

辐射损伤对 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 穆斯堡尔 谱线形状的影响

都有为 胡迺雄 陆怀先 张毓昌 顾秀石

(南京大学物理系)

1980 年 10 月 4 日收到

提 要

利用离子注入产生晶体缺陷,研究其对穆斯堡尔谱线形状的影响。

一、引 言

缺陷对穆斯堡尔谱线形状(以下简称谱形)有一定的影响,我们曾从此角度对 FeOOH 化合物的谱形进行了解释^[1],为了进一步证实缺陷对谱形的影响,我们采用离子注入的方法,人为地使晶体产生一定的缺陷,以研究其谱形的变化。

二、样 品 制 备

将晶种法制备的 $\alpha\text{-FeOOH}$ ^[2] (图 1), 在 800°C 恒温 4 小时, 炉冷至室温获得红色的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉料, 将此粉料压成厚度约为 0.4 毫米的薄片, 再将薄片置于铂片上, 采用离子源试验台, 工作电压 30 千伏, 工作电流约为 1 毫安, 在 2×10^{-5} 托的真空条件下将质子加速后注入试样中, 辐照时间半小时。

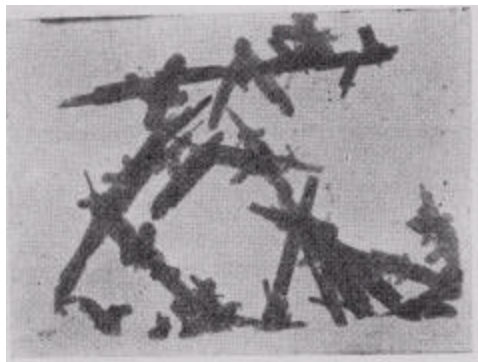


图 1 $\alpha\text{-FeOOH}$ 晶形的电子显微镜照片 $\times 30000$

三、实 验 结 果

将离子注入前后的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 试样进行 X 射线衍射分析, 见图 2。发现经辐照后有较弱

的 Fe_3O_4 相衍射线, 图 2 中以符号 M 表示生成物呈黑色, 经化学分析含有 Fe^{++} 离子. 这是由于在真空、质子注入的条件下, 部份 Fe^{+++} 离子还原为 Fe^{++} 离子所引起的相变.

离子注入前后 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的谱形对比见图 3, 图 3 中 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 为辐照前谱形, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3^*$ 为辐照后谱形, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3^{**}$ 为辐照后再在 600°C 温度下空气中恒温退火处理半小时后的谱形. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 与 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3^*$ 谱形有较明显的差别, 表明了辐照的影响. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 与 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3^{**}$ 的谱形无明显的差别, 表明经退火后辐照所导致的缺陷等影响的消除.

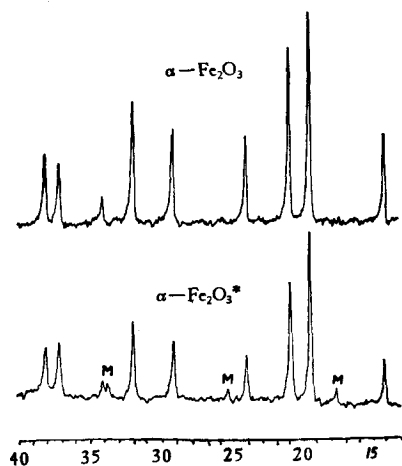


图 2 离子注入前后 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ X 射线衍射线对比
 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ——辐照前; $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3^*$ ——辐照后;
 $M\text{-Fe}_3\text{O}_4$ 相, 余为 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 相衍射线;
 $\text{CoK}\alpha/\text{Fe}$ 35 千伏, 18 毫安, $2^\circ/\text{分}$

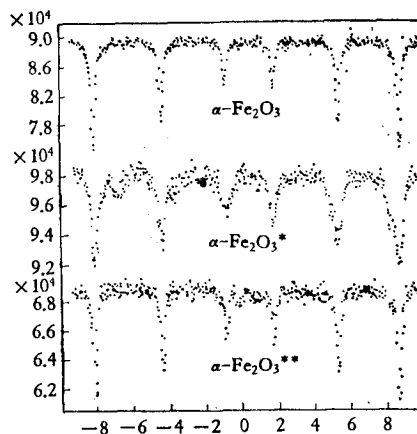


图 3 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 离子注入前后谱形的对比
 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ——辐照前; $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3^*$ ——辐照后;
 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3^{**}$ ——辐照后再进行 600°C 半小时的退火处理

除 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 外, 我们还测量了还原铁粉 $\alpha\text{-Fe}$ 辐照前后的谱形, 穆斯堡尔谱线的参数与比磁化强度之值列于表 1.

