

УДК 538.97

МЕССБАУЭРОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ РАДИАЦИОННЫХ ПОВРЕЖДЕНИЙ В МАГНЕТИТЕ

© 2025 г. В. А. Андрианов^{a, *}, А. Л. Ерзинкян^a, А. А. Буш^b, Т. В. Кулевой^c,
К. Е. Прянишников^c, П. А. Федин^c

^aМосковский государственный университет имени М. В. Ломоносова,
НИИЯФ им. Д. В. Скobelцына, Москва, 119991 Россия

^bРоссийский технологический университет “МИРЭА”, Москва, 119454 Россия

^cНациональный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, 123182 Россия

*e-mail: andrva22@mail.ru

Поступила в редакцию 17.10.2024 г.

После доработки 14.11.2024 г.

Принята к публикации 14.11.2024 г.

Радиационные повреждения в кристалле магнетита Fe_3O_4 , возникающие при имплантации ионов Fe с энергией 5.6 МэВ и флюенсом 10^{14} ион/см², изучены двумя методами мессбауэровской спектроскопии: конверсионной мессбауэровской спектроскопии с регистрацией электронов конверсии с глубины до 0.5 мкм и рентгеновской мессбауэровской спектроскопии с регистрацией вторичного рентгеновского излучения с глубины до 35 мкм. Сравнивали данные для облученного и необлученного образцов. Все мессбауэровские спектры содержали два секстета, отвечающих позициям *A* и *B* в магнетите. Параметры секстетов соответствовали литературным данным. Ширины мессбауэровских линий невелики и находятся в интервале $G = 0.3\text{--}0.4$ мм/с. Облучение ионами Fe не вызывало заметных нарушений кристаллической решетки. В спектре облученного образца, измеренного методом конверсионной мессбауэровской спектроскопии с эффективной глубиной 0.5 мкм, обнаружена дополнительная фаза FeO_x с интенсивностью 10%. Данные эксперимента рассмотрены на основе модели теплового пика. Образование фазы FeO_x возможно в результате закалки после перегрева в области треков.

Ключевые слова: облучение, ионы Fe, магнетит, Fe_3O_4 , мессбауэровская спектроскопия, ядра ^{57}Fe , электроны конверсии, рентгеновское излучение, магнитная сверхтонкая структура, ионные треки, тепловой пик.

DOI: 10.31857/S1028096025010099, **EDN:** AAWXJO

ВВЕДЕНИЕ

Физика радиационных повреждений важна при эксплуатации существующих ядерных реакторов и при создании новых ядерных и термоядерных устройств. Материалы, находящиеся в активных зонах, должны быть устойчивы к воздействию интенсивных потоков не только нейтронов, но также протонов и α -частиц. Как известно, первичными радиационными дефектами являются вакансии и внедренные атомы. Уже в процессе облучения происходит рекомбинация точечных дефектов и их сегрегация, идут процес-

сы образования дислокаций и дислокационных петель, а также вакансационных кластеров и полостей [1, 2].

На ядерных установках и космических аппаратах облучению подвергаются как металлические конструкции, так и узлы и покрытия, выполненные из изоляторов и полупроводников. Механизм образования радиационных повреждений в изоляторах существенно отличается от металлических систем. При облучении заряженными частицами с энергией выше ≈ 10 МэВ основным процессом является неупругое взаимодействие частиц с элек-

тронной подсистемой материала. Эти процессы вызывают разогрев материала в области трека и при достаточной энергии образование квазилиндрических каналов, как полых, так и мнимых (латентных) треков [3]. При энергии ионов менее 1 МэВ основным каналом поглощения энергии становятся упругие ядерные столкновения, ведущие к образованию первичных радиационных дефектов. При больших дозах облучения типичны аморфизация материала, разупорядочение и фазообразование.

Исследования радиационных дефектов ведут с использованием широкого спектра экспериментальных методов. Одними из основных методов являются методы просвечивающей и растровой электронной микроскопии, которые позволяют исследовать наноразмерные дефекты и дислокации. Однако при изучении точечных дефектов, атомных кластеров и дефектов малых размеров методы электронной микроскопии не имеют достаточного разрешения и избирательности. В этом случае могут быть использованы локальные методы, такие как эффект Мессбауэра и EXAFS-спектроскопия (Extended X-Ray Absorption Fine Structure — протяженная тонкая структура рентгеновского спектра поглощения). Спектры, получаемые этими методами, зависят от координационного окружения исследуемого атома и, таким образом, дают информацию о структуре радиационных дефектов [4–6]. Они позволяют определить характерные типы дефектных координаций атомов и проследить их изменения в зависимости от дозы облучения и температуры материала.

