

dc_214_11

**HATÁRFELÜLETEK ÉS SZENNYEZŐK
NANOSTRUKTÚRÁLT ANYAGOKBAN**

doktori értekezés tézisei

Balogh Judit

2011

MTA SZFKI

BEVEZTÉS

A néhány nanométeres méretű vagy a nanométeres skálával jellemezhető szerkezetű anyagok előállítása és vizsgálata napjainkban a tudományos és technológia kutatások középpontjában áll, sok eredmény már gyakorlati hasznosításra is került. A nanostruktúrák az egyszerű nanokristályos fémektől a bonyolult szerves nanoszerkezetekig sokféle anyagot ölelnek fel. A méretek kicsinységén kívül ezek közös jellemzője, hogy a határfelületeken elhelyezkedő atomok száma megközelíti, vagy esetleg meghaladja a szerkezeti egység belsejében levő atomok számát és számos alkalmazás szempontjából a határfelületi atomok tulajdonságai döntő fontosságúak (pl. katalizátorok, orvosi alkalmazások). Valójában nem is egy felületről, hanem egy határfelületi rétegről kell beszélnünk, ha mindazokat az atomokat tekintjük, amelyeknek a rövidtávú (lokális) környezete eltér a nanoszerkezet belsejében lévő atomok lokális környezetétől. Ennek a határfelületi rétegnek a szerkezete, kémiai összetétele és vastagsága – az adott összetevők atomi tulajdonságain túl – általában függ a nanoszerkezet előállításának körülményeitől is. Szennyező atomok jelenléte szinte minden mintaelőállítási technológia esetén felvetődik, de a határfelületi réteg megnövekedett aránya miatt azok beépülése a szerkezetbe sokkal nehezebben kerülhető el, mint tömbi anyagok esetén és kimutatásuk vagy helyzetük meghatározása is nehezebb. A határfelületi réteg és az esetlegesen beépülő szennyező atomok természetesen jelentősen befolyásolják az anyag fizikai tulajdonságait és fontos, hogy hatásukat különválasszuk a méretcsökkenésből származó változásoktól. Jelen munka a mágnességet mutató egyszerű, egyfázisú nanokristályos anyagokban és különböző nanométeres skálájú kompozit anyagokban végzett ilyen irányú kutatásaimat foglalja össze.

A KUTATÁSOK TÁRGYA

A folyadék állapotból történő lassú kristályosodás során kialakuló szerkezet többnyire polikristályos, azaz a különböző orientációjú egykristály-tartományokat szemcsehatár-tartományok választják el egymástól. Az olvadékból lassú hűtéssel előállított kristályos anyagok többsége esetén az egykristály-tartományok mérete a mikrométeres skálán jellemezhető. A nanokristályos anyagok – azaz olyan polikristályos anyagok ahol az egykristály-szemcsék a nanométeres tartományba esnek – az 1980-as évek elején kerültek az érdeklődés középpontjába mint ígéretes új típusú anyagok. Ebben nem elhanyagolható szerepe volt a nem sokkal korábban felfedezett amorf ötvözetek, vagy más néven fémüvegek,

rohamosan bővülő kutatásának, ahol a mintaelőállítás során a lehűtési sebességtől függően esetenként a nanokristályos állapot volt megfigyelhető. A két anyagsalád rokonsága – a mind az előállításukhoz használatos módszerekben, mind pedig a vizsgálatukkal foglalkozó kutató csoportokban tapasztalható átfedéseken túl – abban is megnyilvánul, hogy a nanokristályos szemcseméret csökkenésével az amorf és a nanokristályos szerkezet a szerkezetvizsgálatra széles körben használt diffrakciós módszerekkel egyre kevésbé megkülönböztethető egymástól.

