlumeno. Z tabulky č. 5 je patrné, že ve všech našich kombinacích studovaných vzorků a použitého iontu nebyla přesáhnuta hodnota  $40 \frac{\text{keV}}{\text{nm}}$ .

Ze získaných poznatků a zkušeností můžeme vyslovit předpoklady pro budoucí studium strukturních a fázových změn železo obsahujících materiálů po ozáření energetickými, těžkými ionty:

Pro studium ozářených, objemových vzorků je Mössbauerova spektroskopie v transmisní geometrii a Mössbauerova spektroskopie zpětně rozptýleného gama záření z hlediska povrchové citlivosti nedostačující. Těžké ionty dokážou ovlivnit pouze povrchové vrstvy vzorku a jejich projektovaná dráha se ve vzorku pohybuje v řádu jednotek  $\mu\text{m}$  (pro náš případ – tabulka č. 5). Transmisní Mössbauerova spektroskopie získává signál z celého vzorku a pokud došlo k jakékoli fázové nebo jiné změně po ozáření ionty, signál z těchto modifikovaných míst bude přehlušen signálem netknutého vzorku, kterého bude většina.

Podobná situace nastává i pro MS spektroskopii zpětně rozptýleného gama záření. V tomto případě je signál získáván z hloubky vzorku v řádu desítek  $\mu\text{m}$ , což je pro naši aplikaci opět nedostačující.

Transmisní Mössbauerova spektroskopie by mohla být použitelná pro studium nanovrstev, protože v tomto případě je u těžkých energetických iontů možné, aby iont prošel skrze celý vzorek a transformoval jej. Ovšem u takto tenkých vrstev ale může záření gama projít vrstvami bez výrazné interakce, a tedy bez pozorování Mössbauerova jevu.

Rovněž klasická RTG difraktometrie se ukazuje jako nevyhovující analytická technika, a to ze stejného důvodu jako předcházející MS techniky. RTG záření je příliš pronikavé a signál možné transformované fáze na povrchu je přehlušen signálem od netknutého vzorku.

Z korespondence kolegy prof. Ernő Kuzmanna (Univerzita Loránda Eötvöse „ELTE“, v Budapešti), jsme získali informace o vzorcích, které nebyly součástí této práce, ale byly ozařovány o rok dříve. Ve spolupráci vedoucího této práce, doc. Jiřího Pechouška, E. Kuzmanna a dalších byla potvrzena generace prokazatelného množství amorfní a dalších fází v napařených nanovrstvách  $^{57}\text{Fe}$  na křemíkovém substrátu po ozáření námi použitými ionty xenonu  $\text{Xe}^{+26}$  o energii 160 MeV tokem  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

Ze zkušeností kolegů se ukazuje být nejhodnějšími analytickými technikami Mössbauerova spektroskopie konverzních elektronů (CEMS) a RTG difrakce pod malým úhlem (SAXRD – Small Angle X-Ray Diffraction).

Z hlediska Mössbauerovy spektroskopie je pravděpodobně nejmocnějším nástrojem pro studium povrchových vrstev jak objemových, tak nanostrukturních materiálů (nanovrstev) Mössbauerova spektroskopie konverzních elektronů (CEMS). CEMS získává signál z hloubek vzorku v řádu stovek nm, což by mělo být vzhledem k hloubce penetrace iontů v řádu jednotek  $\mu\text{m}$  více než dostačující pro studium povrchových vrstev objemových materiálů, tak nanovrstev.

Ačkoli provedené experimenty nedokázaly potvrdit ve většině studovaných vzorků jakoukoli fázovou nebo jinou změnu v důsledku ozáření, práce slouží jako bohatý zdroj informací k tématu, kterému se na katedře experimentální fyziky UPOL před námi nikdo nevěnoval. Vzorky studované v této práci jsou uchovány a budou dále analyzovány uvedenými metodami (CEMS).

## Seznam použitých symbolů

$A$	... konstanta Bornova – Mayerova potenciálu
$a$	... stínící poloměr
$a_0$	... Bohrov poloměr
$B$	... konstanta Bornova – Mayerova potenciálu
$b$	... parametr nárazu
$b_0$	... parametr nárazu pro čelní srážku
$C$	... empirická konstanta pro stínící poloměr $a$
$c$	... rychlost světla
$C_e$	... tepelná kapacita elektronů
$C_p$	... tepelná kapacita fononů
$d$	... normalizační konstanta
$D_e$	... difuzní koeficient elektronů
$D_p$	... difuzní koeficient fononů
$e$	... elementární náboj
$E_e$	... energie elektronu
$E_d$	... energie nutná pro uvolnění atomu ze svého místa v mřížce
$E_F$	... energie Fermiho hladiny
$E_F'$	... energie pseudo Fermiho hladiny
$E_i$	... energie dopadajícího iontu
$E_R$	... Rydbergova energie
$F$	... prostorová distribuce prvotně excitovaných elektronů
$f$	... Fermiho – Diracovo rozdělení
$G$	... konstanta pro vztah mezi relaxačním časem rozptylu elektronů a teplotou elektronů
$g$	... elektronový – fononový párový parametr
$H$	... konstanta pro vztah mezi relaxačním časem rozptylu elektronů a fononů a teplotou fononů
$h$	... Planckova konstanta
$\hbar$	... redukovaná Planckova konstanta
$\bar{I}$	... střední ionizační potenciál
$K$	... konstanta elastických ztrát v režimu nízkých energií
$k$	... konstanta ve vztahu mezi uraženou dráhou elektronu $r_{el.}$ a energií elektronu $E_e$
$k_B$	... Boltzmannova konstanta
$k_{el.}$	... vlnový vektor elektronu
$m_e$	... klidová hmotnost elektronu
$\bar{m}_e$	... efektivní hmotnost elektronu
$M_1$	... hmotnost iontu
$M_2$	... hmotnost atomu
$N_{at.}$	... atomární hustota
$n_e$	... elektronová hustota
$R$	... uražená dráha iontu v pevné látce
$r$	... vzájemná vzdálenost atomu a iontu
$r_e$	... klidová vzdálenost atomů v mřížce
$r_{el.}$	... dráha prvotně excitovaných elektronů
$r_m$	... projekce maximální uražené dráhy elektronu kolmo na trajektorii iontu
$R_p$	... projekce dráhy iontu do směru jeho šíření
$S$	... zastavovací energie
$S_t$	... celková zastavovací energie
$S_e$	... elektronická zastavovací energie
$S_E$	... zdrojový člen
$S_n$	... elastická zastavovací energie

$T$	... kinetická energie iontu
$\check{T}$	... minimální předaná kinetická energie iontu
$\hat{T}$	... maximální předaná kinetická energie iontu
$\bar{T}$	... střední předaná kinetická energie iontu
$T_D$	... Debeyova teplota
$T_e$	... teplota elektronů
$T_p$	... teplota fononů
$t_0$	... doba pohybu prvotně excitovaných elektronů
$V$	... interakční potenciál
$\bar{v}$	... střední rychlost částice
$v_F$	... Fermiho rychlost
$v_{\text{iont}}$	... rychlost pohybu iontu
$v_s$	... rychlost šíření zvuku
$W$	... nejvyšší možná předaná energie elektronu
$Z_1$	... protonové číslo iontu
$Z_2$	... protonové číslo atomu v mřížce
$Z^*$	... efektivní náboj iontu
$\beta$	... bezrozměrná relativistická rychlost iontu
$\delta$	... konstanta ve vztahu mezi uraženou dráhou elektronu $r_{\text{el}}$ a energií elektronu $E_e$
$\theta$	... nejmenší uražená dráha elektronu
$\lambda$	... střední volná dráha částice
$\rho$	... nejmenší vzájemná vzdálenost atomu a iontu
$\sigma$	... účinný průřez kolize atomu a iontu
$\bar{\sigma}$	... parametr Gaussovy funkce
$\sigma_0$	... účinný diferenciální průřez kolize atomu a iontu
$\tau$	... relaxační doba částice
$\tau_e$	... relaxační doba elektronu
$\tau_{e-e}$	... relaxační doba pro rozptyl mezi elektrony
$\tau_{e-p}$	... relaxační doba pro rozptyl mezi elektrony a fonony
$\chi_e$	... tepelná vodivost elektronů
$\chi_p$	... tepelná vodivost fononů

