

利用設備：
RI 線源

^{57}Fe メスバウアー分光分析

^{57}Fe Mössbauer Spectroscopy

[原理] メスバウアー効果とは、固体中の原子核がエネルギーの損失なしに γ 線を放出・吸収する現象であり、特定の原子核について観測されています。 γ 線源(Source)をドップラー効果により γ 線エネルギーを変化させ、試料(Absorber)に照射します。透過型の測定では、試料を透過した γ 線を計数して試料内原子の電子状態を反映した吸収スペクトルを得ます(図1、図2)。また γ 線を吸収した原子核は、脱励起時に γ 線とともに内部転換電子も放出します。この電子を計数する手法(内部転換電子法、CEMS)を用いると、基板上の薄膜など γ 線が透過しない試料の計測が可能です。

[何がわかる?] ^{57}Fe メスバウアー分光分析

鉄はメスバウアー効果を示す典型的な元素です。地上には多く鉄原子が存在し、有史以前から文明の発展に深く関わってきました。人体に対する親和性も高く、現在でも構造材料から電子機器、磁石等の磁性材料として大変有用な物質です。さらに新たな機能の開発が盛んに行われています。

鉄原子の中でメスバウアー効果を示すのは自然鉄の2.3%を占める ^{57}Fe です。 ^{57}Fe メスバウアー分光分析では、 ^{57}Co を線源として用いて鉄原子核(^{57}Fe)の置かれた電磁気的環境(内部磁場、イオンの価数、原子の環境、対称性など)に関わるデータが得られ、合金・化合物・酸化物の相同定、磁気モーメントの大きさ、磁化の容易軸方向の推定が可能となります。

実際の測定では ^{57}Co 線源を $\pm 10\text{mm/s}$ 程度の速度範囲で振動させ、ドップラーシフト(v/c)で γ 線のエネルギーを変化させます。自然鉄の透過計測数を線源の速度(エネルギーに対応)に対してプロットすると図3のようになります。図1に示すように強磁性体の鉄のスペクトルは、6本に磁気分裂します。

^{57}Fe メスバウアー分光の特徴

- 化合物、酸化物内の鉄原子の価数状態
- 物質の磁性状態(常磁性、強磁性)
- 物質の結晶環境(四重極分裂)
- 薄膜、ナノ粒子(粉末)試料の測定が可能
- 当施設での測定環境
- 試料温度:低温2.6K~室温(冷凍機、バスタイプクライオスタット)、室温~220°C
- 磁場:0~5 T(5~300 K) 超伝導磁石
- 内部転換電子法で表面敏感な計測