A kezdetben előállított amorf ötvözetek fém- és metalloidd-összetevőket egyaránt tartalmazó többkomponensű anyagok voltak és a kísérleti vizsgálatok nemsokára nyilvánvalóvá tették, hogy ez hozzájárult mind az előállíthatósághoz, mind a szobahőmérsékleten mutatott évtizedes skálájú stabilitáshoz. Ennek ellenére sok kísérlet történt tiszta fémek amorf formában történő előállítására is, és talán nem meglepő, hogy a nanokristályos anyagok kutatása ezen a területen indult meg először. Nanokristályos fémeket először az úgynevezett hideg kondenzációs módszerrel sikerült előállítani, melynek során a fém jó hővezetésű héliumgáz áramoltatása közben párologtatják úgy, hogy egy hűtött felületen kondenzálódjon. Az így nyert fémszemcséket összegyűjtik és tömörítik. Az ilyen típusú anyagokon történt kezdeti kutatások sokáig rányomták bélyegüket a nanokristályos anyagok szerkezetéről alkotott képre. A nanokristályos és a polikristályos szemcsehatár között kezdetben látni vélt jelentős különbségeket valójában az így előállított minták nem tökéletes tömörítése és az ennek következtében megnövekedett felület, illetve az ezen kötött oxigén hatása okozta. A nanokristályos és a különböző nanostruktúrált kompozit anyagok előállításának módszerei később rohamosan bővültek, és ezek nyomán világossá vált, hogy a szemcsehatárok szerkezetét az előállítás módja alapvetően befolyásolja.

A nanokristályos állapot létrehozásának egyik legegyszerűbb módja a mechanikai őrlés. Ezt a mindennapi élet számos területén már régóta alkalmazott módszert az 1960-as években kezdték alkalmazni fémes elemet tartalmazó finom szemcsés kompozit anyagok létrehozására. A különböző típusú golyósmalmokban történő megvalósítás során egy lezárt tégelyben gyorsan mozgó golyók végzik a folyamatos őrlést, miközben egymással vagy a tégely falával ütköznek. Az ütközések során a golyók vagy a golyók és a fal közé kerülő anyagban a mechanikai őrlés során két alapvető folyamat zajlik. Egyrészt az ütés hatására egy-egy anyagszemcse kettéhasadhat, másrészt az is előfordulhat, hogy két szemcse összetapad. Közben a szemcséket állandó deformációs hatások is érik, aminek következtében mechanikai feszültség halmozódik fel bennük. Megfelelő idő elteltével ezek a folyamatok azt eredményezik, hogy az őrlt por tipikusan néhányszor 10 mikron méretű szemcséin belül nanokristályos szerkezet alakul ki.

Ha a mechanikai őrlésnek nem egy egyszerű fémeket vetünk alá, hanem összetettebb anyagokat, a nanokristályosodás mellett más érdekes jelenségek is bekövetkezhetnek. Az őrlés hatására például a kémiaiilag rendezett fémközi ötvözetekben a rendezettség mértéke csökkenhet, de a nanokristályokban felhalmozódó mechanikai és kémiai többletenergia fázisátalakulásokhoz is vezethet és esetenként amorf állapot is létrejöhet. Még változatosabbak a lehetőségek, amikor több komponens keverékéből indulunk ki és az őrlés hatására mechanikai ötvöződés vagy kémiai reakció következhet be. Korábban nem ismert összetételű vagy szerkezetű, többnyire termodinamikailag metastabil anyagok széles skálája állítható elő ilyen módon. A nanokristályos szerkezet önmagában sem egyensúlyi állapot, hőkezelés hatására tiszta fémek esetében is felszabadul a szemcséhatárokon tárolt mechanikai többletenergia, és az anyag átkristályosodik a szokásos polikristályos szerkezetbe.

Nanokristályos szemcsék az amorf állapotból kiindulva is létrehozhatók. Az előállítható amorf anyagok mindig két vagy többkomponensű ötvözetek és már a kezdeti kristályosodási vizsgálatok során kiderült, hogy a kristályosodás többnyire valamelyik komponens kiválásával kezdődik. Például a kiterjedten vizsgált Fe-B amorf ötvözetekben 25 at%-nál kisebb B-tartalom esetén a kristályosodás első lépcsőjében Fe válik ki. Ebben a kétkomponensű anyagban azonban a Fe-szemcsék mérete a hőkezelés során igen gyorsan eléri a mikronos tartományt és a kristályosodás második lépcsője, amikor a visszamaradt amorf ötvözet is kikristályosodik, jelentősen átfed az első folyamattal. Az első anyagcsaládot, amelyben a kristályosodás két lépcsőjének hőmérséklete jól elkülönül és az első lépcsőben a szemcsenövekedés folyamata megáll a néhány nanométeres méret elérése után, 1988-ban fedezték fel. Az így előállított kristályos-amorf nanokompozitok a ma ismert anyagok körében a lehető legjobb lágmágneses tulajdonságokkal rendelkeznek, azaz kis koercitív erő és nagy mágneses indukció kombinációjával. Ezekben ötvöződni látszik az amorf anyagok kis mágneses anizotrópiája a kristályos anyagok nagyobb telítési mágnességével. Az általunk vizsgált Fe-Co-Zr-B-Cu összetételű anyagokkal 1998-ban kezdtek el foglalkozni mint a magashőmérsékleti alkalmazások szempontjából ígéretes anyaggal.

