



610869002

**CRYSTALLIZATIONS OF AMORPHOUS RIBBON OF  $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$   
MONITORED BY MÖSSBAUER SPECTROSCOPY**

**CHAISSAK ISSRO**

With compliments  
of

ผู้อำนวยการศูนย์ ส. ส. น. ส.

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENTS FOR  
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE  
( CHEMICAL PHYSICS )  
FACULTY OF GRADUATE STUDIES  
MAHIDOL UNIVERSITY**

**1998**

**ISBN 974-589-534-2**

**COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY**

Copyright by Mahidol University

Thesis

entitled


**CRYSTALLIZATIONS OF AMORPHOUS RIBBON OF  $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$   
MONITORED BY MÖSSBAUER SPECTROSCOPY**



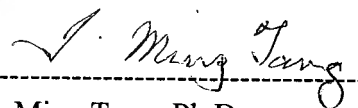
Chaisak Issro  
Candidate



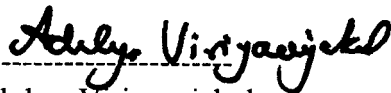
Pongtip Winotai, Ph.D.  
Major advisor



Orapin Rangsiman, Dr.rer.nat.  
Co-advisor



I Ming Tang, Ph.D.  
Co-advisor



Adulya Viriyavejakul,  
M.D., LL.B., F.R.C.P.  
Dean  
Faculty of Graduate Studies



Orapin Rangsiman, Dr.rer.nat.  
Chairman  
Master of Science Programme  
in Chemical Physics  
Faculty of Science

Thesis

entitled

**CRYSTALLIZATIONS OF AMORPHOUS RIBBON OF  $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$**

**MONITORED BY MÖSSBAUER SPECTROSCOPY**

was submitted to the Faculty of Graduate Studies, Mahidol University

for the Degree of Master of Science (Chemical Physics)

on

March 23, 1998

*C Issro.*

Chaisak Issro  
Candidate

*Pongtip Winotai*

Pongtip Winotai, Ph.D.  
Chairman

*O. R.*

Orapin Rangsiman, Dr.rer.nat.  
Member

*Kajoryod Yoodee.*

Kajoryod Yoodee, Ph.D.  
Member

*I. Ming Tang*

I Ming Tang, Ph.D.  
Member

*Adulya Viriyavejakul*

Adulya Viriyavejakul,  
M.D., LL.B., F.R.C.P.  
Dean  
Faculty of Graduate Studies

*P.M.J.S.*

Pornchai Matangkasombut  
Ph.D., M.D.  
Dean  
Faculty of Science

## ACKNOWLEDGEMENT

I wish to express my sincere gratitude and deep appreciation to my advisor, Assoc. Prof. Dr Pongtip Winotai for his valuable instruction and kindness through out this study. I would like to thank Prof. Dr. I Ming Tang for heedful guidance and helpful advice. My sincere thanks are expressed to Prof. Dr. Orapin Rangsiman and Assis.Dr. Kajoryod Yoodee and for their useful suggestion and completion of thesis.

I am also grateful to Dr. Tanakorn Osotchan and staff from the Department of physics, Dr. Paisan Seksuwan at the National Metal and Materials Technology Center of Thailand (MTEC) for his advice and help with X-ray diffraction. I am also thankful to Mr Chatchai Srinivaraworg and staffs of the Metallurgy and Material Science Research Institute Chulalongkorn University for use Mössbauer spectroscopy. My appreciation is also extended to all the lecturers of the chemical physics and physical chemistry groups, Mahidol University for valuable knowledge.

Finally, I to wish to thank my family and everybody for their encouragement and support which help me to finish this thesis.

Chaisak Issro

3836482 SCCP/M: MAJOR: CHEMICAL PHYSICS; M.Sc.(CHEMICAL PHYSICS)  
KEYWORD: MÖSSBAUER EFFECT / AMORPHOUS MAGNETIC ALLOY /  
HYPERFINE FIELD

CHAISSAK ISSRO: CRYSTALLIZATIONS OF AMORPHOUS RIBBON OF  
 $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$  MONITORED BY MÖSSBAUER SPECTROSCOPY.

THESIS ADVISOR: PONGTIP WINOTAI, Ph.D., ORAPIN RANGSIMAN,  
Dr.rer.nat., I MING TANG, Ph.D. 83p. ISBN 974-589-534-2

The effect of annealing amorphous ribbon of  $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$  (Metglas 2605S-2) was investigated by Mössbauer spectroscopy. Mössbauer parameters such as hyperfine field, isomer shift, quadrupole and other parameters of samples were evaluated. The transformation of amorphous phase to crystalline phases was observed.

In the first stage of this transformation all samples still remained amorphous phase. In the second stage the amorphous phase was partly converted to crystalline phases while in the third stage, it was completely transformed to crystalline phases. Crystal structures were investigated by XRD and magnetization behavior of the amorphous and crystalline phases were monitored by Mössbauer spectroscopy. Moreover, the morphology of samples was observed by SEM. In the first stage, the amorphous ribbon  $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$  was annealed at 300°C and 350°C for 2 hours in tube furnace by heating rate 4°C/min under argon gas. The XRD patterns were of broad peaks and their hyperfine fields measured by Mössbauer spectrometer indicated from the change of hyperfine field distribution that the samples were still amorphous. In the second stage, the result of XRD of samples annealed at 400°C and 450°C was interpreted as consisting of amorphous and crystalline phases in accordance with broad and sharp XRD peaks. In addition, Mössbauer parameters could be used to identify magnetic structures of amorphous and crystalline phases. Their common crystal structure was of  $\text{Fe}_3\text{B}$ . In the third stage, sharp XRD peaks were found when the samples were annealed at 500°C and 550°C. Mössbauer parameters indicated that they were  $\alpha\text{-Fe}$ ,  $\alpha\text{-Fe(Si)}$  and  $\text{Fe}_2\text{B}$  compounds.