表 1 辐照前后 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\alpha\text{-Fe}$ 的穆斯堡尔谱参数与比磁化强度 σ_s 值的变化

样 品	H_i (千奥)	Γ (毫米/秒)	r	σ_s (电磁单位/克)
$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	521	0.24	1.0	0.15
$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3^*$	521	0.48	1.4	5.10
$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3^{**}$	521	0.24	1.0	
$\alpha\text{-Fe}$	332	0.20		198.4
$\alpha\text{-Fe}^*$	332	0.26		191.6

注: σ_s ——比磁化强度, 测量磁场 11 千奥, 26°C .

r ——穆斯堡尔谱形非对称参数, 定义为谱线半高度处, 通过顶点垂线的两侧宽度之比.

Γ ——穆斯堡尔谱线宽度.

$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3^*$, $\alpha\text{-Fe}^*$ ——指辐照后的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 与 $\alpha\text{-Fe}$.

$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3^{**}$ ——指辐照后再进行 600°C 半小时恒温处理.

四、讨 论

离子注入可以使一定数量的原子脱离原来位置并形成微观损伤区域。 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 属 $D_{3d}^5\text{-}R\bar{3}C$ 空间群, Fe^{+++} 离子呈反铁磁性排列, 离子缺位可以导致局部区域反铁磁性耦合的破坏, 从而使穆斯堡尔谱线宽度有所增加, 产生非对称性谱形^[1], 离子注入的实验结果支持了此观点。

由于 Fe^{+++} 离子的变价, 使少量 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 转变为 Fe_3O_4 , 从磁矩的数值判断, Fe_3O_4 的含量少于 6%, 与 X 射线衍射线强度的对比是相符的。室温下 Fe_3O_4 的内场对 A 座离子为 495 千奥, 对 B 座离子为 470 千奥^[2], 小于 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 的值, (521 千奥), 同时含量小于 6%, 因此对 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 谱线宽度的分析影响不大, 但由于 Fe_3O_4 相的存在却无法估计缺陷对比磁化强度的影响。为了避免离子注入过程中另相的出现, 我们将还原铁粉压成薄片进行如上的试验, 同样观察到谱线变宽, 同时比磁化强度约减少 3% 左右。这是因为在 $\alpha\text{-Fe}$ 中铁原子间呈铁磁性耦合, 因此缺陷所导致的微观损伤将使 σ_r 值有所下降。

将经辐射损伤的样品在空气中 600℃ 退火半小时, 又恢复辐射前相同的穆斯堡尔谱线, 进一步表明了谱形的变化确实是由于辐射损伤所导致的, 适当地退火可消除此影响。

南京大学物理系核子组杨玉龙同志在离子注入试验中给予了大力支持。化学系、江苏地质中心试验室进行了 X 射线衍射分析。在此一并致谢。

参 考 文 献

- [1] 都有为、张毓昌、陆怀先、焦洪震, 物理学报, 29(1980), 945.
- [2] 都有为等, 物理学报, 28(1979), 705.
- [3] Landolt-Börnstein, Numerical Data and Functional Relationship in Science and Technology, Group III.

INFLUENCE OF IRRADIATION DAMAGE ON THE LINE SHAPES OF MÖSSBAUER SPECTRA OF $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$

DU YOU-WEI HU NAI-XIONG LU HUAI-XIAN

ZHANG YU-CHANG GU XIU-SHI

(Department of Physics, Nanjing University)

ABSTRACT

We have investigated the influence of lattice defects caused by ion implantation on the line shapes of Mössbauer spectra.