

# 穆斯堡尔谱仪的中温热扫描技术

许桂琴 常汝勤 金慧娟

(上海钢铁研究所)

为了配合金属材料特别是非晶磁性材料的研究,我们研制了一台能进行热扫描测量的穆斯堡尔谱仪中温装置。该装置的特点是:具有恒温及恒速升温 and 降温的功能。利用这一功能既能做不同温度的恒温M谱,又能进行热扫描测量。由于用穆斯堡尔热扫描技术能在不加外磁场的情况下,准确地测量样品的居里温度 $T_c$ ,因此国外早已应用了这一方法。

本文参照国外文献<sup>[1,2]</sup>对用穆斯堡尔热扫描技术测量样品的 $T_c$ 进行了尝试。大量实验结果表明用该方法测量样品的 $T_c$ 是准确可靠的。我们已将该方法列入了常规的测试方法中。

## 一、实验装置和基本原理

与M谱仪配套的中温实验设备包括加热炉、可控硅加热单元、温度程序控制单元和记录仪。温度程序控制单元具有恒温及恒速升温 and 降温功能,升温速率分 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $5^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $20^\circ\text{C}/\text{min}$ 四档。加热炉两侧面有铍窗口,真空度达 $10^{-2}\text{Torr}$ ,额定功率约为 $300\text{W}$ ,温度范围从室温到 $650^\circ\text{C}$ ,测温热电偶紧贴样品。实验结果表明测温热电偶恒速升温曲线与直线的偏差为 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

测量居里温度 $T_c$ 时,选用恒速型M谱仪,即在某一固定的多普勒速度下,在某固定的时间间隔内,测量透过样品的 $\gamma$ 光子的总数。实验装置和测量原理示于图1和图2中。

测 $T_c$ 时,将速度固定在顺磁相吸收峰的质心附近,(通常选用零速度这一点)。在低于 $T_c$ 时,这一点对应的是本底计数,或者是铁磁相中心第三或第四峰上的共振吸收很小的计数。当温度升高超过 $T_c$ 后,由铁磁相转变成顺磁相,

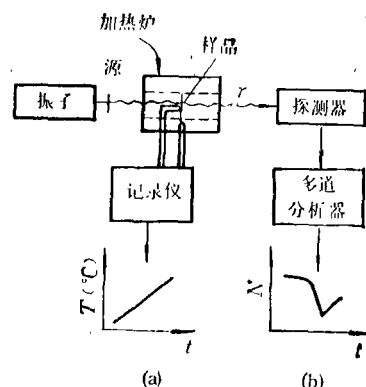


图1 穆斯堡尔热扫描实验装置简图

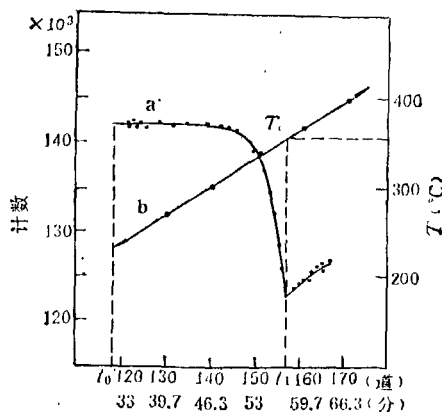


图2 热扫描测量居里温度原理图

在这一点上就产生了大的共振吸收,则计数将发生明显下降。在多道分析器中记录计数随时间变化的曲线如图1中(b)所示,在长图记录仪中记录样品温度随时间变化的直线如图1中(a)所示。这两条线的起始记录时间 $t_0$ 是相同的。对照曲线a与直线b(见图2),计数达到最低的时刻 $t_1$ 所对应的温度就是磁性转变结束的温度,我们定义它为居里温度 $T_c$ 。再继续升温时,由于无反冲因子 $f$ 的减小计数又缓慢增加。为了保证测量精度,通常要求尽可能地以恒定的速度升温。

我们称这种在恒速升温过程中, 测量某一多普勒速度下透过试样的  $\gamma$  光子数目随温度变化的方法为穆斯堡尔热扫描技术。

## 二、实验结果

### 1. 稳定性试验

在  $\text{Fe}_{78}\text{Nb}_1\text{B}_{10}\text{Si}_{11}$  的非晶条带上截取若干只样品, 在不同时间进行重复测量。热电偶紧