В настоящей работе методом мессбауэровской спектроскопии на ядрах ^{57}Fe исследовано образование радиационных дефектов в оксиде железа, магнетите Fe_3O_4 , при облучении ускоренными ионами Fe с энергией 5.6 МэВ. Поверхность образцов контролировали с помощью спектроскопии координационного рассеяния света и с использованием оптического и растрового электронного микроскопов.

Магнетит Fe_3O_4 представляет собой смешанный оксид железа (Fe^{2+} и Fe^{3+}) и имеет структуру обращенной шпинели $AB_2\text{O}_4$ (пространственная группа $Fd\bar{3}m$ (№ 227)) с параметром элементарной ячейки $a = 8.396 \text{ \AA}$ и числом формульных единиц $Z = 8$ [7]. В позиции A атомы железа находятся в тетраэдрическом окружении атомами кислорода и имеют валентность Fe^{3+} . В узлах B атомы железа находятся в кислородных октаэдрах и валентных состояниях Fe^{3+} и Fe^{2+} . Валентная формула магнетита $\text{Fe}^{3+}(\text{Fe}^{3+}, \text{Fe}^{2+})\text{O}_4$. При температуре выше температуры Вервея ($T_v \approx 120 \text{ K}$) между соседними

двуих- и трехвалентными атомами Fe в октаэдрической (B) решетке происходит быстрый электронный обмен ($\text{Fe}(B)^{2+} \leftrightarrow \text{Fe}(B)^{3+}$), в результате оба иона Fe в B -позиции имеют промежуточную валентность 2.5^+ , и валентная формула приобретает вид $\text{Fe}^{3+}(\text{Fe}^{2.5+})_2\text{O}_4$. Магнетит имеет ферромагнитную структуру с магнитным моментом $3.47 \mu_B$ на формульную единицу и температурой магнитного упорядочения $\approx 850 \text{ K}$ [8].

Мессбауэровский спектр магнетита при температурах $T > T_v \approx 120 \text{ K}$ представляет собой два зеемановских секстета, соответствующих атомам железа в октаэдрическом (B) и тетраэдрическом (A) кислородном окружении, вклады которых относятся как 2:1 соответственно. Значения сверхтонких параметров парциальных мессбауэровских спектров при комнатной температуре лежат в диапазонах: $IS_A = 0.22\text{--}0.28 \text{ mm/s}$, $H_A = 480\text{--}492 \text{ kE}$ и $IS_B = 0.66\text{--}0.68 \text{ mm/s}$, $H_B = 447\text{--}461 \text{ kE}$, а квадрупольные расщепления QS_i близки к нулю [9].

При радиационном облучении следует ожидать появления дефектных позиций Fe с различными значениями мессбауэровских параметров: сверхтонкого магнитного поля H_i , квадрупольного расщепления QS и изомерного сдвига IS .

ЭКСПЕРИМЕНТ

Экспериментальные образцы представляли собой монокристаллические таблетки диаметром 10 мм и толщиной около 1.5 мм. Облучаемая сторона была зеркально отполирована. Образцы магнетита Fe_3O_4 были вырезаны из монокристалла, выращенного методом бестигельной зонной плавки в университете МИРЭА. Рентгеновская дифракция показала, что ось [111] направлена перпендикулярно плоскости таблетки Fe_3O_4 .

Радиационные дефекты создавали в образцах посредством имплантации ионов ^{56}Fe с энергией 5.6 МэВ на импульсном ускорителе ТИПр (тяжело ионный прототип) в институте ИТЭФ НИЦ “Курчатовский институт”. Плотность ионного тока 11 мА/см^2 , длительность импульса 475 мкс, период повторения импульсов 2 с, заряд ионов $2+$, флюенс облучения $1 \times 10^{14} \text{ ион/см}^2$. На рис. 1а приведена концентрация имплантированных ионов Fe в зависимости от глубины, рассчитанная по программе SRIM-2013 [10]. Из графика видно, что концентрация имплантированных атомов пренебрежимо мала и локализована на глубинах 1500–2500 нм.