## Seznam použitých zkratek

CEMS	... Mössbauerova spektroskopie konverzních elektronů
MS	... Mössbauerova spektroskopie
RTG	... Rentgenové záření
RTMSBG	... Mössbauerova spektroskopie zpětně odraženého záření gama
RTTMS	... Transmisní Mössbauerova spektroskopie za pokojové teploty
SAXRD	... Rentgenová difrakce pod nízkým úhlem
5KTMS	... Transmisní Mössbauerova spektroskopie při teplotě 5 K

## Seznam použité literatury

- [1] RUTHERFORD, Ernest. The Newer Alchemy. Cambridge: University Press Cambridge, 1937. (Český překlad: Novodobá alchymie. Elektrotechnický svaz československý, Praha, 1938.)
- [2] Libor Machala, přednášky z Fyziky povrchu. [cit. 2018-11-28]. Prezentace dostupná zde: <http://fyzika.upol.cz/cs/zkratky-predmetu/fpov>
- [3] WAS, Gary S. Fundamentals of radiation materials science: metals and alloys. New York: Springer, c2007. ISBN 978-3-540-49471-3.
- [4] Oficiální webové stránky softwaru SRIM - <http://www.srim.org/>
- [5] ZIEGLER, James F., M.D. ZIEGLER a J.P. BIRSACK. SRIM – The stopping and range of ions in matter (2010). Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms [online]. 2010, 268(11-12), 1818-1823 [cit. 2019-04-20]. DOI: 10.1016/j.nimb.2010.02.091. ISSN 0168583X. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168583X10001862>
- [6] MATHAR, Richard J. The Brandt-Kitagawa heavy ion model: Embedding in the homogeneous electron gas. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms [online]. 1997, 132(1), 18-28 [cit. 2019-04-20]. DOI: 10.1016/S0168-583X(97)00408-4. ISSN 0168583X. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168583X97004084>
- [7] KUZMANN, E., S. STICHLAUTNER, K. HAVANCSÁK, et al. Amorphous iron phase formation in swift heavy ion irradiated electrodeposited iron thin films. Radiation Physics and Chemistry [online]. 2006, 75(7), 741-746 [cit. 2018-11-30]. DOI: 10.1016/j.radphyschem.2006.01.006. ISSN 0969806X. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0969806X06000272>
- [8] OLSSON, P., C. S. BECQUART a C. DOMAIN. Ab initio threshold displacement energies in iron. *Materials Research Letters* [online]. 2016, 4(4), 219-225 [cit. 2018-12-01]. DOI: 10.1080/21663831.2016.1181680. ISSN 2166-3831. Dostupné z: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/21663831.2016.1181680>
- [9] Disertační práce – OSMANI, Orkhan. Irradiation effects of swift heavy ions in matter. Katedra fyziky, univerzita Duisburg–Essen, Německo. 2011. Dostupné z: <https://d-nb.info/1027268757/34>
- [10] TOULEMONDE, M., Ch. DUFOUR, Z. WANG a E. PAUMIER. Atomic and cluster ion bombardment in the electronic stopping power regime: A thermal spike description. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms [online]. 1996, 112(1-4), 26-29 [cit. 2019-03-21]. DOI: 10.1016/0168-583X(95)01129-3. ISSN 0168583X. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0168583X95011293>



- [11] WALIGÓRSKI, M.P.R., R.N. HAMM a R. KATZ. The radial distribution of dose around the path of a heavy ion in liquid water. *International Journal of Radiation Applications and Instrumentation. Part D. Nuclear Tracks and Radiation Measurements* [online]. 1986, 11(6), 309-319 [cit. 2019-03-21]. DOI: 10.1016/1359-0189(86)90057-9. ISSN 13590189. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/1359018986900579>
- [12] YAVLINSKII, Yu.N. Electron excitation relaxation in wide-gap single crystal insulators under swift heavy-ion irradiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* [online]. 2000, 166-167, 35-39 [cit. 2019-03-25]. DOI: 10.1016/S0168-583X(99)00736-3. ISSN 0168583X. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168583X99007363>
- [13] SOUBUSTA, Jan. *Fyzika pevných látek SLO/PL*. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2012. ISBN 978-80-244-3095-9.
- [14] WANG, X. Y., D. M. RIFFE, Y.-S. LEE a M. C. DOWNER. Time-resolved electron-temperature measurement in a highly excited gold target using femtosecond thermionic emission. *Physical Review B* [online]. 1994, 50(11), 8016-8019 [cit. 2019-03-26]. DOI: 10.1103/PhysRevB.50.8016. ISSN 0163-1829. Dostupné z: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.50.8016>
- [15] DUVENBECK, A. a A. WUCHER. Low-energy electronic excitation in atomic collision cascades: A nonlinear transport model. *Physical Review B* [online]. 2005, 72(16) [cit. 2019-03-26]. DOI: 10.1103/PhysRevB.72.165408. ISSN 1098-0121. Dostupné z: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.72.165408>
- [16] OSMANI, O., N. MEDVEDEV, M. SCHLEBERGER a B. RETHFELD. Excitation and Relaxation of Swift Heavy Ion Irradiated Dielectrics. *E-Journal of Surface Science and Nanotechnology* [online]. 2010, 8, 278-282 [cit. 2019-03-26]. DOI: 10.1380/ejssnt.2010.278. ISSN 1348-0391. Dostupné z: <http://joi.jlc.jst.go.jp/JST.JSTAGE/ejssnt/2010.278?from=CrossRef>
- [17] STICHLLEUTNER, S., E. KUZMANN, K. HAVANCSÁK, et al. Fluence and ion dependence of amorphous iron-phase-formation due to swift heavy ion irradiation in electrodeposited iron thin films. *Radiation Physics and Chemistry* [online]. 2011, 80(3), 471-474 [cit. 2019-05-01]. DOI: 10.1016/j.radphyschem.2010.11.010. ISSN 0969806X. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0969806X10004391>
- [18] DUNLOP, A., D. LESUEUR, P. LEGRAND, H. DAMMAK a J. DURAL. Effects induced by high electronic excitations in pure metals: A detailed study in iron. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* [online]. 1994, 90(1-4), 330-338 [cit. 2019-05-02]. DOI: 10.1016/0168-583X(94)95566-2. ISSN 0168583X. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0168583X94955662>
- [19] KUMAR, Ravi, M. Wasi KHAN, J. P. SRIVASTAVA, S. K. ARORA, R. G. S. SOFIN, R. J. CHOUDHARY a I. V. SHVETS. Swift heavy ion irradiation-induced modifications in structural, magnetic and electrical transport properties of epitaxial magnetite thin films. *Journal of Applied Physics* [online]. 2006, 100(3) [cit. 2019-05-02]. DOI: 10.1063/1.2222066. ISSN 0021-8979. Dostupné z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.2222066>