Amorf vagy nanokristályos ötvözetek kémiai módszerekkel történő előállítása az 1980-as évek közepétől kezdődően nyert egyre nagyobb teret. Ez a módszer általában valamilyen átmeneti fém karbonil-vegyületének különböző oldószerekben hő hatására történő elbomlását használja fel atomi skálájú átmenetifém-szemcsék létrehozására. Az a felfedezés, hogy nagy intenzitású ultrahangos besugárzással (szonokémiai úton) az ilyen típusú előállítás hatásfoka növelhető és az oldószeren átbuborékolatott különböző gázok segítségével az anyagi összetételek skálája is kiterjeszthető, széles körű kutatásokat indított el ezen a területen is.

A nagyvákumban párologtatással történő multiréteg-előállítás már hosszú múlttal rendelkező technológia és a nagytisztaságú félvezető rétegek előállításának igénye jelentős technikai fejlődést eredményezett az elmúlt évtizedekben. Ha nem alkalmazunk egykristály-hordozóanyagot és az epitaxiális, azaz kristályszerkezetileg illeszkedő, rétegnövesztéshez szükséges speciális eljárásokat, úgy a nanométerekben mérhető vastagságú rétegek szerkezete is nanokristályos lesz. A minták atomi rétegenkénti felépítése tág lehetőséget ad különböző típusú mesterséges anyagok létrehozására: például az egymással nem keveredő elemekből is létrehozhatók olyan kompozit anyagok, amelyekben az összetevők eloszlása az atomi skálához közelítő mértékben változtatható. A néhány nanométer vastag rétegekből felépített multirétegekben számos érdekes, a tömbi anyagok körében nem tapasztalható mágneses jelenség lép fel. Ilyen jelenségek például a mágneses csatolás jellegének változása a mágneses rétegeket elválasztó réteg vastagságával, az óriás mágneses ellenállás vagy a ferromágneses és antiferromágneses rétegek között kialakuló csatolás következtében történő hiszterézishurok-eltolódás, angol kifejezéssel exchange-bias. Ezek mindegyikét alapvetően befolyásolja a határrétegek felépítése és itt azzal a speciális problémával is szembesülnünk kell, hogy egy mintán belül is különbség lehet a határrétegek között, attól függően, hogy a növesztés irányához viszonyítva az adott réteg alján vagy tetején találhatók. Az alsó és felső határrétegek szerkezetének és elemeloszlásának vizsgálata alapvetően fontos a tömbi anyagok körében nem tapasztalható mágneses jelenségek megértéséhez, és egyre fontosabbá válik a különböző technikai alkalmazások számára is. A felületek atomi érzékenységgű letapogatásának technikája a pásztázó alagútmikroszkóp felfedezése óta rohamos léptékben fejlődött, de az eltemetett határfelületek kísérleti vizsgálata nanométeres skálájú multirétegekben továbbra sem egyszerű probléma.

Amikor egy elemi réteg vastagsága megközelíti az atomi távolságokat, külön határréteg már nem különböztethető meg, a réteg maga egy kvázi kétdimenziós határfelület lesz. A kétdimenziós mágneses rendszerek tulajdonságai már régóta intenzív kutatások tárgya. Az elméleti modellszámítások alapján egyetértés található abban, hogy egy egyatomos réteg csak nem elhanyagolható mágneses anizotrópia esetében lehet ferromágneses. A tömbi viselkedésből a kétdimenziós viselkedésbe való átmenet során, azaz a rétegvastagság csökkenésével, elméletileg és kísérletileg egyaránt jellegzetes változások figyelhetők meg. Csökken a mágneses fázisátalakulás hőmérséklete, változik a mágnesezettség hőmérsékletfüggése és a mágneses anizotrópia. A kísérleti eredmények értelmezésénél azonban általános problémaként vetődik fel, hogy milyen szerepet játszanak a megfigyelt változásokban a rétegek különböző jellegű tökéletlenségei (lépcsők, felületi durvaság, véges

laterális kiterjedés, stb.) és a szennyezők, illetve a rétegnövekedés során fellépő atomi keveredés.