На рис. 1б приведена рассчитанная концентрация атомов Fe и O, выбитых из узлов решетки

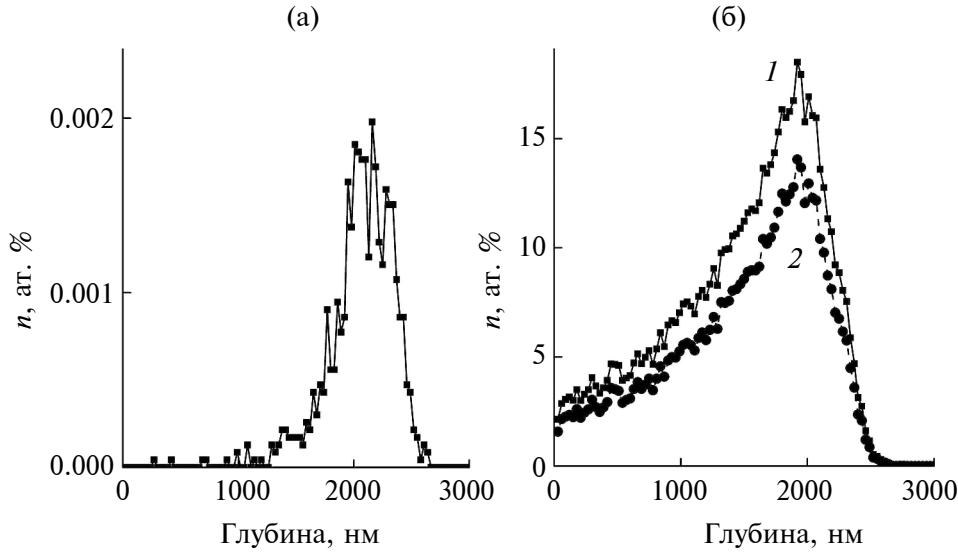


Рис. 1. Радиационные дефекты при облучении магнетита Fe_3O_4 ионами Fe с энергией 5.6 МэВ и флюенсом 10^{14} ион/см², зависимость от глубины: а – концентрации имплантированных атомов Fe; б – концентрации первичных дефектов (вакансий) в подрешетках Fe (1) и кислорода (2).

криスタлла магнетита. Концентрация первичных дефектов превышает концентрацию имплантированных атомов более чем на четыре порядка. Каждый ион Fe создает примерно 16 000 выбитых атомов. Видно, что первичные радиационные дефекты локализованы в поверхностном слое 2500 нм, максимальная концентрация дефектов (вакансий) локализована на глубине 2000 нм и составляет для Fe $n \approx 17$ ат. % и для кислорода $n \approx 13$ ат. %. На поверхности образца концентрация первичных дефектов составляет 2.5 ат. % для Fe и 2 ат. % для O.

При имплантации ионов Fe таблетку Fe_3O_4 устанавливали в нержавеющую кассету с массивным медным основанием, обеспечивающим охлаждение. В качестве контрольных образцов использовали необлученную таблетку, вырезанную из того же монокристалла магнетита, а также мессбауэровские поглотители, изготовленные из порошка Fe_3O_4 .

В настоящей работе были использованы методы конверсионной и рентгеновской мессбауэровской спектроскопии, способные получать данные о поверхностных слоях материалов [11, 12]. В методе конверсионной спектроскопии регистрируют выход из поглотителя конверсионных электронов; он дает информацию о слое толщиной около 0.5 мкм. В случае облученного образца концентрация дефектов в этой области невелика – около 2% как по Fe, так и O (рис. 1б). В методе рентгеновской мессбауэровской спектроскопии регистрируют вторичное рентгеновское излучение с энергией

6.4 кэВ. Соответственно, глубина выхода рентгеновских лучей из оксидов Fe равна примерно 35 мкм. Вклад радиационно-поврежденной зоны в общий спектр мал и составляет около 7%. В работе для регистрации электронов конверсии применяли проточный газовый гелий-метановый (10%) детектор СЕДМИ-4, изготовленный в Ростовском университете. Для регистрации вторичного рентгеновского излучения использовали газовый детектор типа [13] с газовой смесью Ar–Метан (10%).

