

UNIVERSIDADE EDUARDO MONDLANE
FACULDADE DE CIÊNCIAS

Departamento de Física

Trabalho de Licenciatura

**Instalação de um Espectrómetro
de Mössbauer para Ensino e Investigação**

Candidato: Adriano Rafael Sacate

Maputo, Dezembro de 1994

FIS-46



UNIVERSIDADE EDUARDO MONDLANE
FACULDADE DE CIÊNCIAS

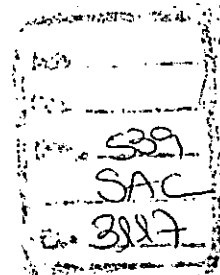
Departamento de Física

Trabalho de Licenciatura

**Instalação de um Espectrómetro
de Mössbauer para Ensino e Investigação**

Candidato: Adriano Rafael Sacate
Supervisor: dr. Rogério J. Utui

Maputo, Dezembro de 1994



DEDICATÓRIA

Ao

Elme Torales
Nodarse King
Edna Elisinha

Agradecimentos

Ao dr. Rogério José Utui, supervisor (UEM), pela dedicação, experiência transmitida, críticas e apoio científico prestados durante a preparação do presente trabalho.

Ao Dr. Akil Askarkadjaev, pelas críticas frutuosas, sugestões e discussões mantidas.

Aos trabalhadores das oficinas do Departamento de Engenharia Mecânica, pela colaboração prestada na execução de uma parte das peças do equipamento sem a qual o presente trabalho de diploma não teria sido possível.

Aos trabalhadores da biblioteca do Departamento pela colaboração prestada na aquisição dos dados bibliográficos.

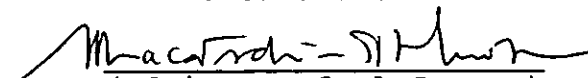
Os meus agradecimentos vão também para o Chefe do Departamento de Física, dr. Víctor Saide, professores e funcionários do Departamento de Física.

DECLARAÇÃO DE HONRA

Este trabalho foi realizado com base no material a que ao longo do mesmo se faz referência. As ideias originais nele expressas, são da inteira responsabilidade do candidato.

Maputo, Dezembro , 1994

O Candidato


(Adriano Rafael Sacate)

RESUMO

O presente trabalho de Licenciatura tem como objectivos a montagem e teste de um espectrómetro de Mössbauer para ensino e investigação. Os resultados experimentais obtidos servirão para introdução de um pacote de trabalhos laboratoriais sobre a espectroscopia de Mössbauer. No presente trabalho, foi usado o Cobalto (^{57}Co) como fonte de Mössbauer. Todos os resultados foram obtidos usando como absorvidor o ferro natural e o aço inox com $25\mu\text{m}$ de espessura respectivamente.

Na experiência é usado um detector de raios-X de iodeto de sódio activado com tálio (NaI(Tl)). A voltagem óptima de operação do detector usado é de 1200V alimentada por uma fonte de alta tensão. É usada na experiência a técnica de modulação da velocidade para obtenção do espectro de Mössbauer da fonte de Cobalto, correspondente aos raios-gamma emitidos e com a energia de 14.4 KeV.

Índice

Índice	Página
Dedicatória	I
Agradecimentos	II
Declaração de honra	III
Resumo	IV
Índice	V
Lista de Abreviaturas	VI
Listas de Figuras no Texto	VII
1. Introdução	01
1.2. Constituem objectivos do presente trabalho	01
2. Espectroscopia de Mössbauer	02
2.1. Generalidades	02
2.2 Efeito de Mössbauer	04
2.3. Descrição do espectrómetro de Mössbauer	10
2.4 Interpretação de espectros	11
2.5 Deslocamento isomérico	13
3. Instrumentação	15
3.1. Detectores de cintilação	15
3.2. Contadores proporcionais	17
3.3. Detectores semicondutores	22
4. Aplicações da espectroscopia de Mössbauer	25
4.1. Na física do estado sólido	25
4.2. Na indústria metalúrgica	28
5. Realização experimental	30
5.1. Equipamento necessário	30
5.2. Montagem e funcionamento	30
5.3. Conclusões e recomendações	31
6. Referências bibliográficas	34
7. Anexos	

LISTA DE ABREVIATURAS

^{57}Fe - Ferro

^{57}Co - Cobalto

^{191}Os - Ósmio

Pb - Chumbo

^{191}Ir - Irídio

Pt - Platina

k - Constante de Boltzman

θ_D - Temperatura de Debye

Mc - Massa do cristal

$m\gamma$ - massa correspondente à energia do fóton

f - factor de Lamb-Mössbauer ou factor de debye - Waller

H_{ef} - Campo magnético efectivo

Z - número atómico

P_k - Probabilidade de absorção de um fóton primário

X_k - Probabilidade de emissão de um fóton K

E_i - Energia de Ionização

\bar{B} - Campo magnético

$\bar{\mu}$ - momento magnético dipolar

μ_n - Magnetão nuclear

m_l - Número quântico magnético

Al - Alumínio

Ti - Titânio

Γ - Largura natural

raios γ - raios gamma

Na - Sódio

Tl - Tálho

I - Iodo

V_{cc} - Tensão de polarização

Ω - ohm

Lista das Figuras no Texto

- Fig.1 Esquema de desintegração do Ósmio (^{191}Os) 04
- Fig.2. Representação esquemática de um espectro de Mössbauer de emissão e de absorção. 05
- Fig. 3. Dispositivo experimental de Mössbauer. 06
- Fig.4. Espectro de absorção de Mössbauer da radiação gamma de 129 KeV emitida pelo ^{191}Ir . 06
- Fig.5 Esquema de desintegração do cobalto (^{57}Co) 10
- Fig. 6 Diagrama energético das transições nucleares no Ferro (^{57}Fe). 12
- Fig. 7. Espectros de Mössbauer de:
(i) $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$;
(ii) $\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}$
(iii) Ferro metálico, para uma fonte de cobalto (^{57}Co)
em platina. 14
- Fig. 8. Diagrama esquemático dum detector de cintilação 15
- Fig. 9. Circuito básico de ionização 18
- Fig.10. Variação da taxa de contagem em função da altura do impulso 19
- Fig. 11. Curvas referentes à radiação principal (1) e de escapamento (2), detectadas com um contador proporcional. 20
- Fig. 12. Comparação das curvas de Variação da taxa de contagem, em função da altura do impulso, para detecção com cintilador (1), com contador proporcional (2) e com semiconductor (3). 24
- Fig. 13. Estrutura hiperfina de níveis nucleares do ^{57}Fe . 27
- Fig. 14. Espectro de absorção por ressonância nuclear no ^{57}Fe . 28

1. INTRODUÇÃO

A ressonância da fluorescência nuclear ou efeito Mössbauer foi primeiro reportada em 1958 por Rudolf L. Mössbauer, pela descoberta do qual ele recebeu o prémio Nóbel em 1961. As investigações desta técnica permaneceram primeiramente nas mãos do físico até cerca de 1960, quando um dos isótopos de ferro foi encontrado para demonstrar o efeito de Mössbauer. Desde essa altura foram desenvolvidas técnicas entre aquelas que poderiam ser usadas pelos químicos para a investigação dos componentes do ferro. Anos mais tarde a química do estanho podia também beneficiar-se destes novos métodos da investigação bem como outros isótopos de interesse para os químicos.

O efeito Mössbauer já foi observado em cerca de 50 isótopos, incluindo diversas terras raras, elementos como ferro, estanho, cobalto. É com estes últimos elementos que a maioria das investigações foram feitas uma vez que as fontes são comercializáveis. A preparação de fontes de muitos outros elementos requer um reactor nuclear ou acelerador de partículas uma vez que a sua meia vida é curta. O presente estudo referir-se-á exclusivamente aos resultados obtidos com o ferro ou com o cobalto.

1.2. Constituem objectivos do presente trabalho

1. A montagem e teste de um espectrómetro de Mössbauer para o ensino e investigação;
2. A introdução de um pacote de trabalhos laboratoriais sobre a espectroscopia de Mössbauer e elaboração de guias e realização de experiências didácticas em espectroscopia de Mössbauer;
3. A identificação de possíveis áreas de aplicação da espectroscopia de Mössbauer para a concepção de um projecto de investigação aplicada em Moçambique.

2. ESPECTROSCOPIA DE MÖSSBAUER

2.1. Generalidades

Todos os níveis energéticos excitados dum núcleo possuem energias cujo valor numérico se determina com rigor até à magnitude ΔW , definida pela relação de incerteza de Heisenberg:

$$\Delta W \approx \frac{h}{\Delta t} \quad (1)$$

em que Δt é o tempo de vida do núcleo no estado excitado. Apenas no estado fundamental dum núcleo estável se verifica $\Delta t = \infty$ e $\Delta W = 0$, (isto é, o núcleo possui a energia de valor exactamente igual a W isto torna-se extensível também aos níveis energéticos dos electrões dentro dos átomos). O núcleo de irídio (^{191}Ir) por exemplo, no decorrer do tempo Δt , que se pode admitir igual ao período de semidesintegração $T = 10^{-10}$ segundos, passa do estado excitado com energia $W = 129 \text{ KeV}$ para o estado fundamental, emitindo um fotão γ . O valor da incerteza da energia ΔW , é igual a $\Delta W = 5 \cdot 10^{-6} \text{ eV}$.

O núcleo produz radiação γ não monocromática que acompanha a sua passagem do estado excitado para o estado normal. Este carácter não monocromático tem o nome de **largura natural das riscas de radiação γ** , enquanto a incerteza ΔW do valor de energia do estado excitado se chama **largura natural Γ do nível energético do núcleo** (estas definições tornam-se adequadas também em relação à transição do átomo do estado excitado para o normal. Neste caso convencionam-se falar da **largura natural da risca espectral** e, também, da **largura natural dos níveis energéticos dos electrões dentro do átomo**).

em que M_{nuc} é a massa do núcleo. Para o núcleo de ^{191}Ir de energia, no estado excitado, igual a $W=129 \text{ KeV}$, os cálculos levam para o seguinte resultado: $W_{nuc} = 0,05\text{eV}$, enquanto os máximos das riscas de emissão e de absorção se encontram deslocados entre si na magnitude:

$$\Delta v = \frac{2W_{nuc}}{h} \quad (7)$$

Verifica-se nisto $h\Delta v = 0,1\text{eV}$, o que é notavelmente superior à largura natural Γ do nível.

2.2 Efeito de Mössbauer

Em 1958, Rudolph Mössbauer mostrou que a observação do fenômeno da ressonância nuclear nos sólidos é possível, em certas condições experimentais.

Mössbauer, estudou a difusão dos raios γ de energia $E=129 \text{ keV}$ emitidos pelo irídio (^{191}Ir), através do irídio natural cristalino, que contém 38,5% de ^{191}Ir ; essa radiação é emitida durante a desintegração do Ósmio (^{191}Os) de acordo com o esquema indicado na figura 1.