CÉLKITÚZÉSEK

A nanostruktúrált anyagok különleges mágneses tulajdonságai a kutatásoknak egy jelentős területe. A méretskála csökkenése hatással van az alapvető mágneses jellemzőkre (például mágneses anizotrópia, hőmérsékleti viselkedés) és a tömbi anyagokban nem tapasztalható jelenségekre vezethet (például szuperparamágnesség, óriás mágneses ellenállás). A méret csökkenésével azonban a felület vagy a határrétegek anyagi tulajdonságai is befolyásolják a mágneses viselkedést. Kutatásaim célkitűzése az volt, hogy Fe-atomok lokális környezetének vizsgálatán keresztül tanulmányozzam nanokristályos anyagok határrétegének szerkezetét és szétválasszam a szerkezeti jellemzők és a kémiai keveredés, illetve az esetleges szennyező atomok jelenlétének hatását a mágneses tulajdonságokra. Ennek feltétele volt, hogy meghatározzam a szemcseméret, a kémiai összetétel, és a határfelületi viselkedés függését a mintakészítési paraméterektől. A vizsgálatokhoz az előállítási módszerek széles körét alkalmaztam, és amikor ez lehetséges volt, összehasonlítottam különböző eljárásokkal készített hasonló típusú anyagokat. Ez hozzájárult az egyes nanokristály-előállítási technikákra jellemző speciális tulajdonságok feltérképezéséhez is. Vizsgálataim fontos célja volt, hogy azonosítsam azokat a szerkezeti vonásokat, amelyek az egyes esetekben tapasztalt nem szokványos tömbi mágneses viselkedés hátterében állnak.

VIZSGÁLATI MÓDSZEREK

Alapvető módszerként a ^{57}Fe -izotóp hiperfinom paramétereinek laboratóriumi, azaz ^{57}Co radioaktív forrást alkalmazó Mössbauer-spektroszkópiai mérését alkalmaztam. A rövidtávú rendet tükröző hiperfinom paraméterek értelmezéséhez esetenként felhasználtam direkt szerkezetvizsgálati módszerek (röntgendiffrakció, elektronmikroszkópia) eredményeit is. A Fe-atomok lokális mágneses tulajdonságainak a hőmérséklettől és külső mágneses tértől való függését a tömbi mágneses és esetenként mágneses ellenállás-mérések eredményeivel kiegészítve magyaráztam.