[20] GOKHALE, Shubha, Subhalakshmi LAMBA, Neha KUMARI, Bhupendra SINGH, D.K. AVASTHI a S.K. KULKARNI. Modifying the morphology and magnetic properties of magnetite nanoparticles using swift heavy ion irradiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* [online]. 2014, 333, 64-68 [cit. 2019-05-02]. DOI: 10.1016/j.nimb.2014.04.020. ISSN 0168583X. Dostupné z:

<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168583X14005229>

[21] GUPTA, Ratnesh, Ajay GUPTA, D.K AVASTHI, G PRINCIPI a C TOSELLO. Effect of swift heavy ion-irradiation on Cr/Fe/Ni multilayers. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* [online]. 1999, 156(1-4), 153-157 [cit. 2019-11-04]. DOI: 10.1016/S0168-583X(99)00262-1. ISSN 0168583X. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168583X99002621>

[22] JAOUEN, C, A MICHEL, J PACAUD, C DUFOUR, Ph BAUER a B GERVAIS. Atomic mixing induced by swift heavy ion irradiation of Fe/Zr multilayers. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* [online]. 1999, 148(1-4), 176-183 [cit. 2019-11-04]. DOI: 10.1016/S0168-583X(98)00725-3. ISSN 0168583X. Dostupné z:

<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168583X98007253>

[23] JURASZEK, J., J. TEILLET, A. FNIDIKI a M. TOULEMONDE. CEMS Investigations of Swift Heavy Ion Irradiation Effects in Tb/Fe Multilayers. ELZAIN, M. E., A. A. YOUSIF, A. D. AL RAWAS a A. M. GISMELSEED, ed. ICAME 2003 [online]. Dordrecht: Springer Netherlands, 2004, 2004, s. 615-621 [cit. 2019-11-06]. DOI: 10.1007/978-1-4020-2852-6\_87. ISBN 978-90-481-6726-5. Dostupné z: [http://link.springer.com/10.1007/978-1-4020-2852-6\\_87](http://link.springer.com/10.1007/978-1-4020-2852-6_87)

[24] BASA, Adina, Christian THAULOW a Afrooz BARNOUSH. Chemically Induced Phase Transformation in Austenite by Focused Ion Beam. *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 2014, 45(3), 1189-1198 [cit. 2020-04-20]. DOI: 10.1007/s11661-013-2101-4. ISSN 1073-5623. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-013-2101-4>

[25] CHEN, X. X., C. L. LI, Y. F. JIN, et al. Mössbauer effect study of 316L stainless steel irradiated with 54 MeV<sup>12</sup>C<sup>6+</sup> ions. *Hyperfine Interactions* [online]. 1992, 70(1-4), 931-934 [cit. 2020-04-20]. DOI: 10.1007/BF02397480. ISSN 0304-3843. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/BF02397480>

[26] HAYASHI, N., I. SAKAMOTO, E. JOHNSON, L. GRAABAK, P. BØRGESEN a B. M. U. SCHERZER. Phase transformation in He<sup>+</sup> and H<sup>+</sup> ion irradiated type 304 stainless steel. *Hyperfine Interactions* [online]. 1988, 42(1-4), 989-992 [cit. 2020-04-20]. DOI: 10.1007/BF02395556. ISSN 0304-3843. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/BF02395556>

[27] HAYASHI, N., I. SAKAMOTO a T. TAKAHASHI. Phase transformation in helium ion irradiated 316 stainless steel. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 1984, 128-129, 756-759 [cit. 2020-04-20]. DOI: 10.1016/0022-3115(84)90452-5. ISSN 00223115. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0022311584904525>

- [28] IBRAGIMOV, Sh. Sh., M. F. VERESHCHAK a T. M. ZHANTIKIN. Study of plastic deformation and proton irradiation influence on phase transitions in C18N9T stainless steel. *Hyperfine Interactions* [online]. 1986, 29(1-4), 1293-1296 [cit. 2020-04-20]. DOI: 10.1007/BF02399471. ISSN 0304-3843. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/BF02399471>
- [29] CABANILLAS, E. D., A. FILEVICH a R. C. MERCADER. Phase transformations induced by implantation of  $^{12}\text{C}^-$  ions into  $\alpha$ -Fe and AISI 304 and 316 stainless steels studied by CEMS and SEM. *Hyperfine Interactions* [online]. 1994, 83(1), 223-230 [cit. 2020-04-20]. DOI: 10.1007/BF02074276. ISSN 0304-3843. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/BF02074276>
- [30] VISHNOI, R., R. SINGHAL, K. ASOKAN, J.C. PIVIN, D. KANJILAL a D. KAUR. Energetic ion irradiation induced crystallization of Ni-Mn-Sn ferromagnetic shape memory alloy thin film. *Vacuum* [online]. 2013, 89, 190-196 [cit. 2020-05-10]. DOI: 10.1016/j.vacuum.2012.05.011. ISSN 0042207X. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0042207X12002813>
- [31] Specifikace práškového oxidu železitého  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  výrobce Lach-Ner s.r.o. Dostupné z: <https://www.lach-ner.cz/produkt/oxid-zelezity>
- [32] SHARMA, Virender K., Göstar KLINGELHÖFER a Tetsuaki NISHIDA, ed. *Mössbauer Spectroscopy* [online]. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, 2013 [cit. 2019-10-30]. DOI: 10.1002/9781118714614. ISBN 9781118714614.
- [33] KOUTNY, Daniel, Libor PANTELEJEV, Jan TOMES a David PALOUSEK. COMPARISON OF SELECTIVE LASER MELTING OF 18NI MARAGING STEEL BY PXL AND M2 CUSING. *MM Science Journal* [online]. 2016, 2016(06), 1590-1596 [cit. 2020-05-17]. DOI: 10.17973/MMSJ.2016\_12\_2016191. ISSN 18031269. Dostupné z: <http://www.mmscience.eu/december-2016.html#2016191>
- [34] Tabulka: Specifikace práškové martenzitické oceli CL 50WS. Dostupné z: [https://www.concept-laser.de/fileadmin//user\\_upload/Datasheet CL 50WS.pdf](https://www.concept-laser.de/fileadmin//user_upload/Datasheet CL 50WS.pdf)
- [35] Tabulka: Jakosti ocelových plechů. Dostupné z: [https://www.eichlercompany.cz/download/katalog\\_all/Podkladove%20plechy%20katalog%20CZ-2016.pdf](https://www.eichlercompany.cz/download/katalog_all/Podkladove%20plechy%20katalog%20CZ-2016.pdf)
- [36] Informace o laboratorním urychlovači IC – 100.
- GIKAL, B., S. DMITRIEV, G. GULBEKIAN, et al. An IC100 cyclotron based facility for producing nuclear filters and for scientific and applied research. *Physics of Particles and Nuclei Letters* [online]. 2008, 5(7), 629-633 [cit. 2020-04-21]. DOI: 10.1134/S1547477108070212. ISSN 1547-4771. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1134/S1547477108070212>
- [37] V. A. SKURATOV, V. A. ALTYNOV, S. M. ABU ALAZM. High energy ion implantation: luminescence studies of solids during irradiation. *Ion Implantation Technology* – 94. 1995, 914-915 [cit. 2020-04-21]

[38] HLATSHWAYO, T. T., J. H. O'CONNELL, V. A. SKURATOV, E. WENDLER, E. G. NJOROGÉ, M. MLAMBO a J. B. MALHERBE. Comparative study of the effect of swift heavy ion irradiation at 500 °C and annealing at 500 °C on implanted silicon carbide. *RSC Advances* [online]. 2016, 6(73), 68593-68598 [cit. 2020-04-21]. DOI: 10.1039/C6RA13592G. ISSN 2046-2069. Dostupné z: <http://xlink.rsc.org/?DOI=C6RA13592G>

[39] Oficiální webové stránky laboratoře jaderných analytických metod katedry experimentální fyziky UPOL. Dostupné z:

<http://afnet.upol.cz/kef/cs/laborator%20jadernych%20analytickych%20metod>

[40] Pechousek, J., Prochazka, R., Jancik, D., Mashlan M., Frydrych, J.: Universal LabVIEW-powered Mössbauer spectrometer based on the USB, PCI or PXI devices. *Journal of Physics: Conference Series*, 217, 012006 (2010).