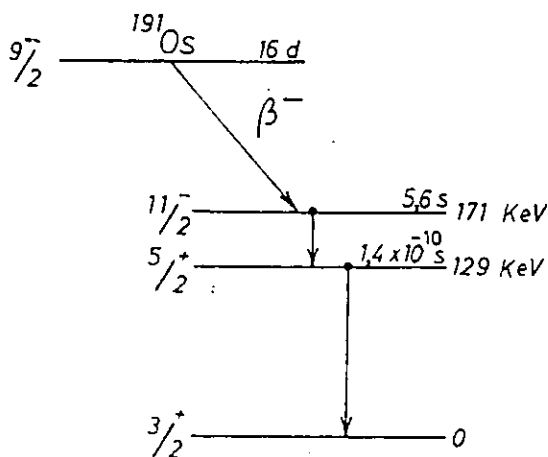


Fig.1 Esquema de desintegração do Ósmio (^{191}Os)

Em cada um dos actos de emissão e absorção dos fotões γ , pelo núcleo, toma-se em consideração o rendimento energético do núcleo. Durante a passagem do núcleo do estado excitado da energia W para o estado fundamental (cuja energia convencionase ser nula), o fotão γ recebe energia W_f igual a:

$$h\nu_{emis} - W_f - W - W_{nuc} < W \quad (2)$$

em que W_{nuc} é a energia de recuo.

No decorrer da excitação do núcleo e da sua passagem do estado fundamental para o estado de energia W , o fotão γ tem de possuir uma energia W'_f igual a:

$$h\nu_{abs} - W'_f - W + W_{nuc} > W \quad (3)$$

As frequências dos máximos das riscas de emissão ν_{emis} e de absorção ν_{abs} ficam deslocadas uma em relação à outra na magnitude igual a:

$$\nu_{abs} - \nu_{emis} = \Delta\nu \quad (4)$$

Tal que:

$$h\Delta\nu = 2W_{nuc} \quad (5)$$

A energia W_{nuc} cedida ao núcleo pode ser determinada pelo impulso P_f do fotão, que durante o processo de emissão de absorção tem de ser igual ao impulso do núcleo, $P_f = P_{nuc}$ (lei da conservação do impulso):

$$W_{nuc} = \frac{P_{nuc}^2}{2M_{nuc}} = \frac{P_f^2}{2M_{nuc}} = \left(\frac{h\nu}{c}\right)^2 \frac{1}{2M_{nuc}} \quad (6)$$

A energia de recuo do irídio (^{191}Ir), por emissão do fóton γ de energia 129 KeV, é $E_r = 0,05$ eV e o alargamento por efeito Doppler, a temperatura ambiente, é da ordem de 0,1 eV; nestas condições há absorção por ressonância nuclear devido ao efeito de Doppler dos núcleos atômicos. Por arrefecimento da fonte e do absorvente, reduz-se a absorção por ressonância, devida a efeito de Doppler e, portanto, prevê-se uma diminuição da quantidade de radiação absorvida. Contrariamente a esta previsão Mössbauer verificou que, para temperaturas muito baixas (77°K) e desde que a fonte e o absorvente estejam no estado sólido, a radiação absorvida por ressonância nuclear aumenta a despeito da espessura do nível nuclear referido $\Gamma = 5 \times 10^{-6}$ eV ser muito inferior à energia de recuo do núcleo (0,05eV). Para explicar estes resultados inesperados, Mössbauer recorreu a uma teoria desenvolvida por Lamb, em 1939, sobre as secções eficazes de captura de neutrões por redes cristalinas e concluiu que no espectro de emissão ou absorção da radiação γ originada por núcleos contidos num sólido, em certas condições experimentais, se distinguem duas partes (fig.2):

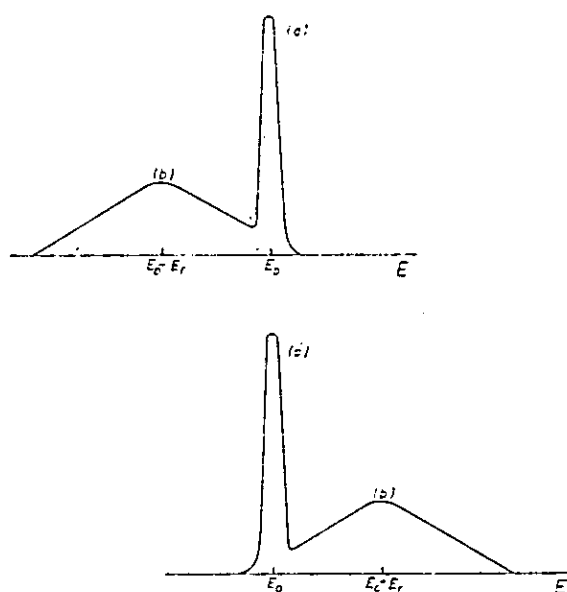


Fig. 2. Representação esquemática de um espectro de Mössbauer de emissão e de absorção.

- i) uma componente (a), de largura igual à espessura do nível nuclear e com energia E_0 da transição nuclear;
- ii) outra componente (b), deslocada da energia E_r em relação à primeira, devida

a recuo do núcleo emissor e ao efeito de Doppler entre os núcleos atômicos.

Mössbauer realizou uma experiência interessante em que pôs em evidência a componente ressonante (a), acabada de se referir. A fig. 3 mostra esquematicamente, o dispositivo experimental empregue por Mössbauer.

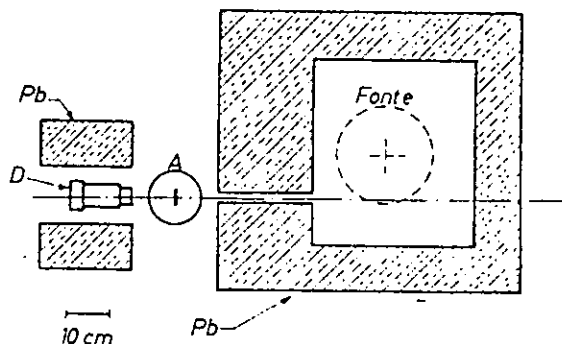


Fig. 3. Dispositivo experimental de Mössbauer.

No interior de uma caixa de chumbo existe um disco girante, onde é colocada, num criostato à temperatura de 88°K, a fonte de irídio (^{191}Ir), a que se comunica uma velocidade da ordem de alguns cm/s. Os fótons γ emitidos numa dada direcção (fig.3.) são transmitidos pelo absorvente A de irídio (^{191}Ir), á mesma temperatura que a fonte, e incidem no detector D. Realizou-se uma experiência idêntica, usando como absorvente a platina (Pt).

Na fig.4 indicam-se os resultados experimentais de Mössbauer, respeitantes às intensidades $I(\text{Ir})$ e $I(\text{Pt})$ transmitidas pelos absorventes de Ir e de Pt.

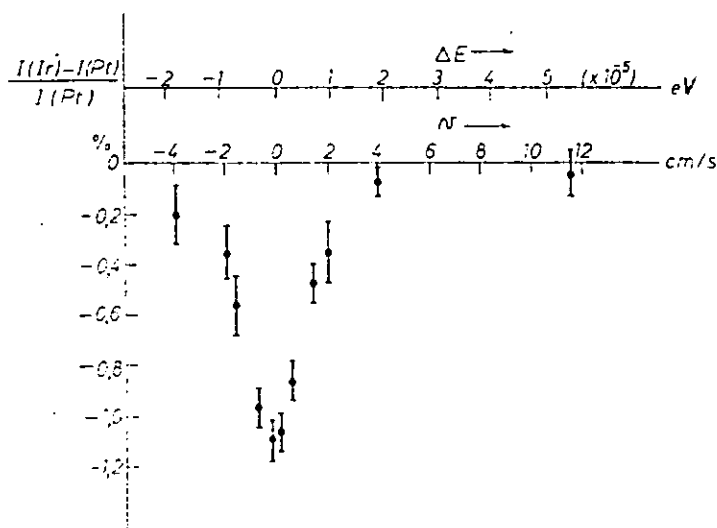


Fig.4. Espectro de absorção de Mössbauer da radiação gamma de 129 KeV emitida pelo ^{191}Ir .

A curva obtida representa a variação da grandeza $[I(\text{Ir})-I(\text{Pt})]/I(\text{Pt})$, marcada no eixo das ordenadas, em função da velocidade relativa v da fonte e do absorvente, indicada no eixo das abcissas. Empregou-se, para comparação, o absorvente de platina, porque sendo os números atômicos do irídio e da platina 77 e 78, respectivamente, a secção eficaz de absorção fotoelétrica é praticamente, a mesma para os dois elementos.

Quando $v=0$, tem-se:

$$\frac{I(\text{Ir}) - I(\text{Pt})}{I(\text{Pt})} = -1 \quad (8)$$

o que mostra que a radiação emitida pela fonte de irídio (^{191}Ir) é toda absorvida por ressonância ($I(\text{Ir})=0$). Ao se variar a velocidade v num sentido ou noutro, a ressonância é rapidamente destruída e:

$$\frac{I(\text{Ir}) - I(\text{Pt})}{I(\text{Pt})} \rightarrow 0 \quad (9)$$

dado que predomina a absorção por efeito fotoelétrico e, $I(\text{Ir}) \approx I(\text{Pt})$.

Medindo a largura a meia altura da risca espectral, Mössbauer achou para espessura do nível de 129 KeV do irídio (^{191}Ir) o valor de $\Gamma = (4,6 \pm 0,6) \times 10^{-6} \text{ eV}$

o que corresponde á vida média $\tau = 1,0 \times 10^{-10} \text{ s}$, em bom acordo com determinações anteriores.

Ficou assim provada a absorção por ressonância para núcleos radioactivos no estado sólido.

Contrariamente ao que acontece nos gases, em que os átomos podem considerar-se praticamente livres, nos sólidos os átomos estão ligados formando cristais, não sendo essas ligações rígidas. Os átomos estão distribuídos na rede cristalina que vibra, variando a energia de vibrações em quantidades discretas, os fonões. A rede cristalina é, portanto, um sistema quantificado, sendo o valor máximo da sua energia de vibrações $k\theta_D$ em que k é a constante de Boltzmann e θ_D a temperatura de Debye da substância cristalina.

Quando o fóton γ é emitido por um núcleo este recua, e se a energia E_r de recuo for grande comparada com a energia de ligação do átomo no sólido, que é compreendida entre 15 e 30 eV, o átomo será deslocado da rede cristalina.

Quando a energia E_r é superior à energia $E\Theta_D$ de vibração da rede cristalina, que para os sólidos é da ordem de 10^{-2} eV, mas inferior à energia de ligação do átomo, produzem-se diferentes modos de vibração da rede por absorção ou emissão de fonões.

Se a energia E_r for inferior à energia $K\Theta_D$, os fótons γ têm grande probabilidade de serem emitidos ou absorvidos sem transmitir ao cristal energia de recuo, porque a rede cristalina, sendo um sistema quantificado, não pode ser excitada de uma maneira qualquer; origina-se assim o efeito de Mössbauer. De facto, nas condições $E_r < K\Theta_D$, γ emitido com momento linear p , transmite o momento linear $-p$ a todo o sólido e não só ao núcleo que o origina, visto que esse núcleo permanece ligado ao sólido. É então todo o cristal que recua sendo:

$$\frac{E_r}{E_0} = \frac{E_0}{2m_c c^2} - \frac{m_\gamma}{2M_c} \quad (10)$$

em que M_c e m_γ designam, respectivamente, a massa do cristal e a massa correspondente à energia do fóton.

Como $m_\gamma \ll M_c$, E_r é desprezável comparado com E_0 e o fóton transporta, portanto, toda a energia da transição.

