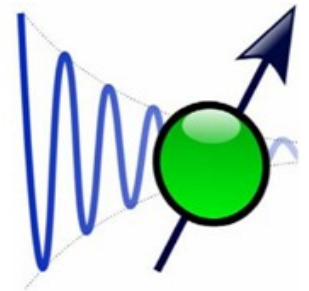


**KATEDRA FIZYKI**

**WYDZIAŁ INŻYNIERII PRODUKCJI  
I TECHNOLOGII MATERIAŁÓW  
POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA**



**LABORATORIUM Z PRZEDMIOTU  
METODY REZONANSOWE**



**ĆWICZENIE NR MR-6**

**JAKOŚCIOWA I ILOŚCIOWA ANALIZA FAZOWA  
STOPÓW ŻELAZA Z WYKORZYSTANIEM EFEKTU  
MÖSSBAUERA**

## I. Wstęp teoretyczny

Efekt Mössbauera jest zjawiskiem bezdrzutowej emisji i absorpcji promieniowania gamma, zwany spektroskopią mössbauerowską lub rezonansową spektroskopią promieniowania gamma.

Jądro atomowe może znajdować się w stanie podstawowym (stanie o najniższej energii) bądź też w stanie wzbudzonym. Szerokość połówkowa rozmycia energetycznego stanu wzbudzonego,  $\Gamma$ , związana z zasadą nieoznaczoności Heissenberga, dana jest wzorem:

$$\Gamma = \hbar/\tau \quad (1)$$

gdzie:  $\hbar$  – stała Plancka podzielona przez  $2\pi$ ,

$\tau$  – średni czas życia wzbudzonego poziomu jądrowego.

Przejściu jądrowemu ze stanu wzbudzonego o energii  $E_n$  do stanu o niższej energii  $E_k$  towarzyszy emisja kwantu  $\gamma$ :

$$E_\gamma = E_n - E_k - E_R \quad (2)$$

gdzie  $E_R$  jest energią odrzutu jądra, która wyraża się wzorem:

$$E_R = \frac{E_\gamma^2}{2mc^2} \quad (3)$$

gdzie:  $m$  – masa jądra,  $c$  – prędkość światła.

Energia odrzutu jądra w porównaniu z energią kwantu  $\gamma$  jest bardzo mała, ale mimo wszystko przewyższa wartość szerokości połówkowej wzbudzonego poziomu jądrowego. Oprócz przejść emisyjnych ( $n \rightarrow k$ ) mogą zachodzić także przejścia absorbcyjne ( $k \rightarrow n$ ), którym może towarzyszyć strata energii kwantu  $\gamma$  na odrzut emitującego lub absorbującego jądra (przejście z odrzutem), ale nie musi (przejście bezdrzutowe). Zależy to od tego czy kwant  $\gamma$  wymienia pęd tylko z pojedynczym jądrem atomowym, czy z całą siecią krystaliczną źródła lub absorbenta. W pewnych stanach drgań sieci krystalicznej, ze względu na skwantowanie jej energii wewnętrznej, niemożliwe staje się wykreowanie lub anihilacja fononu (tzw. proces bezfononowy), a więc nie może nastąpić odrzut jądra emitującego lub absorbującego kwant  $\gamma$ . Zasada zachowania pędu wymusza co prawda odrzut, ale jest on wówczas przejmowany przez cały kryształ a nie pojedynczy atom. Umożliwia to praktycznie bezdrzutową absorpcję (emisję) kwantów  $\gamma$ , których rozkład energetyczny wyraża się wzorem:

$$U(E) = \frac{2}{\pi \cdot \Gamma} \cdot \frac{(\Gamma/2)^2}{(E - E_\gamma)^2 + (\Gamma/2)^2} \quad (4)$$

gdzie  $E_\gamma$  jest energią przejścia mössbauerowskiego. Jest to rozkład lorentzowski o szerokości połówkowej  $\Gamma$ , równej szerokości poziomu mössbauerowskiego. Prawdopodobieństwo zajścia procesu bezfononowego wyraża się wzorem:

$$f = \exp(-k^2 \cdot \langle x^2 \rangle) \quad (5)$$

gdzie  $k$  jest długością wektora falowego promieniowania  $\gamma$ , a  $\langle x^2 \rangle$  średnią wartością kwadratu wychylenia drgającego atomu w kierunku  $k$ . Przy założeniu, że drgania są harmoniczne, a ich rozkład debye'owski, równanie (5) można zapisać jako:

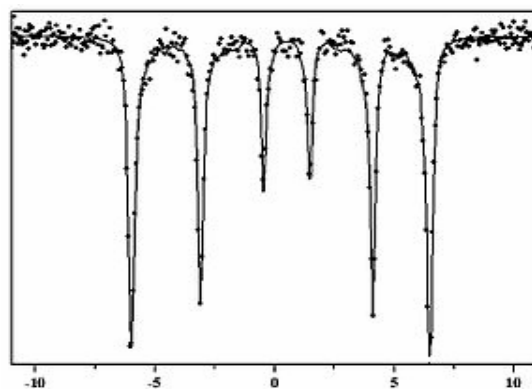
$$f = \exp\left[-\frac{3E_\gamma^2}{4mc^2k\Theta} \left(1 + 4\left(\frac{T}{\Theta}\right)^2 \int_0^{\frac{\Theta}{T}} \frac{zdz}{e^z - 1}\right)\right] \quad (6)$$

gdzie  $\Theta$  jest temperaturą Debye'a. Współczynnik  $f$  jest nazywany współczynnikiem emisji (absorpcji) bezdrzutowej lub współczynnikiem Mössbauera–Lamba.

Opisane zjawisko rezonansowej absorpcji (emisji) kwantów  $\gamma$  zostało wykorzystane w technice pomiarowej nazwanej spektroskopią mössbauerowską. Polega ona na kontrolowanej modyfikacji energii wyemitowanych bezdrzutowo kwantów  $\gamma$ , a następnie ich bezdrzutowej absorpcji w badanym materiale. Pojawiające się w widmie kwantów  $\gamma$  linie absorpcyjne niosą użyteczne informacje m.in. o poziomach jądrowych absorbenta oraz o oddziaływaniach jego jąder z otoczeniem. Modyfikację energii kwantów  $\gamma$  uzyskuje się, korzystając z efektu Dopplera poprzez nadanie źródłu promieniowania prędkości  $v$  względem absorbenta. Zmiana energii kwantów  $\gamma$ ,  $\Delta E$ , wyraża się wówczas wzorem:

$$\Delta E = \frac{v}{c} E_\gamma \quad (7)$$

Kwenty promieniowania  $\gamma$  po przejściu przez próbkę są rejestrowane przez detektor (np. licznik proporcjonalny) i zapamiętywane w kanałach odpowiadających różnym prędkościom źródła. Ze względu na liniową zależność  $\Delta E(v)$  pozwala to w prosty sposób rozróżnić kwanty o różnych energiach. Na rysunku 1 przedstawiono przykładowe widmo Mössbauera.