[41] Klencsár, Z., Kuzmann, E. & Vértes, A. User-friendly software for Mössbauer spectrum analysis. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry Articles* 210, 105–118 (1996). <https://doi.org/10.1007/BF02055410>

[42] Oficiální webové stránky programu MOSSWIN. Dostupné zde.

<http://www.mosswinn.com/>

[43] Oficiální webové stránky výrobce difraktometru BRUKER. Dostupné z:

<https://www.bruker.com/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/x-ray-diffraction/d8-advance.html>

[44] Vybavení katedry experimentální fyziky UPOL. Dostupné zde:

<http://afnet.upol.cz/kef/cs/node/87>

[45] STUBBINS, James a Xiang LIU. Fundamental Studies of Irradiation-Induced Modifications in Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Advanced Alloys [online]. 2018, [cit. 2020-05-22].

Dostupné z: <https://neup.inl.gov/SiteAssets/Final%20%20Reports/FY%202014/14-6762%20NEUP%20Final%20Report.pdf>

[46] TALEBI, S., Hadi GHASEMI-NANESA, Mohammad JAHAZI a Haikouhi MELKONYAN. In Situ Study of Phase Transformations during Non-Isothermal Tempering of Bainitic and Martensitic Microstructures. *Metals* [online]. 2017, 7(9) [cit. 2020-05-24]. DOI: 10.3390/met7090346. ISSN 2075-4701. Dostupné z: <http://www.mdpi.com/2075-4701/7/9/346>

[47] Difrakční spektra hematitu. Dostupné z:

<https://rruff.info/Hematite/R110013>

[48] Difrakční spektra austenitu a feritu. Dostupné z:

<https://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/2003/Lattices/iron.html>

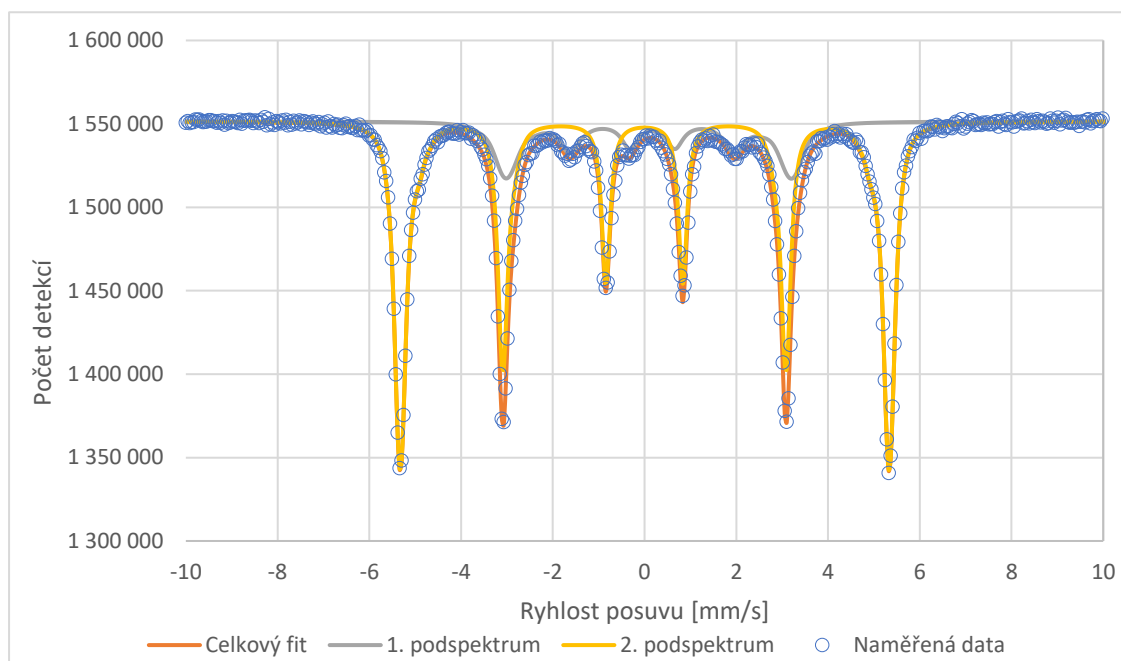
[49] Difrakční spektra cementitu. Dostupné z:

<https://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/2003/Lattices/cementite.html>