После облучения проводили контроль поверхности кристалла с помощью оптического и растрового электронного микроскопов, а также были измерены спектры комбинационного рассеяния света. Облучение не вызывало заметных изменений поверхности с точностью до 10 нм. Поверхность имела гладкий вид с несколькими царапинами. Спектры комбинационного рассеяния света, измеренные на облученной и тыльной сторонах образца, практически совпадали между собой и были близки к литературным данным [14].

МЕССБАУЭРОВСКИЕ СПЕКТРЫ

Мессбауэровские спектры были измерены двумя методами для двух образцов: облученной таблетки монокристалла магнетита (образец М1) и контрольного образца необлученного магнетита, вырезанного из того же монокристалла (образец М2). Кроме того, из монокристалла был приготовлен стандартный поликристаллический поглотитель (образец М3р), мессбауэровский

спектр которого был измерен традиционным методом. На рис. 2а приведен спектр поликристаллического образца М3р, который представляет суперпозицию двух магнитных секстетов. Математическую обработку спектров проводили с помощью программы UnivemMS_701, разработанной в Ростовском госуниверситете. Параметры секстетов приведены в табл. 1, они близки к литературным данным.

На рис. 2б приведен спектр облученного монокристаллического образца, измеренный методом рентгеновской мессбауэровской спектроскопии. Напомним, что этот метод регистрирует спектр, отвечающий поверхностному слою толщиной около 35 мкм, где вклад облученной области мал. Из сравнения спектров на рис. 2а и 2б видно, что спектры практически идентичны, за исключением направления пиков — вниз и вверх. Параметры спектра образца М1 также приведены в табл. 1.

На рис. 2в приведен спектр облученного монокристаллического образца М1, измеренный методом конверсионной мессбауэровской спектроскопии. Он состоит из двух стандартных секстетов, отвечающих спектру магнетита, и двух небольших дублетов в центральной области спектра. Параметры обработки спектра приведены в табл. 1. Параметры дублетов $D1$: $ISd_1 = 0.885$ мм/с, $QSD_1 = 0.60$ мм/с; $D2$: $ISd_2 = 0.260$ мм/с, $QSD_2 = 0.61$ мм/с. Они соответствуют оксидным фазам типа FeO_x . Относительная интенсивность дублетов около 10%.

Мессбауэровские спектры контрольного образца М2, измеренные методами конверсионной и рентгеновской мессбауэровской спектроскопии, содержали только магнитные секстеты $S1$ и $S2$, дублетные спектры фазы FeO_x отсутствовали (рис. 3). Параметры спектров контрольного образца М2 также приведены в табл. 1. Таким образом, квадрупольные дублеты $D1$ и $D2$ фазы FeO_x были зарегистрированы только в тонком поверхностном слое облученного образца магнетита с использованием метода конверсионной мессбауэровской спектроскопии.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Основные компоненты мессбауэровских спектров, секстеты, отвечающие позициям A и B в магнетите, практически совпадают во всех измеренных образцах и близки к литературным данным. Ширины мессбауэровских линий невелики и находятся в интервале $G = 0.3\text{--}0.4$ мм/с. Все это указывает на то, что облучение ионами Fe не вызывает заметных нарушений кристаллической