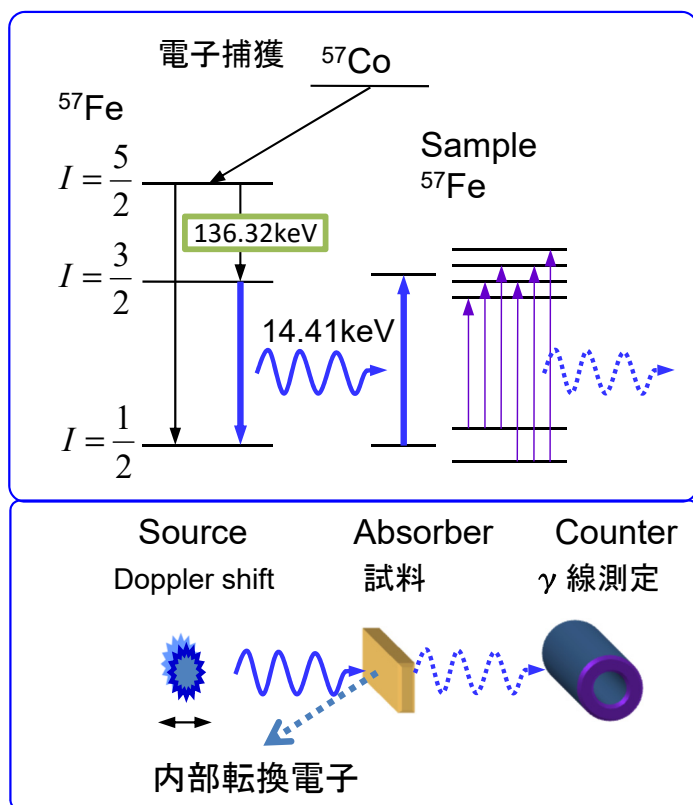


図1: ^{57}Fe メスバウアー効果の測定原理

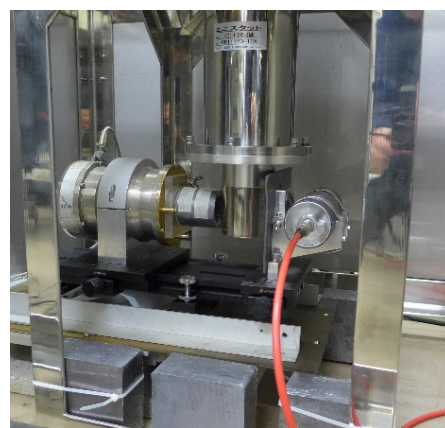


図2: メスバウアー効果測定装置(低温冷凍機)

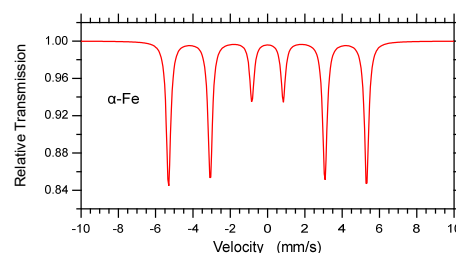
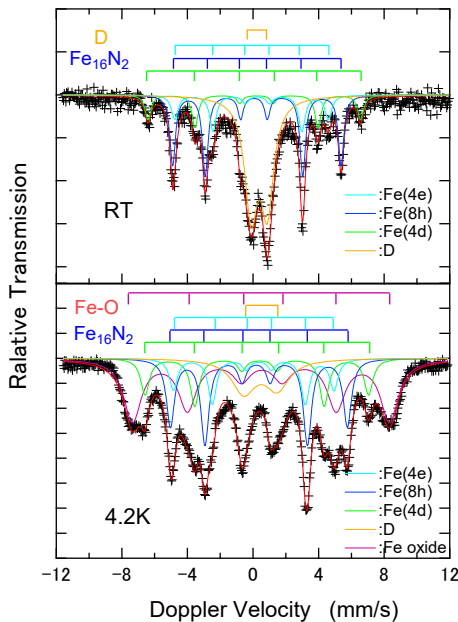


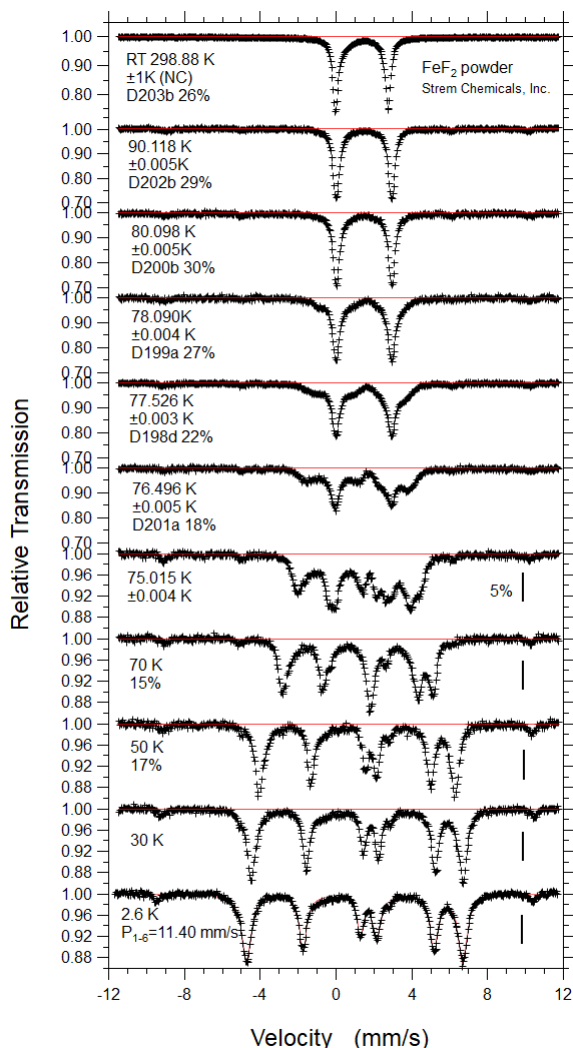
図3: $\alpha\text{-Fe}$ の ^{57}Fe メスバウアー効果(室温)