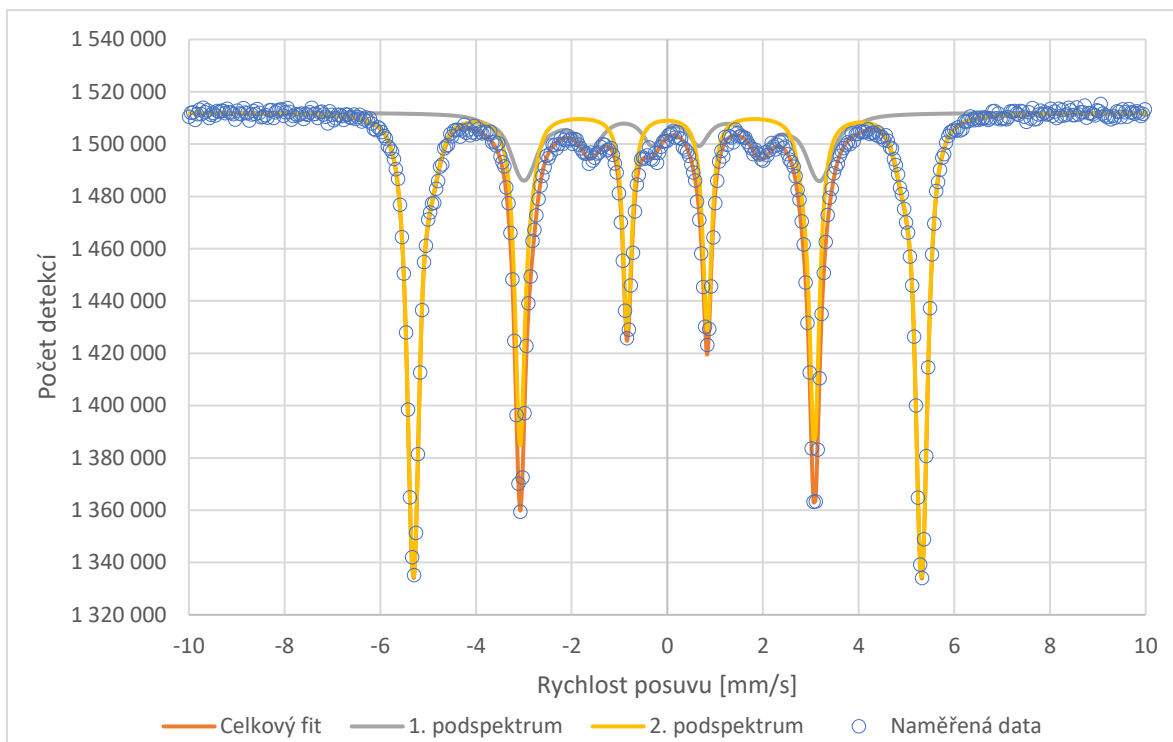
# Příloha č. 1

## Ocelové pásy 1.1274

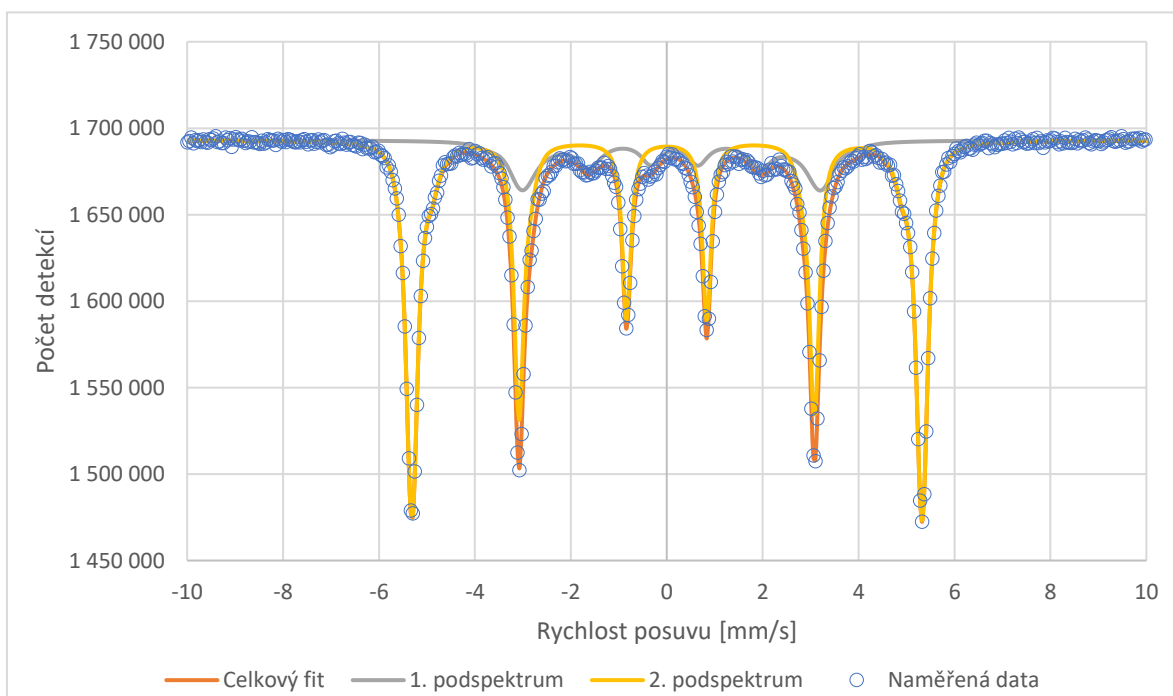
V následujících grafech č. 25 až č. 28 jsou ukázána naměřená a naitovaná Mössbauerova spektra neozářeného vzorku a ozářených vzorků tokem iontů  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ ,  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  a  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ . Spektra v grafech č. 22 až č. 25 byla fitována pomocí dvou sextetů. Sextet s magnetickým polem přibližně 19 T byl přiřazen cementitu a sextet s magnetickým polem mezi 32 T a 33 T byl přiřazen feritu.



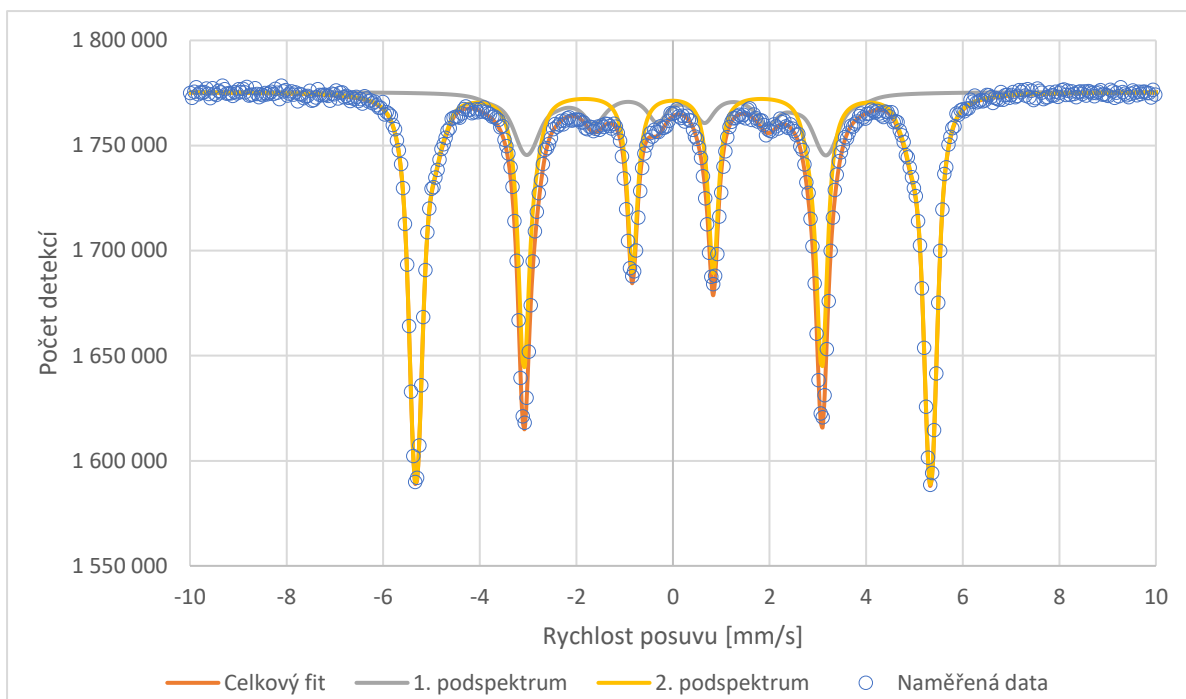
Graf č. 25: Experimentální data Mössbauerovy spektroskopie, celkový fit a podspektra neozářené pásky 1.1274.



Graf č. 26: Experimentální data Mössbauerovy spektroskopie, celkový fit a podspektra pásky 1.1274, ozářené tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