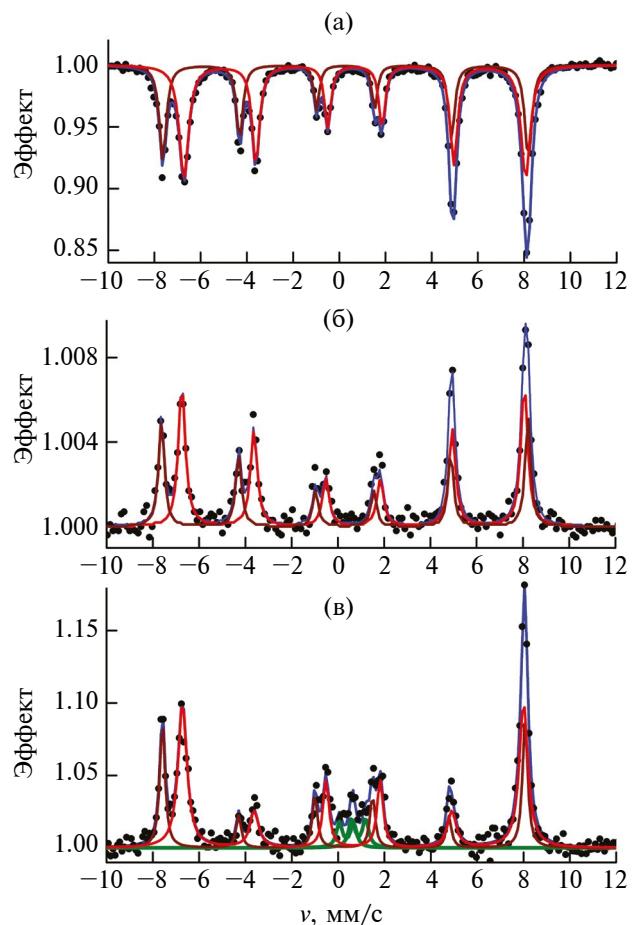


Рис. 2. Мессбауэровские спектры образцов магнетита: а — поликристаллического М3р; б — облученного монокристалла М1 (рентгеновская спектроскопия); в — облученного монокристалла М1 (конверсионная спектроскопия), линии в центре спектра демонстрируют вклад дублетов FeO_x . Разложение спектров на два секстета показано сплошными линиями.

решетки. Единственный результат облучения — это образование поверхностной фазы типа FeO_x с интенсивностью 10%.

Рассмотрим образование радиационных дефектов с учетом возможности формирования ионных треков. При флюенсе 10^{14} ион/см² среднее расстояние между треками равно 1 нм. Согласно литературным данным, при малых энергиях радиус трека составляет 0.5–1 нм. Следовательно, почти вся поверхность образца относится к области возможных треков. Известно, что латентные треки проявляются только после поверхностного травления. В рассматриваемом случае травление не проводили, и какие-либо дефекты поверхности, возникающие после облучения, не были обнаружены методом растровой электронной микроскопии.

Таблица 1. Параметры обработки мессбауэровских спектров магнетита

№	Спектр	H_A , кЭ	IS_A , мм/с	H_B , кЭ	IS_B , мм/с	ISd_1, ISd_2 , мм/с	QSD_1, QSD_2 , мм/с	$k = S2/S1$
1	М1-КЭМС	486(1)	0.24(1)	457(1)	0.64(1)	0.89, 0.26	0.60, 0.61	1.8(1)
2	М1-ХМС	489(1)	0.28(1)	458(1)	0.65(1)	—	—	1.6(1)
3	М2-КЭМС	486(1)	0.24(1)	458(1)	0.62(1)	—	—	2.1(1)
4	М2-ХМС	489(2)	0.27(1)	457(2)	0.66(1)	—	—	1.7(2)
5	М3р-МС	489(1)	0.26(1)	457(1)	0.66(1)	—	—	1.6(1)

Примечание. H_A и H_B — сверхтонкие магнитные поля на ядрах Fe в узлах A и B решетки магнетита, IS_A и IS_B — изомерные сдвиги относительно α -Fe, k — отношение вклада спектра B-позиции к вкладу A-позиции. Параметры дублетов фазы FeO : изомерные сдвиги ISd_1 , ISd_2 и квадрупольные расщепления QSD_1 , QSD_2 . Ошибки измерений даны в скобках. КЭМС — конверсионная мессбауэровская спектроскопия, ХМС — рентгеновская мессбауэровская спектроскопия.