Na interpretação teórica do efeito de Mössbauer concluiu-se que a probabilidade f de que um núcleo se desexcite (ou excite) por transição de Mössbauer, ou seja, que emita (ou absorva) radiação γ , sem recuo, é dada pela expressão:

válida quando a temperatura absoluta T do difusor é muito inferior à temperatura de Debye Θ_D do

$$f = e^{-\frac{3}{2} \frac{E_r}{K\theta_D} \left[1 + \frac{2}{3} \left(\frac{\pi T}{\theta_D}\right)^2\right]} \quad (11)$$

sólido ($T \ll \theta_D$); f é designado por **factor de Lamb-Mössbauer** ou **factor de Debye-Waller**, dada a analogia entre a relação (11) e a que se obtém no estudo da variação com a temperatura, da difusão de raios x pelos cristais.

A expressão (11) mostra que:

- i) Para $T=0$, $f \neq 0$, ou seja, mesmo no zero absoluto poderia haver emissão ou absorção sem recuo;
- ii) f será tanto maior quanto menor for E_r comparado com $K\theta_D$, isto é, quanto menor for a energia de recuo comparada com a energia de vibração da rede; convém, portanto, que a energia da transição seja pequena (na prática inferior a 150 KeV) e a temperatura de Debye elevada;
- iii) f aumenta quando a temperatura T diminui e, por isso, para que haja um número apreciável de transições sem recuo, é necessário que T seja muito pequeno comparado com a temperatura de Debye.

Estas conclusões, limitam necessariamente o número de núclidos em que ocorre o efeito de Mössbauer, conhecendo-se cerca de 30, dos quais apenas 5 têm realmente interesse e estão indicados no quadro abaixo:

TABELA: 1

Isótopo	Energia de radiação gamma (γ) em KeV	Largura da risca (eV)	Factor de Lamb-Mössbauer às temperaturas	
			300°K	4°K
⁵⁷ Fe	14,4	$4,5 \times 10^{-9}$	0,7	0,4
¹¹⁹ Sn	24,0	$2,4 \times 10^{-8}$	0,05	0,71
¹⁶¹ Dy	25,7	$1,6 \times 10^{-8}$	0,13	0,80
¹⁶⁹ Tm	8,4	$1,1 \cdot 10^{-7}$	0,7	0,95
¹⁹⁷ Au	77,0	$2,4 \times 10^{-7}$	$< 10^{-4}$	0,20

Se atendermos aos valores do factor de Lamber-Mössbauer e à energia e largura de transicção, o núclido que melhor satisfaz é o ferro (⁵⁷Fe) e é de facto o que tem sido mais largamente empregue nas aplicações do efeito de Mössbauer.

Na fig.5, indica-se o esquema de desintegração do cobalto (^{57}Co), que por captura electrónica se transmuta para ferro (^{57}Fe), assinalando-se a transição dipolar magnética de 14,4 KeV, de grande importância no efeito de Mössbauer.

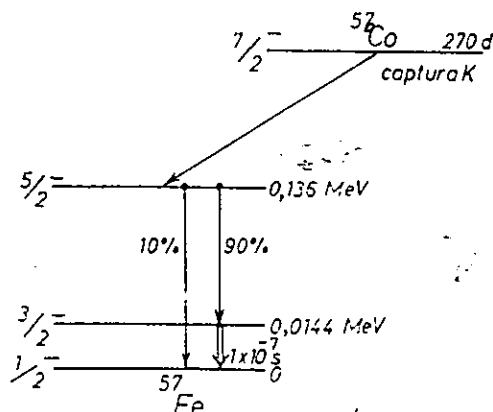


Fig.5 Esquema de desintegração do cobalto (^{57}Co)

O interesse do ferro (^{57}Fe) resulta também da elevada temperatura de Debye do ferro ($\theta_D=420^\circ\text{K}$), o que faz com que à temperatura ambiente o factor de Lamb-Mössbauer seja da ordem de 70%.

O efeito de Mössbauer constitui uma técnica espectroscópica de elevada resolução devido à largura da radiação γ obtida que é da ordem de 10^8eV ; o referido efeito tem numerosas aplicações em física do estado sólido, relatividade, biologia, etc.

2.3. Descrição do Espectrómetro de Mössbauer

Muitos dos detalhes experimentais variam com o tipo de resultado que se quer obter. A fonte de raios γ é geralmente uma folha fina (algumas décimas de mm) contendo o núcleo radioactivo. O absorvidor é, também, um filme de espessura semelhante e o detector pode ser um contador proporcional (então o absorvidor cobre a janela daquele) ou um detector centilador de Iodeto de Sódio activado com Tálcio (NaI(Tl)).

Muitas fontes emitem outra radiação da alta energia, do que os raios γ de interesse e nesse caso usa-se um discriminador monocanal para seleccionar o âmbito de energia desejado.

A fonte é geralmente colada na membrana vibratória de um microfone, cuja velocidade é controlada por um sinal eléctrico, frequentemente com a forma de dentes de serra. As contagens para cada valor de velocidade são feitas em canais diferentes, num analisador multicanal (trabalhando no regime de contador multicanal, ou multichannel scaling MCS) cujo sinal de control vem da fonte eléctrica que analisa o microfone. Anexo.1 mostra o diagrama de blocos de um espectrómetro de Mössbauer.

Existe uma dependência muito fraca da temperatura de frequência, que é relacionada com o efeito de Doppler de segunda ordem:

$$\frac{v^2 \epsilon}{c^2} \quad (12)$$

e que se torna apreciável para velocidade térmica (v) e para uma medição mais exacta, pode-se requerer um controle termostático da fonte e do absorvidor. Também a fracção dos raios γ emitidos sem recuo aumenta com a diminuição da temperatura. O ferro (^{57}Fe) a 300K, esta fracção é 0,7, o que é muito favorável; para o ouro (^{197}Au) este valor é menor que 10^{-4} e só atinge 0,20 a 4K. Pode ser necessário também, um enriquecimento do absorvidor, caso o isótopo desejado não exista. Para o Iodo (^{129}I), cujo isótopo não ocorre naturalmente, o enriquecimento é essencial.

2.4 Interpretação de Espectros

As formas possíveis de espectros observados dependem dos spins dos dois estados nucleares envolvidos e das regras de selecção de emissão do raio γ , bem como da simetria e dos estado magnético do ambiente. Para o caso do ferro (^{57}Fe), os núcleos excitados têm spin 1/2. A transição é essencialmente magnético-dipolar.

intensidade. Caso esteja presente um campo magnético, a degeneração ainda existente é removida e são possíveis seis transições (fig.6 (iii)) com intensidades relativas 3+2+1+1+2+3 como indicado.

2.5 Deslocamento Isomérico

As energias obtidas de espectros, relacionadas com a interacção quadrupolar, podem ser interpretadas de acordo com a figura 7. Se as separações (como as indicadas na fig.7 (iii)) forem observadas no material ferromagnético, os intervalos energéticos são

$$\Delta E = h\gamma H_{ef} \quad (13)$$

onde H_{ef} é o campo magnético efectivo.

O deslocamento na origem é um efeito molecular e constitui uma unidade que só pode ser encontrada em poucas técnicas de espectroscopia atómica de alta resolução; neste último campo diferentemente do efeito de Mössbauer, os núcleos podem ter números de massa diferentes e o fenómeno é conhecido como deslocamento isotópico em espectroscopia atómica. A origem deste efeito reside no facto de se ter um raio efectivo finito do núcleo e na não aplicabilidade do conceito de carga pontual no centro. Desta maneira, a lei de atracção de Coulomb que varia com o inverso do quadrado da distância é perturbada e o hamiltoniano respectivo requer uma modificação. A função de onda dos electrões perto do núcleo é também perturbada da mesma maneira e a correcção à energia é uma função do raio nuclear efectivo R e do valor do quadrado da função de onda, na origem $\psi^2(0)$. A diferença na energia do electrão quando o núcleo se

alarga em δR é proporcional a

$$\psi^2(0) \left(\frac{\delta R}{R} \right) \quad (14)$$

e este valor deve ser somado para todos os electrões; esta energia é pequena, quando comparada com a energia interna nuclear que acompanha a mudança de δR , pelo que não é directamente perceptível.

No entanto, quando se estudam dois arranjos electrónicos diferentes, para cada núcleo, então a diferença ou deslocamento, torna-se observável e tem o valor:

$$[(\sum \psi^2(0))_a - (\sum \psi^2(0))_b] (\delta R/R) \quad (19)$$

A soma é por todos os electrões presentes e para o efeito de Mössbauer, a poderia representar o absorvidor e b, a fonte.

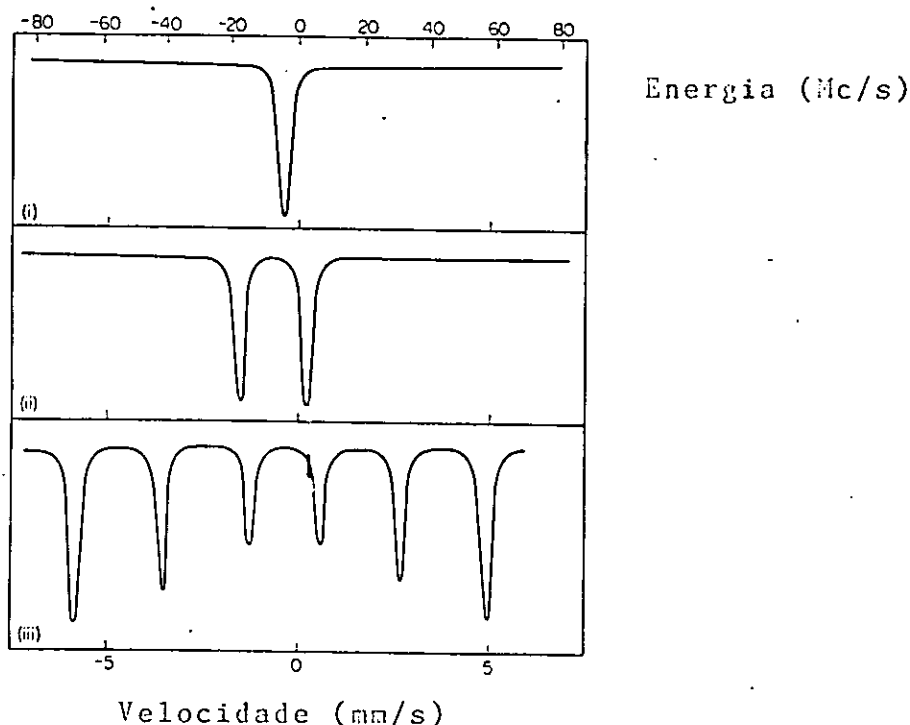


Fig. 7. Espectros de Mössbauer de:
 (i) $K_4Fe(CN)_6$;
 (ii) $Na_2Fe(CN)_5NO$
 (iii) Ferro metálico, para uma fonte de cobalto (^{57}Co) em platina.

3. INSTRUMENTAÇÃO

Durante a primeira década depois da descoberta do efeito de Mössbauer, houve um alto grau de desenvolvimento e aperfeiçoamento da instrumentação usada em espectroscopia de Mössbauer. Este rápido desenvolvimento é o resultado das investigações na área da aplicação da espectroscopia de Mössbauer bem como da comercialização desses instrumentos,

Três tipos de detectores são usados em espectroscopia de Mössbauer:

- contador proporcional
- detector de cintilação
- detector do estado sólido

3.1. Detectores de Cintilação

Existem várias substâncias, certos materiais orgânicos e inorgânicos, que emitem "faíscas" de luz ou cintilação quando partículas carregadas, raios x ou raios γ passam através deles.