The hyperfine field parameters of these sites were found to depend on the nearest neighbor of iron atoms. If B or Si atoms replaced the iron atoms, the hyperfine field in these crystalline phases would decrease. The SEM images of amorphous ribbon showed a number of bright spots on the surface of samples annealed at the temperatures of 500°C and 550°C only. From these SEM results, it could be concluded that some crystalline phases had occurred.

3836482 SCCP/M : สาขาวิชา : เคมีคัลฟิสิกส์ ; วท.ม. (เคมีคัลฟิสิกส์)

ชัยศักดิ์ อิศโร : ผลึกของแผ่นอะมอर्फัส  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  วัดโดยมอสบาวเออร์สเปกโทรสโคปี (CRYSTALLIZATIONS OF AMORPHOUS RIBBON OF  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  MONITORED BY MÖSSBAUER SPECTROSCOPY) อาจารย์ที่ปรึกษา : พงศ์ทิพย์ วิโนทัย, Ph.D., อรพินท์ รังสิมันต์, Dr.rer.nat., อี มิง ถัง, Ph.D. 83 หน้า. ISBN 974-589-534-2

ผลของการเผาอบแผ่นอะมอर्फัส  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  (Matglas2605S-2) ที่ศึกษาโดยมอสบาวเออร์สเปกโทรสโคปี จากค่าของ hyperfine field, isomer shift, quadrupole และพารามิเตอร์อื่นๆ ที่ได้จากแผ่นอะมอर्फัส สามารถศึกษาการเกิดโครงสร้างผลึกของแผ่นอะมอर्फัสได้

ในช่วงแรกของการเปลี่ยนแปลงยังคงอยู่ในรูปของอะมอर्फัสเฟสทั้งหมด, ส่วนในช่วงที่สองบางส่วนของอะมอर्फัสเฟสเปลี่ยนไปเป็นผลึก ขณะที่ในช่วงที่สามจะมีการเปลี่ยนไปเป็นผลึกอย่างสมบูรณ์ โครงสร้างผลึกเหล่านี้ศึกษาจาก XRD โดยศึกษาพฤติกรรมทางแม่เหล็กของอะมอर्फัสเฟสและผลึกโดยเครื่องมือสเปกโทรมิเตอร์ รวมไปถึงการสังเกตลักษณะภาพจาก SEM ในช่วงแรกของการเผาอบแผ่น  $Fe_{78}B_{13}Si_9$  ที่อุณหภูมิ  $300^{\circ}C$  และ  $350^{\circ}C$  ในเตาเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $4^{\circ}C$  ต่อนาทีภายใต้ก๊าซอาร์กอน จะให้พิก XRD ที่กว้างและจากการวัดค่า hyperfine field โดยมอสบาวเออร์สเปกโทรมิเตอร์จะแสดงการเปลี่ยนแปลง การกระจายของ hyperfine field ที่อยู่ในรูปของอะมอर्फัส ส่วนในช่วงที่สองผลของ XRD ที่  $400^{\circ}C$  และ  $450^{\circ}C$  วิเคราะห์ได้ว่า ประกอบด้วยอะมอर्फัสเฟสและผลึก ซึ่งสอดคล้องกับพิกที่ได้จะมีส่วนที่กว้างและแหลมใน XRD พิก รวมทั้งมอสบาวเออร์พารามิเตอร์สามารถยืนยันถึงโครงสร้างแม่เหล็กของเฟสที่เป็นอะมอर्फัสและผลึก โดยทั้งสองอุณหภูมิแสดงโครงสร้างผลึกของ  $Fe_3B$  สำหรับในช่วงที่สาม ที่อุณหภูมิ  $500^{\circ}C$  และ  $550^{\circ}C$  พบว่าพิกของ XRD จะแหลม และมอสบาวเออร์พารามิเตอร์จะแสดงการเกิดโครงสร้างผลึกในรูปของ  $\alpha-Fe$ ,  $\alpha-Fe(Si)$  และ  $Fe_2B$

ค่าของ hyperfine field ของผลึกเหล่านี้ พบว่าจะขึ้นกับอะตอมของเหล็กข้างเคียง ถ้าอะตอมของโบรอน หรือ ซิลิกอน ไปแทนที่อะตอมของเหล็กเดิมค่า hyperfine field ในผลึกเหล่านี้จะลดลง ส่วนภาพจากกล้อง SEM ของแผ่นอะมอर्फัส หลังจากเผาที่อุณหภูมิต่างๆ จะแสดงจำนวนจุดสีขาวกระจายอยู่บนผิวของแผ่นอะมอर्फัสที่อุณหภูมิการเผา  $500^{\circ}C$  และ  $550^{\circ}C$  เท่านั้น ผลจากภาพ SEM นี้สามารถสรุปได้ว่าบางผลึกเกิดขึ้น