

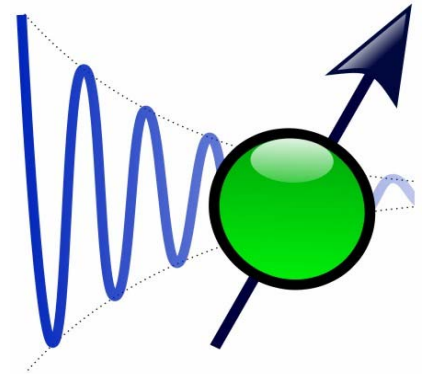
INSTYTUT FIZYKI

**WYDZIAŁ INŻYNIERII
PROCESOWEJ,
MATERIAŁOWEJ I FIZYKI
STOSOWANEJ**

**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, Γ , związana z zasadą nieoznaczoności Heissenberga, dana jest wzorem:

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

gdzie: \hbar – stała Plancka podzielona przez 2π ,

τ – 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 γ :

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

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 γ 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 γ na odrzut emitującego lub absorbującego jądra (przejście z odrzutem), ale nie musi (przejście bezdrzutowe). Zależy to od tego czy kwant γ 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 γ . 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 γ , 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_γ jest energią przejścia mössbauerowskiego. Jest to rozkład lorentzowski o szerokości połówkowej Γ , 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 γ , 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:

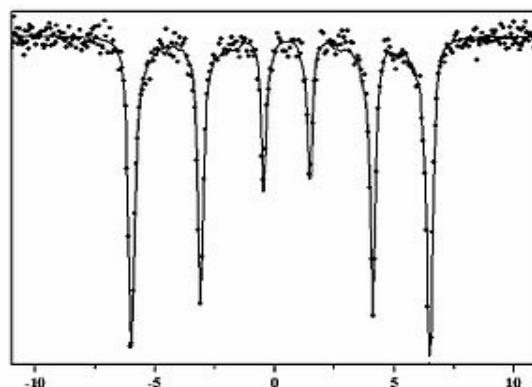
$$f = \exp\left[-\frac{3E_\gamma^2}{4mc^2k\Theta} \left(1 + 4\left(\frac{T}{\Theta}\right)^2 \int_0^{\frac{\Theta}{T}} \frac{zdz}{e^z - 1}\right)\right] \quad (6)$$

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

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

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

Kwenty promieniowania γ 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.

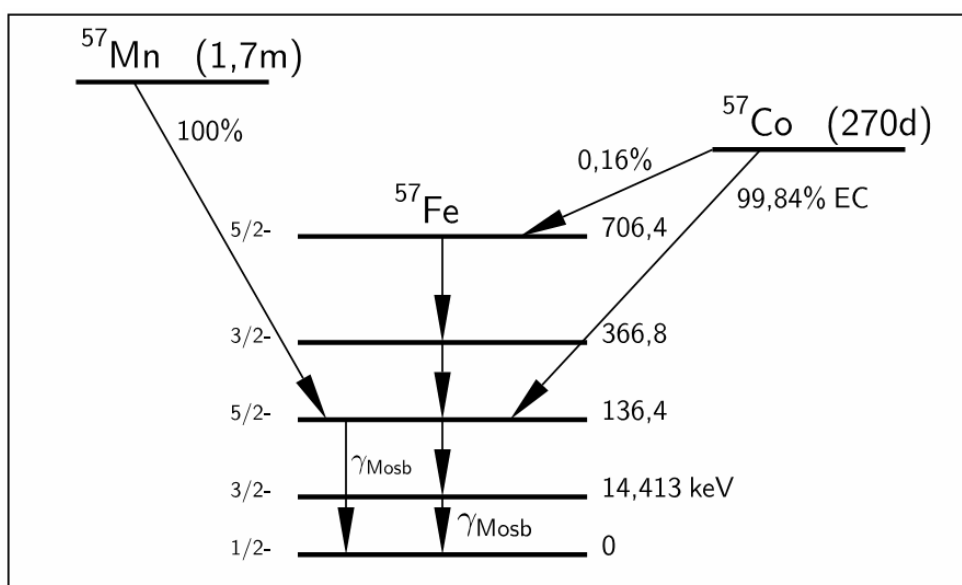


Rys. 1. Widmo Mössbauera.