Estas substâncias são chamadas **cintiladores**. Num detector de cintilação estas "faíscas" de luz devem incidir num fotocátodo dum tubo fotomultiplicador de modo que haja um impulso à sua saída que indique a detenção da radiação. A amplitude destes impulsos é proporcional à energia dissipada pela radiação ionizante no cintilador.

O diagrama esquemático dum detector de cintilação é mostrado na fig. 8

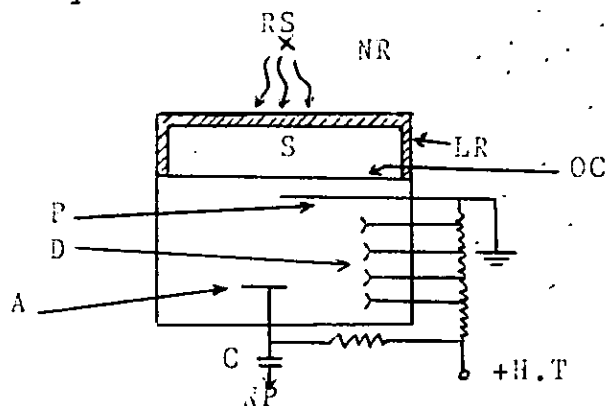


Fig. 8. Diagrama esquemático dum detector de cintilação

Legenda: Rs - Fonte radiactiva
NR - Radiações nucleares
S - Cintilador
P - Fotocátodo
D - Dinodos
A - Ânodos
Lr - Luz Reflectora (MgO)
OC - Ligação óptica
NP - Pulso negativo (para préamplificador)

(a) **Processo de absorção:** Se um raio γ (ou raio x) incide num detector ele pode interagir com a matéria (detector) de três modos:

- (i) efeito fotoeléctrico;
- (ii) efeito Compton
- (iii) produção de pares

Em cada um destes efeitos são produzidos electrões e pelas sucessivas interacções, os raios γ podem transformar toda ou parte da sua energia em energia cinética dos tais electrões secundários. Estes electrões secundários ionizarão ou excitarão o material cintilador.

(b) **Processo de Cintilação:** O cintilador absorve energia quando ele sofre ionização e excitação pelos electrões. Esta energia absorvida aparece quer em forma de energia calorífica (em 60% dos casos) ou como fotões luminescentes. Mais tarde, os estados excitados desexcitam-se para estados mais baixos (de menor energia) com emissão de luz, cujo tempo de emissão é da ordem de 10^{-8} segundos ou menos. Esta luz emitida é denominada cintilação. A dependência tempo-número de fotões obedece a seguinte lei exponencial:

$$N_v = \text{const} (1 - e^{-\frac{t}{\tau}}) \quad (16)$$

onde N_t é o número de fótons de luz emitidos num intervalo de tempo t depois da radiação ionizante interagir com o material e τ é tempo de decaimento ou tempo necessário para a emissão de 63% dos fótons.

(c) **Conversão da luz em impulsos eléctricos:** A luz emitida pelo cintilador incide no fotocátodo do fotomultiplicador produzindo-se fotoelectrões. A estrutura do tubo fotomultiplicador é tal que muitos dínodos (como está mostrado na figura 9) são mantidos a uma alta diferença de potencial. As superfícies dos dínodos têm a propriedade de emitir mais electrões secundários quando um electrão incide neles. Então, os electrões emitidos pelo fotocátodo são acelerados, pelo campo eléctrico, para o primeiro dínodo onde são produzidos electrões secundários. Estes electrões são acelerados para o outro dínodo, onde são produzidos mais electrões e este processo repete-se até ao último dínodo e os electrões aí produzidos são colectados pelo ânodo gerando-se, então, um impulso eléctrico cuja amplitude é proporcional à energia da radiação incidente.

Detector de Cintilação de NaI(Tl)

O detector de Cintilação de iodeto de sódio activado com tálio ((NaI(Tl)) é o mais largamente usado na detecção de raios γ . O cristal de NaI(Tl) é hidrocópico e deteriora-se, devido a absorção da água, quando exposto ao meio ambiente por um período longo de tempo.

A propriedade mais notável de NaI(Tl) é o seu rendimento excelente de luz, que é o mais alto de todos os materiais de cintilação conhecidos. O NaI(Tl) é um material atrativo por causa do alto número atómico ($Z=53$) do iodo o que assegura que a absorção fotoeléctrica ocorrerá com maior probabilidade.

3.2. Contadores proporcionais

Um contador proporcional consiste, essencialmente, num cilindro com um fio, em geral de tungsténio, colocado ao longo do seu eixo;

os dois eléctrodos estão isolados e o cilindro pode conter um gás inerte a uma pressão conveniente. Estabelece-se uma tensão entre o cilindro e o fio, através de uma resistência R da ordem de $M\Omega$ (fig.9). O cilindro deve ser constituído de modo que o campo eléctrico não seja uniforme, produzindo-se uma avalanche de electrões por campos eléctricos intensos, na vizinhança do fio. O campo eléctrico deve ser rigorosamente uniforme em todos os pontos ao longo do fio. O gás que enche o cilindro é, normalmente, árgon ou Kripton e deve estar quase isento de oxigénio e de vapor de água, visto que a fixação de electrões por estes gases reduz a multiplicação de electrões; antes de fechar o contador deve-se proceder a um rigoroso degasamento. Emprega-se, actualmente, contadores de corrente (flow), em que o gás passa, continuamente, através do tubo; é usual utilizar-se árgon com 10% de metano.

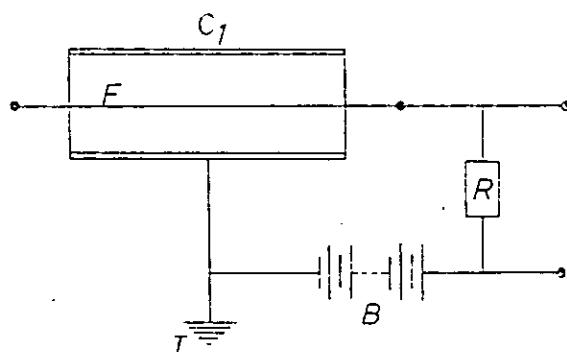


Fig.9. Circuito básico de ionização

Para radiação monocromática a variação da taxa de contagem, em função do impulso, é dado por uma curva do tipo da fig. 10; o ramo (1) é uma curva de Gauss, enquanto que o ramo (2) corresponde a uma longa cauda, de baixa intensidade, de acordo com uma distribuição de Maxwell.

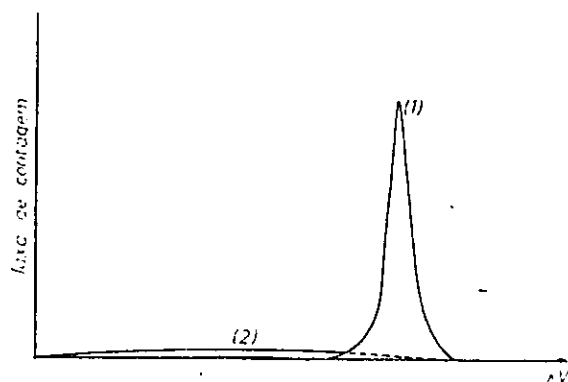


Fig. 10. Variação da taxa de contagem em função da altura do impulso

Mostra-se, experimentalmente, que a altura ΔV do impulso, é proporcional à energia dos fotões, num grande domínio de energias; os impulsos são amplificados e detectados por circuitos electrónicos convenientes.

A absorção de radiação, pelo gás do contador, produz-se sobretudo por efeito fotoeléctrico, originando-se, em consequência, a emissão de electrões de Auger ou de radiação X característica. Os raios x emitidos são reabsorvidos no gás, se as dimensões do contador forem grandes comparadas com o percurso livre médio do fotão. Os electrões libertados vão produzir ionização por choque com as partículas do gás, até que toda a energia dos fotões seja transferida para o gás do contador. Para isso é necessário que este seja suficientemente grande para que todos os electrões terminem o seu percurso no gás. Esta condição realiza-se com facilidade, sendo mais difícil conseguir que os fotões sejam todos absorvidos. Com efeito, o percurso livre dos fotões é, em geral muito mais elevado do que o dos electrões de igual energia. Pode pois acontecer que a radiação x, proveniente da reorganização dos átomos do gás, atravesse o volume útil do contador, sem ser absorvida. Neste caso, a variação

da taxa de contagem em função de ΔV corresponde à fig. 10.

Designaremos de radiação que origina as curvas (1) e (2), respectivamente, por radiação principal e escapamento; esta tem, como é óbvio, energia inferior à da radiação principal. Se se tiver feito uma calibração da altura dos impulsos, da função da energia dos fótons, verifica-se que a diferença de energia correspondente aos máximos das duas curvas, a que se refere a fig. 11, é igual à energia da radiação x, característica do gás que enche o contador.

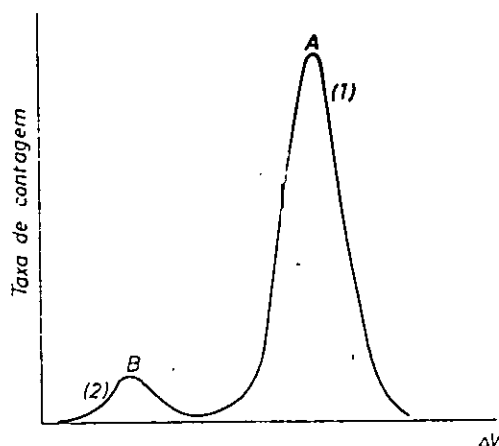


Fig. 11. Curvas referentes à radiação principal (1) e de escapamento (2), detectadas com um contador proporcional.

Se considerarmos um fóton, absorvido no nível K de um átomo do gás do contador, por efeito fotoelétrico, o rendimento de fluorescência W_k é:

$$\omega_k = \frac{X_k}{P_k} \quad (17)$$

Sendo P_k e x_k , respectivamente, a probabilidade de absorção de um fóton primário e de emissão de um fóton k, característico do gás no mesmo intervalo de tempo. A probabilidade f_k , de emissão de radiação K de escapamento, é:

$$f_k = \omega_k P_k \epsilon_k \quad (18)$$

Sendo ϵ_k a probabilidade de que um fóton de radiação k , característico do gás do contador, saia sem ser absorvido o referido gás. A razão da intensidade da radiação principal e de escapamento é:

$$\frac{P_k f_k}{f_k} = \left(\frac{1}{\omega_k \epsilon_k} - 1 \right) \quad (19)$$

Para contadores com dimensões lineares de alguns centímetros, contendo árgon à pressão atmosférica, observa-se uma radiação de escape K , para uma energia de radiação incidente superior a 3,2 Kev (energia de extracção electrónica do nível K do árgon). Para um contador contendo Xenon há ionização K para uma energia de radiação incidente superior a 34,55 Kev. A radiação de escapamento é, neste caso, mais intensa do que para árgon, devido ao elevado rendimento de fluorescência K do Xenon e ao facto da absorção no gás ser pequena, para a radiação característica K . Para radiação x , de energia inferior a 34,55 Kev, pode ser excitado o nível L do Xenon, não havendo excitação do nível K ; como o rendimento médio de fluorescência ω_L do gás é menor que ω_k e o coeficiente de absorção correspondente à radiação característica L é grande, a radiação de escapamento é mais fraca.