贴样品但与样品的接触点可在任意位置。升温速度为  $5^\circ\text{C}/\text{min}$ , 多道分析器的每道停留时间为  $40\text{s}$ , 记录仪走纸速度为  $2\text{mm}/\text{min}$ 。测量结果如表 1 所示。由表 1 可见, 不同时间多次测量的  $T_c$  的最大差异小于  $\pm 2^\circ\text{C}$ , 结果是稳定的, 也证明了整个样品的温度是均匀的。

### 2. 对所测定的居里温度 $T_c$ 准确性的验证

为验证所测定的  $T_c$  的准确性, 在  $T_c$  前后做了一套恒温的谱线, 如图 3 所示。

表 1 重复测量结果

$T_c$ ( $^\circ\text{C}$ )	次数							平均	偏差
	1	2	3	4	5	6	7		
$\text{Fe}_{78}\text{Nb}_1\text{B}_{10}\text{Si}_{11}$	364	363	364	366	363	363	365	364	$\pm 1.5^\circ\text{C}$

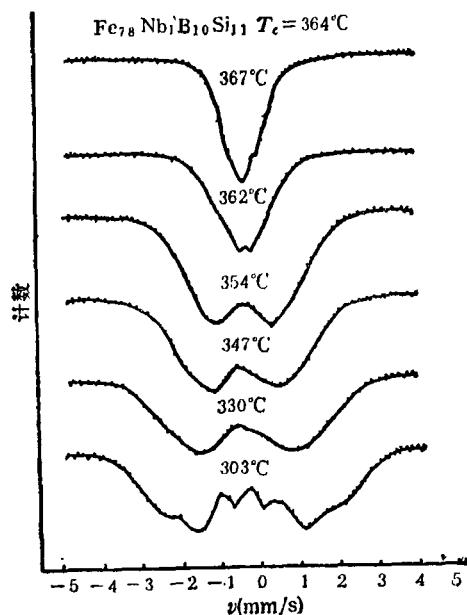


图 3  $\text{Fe}_{78}\text{Nb}_1\text{B}_{10}\text{Si}_{11}$  磁性转变前后的一套恒温谱线

由图 3 可知, 在低于  $T_c$   $2^\circ\text{C}$  时还存在较小的内场, 而在超过  $T_c$   $3^\circ\text{C}$  时已完全变成顺磁相了。此顺磁相为一对具有四极劈裂双峰和一个单峰的叠加。这一套谱线证明了所测的  $T_c$  是足够准确的。

### 3. 应用实例

研究了非晶  $\text{Fe}_{(78-x)}\text{M}_x\text{Si}_8\text{B}_{14}$  系列样品(其

中 M 为 Mn, Cr, Nb,  $\text{M}^\circ$ ,  $x = 3\%$ ) 中微量元素对居里温度的影响, 并与用示差热分析法测得的结果进行了比较, 见表 2。

表 2 两种方法测定的  $T_c$  比较

$T_c$ ( $^\circ\text{C}$ )	设备		偏差 ( $^\circ\text{C}$ )
	M 谱仪	示差热分析仪	
	升温速度		
样品名称	$5^\circ\text{C}/\text{min}$	$20^\circ\text{C}/\text{min}$	
$\text{Fe}_{78}\text{Si}_8\text{B}_{14}$	396	405	9
$\text{Fe}_{77}\text{Mn}_3\text{Si}_8\text{B}_{14}$	336	342	6
$\text{Fe}_{77}\text{Cr}_3\text{Si}_8\text{B}_{14}$	317	326	9
$\text{Fe}_{77}\text{Nb}_3\text{Si}_8\text{B}_{14}$	299	309	10
$\text{Fe}_{77}\text{Mo}_3\text{Si}_8\text{B}_{14}$	295	301	6

测量结果表明, Mn 和 Cr 对  $T_c$  影响较小而 Nb 和 Mo 影响较大。两种方法测得的变化规律是一致的。

### 4. 误差分析

误差主要来自: (1) 热电偶冷端补偿引起的偏差为  $\pm 1^\circ\text{C}$ ; (2) 记录仪的走纸速度及确定  $t_0$  和  $t_1$  时可能引起的偏差为  $\pm 2^\circ\text{C}$ ; (3) 在多道分析器上道偏差可能引起的温度偏差为  $\pm 1.5^\circ\text{C}$ 。综合这三个方面可能引起的误差, 上述热扫描方法测量居里温度的精确度为  $\pm 5^\circ\text{C}$ , 实际测量结果均小于这一指标。

(下转第 380 页)