W tabeli 1 podane zostało zestawienie wartości parametrów charakteryzujących izotop ^{57}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}Fe	2.14 %
Energia kwantu γ , E_γ	14.413 keV
Szerokość połówkowa, Γ	4.665 neV = 0.097 mm/s
Średni czas życia, τ	141.11 ns
Energia odrzutu, E_R	1.956 meV
Całkowity współczynnik konwersji wewnętrznej, α	8.21
Przekrój czynny dla ścisłego rezonansu, σ_0	2557.54 mb
Dipolowy moment magnetyczny μ	
- dla poziomu mössbauerowskiego	-0.155 μ_N
- dla poziomu podstawowego	+0.091 μ_N
Kwadrupolowy moment elektryczny Q	
- dla poziomu mössbauerowskiego	+0.21 barn
- dla poziomu podstawowego	0
Spin i parzystość	
- dla poziomu mössbauerowskiego	3/2 ⁻
- dla poziomu podstawowego	1/2 ⁻
Źródło	^{57}Co $T_{1/2} = 270$ dni
Przeliczenie jednostek $1 \text{ mm/s} =$	48.0766 neV



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

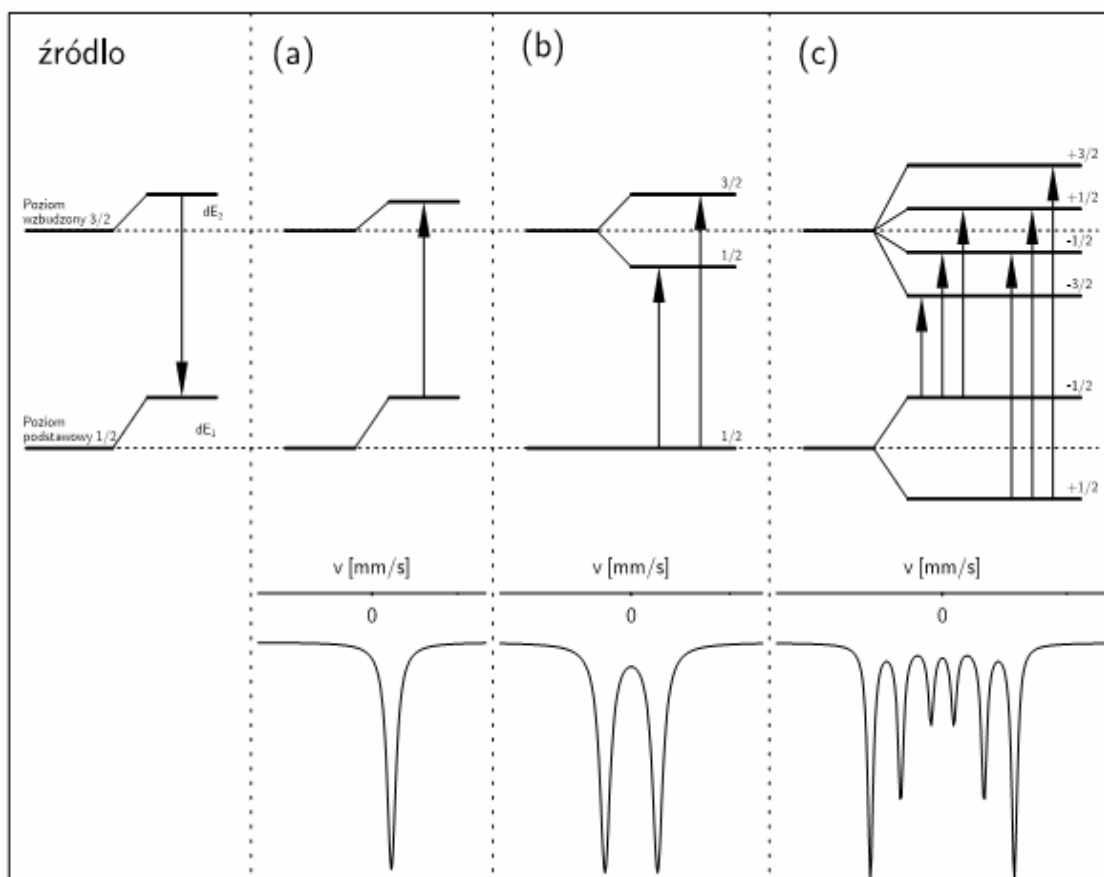
Kwenty γ niosą wiele informacji o oddziaływaniu jądra atomu z otoczeniem. Mogą to być następujące oddziaływania:

(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, μ , 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}Fe .
2. Oddziaływania nadsubtelne: przesunięcie izomeryczne, rozszczepienie kwadrupolowe i jądrowy efekt Zeemana.
3. Wpływ lokalnego otoczenia izotopu ^{57}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} Pa w temperaturze 470°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 γ 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}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 α -Fe, amorficznej fazy ferromagnetycznej i amorficznej fazy paramagnetycznej. Dla faz amorficznych uzyskać odpowiednio rozkład indukcji magnetycznej efektywnego pola magnetycznego na jądrach żelaza ^{57}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