O poder resolução R_e do contador é:

$$R_e = \frac{(\Delta V)^{1/2}}{\Delta V} \quad (20)$$

Sendo ΔV a altura média do impulso para radiação de dada energia, e $(\Delta V)^{1/2}$ a largura da curva a meia altura (fig.11). Na relação (20) podem considerar-se energias em vez de alturas dos impulsos. Admitindo para os impulsos uma distribuição de Gauss mostra-se que:

$$R_e = \frac{2,36}{\sqrt{n}} \quad (21)$$

sendo n o número de pares de iões primários produzidos pela radiação x . Fazendo;

$$n = \frac{E}{E_i} \quad (22)$$

em que E_i é a energia de ionização dos átomos do gás e E a energia da radiação incidente, vem:

$$R_e = 2,36 \sqrt{\frac{E_i}{E}} \quad (23)$$

3.3. Detectores semicondutores

Quando se tem uma junção de dois semicondutores, um de tipo n e outro de tipo p , na superfície de separação há combinação de electrões com lacunas. Deste facto resulta a existência na referida superfície de uma zona neutra, designada por **zona de depleção**. Se aos extremos da junção se aplicar uma diferença de potencial contínua, ficando os semicondutores n e p ligados, respectivamente, aos polos positivo e negativo da fonte de tensão (polarização inversa), a zona de depleção vai-se comportar como uma câmara de ionização, entre os eléctrodos da qual se estabeleceu uma diferença de potencial. A passagem de radiação X cria pares electrão-lacuna. Os semicondutores utilizados para os raios X são de silício ou germânio. Consideremos por exemplo, o caso do silício; toma-se uma barra de silício tipo p (com boro como impureza aceitadora), na qual se forma uma junção $n-p$, utilizando fósforo como dador. Empregam-se actualmente $p-i-n$, designados por detectores de lítio difundido. Nestes aparelhos há uma junção $n-p$, de germânio ou de silício; produz-se na junção uma região compesada pela introdução do lítio por difusão. Para isso difunde-se lítio para a região p do semicomdutor, sob condições rigorosamente controladas; o lítio compensa, numa certa

zona, que fica neutra, as impurezas do semiconductor extrínseco. O lítio tem uma difusão extremamente elevada à temperatura ambiente, e, por essa razão, estes detectores têm que ser mantidos à temperatura do azoto líquido (77°K), mesmo quando não estão a ser utilizados. Se aplicarmos à junção uma diferença de potencial com polarização inversa e fizermos incidir na zona de depleção neutra (espessura 2 a 6mm) fotões X, produzem pares de electrão-lacuna, tal como se originam pares de iões numa câmara de ionização. No entanto, não há multiplicação secundária (amplificação) como nos referidos aparelhos.

A eficiência do detector é função do número atómico do semiconductor e da espessura da camada de depleção. Uma camada de silício de 3mm absorve 50% dos fotões de 30 KeV (0,4Å). Os detectores de silício (Li) usam-se para

$\lambda > 0,4\text{Å}$, enquanto que os do germânico se empregam para comprimentos de onda menores.

Nos detectores de semicondutores é necessária apenas uma energia de 3 eV para produzir um par de electrão-lacuna, enquanto que nos detectores de gás ou de cintilação a referida energia é, respectivamente, 20-26 eV e 50 eV.

O facto de, para os detectores de semicondutores, a largura a meia altura da curva de variação da taxa de contagem em função da altura do impulso, ser muito inferior à largura correspondente utilizando contadores proporcionais ou de cintilação, permite uma melhor separação de radiações de energias diferentes, utilizando aqueles detectores.

Na fig. 12 as curvas referem-se a detecção das radiações $K_{\alpha, \beta}$ da prata, empregando cada um dos referido detectores.

A principal desvantagem dos detectores de semicondutores é a elevada mobilidade do lítio que origina uma deterioração das características do aparelho sendo necessário mantê-lo, como dissemos, à temperatura do azoto líquido.

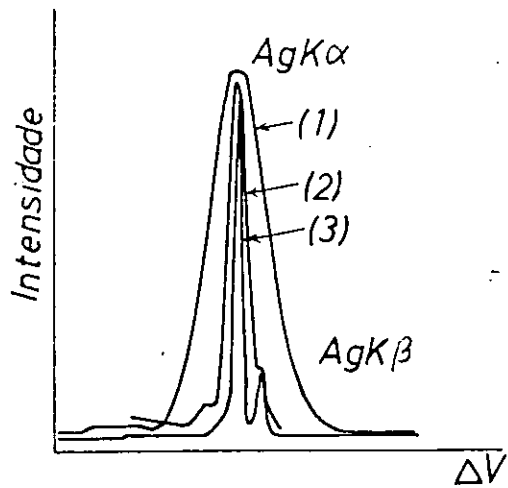


Fig. 12: Comparação das curvas de Variação da taxa de contagem, em função da altura do impulso, para detecção com cintilador (1), com contador proporcional (2) e com semicondutor (3).

4. APLICAÇÕES DA ESPECTROSCOPIA DE MÖSSBAUER

4.1 .Na Física do Estado Sólido

Embora tenham sido no domínio da relatividade as aplicações mais espectaculares do efeito de Mössbauer, as mais importantes dizem respeito à física do estado sólido; referir-nos-emos em pormenor, à determinação de campos magnéticos nos cristais por meio de transições de Mössbauer.

O efeito de Mössbauer permitiu, pela primeira vez, a observação do efeito Zeeman nuclear, isto é, o desdobramento de níveis nuclear em subníveis, pela interacção do momento magnético dipolar do núcleo com um campo magnético exterior ao núcleo. Forma-se uma estrutura hiperfina nuclear e entre os subníveis ocorrem transições que são detectáveis espectroscopia de Mössbauer.

O hamiltoniano H da interacção entre o campo magnético \vec{B} e o momento magnético dipolar $\vec{\mu}$ do estado nuclear spin I é:

$$H = -\vec{\mu} \cdot \vec{B} = -g\mu_N \vec{I} \cdot \vec{B} \quad (24)$$

g e μ_N são, respectivamente, o factor g nuclear e o magnetão nuclear.

As energias dos subníveis resultantes da interacção são dadas por:

$$E = -g\mu_N B m_I \quad (25)$$

em que m_I é O número quântico magnético, que toma os valores:

$$M_I = I, (I-1) \dots -(I-1), -I;$$

cada nível nuclear origina portanto $2I+1$ subníveis energéticos.

Da relação (25) vem que o intervalo energético entre dois subníveis consecutivos é:

$$\Delta E = g\mu_N B \quad (26)$$

e conclui-se que os subníveis consecutivos de dado nível são todos equidistantes. Vê-se que medindo ΔE pode determinar-se B, conhecido g e vice-versa.

Em 1960, Hanna et al., mediram, pela primeira vez, o campo magnético num cristal de ferro servindo-se da transição de 14,4 KeV do ^{57}Fe (fig.13)

Por acção do campo magnético o nível fundamental, de Spin 1/2, desdobra-se em dois subníveis e o primeiro estado excitado, de Spin 3/2, origina quatro subníveis, que se indicam na fig. 13, juntamente com as transições radiativas possíveis, de acordo com a regra de selecção $\Delta m_I = 0, \pm 1$. Dado que o momento angular do estado fundamental é inferior ao do estado excitado, sendo os momentos magnéticos da mesma ordem de grandeza, $\Delta E_f > \Delta E_e$.

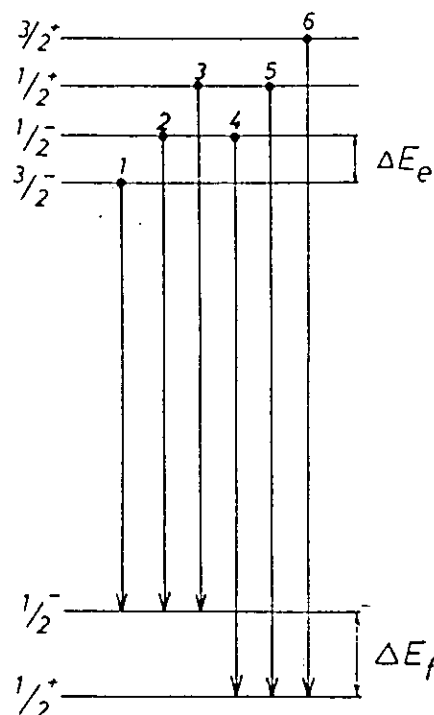


Fig. 13: Estrutura hiperfina de níveis nucleares do ^{57}Fe .

Hanna et al., usaram como fonte, uma liga de ^{57}Co e ^{56}Fe (99,9%), depositados electroliticamente numa lâmina de ferro vulgar, e como absorvente, uma amostra contendo 76% de ^{57}Fe , montados num dispositivo que permitia imprimir velocidade relativa entre a fonte e o absorvente.

Quando a velocidade relativa for nula cada uma das 6 radiações emitidas pela fonte (fig. 13) será absorvida pelas correspondentes transições do absorvente e teremos um grande máximo de absorção por ressonância. Movendo a fonte em relação ao absorvente, há variação de energia das transições emitidas e se não se der sobreposição entre as curvas de emissão e de absorção, não haverá absorção por ressonância. Se velocidade relativa for tal, que algumas das transições emitidas fiquem com energia igual à de outras transições no absorvente, elas serão absorvidas ressonância; concretamente, se se imprimir à fonte velocidade que corresponda a um aumento ΔE_f na energia das transições, as radiações 2 e 3, (fig. 13), emitidas pela fonte, serão absorvidas, respectivamente, nas transições 4 e 5 do absorvente.

Na figura 14 mostra-se o espectro de absorção ressonante obtido por Hanna et al. usando campos magnéticos não polarizados.

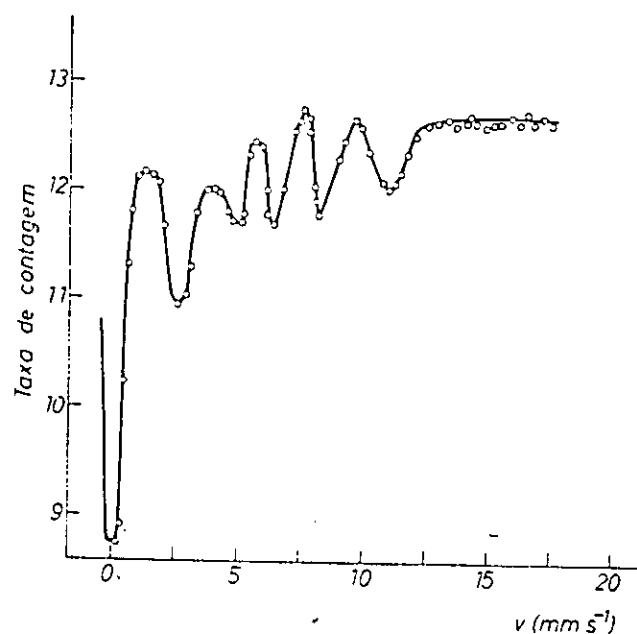


Fig. 14. Espectro de absorção por ressonância nuclear no ^{57}Fe .