ÚJ TUDOMÁNYOS EREDMÉNYEK

1. Vizsgáltam a tck-Fe mechanikai őrléssel történő nanokristályosítási folyamatát és kritikusan elemeztem az irodalomban kiterjedten feltételezett, nem-szokványos szemcsehatár-szerkezet lehetőségét. Megmutattam, hogy a mechanikai őrléssel előállított nanokristályos, tércentrált köbös szerkezetű Fe (továbbiakban tck-Fe) tömbi értéktől eltérő hiperfinomtér-komponensei döntően a megmunkálás során beötvöződő Cr-szennyezők hatásával magyarázhatók. Megmutattam, hogy ezen komponensek arányának hőkezelés hatására történő csökkenése a nanokristályos szerkezet következménye. A felületi atomok megnövekedett hányada és a még nagyvákuum körülmények között is bizonyos mértékig jelenlévő oxigén, a Cr-szennyezők oxidációját és a mechanikai ötvözéssel létrehozott Fe-Cr ötvözetből történő kiválását eredményezik a hőkezelés során. Ezek az eredmények rávilágítottak egyes, a különleges szemcsehatár-szerkezetre vonatkozó irodalmi állítások tarthatatlanságára. Rámutattam továbbá, hogy az elektronmikroszkópos és Mössbauer-spektroszkópiai eredmények téves értelmezésén alapult az a feltevés, amely szerint mágneseszen rendezett lapcentrált köbös Fe jöhet létre nanokristályos tck-Fe hőkezelése során; a Mössbauer-spektrum C-szennyezők jelenlétét valószínűsítette a mintában. [5, 6, 7, 8]
2. A Fe-B fémközi ötvözetek mechanikai őrléssel történő nanokristályosítási folyamatának vizsgálata során kimutattam, hogy Fe-szennyezők hozzáadása elősegíti mind a kristályos Fe-B fázisok (FeB és Fe₂B) amorfizálódását, mind az amorf Fe-B ötvözet kristályosodását a mechanikai őrlés során. Ezek a folyamatok, figyelembe véve az acélszerszámok használata következtében a mechanikai őrlés közben folyamatosan növekvő Fe-koncentrációt, egy lehetséges magyarázatát adják annak az irodalomban leírt jelenségnek, hogy a FeB, illetve a Fe₂B nanokristályosítása során, az őrlési időtől függően, más kristályos fázisok (Fe₂B, illetve Fe) megjelenése és amorf Fe-B ötvözet kialakulása is megfigyelhető. [1, 3]
3. Mössbauer-spektroszkópia alkalmazásával vizsgáltam a szonokémiai eljárást alkalmazó módszer hatékonyságát nanokristályos anyagok előállítására. A szonokémiai úton előállított nanoszemcsés vasból áramló NH₃ és H₂ gáz keverékében hőkezeléssel előállított nanokristályos mintáról kimutattam, hogy többségében Fe₄N összetételű, amit röntgen-diffrakciós mérés is alátámasztott. A többségi fázis mellett a röntgendiffrakciós mérésekkel nem kimutatható kis mennyiségű egyéb fázis - főleg amorf Fe₂O₃ - jelenlétét

is bizonyítottam. Az $\text{Fe}(\text{CO})_5$ és $\text{Co}(\text{NO})(\text{CO})_3$ kiinduló anyagokból szonokémiai úton előállított minta esetén a röntgendiffrakciós méréssel egyezően csak CoFe_2O_4 fázist azonosítottam a mintában. A minta szuperparamágneses viselkedését vizsgálva igazoltam az anyag nanoszemcsés szerkezetét. A paramágneses hányad hőmérsékletfüggése alapján becsült néhány nanométeres szemcseméretet transzmissziós elektronmikroszkópos mérések is igazolták. [2, 4]

4. Gyorshűtött $(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{90}\text{Zr}_7\text{B}_2\text{Cu}_1$ amorf szalagból hőkezeléssel előállított nanokristályos-amorf kompozit mintákban vizsgáltam a vas kobalttal történő helyettesítésének hatását a nanokompozit szerkezetére. Az átmenetifém- és a metalloid-összetevők állandó arányával magyarázhatóan, a nanokristályos szemcsék átlagos mérete és száma nem változott, de Mössbauer-spektroszkópiai mérésekkel kimutattam, hogy a Fe- és Co-atomok nem az összetételnek megfelelő arányban válnak ki az amorf mátrixból a hőkezelés során. A kiinduló amorf ötvözetben a Co mennyiségét növelve, a hőkezelés után visszamaradó amorf ötvözet egyre Fe-szegényebb, míg a nanokristályos szemcsék egyre Fe-dúsabbak lesznek. Ezt a Co-B és Co-Zr rendszerekben tapasztalható, a Fe-B és Fe-Zr rendszerekhez viszonyítva erősebb kémiai kölcsönhatással magyaráztam. [8, 9]
5. A nem mágneses, rendezett B2 szerkezetű FeAl ötvözetből mechanikai őrléssel és azt követő hőkezeléssel olyan kémiaiilag továbbra is rendezett nanokristályos FeAl ötvözetet állítottam elő, ami mágneses viselkedést mutat. A mágneses Fe-atomok megjelenése elsősorban a mechanikai megmunkálás során létrejövő antifázisú szemcsehatároknak tulajdonítható, amelyekben minden Fe-atomnak 4 Fe-szomszédja is van. A Mössbauer-spektroszkópiai és a röntgendiffrakciós eredmények összevetésével megmutattam, hogy ezek elsősorban a néhány nanométeres szemcsék felületén helyezkednek el. Ez a felületi vasban dús réteg spinűveg jellegű mágneses viselkedést mutat, a mágneses momentumok között kimutatható ferromágneses jellegű csatolás ellenére. A nem szokványos mágneses viselkedést a néhány nanométeres szemcsék felületén lévő, átlagosan 2 atomi réteg vastagságú mágneses Fe-réteg szokatlanul nagy mágneses anizotrópiájával magyaráztam. Hasonlóan nem szokványos mágneses viselkedést mutattam ki Fe-Al multirétegek esetén azon Fe rétegvastagság tartományban, ahol egy, feltehetően Al_5Fe_2 összetételű, nem mágneses határréteg kialakulása mellett már a tck-Fe réteg felépülése is elkezdődik. A mért hiperfinom terek alapján a szokatlanul nagy mágneses anizotrópia ez esetben is a 4 Fe és 4 Al-szomszédval rendelkező Fe-atomokkal hozható összefüggésbe. [11, 13, 15]