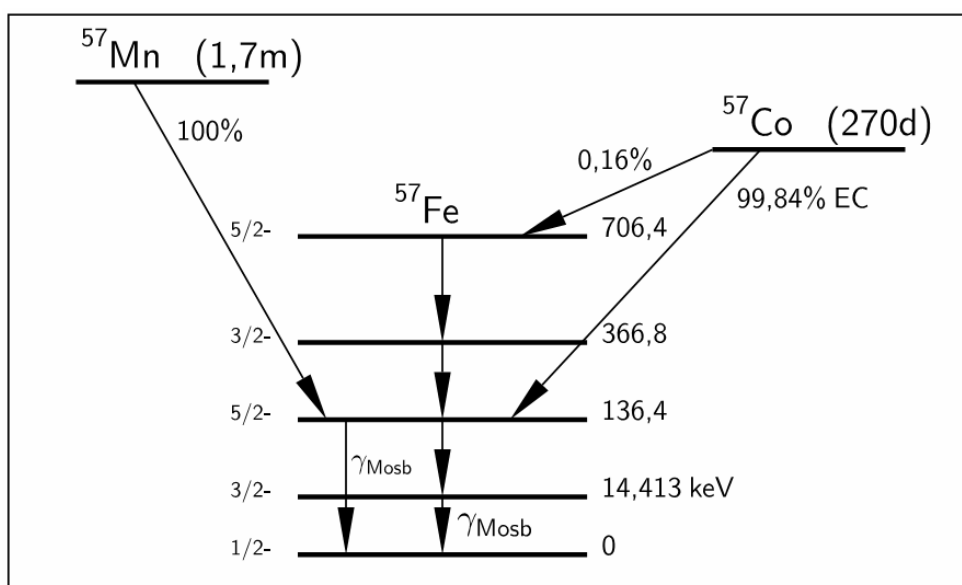


Rys. 1. Widmo Mössbauera.

W tabeli 1 podane zostało zestawienie wartości parametrów charakteryzujących izotop  $^{57}\text{Fe}$ , istotnych z punktu widzenia spektroskopii mössbauerowskiej, a na rysunku 2 przedstawiono schemat poziomów jądrowych tego izotopu.

Tab. 1: Wartości parametrów charakteryzujących izotop mössbauerowski.

Procentowa zawartość izotopu $^{57}\text{Fe}$	2.14 %
Energia kwantu $\gamma$ , $E_\gamma$	14.413 keV
Szerokość połówkowa, $\Gamma$	4.665 neV = 0.097 mm/s
Średni czas życia, $\tau$	141.11 ns
Energia odrzutu, $E_R$	1.956 meV
Całkowity współczynnik konwersji wewnętrznej, $\alpha$	8.21
Przekrój czynny dla ścisłego rezonansu, $\sigma_0$	2557.54 mb
Dipolowy moment magnetyczny $\mu$	
- dla poziomu mössbauerowskiego	-0.155 $\mu_N$
- dla poziomu podstawowego	+0.091 $\mu_N$
Kwadrupolowy moment elektryczny $Q$	
- dla poziomu mössbauerowskiego	+0.21 barn
- dla poziomu podstawowego	0
Spin i parzystość	
- dla poziomu mössbauerowskiego	3/2 <sup>-</sup>
- dla poziomu podstawowego	1/2 <sup>-</sup>
Źródło	$^{57}\text{Co}$ $T_{1/2} = 270$ dni
Przeliczenie jednostek $1 \text{ mm/s} =$	48.0766 neV



Rys. 2: Schemat poziomów jądrowych izotopu  $^{57}\text{Fe}$ .