Escolhendo, convenientemente, os máximos das riscas de absorção e medindo a distância entre eles, foi possível determinar os valores de ΔE_e e ΔE_f . Conhecido o momento magnético μ_f do estado fundamental do ^{57}Fe , $\mu_f = (0,0903 \pm 0,0007) \mu_N$, Hanna et al. determinaram, pela relação (26), os seguintes valores para o momento magnético μ_e do estado excitado 3/2, do referido núclido e para o campo magnético \bar{B} do núcleo de ferro:

$$\mu_e = (0,153 \pm 0,004) \mu_N \text{ e } B = (3,33 \pm 0,10) \times 10^5 \text{ Oe}$$

4.2. Na indústria metalúrgica

Um dos principais interesses de um metalurgista é encontrar correlações existentes entre a microestrutura de um dado metal ou liga e suas propriedades físicas e químicas. Para esse fim, o ferro (^{57}Fe) é um dos mais importantes isótopos para aplicações na indústria metalúrgica com o propósito de relaizar os seguintes objectivos:

- estudo da solubilidade de ferro em alumínio (Al) e em titânio (Ti) usando a espectroscopia de Mössbauer.
- estudo da mudança de fase de alguns isótipos usando técnicas espectroscópicas de Mössbauer.
- As propriedades magnéticas de ligas metálicas são vistas como uma função temperatura concentração de constituintes metálicos. O fenómeno de ordem-desordem pode ser medido discretamente e comparado com as propriedades térmicas e mecânicas de ligas. O centro de polarização e efeitos de polarização electroconductor podem ser estudadas quando se permuta a polarização dos átomos diamagnéticos nos magnéticos vizinhos.

5. REALIZAÇÃO EXPERIMENTAL

5.1. Equipamento necessário

Como foi descrito no parágrafo 2.3., o espectrômetro laboratorial de Mössbauer (anexo 1) é composto por:

1. Cobalto (^{57}Co) que é usada como fonte de Mössbauer;
2. Um gerador do sinal sinusoidal e de dentes de serra;
3. Uma fonte de alimentação de 0+12 volts; para alimentar o pré-amplificador do detector e o amplificador audio;
4. Um osciloscópio;
5. Um detector de raios -x de Iodeto de Sódio activado com tálio (NaI(Tl));
6. Uma fonte de alta tensão; para alimentar o fotomultiplicador do detector;
7. Um analisador multicanal ND-110, de 128 canais;
8. Um amplificador audio para amplificar o sinal da velocidade;
9. Dois altifalantes;
10. Absorvedores de ferro e aço inox;
11. Registador de espectros, xyt;

5.2. Montagem e funcionamento

Montámos o espectrômetro laboratorial de Mössbauer segundo o diagrama do anexo 1. Como gerador de sinal usamos um gerador de frequência variável de dentes de serra ($1+1,1 \cdot 10^5 \text{Hz}$). O sinal do gerador alimenta um transdutor de sinal de velocidade montado com o auxílio de dois altifalantes de 4 ohm e potência máxima 10W, acopolados por uma coluna fechada de ar através de um tubo perspex de comprimento 5cm e diâmetro de 10,5cm. A frequência de ressonância (própria) para o funcionamento desta coluna é de cerca de 100 Hz. O primeiro altifalante recebe o sinal da velocidade vindo do gerador e o segundo serve de retransmissor que regista o sinal da velocidade de saída que é de cerca de 0,8V que atinge 8V ao ser amplificado através do amplificador audio montado com base no circuito integrado TBA 810 e apresentado no anexo 2. O sinal de 8V que é proporcional

à velocidade da fonte vai para a entrada principal (ADC INPUT) do analisador multicanal (MCA) e aqui é analisado. Por outro lado, a fonte de cobalto (^{57}Co) é montada no ápice da boca do segundo altifalante. A maneira mais simples de produzir a moção do altifalante é guiando-a próximo da ressonância com o sinal sinusoidal. Então a velocidade varia sinusoidalmente com o tempo entre dois extremos, $+v$ e $-v$. De qualquer maneira, com esta disposição, a fonte radioactiva gasta um tempo igual em velocidades diferentes e o espectro da velocidade resultante deve ser normalizado. Isto deve ser conseguido dividindo uma curva experimental tomada sem absorvidor pela curva experimental com o absorvidor. A necessidade da normalização do espectro da velocidade pode ser eliminada orientando o altifalante com o sinal da velocidade linear para produzir a moção dentes de serra. Com esta disposição a fonte radioactiva gasta igual tempo em cada aumento da velocidade. A velocidade assinalada é então mostrada quando um sinal de saída é recebido no painel traseiro no receptor COIN (COIN INPUT). Os sinais de saída são fornecidos por um analisador monocanal (SCA) ligado a um detector de cintilação.

A fonte de ^{57}Co emite outra radiação de alta energia, do que os raios γ de interesse e nesse caso usa-se um analisador monocanal para seleccionar o âmbito de energia desejado (14.4 KeV). o anexo 5 mostra o espectro de cobalto (^{57}Co) onde se pode ver o pico de 6.3 KeV dos raios-x (radiação de alta energia sem interesse) e o pico de 14.4 KeV (radiação de alta energia de interesse).

5.3. Conclusões e Recomendações

1. Foi elaborada e testada a metodologia experimental de um espectrómetro de Mössbauer.
2. Foram feitas considerações teóricas sobre os mecanismos físicos dos fenómenos estudados experimentalmente.

3. Foi feita a pesquisa bibliográfica e preparado material de apoio que pode ser empregue na utilização futura do espectrómetro de Mössbauer e introduzida uma nova experiência laboratorial para a disciplina de Métodos Espectroscópicos do curso de Física.

4. O espectrómetro de Mössbauer obtido ao realizar a experiência com a fonte de Cobalto (^{57}Co), usando os absorvedores de ferro natural e aço inox, são mostrados no anexo 5.

O espectro obtido, permite comprovar as previsões teóricas esperadas sobre o efeito de Mössbauer.

5. A técnica da modulação da velocidade empregue nas análises Mössbauer permite ainda que se tirem conclusões seguintes:

a) A capacidade da análise da amplitude do ND-110 é utilizada para a aplicação da técnica da modulação da velocidade no efeito de Mössbauer.

b) Um sinal derivado dum transmissor de velocidade electromecânico, quer directamente ou via amplificador é obtido através da posição ADC INPUT. A velocidade assinalada é então mostrada quando um sinal de saída é recebido no painel traseiro no receptor COIN. Os sinais de saída são fornecidos por um analisador monocanal ligado quer a um detector de cintilação ou a um contador proporcional.

c) A amplitude instantânea da velocidade assinalada é então proporcional a velocidade quer da fonte ou do absorvente na altura em que o sinal de saída é recebido. Desta forma, as saídas assinaladas são efectivamente as amplitudes moduladas pela velocidade assinalada.

- d) A via mais económica e simples para a introdução da moção requerida entre a fonte e o absorvente é um altifalante, quer pode ser duplo ou simples.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) Javorski B.M. e A.A. Pinski (1983)
Fundamentos de Física II, Editoria "MIR", MOSCOVO
- (2) Whiffen D.H. (1966) Spectroscopy, London.
- (3) Proceedings of the School on applications of nuclear gamma resonance spectroscopy (Mössbauer Spectroscopy)
11-16 August (1986) ICTP, Trieste, Italy
- (4) Salgueiro L. e J. G. Ferreira (1975). Introdução á Física Atómica e Nuclear Volume II, Lisboa,
- (5) Wertheim G.K. (1964). Mössbauer effect: principles and applications. Academic Press, New York and London.
- (6) Leopold M., (1969). Applied Spectroscopy.
Mössbauer Spectroscopy: Some Views. 204-209 (Nº3)
- (7) Pella P.A. and J.R. De voe (1971). Applied Spectroscopy.
Internal Standardization in Mössbauer Spectroscopy
(472-474), volume 25, nº4
- (8) Yavorski B.M. e A.A. Detlaf (1984). Prontuário de Física
Editora "MIR", MOSCOVO.
- (9) Greenwood N.N. and T.C. Gibb (1971)
Mössbauer Spectroscopy, Champman and Hall Ltd. London.
- (10) Leopold M. (1971). An Introduction to Mössbauer Spectroscopy
New York - London,
- (11) Lövborg L. (1965) " Velocity drive for Mössbauer experiments using an amplifier with negative output impedance" , Nuclear Instruments and Methods, volume 34 (307-310);

North Holland Publishing Company

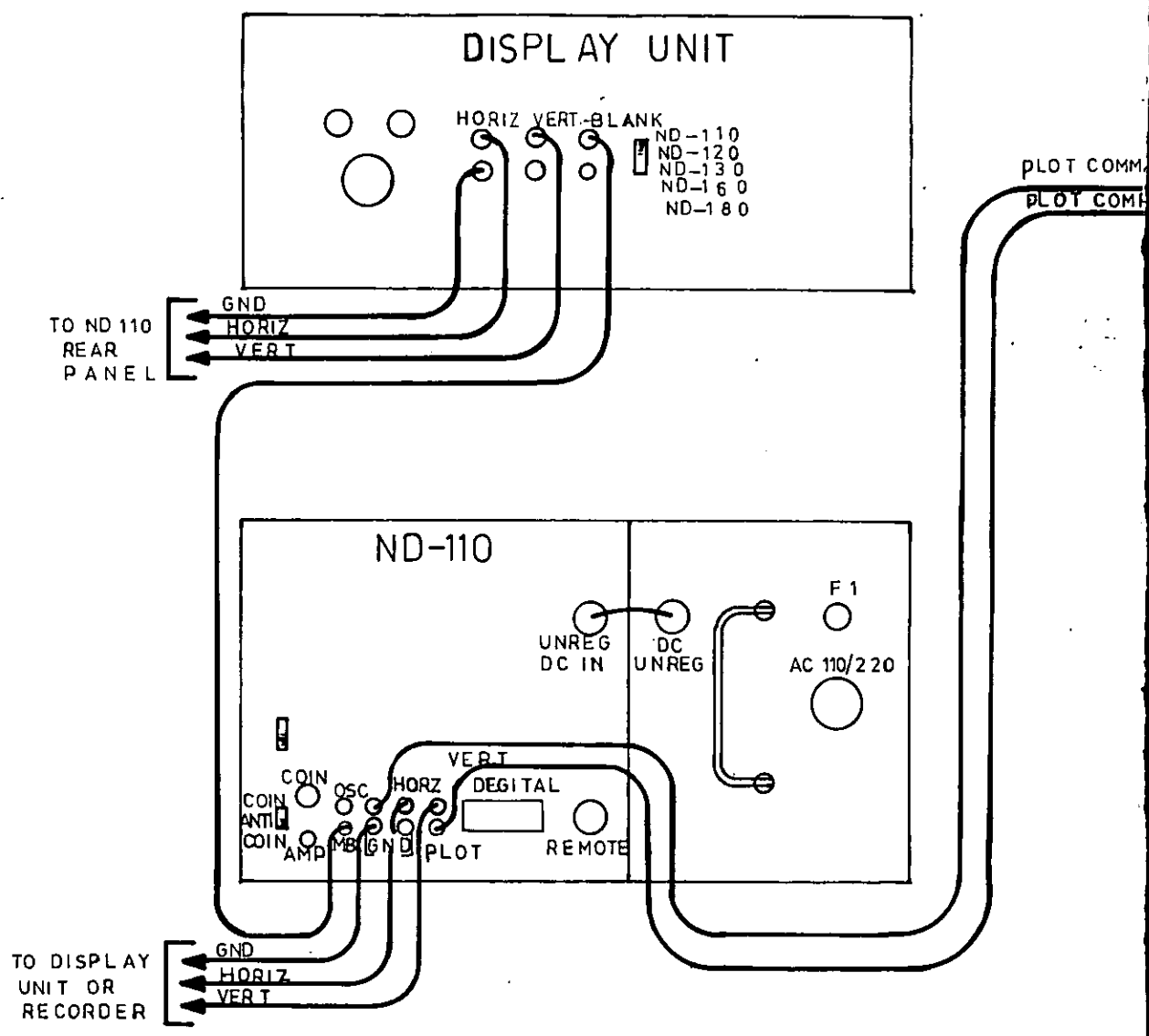
- (12) Cohen R.L., P.G. McMullin and G.K. Wertheim, (1963) "High velocity drive for Mössbauer experiments"
Review of Scientific Instruments, Volume 34, number 6, June.
- (13) ELSCINT, (1971) Scientific Instrumentation Catalog GMD-10