6. Vákuum párologtatással előállított Fe-Ag granuláris multirétegekben kimutattam, hogy az Ag rétegvastagság növelése csökkenti az Ag-rétegek között kialakuló Fe-szemcsék méretét. Az átlagos szemcseméretet a szuperparamágneses viselkedés alapján, a hiperfinom térnek a külső mágneses tértől való függéséből határoztam meg és alátámasztottam a statikus, mágneses relaxáció és mágneses kölcsönhatások által nem befolyásolt, hiperfinomtér-eloszlások meghatározásával is. A statikus hiperfinomtér-eloszlásokból egy egyszerű modell - ami gömb alakú szemcséket, éles Fe-Ag határfelületeket és a hiperfinom térben csak elsőszomszéd-hatásokat tételez fel - alapján meghatározott átlagos szemcseméretet jól egyeztek a hiperfinom terek, illetve a mágnesezettség hőmérséklet és mágneses tér függéséből meghatározott átlagos szemcseméret értékekkel. Ezekkel a vizsgálatokkal egyúttal egyértelmű kísérleti bizonyítékát adtam annak, hogy korábbi állításokkal szemben, az Ag-réteg, hasonlóan más nem mágneses rétegekhez, csökkenti a vele határos Fe-atomok hiperfinom terét. [14]
7. Egységes magyarázatot adtam az Ag/Fe/Ag hármarréteg és különböző rétegvastagságú Fe/Ag multirétegek óriás mágneses ellenállás jellegű viselkedésére. A 12T mágneses térben sem telítődő és a minta síkjában alkalmazott térben az áram ehhez viszonyított irányától független mágneses ellenállást az Ag-rétegbe keveredett, néhány atomnyi méretű Fe-klaszterek jelenlétével magyaráztam. Mössbauer-spektroszkópiai mérésekkel megmutattam, hogy az ilyen kis klaszterekben található Fe-atomok száma még az ultravékony Fe-rétegekből felépülő, ún. granuláris multirétegekben is csak 1% alattinak becsülhető. Ezek hatása a néhány atom méretű mágneses klasztereken és a nagyobb ferromágneses szemcséken együttesen történő elektronszórási folyamatokon keresztül válik kimutathatóvá a mágneses ellenállásban. [10, 12]
8. Új, az eddig alkalmazott módszereknél hatékonyabb megközelítést javasoltam annak vizsgálatára, hogy multirétegek esetén az egyes rétegeknek a növesztési irány szempontjából alsó, illetve felső határrétegei miben különböznek egymástól. Három-elemű multirétegek rétegsorrend-permutációját alkalmazva, Fe/B/Ag és Fe/Ag/B multirétegek vizsgálatával, az irodalomban elsőként mutattam meg, hogy a Fe/B és a B/Fe határrétegek különbözőek. A rétegnövekedés során történő diffúzió hatására a Fe/B határrétegben, azaz amikor a B réteg a már kialakult Fe-rétegen nő, egy bór dúsabb, míg a B/Fe határrétegben, azaz amikor a Fe-réteg nő a B-rétegen, egy bórban szegényebb, de mindkét esetben egy széles koncentráció-eloszlást lefedő amorf ötvözetből álló határréteg jön létre. [16]