利用設備:
RI 線源

^{57}Fe メスバウアー分光分析 ^{57}Fe Mössbauer Spectroscopy



測定例1: Fe_{16}N_2 ナノ粒子のメスバウアー分光
JMMM 310 (2007) 2411.



測定例2: FeF_2 の ^{57}Fe メスバウアー分光
冷凍機使用の温度範囲 2.6K~300K

[測定例1] 鉄窒化物 α' - Fe_{16}N_2 ナノ粒子

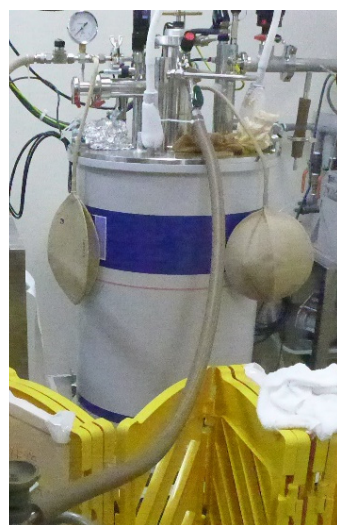
磁石材料として注目されている α' - Fe_{16}N_2 ナノ粒子の計測例です。6本の吸収線で構成される強磁性成分が3組存在することから、生成物が α' - Fe_{16}N_2 と同定できます。また室温で常磁性を示す鉄化合物が、4.2Kでは磁気秩序を示し、3価のFe酸化物が混在していると推定できます。

[測定例2] FeF_2 温度変化測定

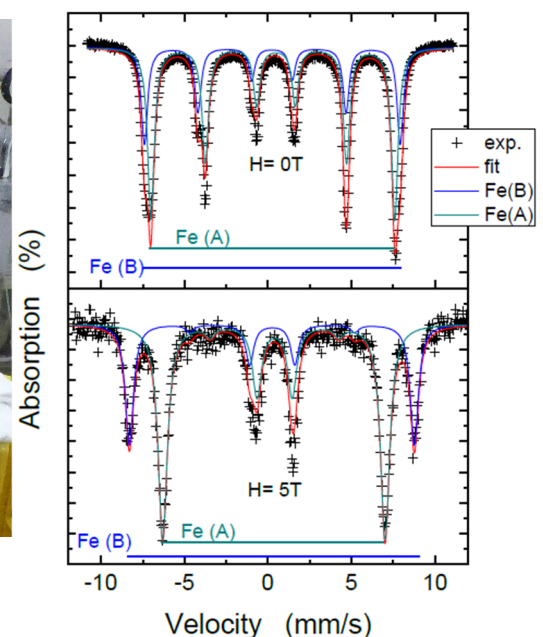
80K近傍 (78.11K) で常磁性から反強磁性に転移するフッ化鉄(II) (FeF_2 、市販試薬) の温度変化を示します。試料の冷却には冷凍機クライオスタットを使用します。最低温度は2.6Kで、75Kから80Kの間に磁気転移点があることが分かります。また、 Fe^{3+} が少量、混在していることが分かります。測定温度の安定性は $\pm 0.02\text{K}$ 程度です。

[測定例3] Mnフェライトナノ粒子の磁場印加測定

スピネルフェライトと呼ばれる酸化物の物質群は、中高周波数領域のトランスや磁気記録に使われている磁性材料です。分子式は MFe_2O_4 で表され、結晶内の2つの位置(A,B)に2価の原子(M)や3価のFe原子が配置する状態に依存して特性が大きく変わります。メスバウアー分光測定ではFe原子のA、Bサイトへの配置状態が分かります。磁場印加によりサイト配置解明がより容易になります。



6T超伝導磁石(Oxford)



測定例3: Mnフェライトナノ粒子の磁場中測定
磁場印加によりA,Bサイトの分離が容易となる