ANEXO-01

DIAGRAMA EM BLOCOS DO ESPECTRÓMETRO DE MOSSBAUER

ANEXO-03

**DIAGRAMA DE INTERLIGAÇÃO DO REGISTADOR DE
ESPECTROS, XYt**



DIAGRAM

ALTIFALANTE

NO.1

NO.2

GERADOR DO SINAL

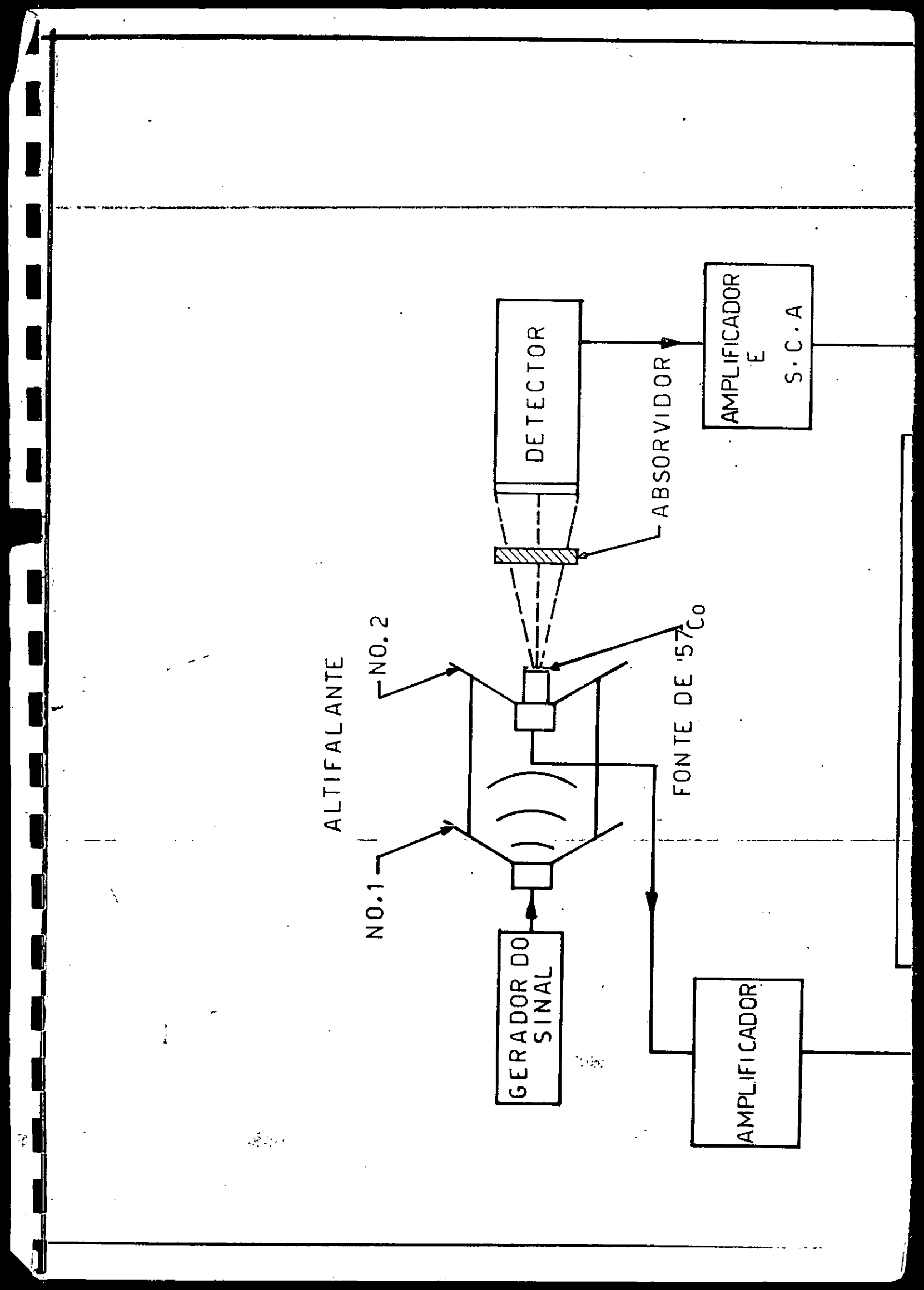
DETECTOR

ABSORVIDOR

FONTE DE ^{57}Co

AMPLIFICADOR
E
S.C.A

AMPLIFICADOR



ND-110

ADC
INPUT

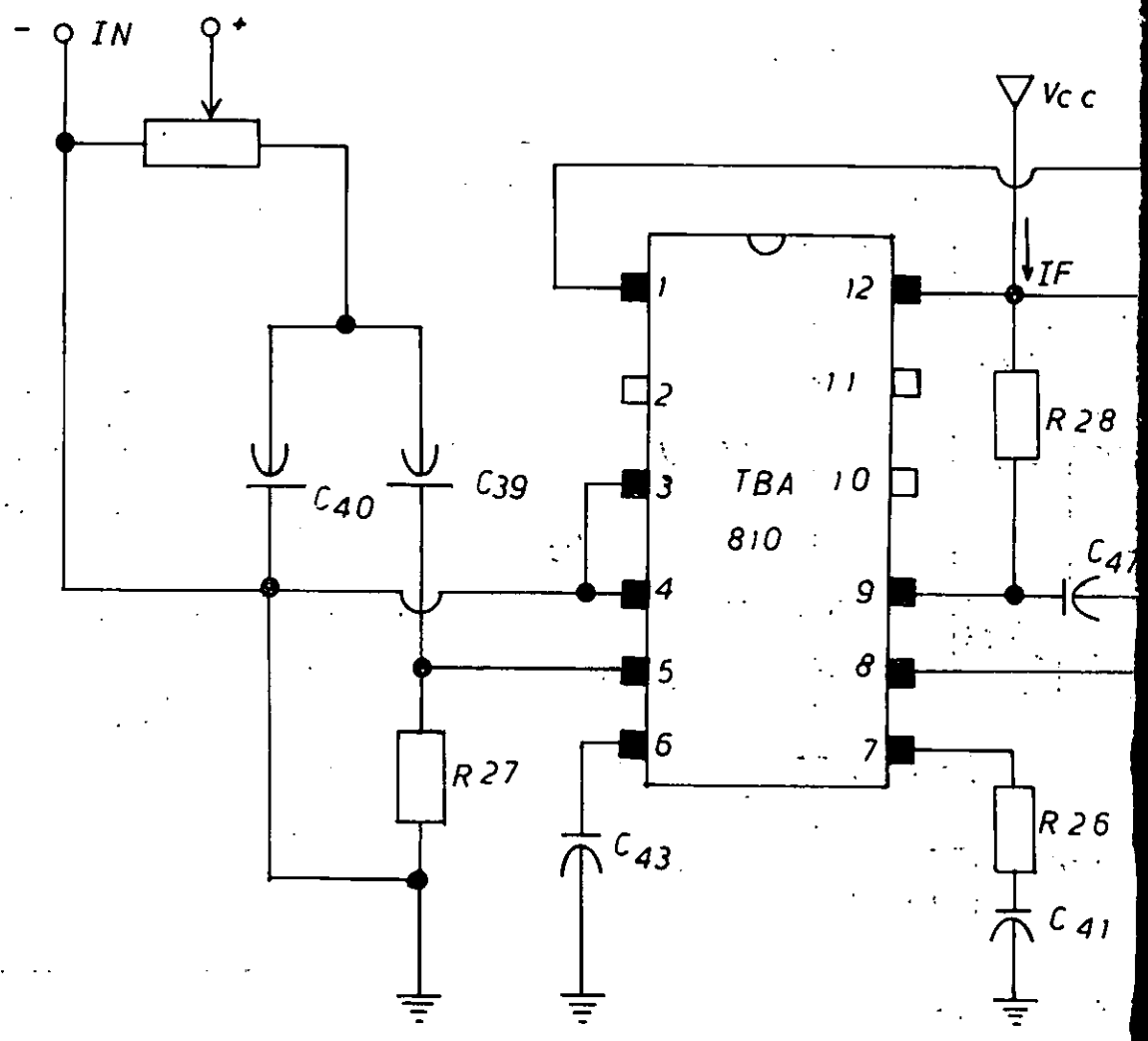
COINC
INPUT

DIAGRAMA, EM BLOCOS DO
ESPECTRÓMETRO DE MÖSSBAUER

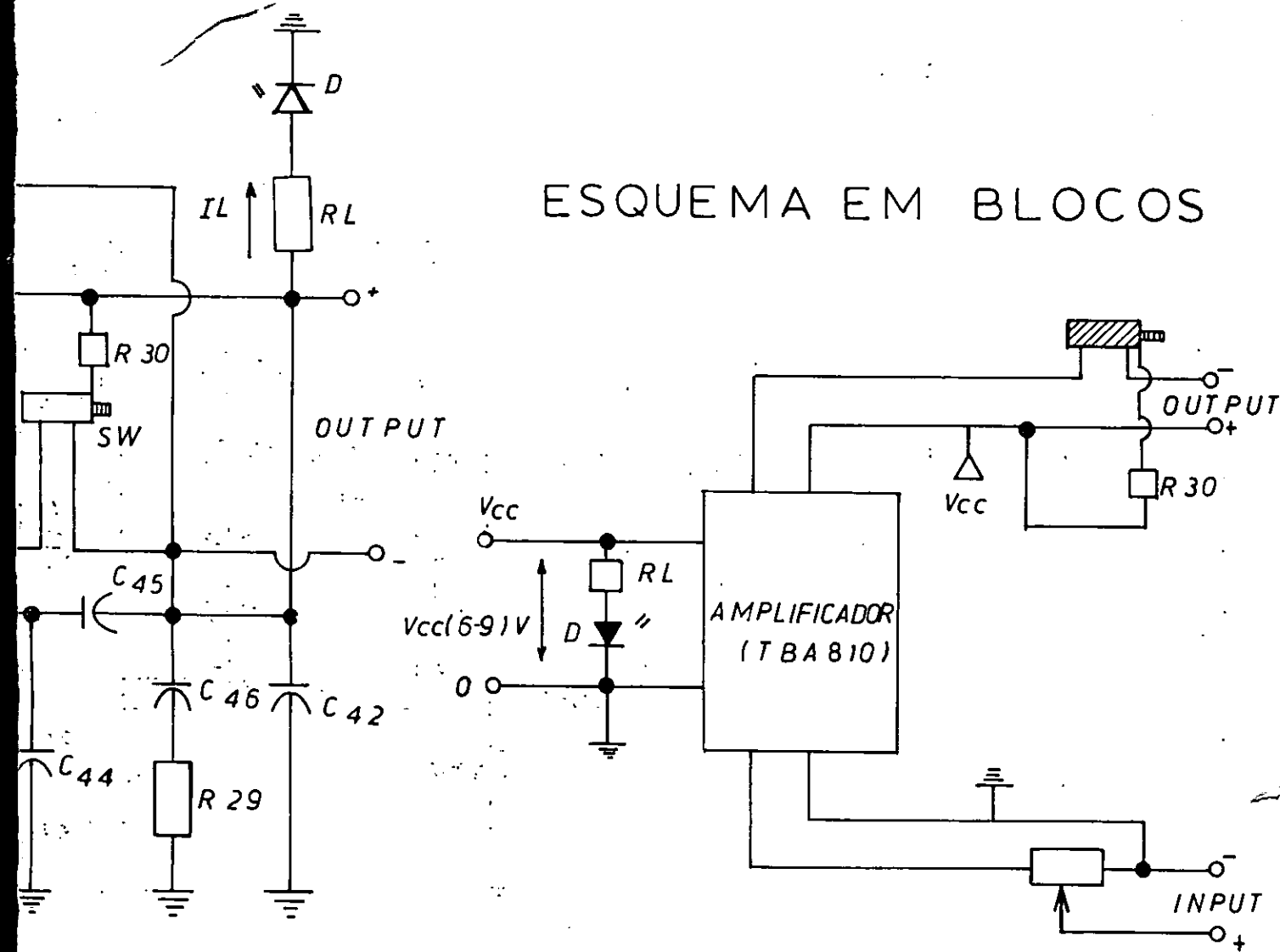
ANEXO-02

DIAGRAMA EM BLOCOS DO AMPLIFICADOR AUDIO TBA 810

AMPLIFICADOR TBA 810



ESQUEMA EM BLOCOS



ANEXO-04

GUIA LABORATORIAL

ANEXO - 04

Instruções para a operação do Espectrómetro de Mössbauer (Guia Laboratorial)

As instruções a seguir indicadas descrevem os procedimentos típicos de operação, e destinam-se a servir apenas como guia. Em todos os casos, fixações de controlo específico dependerão sobretudo das necessidades da experiência.

1. Modo de Análise: Análise da altura do pulso

Este procedimento descreve a operação sob as seguintes condições:

- A. Pretende-se obter uma série de calibrações da energia de aproximadamente 0 a 1.0 meV
- B. Utiliza-se como fonte de calibração o céσιο (^{137}Cs)
- C. Os canais de coincidência e anti-coincidência não são utilizados.
- D. O interruptor POWER é fixado na posição ON.

2. Regras de Procedimento

1. Posicionar o interruptor MODE em STOP.
2. Se o amplificador de entrada é utilizado, fixar o interruptor Mössbauer/+ 10V/+ 100V na posição +10 V ou + 100V. Se estiver em uso a posição ADC INPUT posicionar o interruptor Mössbauer/+ 10V/+ 100V na posição apropriada e de acordo com o tipo do sinal a ser aplicado.
3. Colocar o controlo UPPER DISCRIMINATOR na rotação máxima e no sentido anti-horário.
4. Colocar o controlo LOWER DISCRIMINATOR na rotação máxima e no sentido horário.
5. Colocar o controlo ZERO LEVEL na rotação máxima e no sentido horário.
6. Se o amplificador de entrada estiver em uso, ajustar no disco um ganho mínimo de 250. Se algum amplificador externo for ligado na posição ADC INPUT, colocar o indicador do ganho na posição zero.
7. Posicionar o interruptor do painel traseiro COIN/ANTICOIN em ANTICOIN
8. Posicionar o interruptor DATA em ADD.
9. Posicionar o interruptor LIVE DISPLAY em ON.
10. Posicionar o interruptor READOUT em CRT.
11. Não considerar a fixação do interruptor MULTI-SCALING
12. Posicionar o interruptor DISPLAY em LOG.
13. Posicionar o interruptor LIVETIME em OFF.
14. Posicionar MODE em ANALYZE. O instrumento devia aceitar o registo de dados na memória. Pode se observar uma acumulação directa de dados na memória em ambas as posições, o ND-410, o Display

Monitor ou o osciloscópio auxiliar.