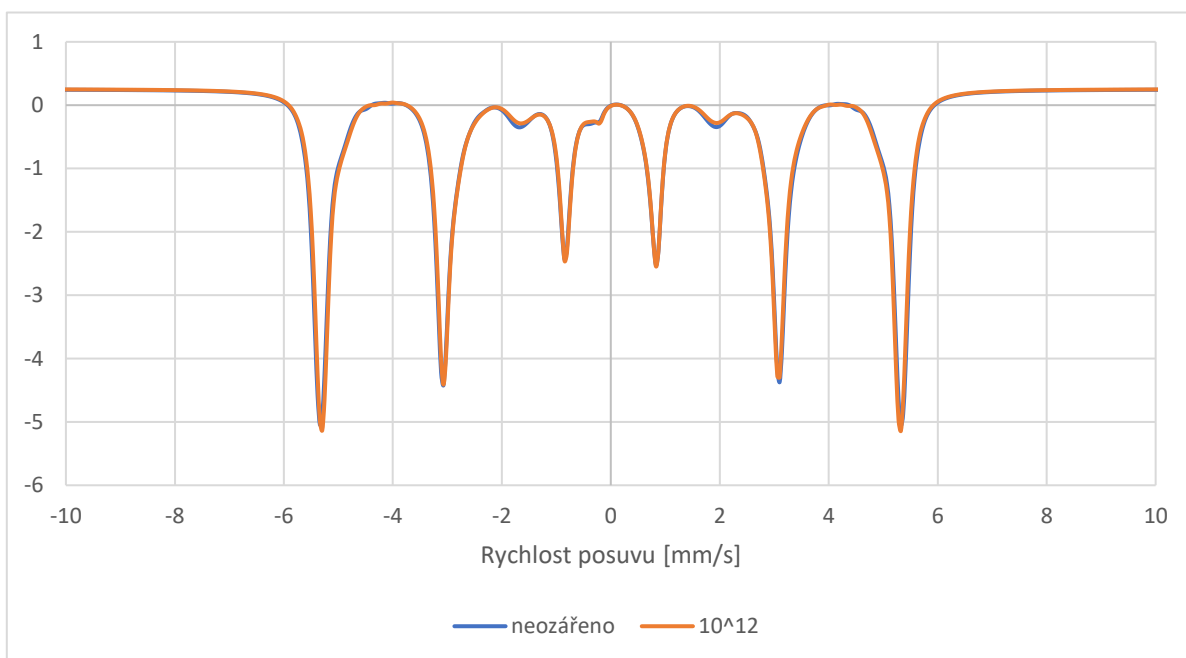


Graf č. 27: Experimentální data Mössbauerovy spektroskopie, celkový fit a podspektra pásky 1.1274, ozářené tokem  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

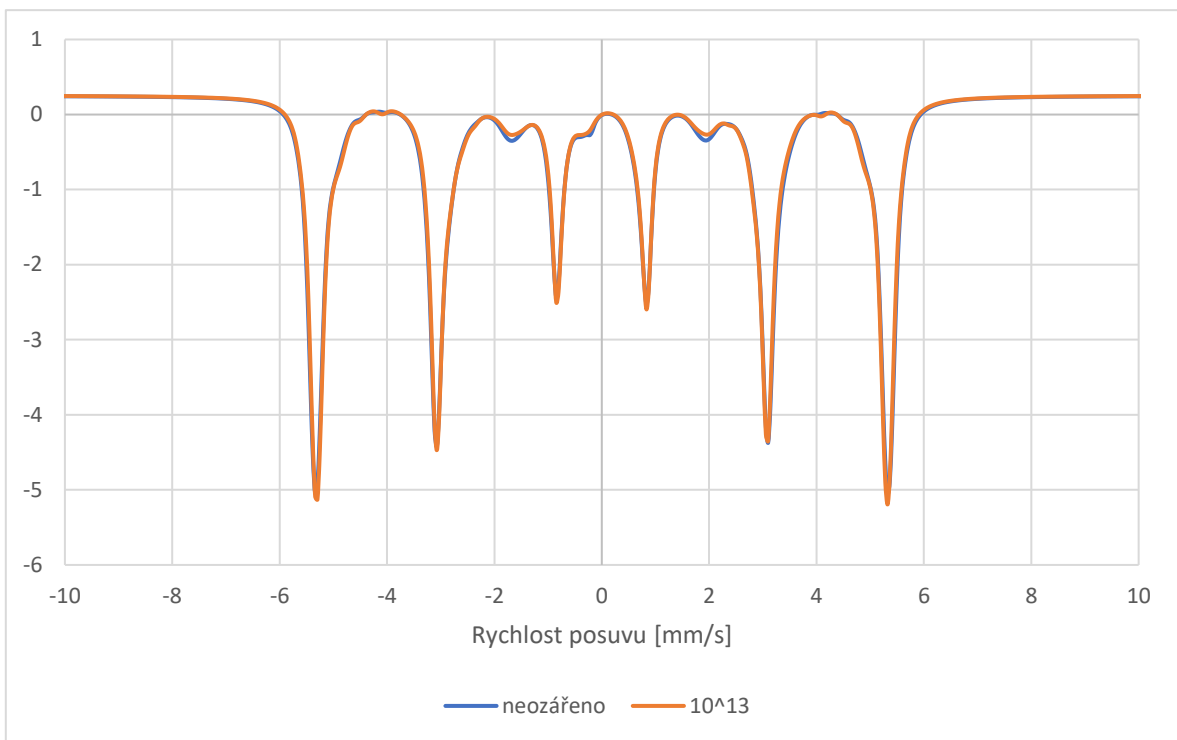


Graf č. 28: Experimentální data Mössbauerovy spektroskopie, celkový fit a podspektra pásky 1.1274, ozářené tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .

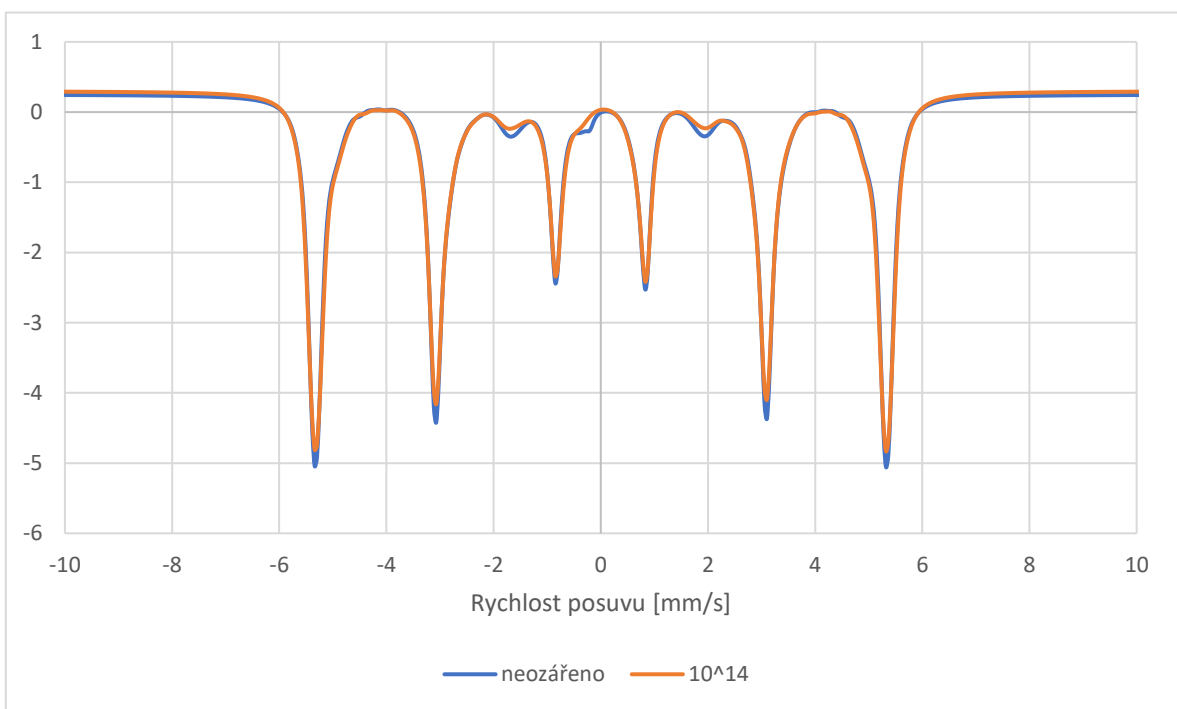
V grafu č. 29 až č. 31 je ukázán překryv standardizovaných fitů spekter neozářeného a ozářeného vzorku oceli 1.1274 daným tokem.



Graf č. 29: Překryv standardizovaných fitů Mössbauerových spekter neozářené pásky 1.1274 a pásky ozářené tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .



Graf č. 30: Překryv standardizovaných fitů Mössbauerových spekter neozářené pásky 1.1274 a pásky ozářené tokem  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .