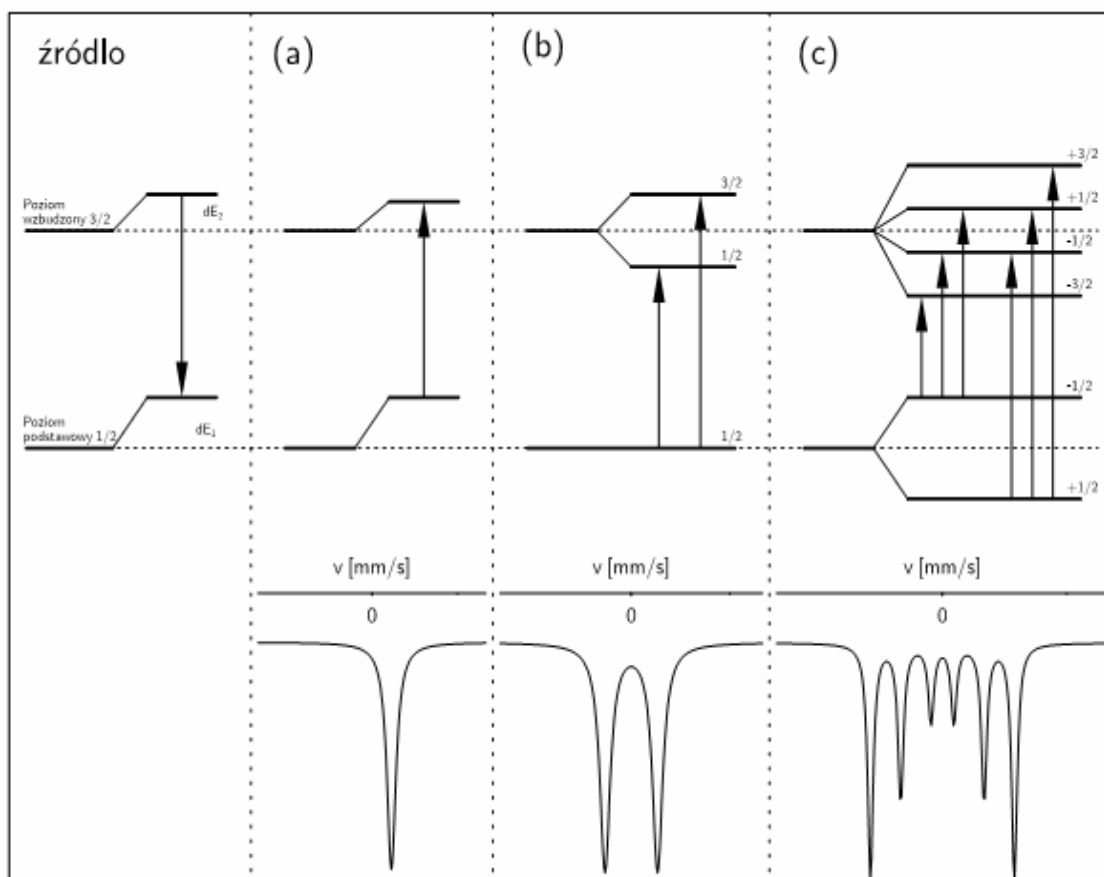
Kwanty  $\gamma$  niosą wiele informacji o oddziaływaniu jądra atomu z otoczeniem. Mogą to być następujące oddziaływania:

(a) Monopolowe oddziaływanie elektryczne (oddziaływanie elektrycznego ładunku jądra z ładunkiem powłoki elektronowej, które przesuwają na skali energii położenia poziomów jądrowych).

(b) Kwadrupolowe oddziaływanie elektryczne (oddziaływanie kwadrupolowego momentu elektrycznego jądra z gradientem pola elektrycznego).

(c) Dipolowe oddziaływanie magnetyczne (oddziaływanie pomiędzy dipolowym momentem magnetycznym jądra,  $\mu$ , a efektywnym polem magnetycznym  $H_{ef}$  istniejącym w tym jądrze).

Efektami powyższych oddziaływań nadsztylnych są w każdym przypadku różne jakościowo zmiany położenia i ilości linii w widmie absorpcyjnym. Zostały one schematycznie przedstawione na rysunku 3.



Rys. 3: Przesunięcia i rozszczepienia poziomów mössbauerowskich wywołane nadsztylnymi oddziaływaniami jądra atomowego z otoczeniem: (a) monopolowe oddziaływanie elektryczne, (b) kwadrupolowe oddziaływanie elektryczne, (c) oddziaływanie dipolowe magnetyczne.

## II. Zagadnienia do opracowania

1. Efekt Mössbauera na przykładzie jądra  $^{57}\text{Fe}$ .
2. Oddziaływania nadsubtelne: przesunięcie izomeryczne, rozszczepienie kwadrupolowe i jądrowy efekt Zeemana.
3. Wpływ lokalnego otoczenia izotopu  $^{57}\text{Fe}$  na parametry oddziaływań nadsubtelnych.
4. Otrzymywanie materiałów nanokrystalicznych metodą konwencjonalnego wygrzewania taśm amorficznych w piecu oporowym.
5. Opis pakietu NORMOS.