15. a) se o amplificador de entrada estiver em uso, ajustar o ganho de tal forma que a parte do pico 0,662 MeV do Césio (^{137}Cs) atinja o canal 85. Após cada ajustamento efectuado, permite o tempo suficiente de acumulação de informação para determinar a posição de auge. A memória deve ser apagada em cada ajustamento carregando o ERASE por alguns segundos.
- b) se um amplificador externo é utilizado, acertar o ganho como foi descrito no passo 15 a).
16. Ajustar o controlo ZERO LEVEL para que o pico dos raios-X de 0,032 MeV caia no canal 4.
17. Reajustar o ganho e o zero level de maneira que ambos, o foto-pico 0,662 MeV e o pico de raios-X caiam no canal previamente mencionado. O instrumento pode apartir de agora ser calibrado através de uma série de medições de aproximadamente 0 a 1 MeV.

O espectro de calibração obtido realizando a experiência com a fonte de Césio (^{137}Cs) é mostrado no anexo 6.

3. Modulação da Velocidade em análise Mössbauer

O diagrama em blocos usado para a modulação da velocidade é apresentado no anexo 1.

Os procedimentos para a modulação da velocidade em análise Mössbauer assumem as condições seguintes:

1. Usa-se como fonte de Mössbauer Cobalto (^{57}Co), sendo o absorvidor o aço inox;
2. O material absorvente contém o ferro (^{57}Fe);
3. A obtenção dos sinais coincidentes é providenciado pelo analisador monocanal ligado no ND-110 no receptor COIN do painel de trás.
4. O sinal da velocidade é aplicado no ND-110 através da entrada ADC INPUT.

4. Procedimentos

No analisador monocanal

1. Na ausência do absorvidor ajustar a janela de modo a obter o pico de 14.4 KeV produzido pela fonte de ^{57}Co .
2. Posicionar o interruptor MODE em STOP.
3. Posicionar o interruptor Mössbauer/+ 10V/+ 100V em Mössbauer.
4. Posicionar o UPPER DISCRIMINATOR na rotação máxima e no sentido anti-horário.
5. Posicionar o LOWER DISCRIMINATOR na rotação máxima e no sentido horário.
6. Posicionar o ZERO LEVEL na rotação máxima e no sentido horário.
7. Posicionar o interruptor do painel traseiro COIN/ANTICOIN em COIN
8. Colocar o interruptor DATA em ADD.
9. Colocar o interruptor LIVE DISPLAY em ON.
10. Colocar o interruptor READOUT em CRT.
11. Colocar o interruptor LIVE DISPLAY em LOG.

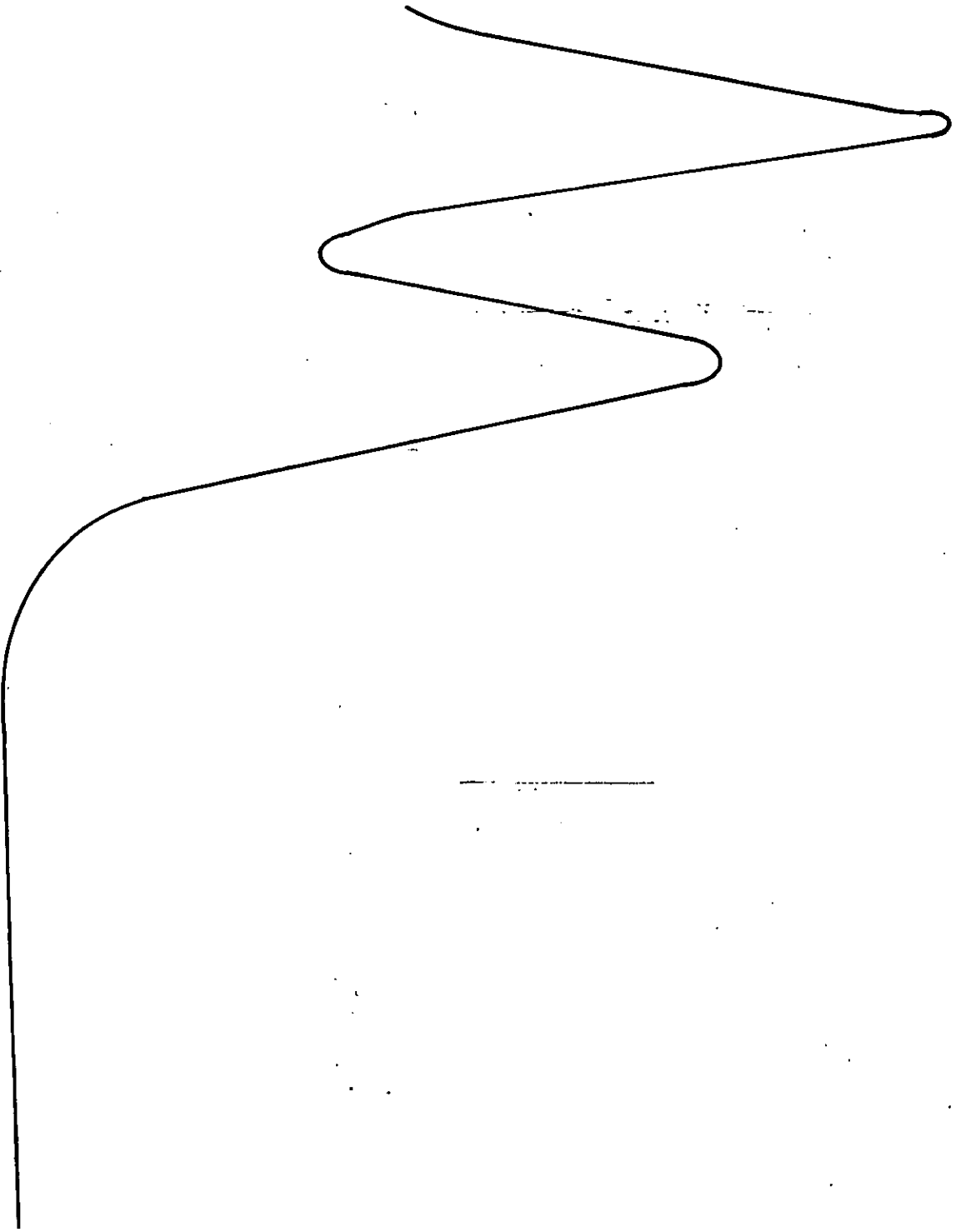
12. Colocar o interruptor **LIVETIME** em **OFF**.
13. Não considerar o interruptor **MULTI-SCALING**
14. Com o absorvidor na posição, colocar o **MODE** em **ANALYZE**. O instrumento deverá iniciar a acumulação de informação.

ANEXO-05

ESPECTRO DA FONTE DE ^{57}Co DO AÇO INOX

6.3 KeV
Raios X

14.4 KeV
Raios γ



ANEXO-06

ESPECTRO DE CALIBRAÇÃO DA FONTE DE ^{137}Cs

CONT.