Graf č. 31: Překryv standardizovaných fitů Mössbauerových spekter neozářené pásky 1.1274 a pásky ozářené tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ .



V tabulce č. 22 až č. 25 jsou shrnuty parametry podspekter, ze kterých je složen fit naměřených Mössbauerových spekter neozářeného a ozářených plíšků z oceli 1.1274.

Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
5.	Sextet	81	0,21	0,00	32,8	0,00
6.	Sextet	19	0,45	0,15	19,1	-0,03

Tabulka č. 22: Parametry podspekter neozářeného plíšku 1.1274, parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,02$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,02$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,02$  mm/s.

Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
5.	Sextet	82	0,21	0,00	32,6	0,00
6.	Sextet	18	0,49	0,15	19,0	-0,03

Tabulka č. 23: Parametry podspekter plíšku 1.1274 ozářeného tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,02$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,02$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,02$  mm/s.

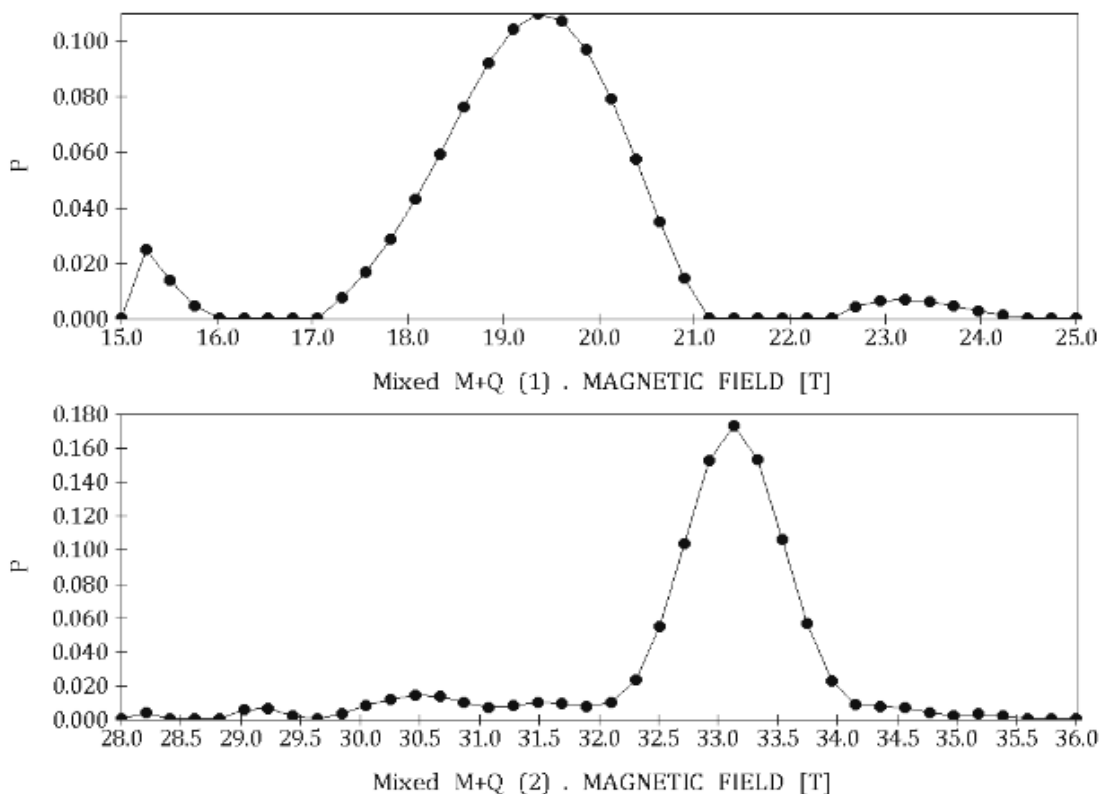
Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
6.	Sextet	82	0,20	0,00	32,7	0,01
7.	Sextet	18	0,53	0,16	19,1	-0,03

Tabulka č. 24: Parametry podspekter plíšku 1.1274 ozářeného tokem  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,02$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,02$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,02$  mm/s.

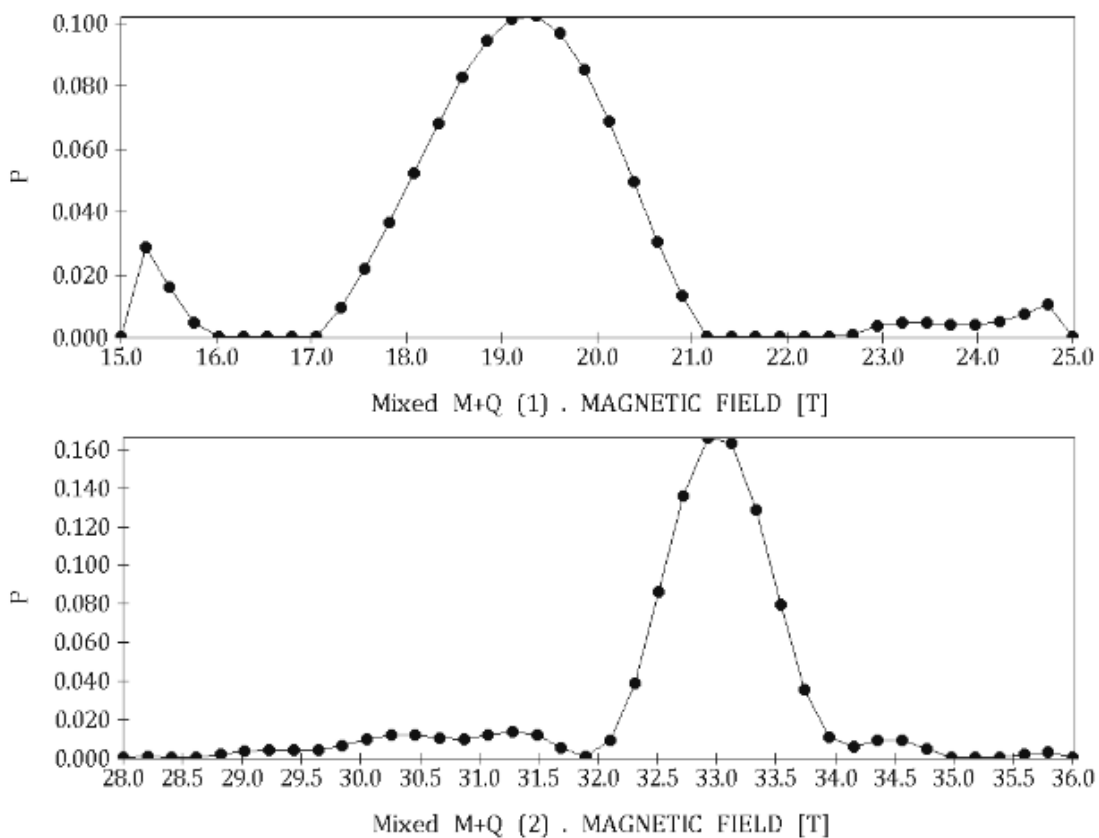
Podspektrum	Štěpení spektrální čáry	Zastoupení [%]	Šířka čáry [mm/s]	Izomerní posuv [mm/s]	Magnetické pole [T]	Kvadrupólové štěpení [mm/s]
6.	Sextet	83	0,24	0,00	32,7	0,00
7.	Sextet	17	0,57	0,15	19,1	-0,04

Tabulka č. 25: Parametry podspekter plíšku 1.1274 ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$ , parametry byly získány s nejistotou: Zastoupení  $\pm 1$  %, Šířka čáry  $\pm 0,02$  mm/s, Izomerní posuv  $\pm 0,02$  mm/s, Magnetické pole  $\pm 0,2$  T, Kvadrupólové štěpení  $\pm 0,02$  mm/s.