Celem ćwiczenia jest zapoznanie studentów z ilościową i jakościową analizą fazową stopów żelaza opartą o efekt Mössbauera. Program komputerowy NORMOS umożliwia analizę transmisyjnych widm mössbauerowskich dla amorficznego stopu  $\text{Fe}_{90}\text{Zr}_7\text{B}_3$  w stanie po zestaleniu oraz po częściowej krystalizacji wygrzewanego stopu.

## III. Przebieg ćwiczenia

### I. Pomiar widm mössbauerowskich

1. Przygotować 2 próbki o rozmiarach  $1\text{cm}\times 1\text{cm}$  wycięte z taśmy amorficznej.
2. Jedną próbkę wygrzać w próżni rzędu  $10^{-3}\text{ Pa}$  w temperaturze  $470^\circ\text{C}$  przez 1h.
3. Włączyć zasilanie spektrometru.
4. Włączyć zasilacz wysokiego napięcia i wybrać napięcie pracy licznika proporcjonalnego 1400 V.
5. Obserwując kształt impulsów na ekranie oscyloskopu wybrać odpowiednie wzmocnienie i czas kształtowania impulsów.
6. Na ekranie oscyloskopu odczytać amplitudę impulsów linii odpowiadającej kwantom  $\gamma$  o energii 14,4 keV.
7. Wybrać odpowiedni dolny i górny próg dyskryminacji analizatora jednokanałowego.
8. Połączyć analizator jednokanałowy z interfejsem.
9. Zamontować próbkę do uchwytu przykręconego do głowicy mössbauerowskiej, na której znajduje się izotop mössbauerowski  $^{57}\text{Co}$ .
10. Ustawić odpowiednią wartość prędkości maksymalnej głowicy mössbauerowskiej – 4.2 na helipocie prędkości.
11. Skręcić helipot „sensitivity” ciągłym wolnym ruchem maksymalnie w prawo.
12. Włączyć komputer sterujący i uruchomić program mosiek.exe.

13. Wyzerować interfejs i uruchomić zbieranie widma. Czas zbierania widma zależy od zawartości żelaza w próbce i wynosi około 2 godziny.
14. Zapisać uzyskane widmo i wyzerować interfejs.
15. Powtórzyć punkty 3÷14 dla drugiej próbki.
16. W celu kalibracji spektrometru, tj. wyznaczenia prędkości przypadającej na jeden kanał, mierzymy widmo mössbauerowskie dla polikrystalicznego żelaza.

#### IV. Opracowanie wyników

1. Określić maksymalną prędkość głowicy mössbauerowskiej na podstawie programu kalibracyjnego.
2. Wyznaczyć rozkład rozszczepienia kwadrupolowego dla próbki w stanie wyjściowym przy pomocy programu WDIST.EXE z pakietu NORMOS.
3. Złożone widmo próbki wygrzanej w temperaturze 470°C przez 1 godzinę przedstawić w postaci trzech składowych – widma krystalicznej fazy  $\alpha$ -Fe, amorficznej fazy ferromagnetycznej i amorficznej fazy paramagnetycznej. Dla faz amorficznych uzyskać odpowiednio rozkład indukcji magnetycznej efektywnego pola magnetycznego na jądrach żelaza  $^{57}\text{Fe}$  i rozkład rozszczepienia kwadrupolowego.
4. Określić względny udział fazy krystalicznej w próbce na podstawie wzoru:

$$x = \frac{c \cdot R_{kr}}{R_c} \quad (1)$$

gdzie:  $c$  – zawartość żelaza w próbce w stanie wyjściowym,

$R_{kr}$  – pole pod widmem odpowiadającym składowej krystalicznej,

$R_c$  – całkowite pole pod widmem.

#### V. Literatura

1. K. Krop: *Hutnik* **39** (1972) 314
2. K. Krop „*Fizyka ciała stałego. Laboratorium*” Kraków 1983
3. A. Hryniewicz „*Encyklopedia fizyki współczesnej*” PWN Warszawa 1983
4. A. Vertes, L. Korecz, K. Burger „*Mössbauer spectroscopy*“ Budapeszt 1979
5. Opis pakietu NORMOS