A TÉZISEK ALAPJÁUL SZOLGÁLÓ KÖZLEMÉNYEK

1. J. Balogh, L. Bujdosó, T. Kemény and I. Vincze:
Mechanical milling of Fe-B intermetallics
J. Phys. Cond. Mat. 9, L503 (1997)
2. Y. Koltypin, X. Cao, R. Prozorov, J. Balogh, D. Kaptás and A. Gedanken:
Sonochemical synthesis of iron nitride nanoparticles
J. Mater Chem. 7, (12) 2453 (1997)
3. J. Balogh, L. Bujdosó, D. Kaptás, T. Kemény and I. Vincze:
The role of impurities in the crystallization of ball-milled amorphous alloys
Materials Science Forum 269-272, 63 (1998)
4. K. V. P. M. Shafi, A. Gedanken, R. Prozorov and J. Balogh:
Sonochemical Preparation and Size-dependent Properties of Nanostuctured CoFe₂O₄ Particles
Chemistry of Materials 10, 11, 3445 (1998)
5. J. Balogh, T. Kemény, I. Vincze, S. Szabó, D. Beke and J. Tóth:
Comment on the "Grain boundary structure and magnetic behavior in nanocrystalline ball-milled iron".
Physical Review B 59, 14786 (1999)
6. J. Balogh, D. Kaptás, T. Kemény, I. Vincze, and G. Radnóczy:
Comment on "Magnetically Ordered fcc Structure at the Relaxed Grain Boundaries of Pure Nanocrystalline Fe"
Phys. Rev. Letters 82, 4150 (1999)
7. J. Balogh, L. Bujdosó, D. Kaptás, T. Kemény, I. Vincze, S. Szabó, D.L. Beke:
Mössbauer study of the interface of iron nanocrystallites
Physical Review B 61, 4109 (2000)
8. T. Kemény, D. Kaptás, L.F. Kiss, J. Balogh, I. Vincze, S. Szabó, D.L. Beke:
Structure and magnetic properties of nanocrystalline soft ferromagnets
Hyperfine Interactions 130, 181 (2000)

9. T.Kemény, D.Kaptás, L.F.Kiss, J.Balogh, L.Bujdosó, J.Gubicza, T.Ungár, I.Vincze:
Structure and magnetic properties of nanocrystalline $(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{90}\text{Zr}_7\text{B}_2\text{Cu}_1$ ($0 \leq x \leq 0.6$)
Applied Physics Letters 76, 2110 (2000)
10. J. Balogh, L.F. Kiss, A. Halbritter, I. Kézsmárki, G. Mihály:
Magnetoresistance of Ag/Fe/Ag and Cr/Fe/Cr trilayers
Solid State Communications 122, 59 (2002)
11. L.F. Kiss, D. Kaptás, J. Balogh, L. Bujdosó, T. Kemény, I. Vincze, J. Gubicza:
Rigid magnetic foam-like behavior in ball-milled FeAl
Physical Review B 70, 012408 (2004)
12. M. Csontos, J. Balogh, D. Kaptás, L. F. Kiss, A. Kovács, and G. Mihály:
Magnetic and Transport Properties of Fe-Ag granular multilayers
Physical Review B 73, 184412 (2006)
13. D. Kaptás, J. Balogh, T. Kemény, L.F. Kiss, L. Bujdosó, A. Kovács, A. Hirata, and I. Vincze:
Mössbauer study of ultra-thin Fe/Al multilayer films
Physical Review B 75, 014417 (2007)
14. J. Balogh, D. Kaptás, I. Vincze, K. Temst, and C. Van Haesendonck:
Determination of the size of Fe grains in Ag by Mössbauer spectroscopy
Physical Review B 76, 052408 (2007)
15. L. F Kiss, J. Balogh, D. Kaptás, T. Kemény, and I. Vincze:
Magnetic Properties of Ball-milled Fe-rich $\text{Fe}_{50+x}\text{Al}_{50-x}$ Alloys
Rev. Adv. Mater. Sci. 18, 505-508 (2008)
16. J. Balogh, L. Bujdosó, D. Kaptás, T. Kemény, I. Vincze, A. Kovács, and L. Tóth:
Interface properties in sequence permutated Fe–B–Ag multilayers
Journal of Applied Physics 105, 104303 (2009)