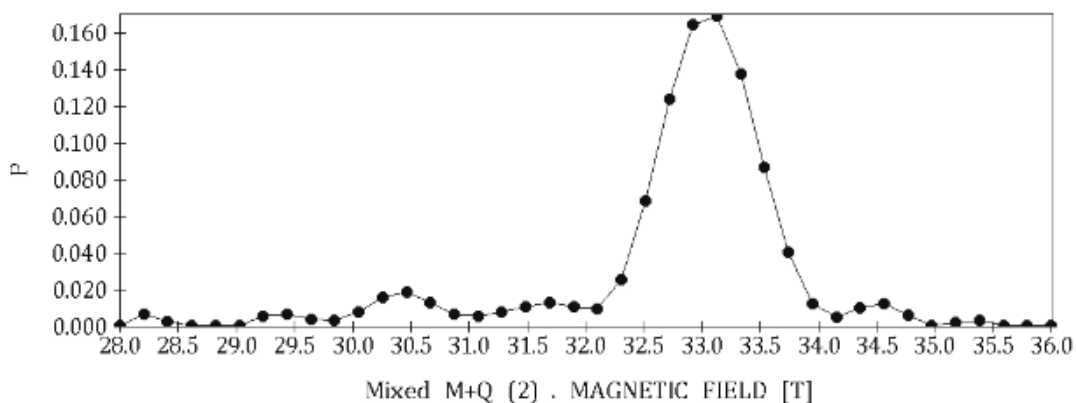
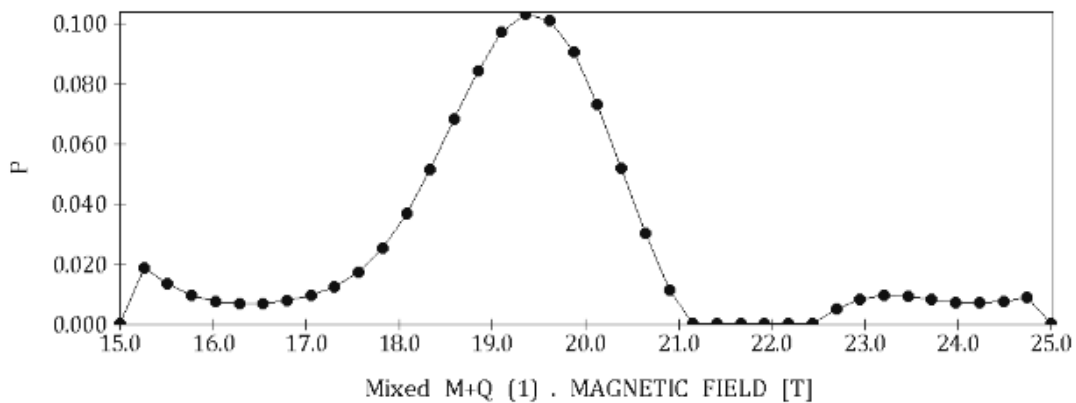
Z tabulek č. 22 až č. 25 je patrné, že všechny uvedené parametry ozářených a neozářeného vzorku se od sebe neliší o více než uvedenou nejistotu. Na obrázcích č. 22 až č. 25 jsou vyobrazeny distribuce magnetických polí od neozářeného a ozářených vzorků pásků 1.1274.



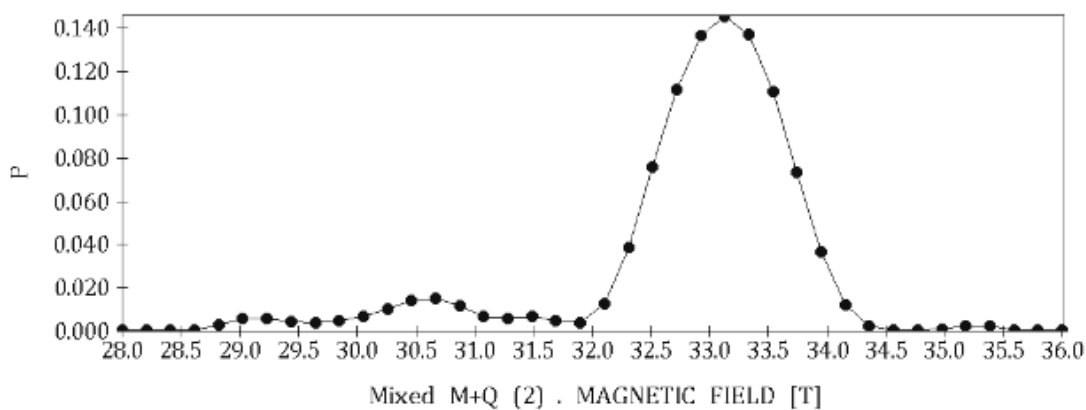
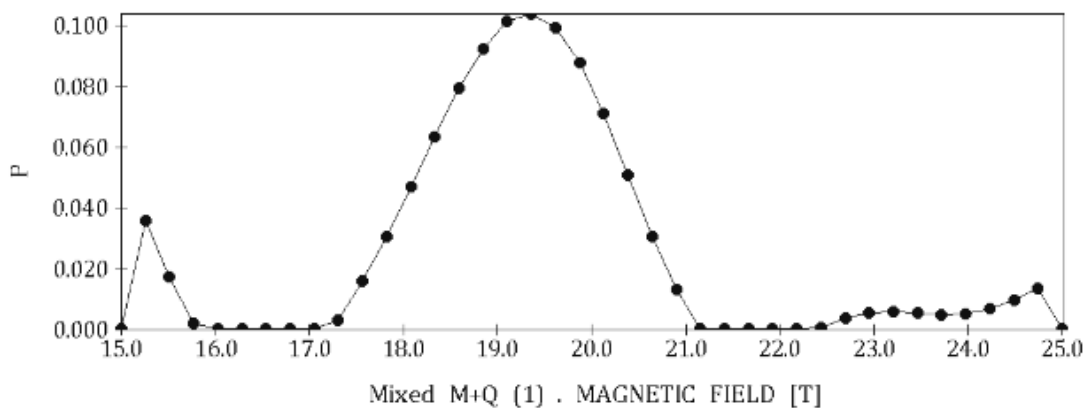
Obrázek č. 22: Distribuce magnetického pole neozářeného plíšku 1.1274 (graf je přímo převzat z fitovacího SW MossWinn, bez grafických úprav).



Obrázek č. 23: Distribuce magnetického pole plíšku 1.1274 ozářeného tokem  $10^{12} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  (graf je přímo převzat z fitovacího SW MossWinn, bez grafických úprav).



Obrázek č. 24: Distribuce magnetického pole plíšku 1.1274 ozářeného tokem  $10^{13} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  (graf je přímo převzat z fitovacího SW MossWinn, bez grafických úprav).



Obrázek č. 25: Distribuce magnetického pole plíšku 1.1274 ozářeného tokem  $10^{14} \frac{\text{iontů}}{\text{cm}^2}$  (graf je přímo převzat z fitovacího SW MossWinn, bez grafických úprav).

Po přihlédnutí k obrázkům č. 22 až č. 25 je patrné, že distribuce polí neozářeného a ozářených plíšků oceli 1.1274 se od sebe téměř neliší.

Ze získaných parametrů, standardizovaných Mössbauerových spekter a distribucí magnetických polí neozářeného a ozářených vzorků můžeme tvrdit, že po ozáření plíšků z oceli 1.1274 těžkými ionty nedošlo k žádné viditelné fázové nebo jiné přeměně.