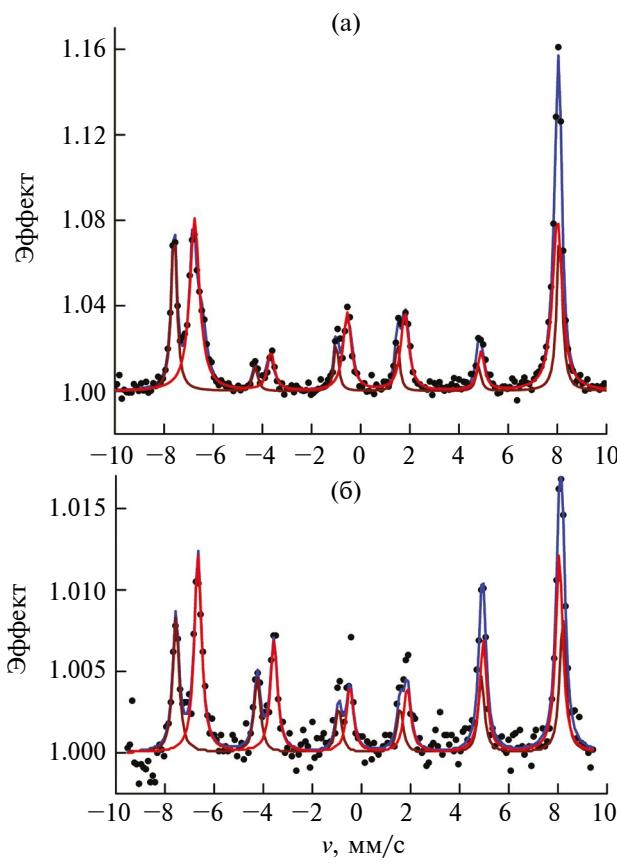


Рис. 3. Конверсионный (а) и рентгеновский (б) мессбауэровские спектры контрольного монокристалла магнетита М2. Сплошные линии показывают разложение на два секстета и суммарную огибающую.

Размеры треков определяются энергией ускоренных ионов, в частности, коэффициентом линейного поглощения энергии за счет неупругого взаимодействия с электронной системой dE_e/dx .

В качестве критической величины, необходимой для образования латентных треков, указано значение $dE_e/dx \geq 4$ кэВ/нм [15]. На рис. 4 приведены графики линейного поглощения энергии за счет неупругого взаимодействия с электронной системой dE_e/dx (кривая 1) в зависимости от глубины, рассчитанные с помощью программы SRIM (ионы Fe с энергией 5.6 МэВ, мишень — магнетит). Кривая 2 дает поглощение энергии за счет ядерного взаимодействия dE_N/dx , которое ответственно за образование атомных вакансий. Прежде всего отметим, что до глубины 2150 нм взаимодействие с электронной системой доминирует. Вблизи поверхности на глубине до 80 нм электронные потери превышают критическое значение 4 кэВ/нм.

Авторам не известны данные об образовании латентных треков в магнетите и критической энергии электронного поглощения. Однако очевидно, что вдоль треков ионов Fe происходит ионизация и перегрев вещества, особенно вблизи внешней поверхности. В случае латентных треков этот процесс описывается моделью теплового пика (thermal spike), когда происходит быстрый перегрев вещества выше температуры плавления, а затем быстрая рекристаллизация. В рассмотренном случае магнетита энергия ионов может быть недостаточна для расплавления материала, однако кратковременный нагрев и последующая закалка имеют место. Этот процесс может приводить к двум следствиям. Во-первых, это отжиг атомных дефектов (атомов смещения и вакансий), которые оказались вблизи ионного трека. Наибольший нагрев происходит вблизи внешней поверхности, где электронные потери максимальны, т.е. в области глубин, где регистрируются конверсионные мессбауэровские спектры. Второе следствие состоит в том, что при закалке от относительно

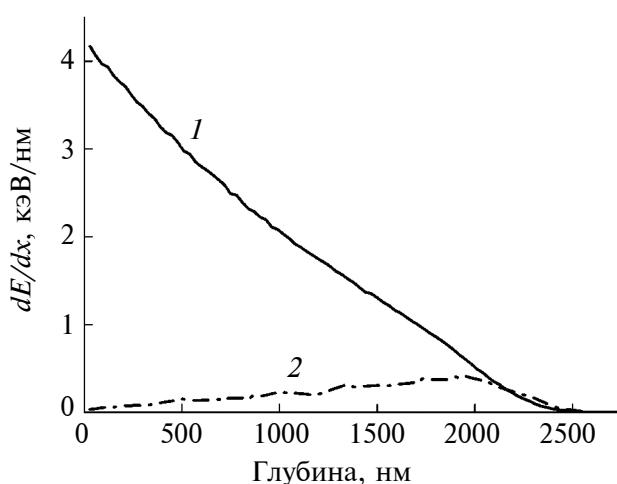


Рис. 4. График зависимости линейных потерь энергии для ионов Fe с начальной энергией 5.6 МэВ в магнетите Fe_3O_4 от глубины (расчет по программе SRIM): 1 — электронные потери dE_e/dx ; 2 — ядерные потери dE_N/dx .

высоких температур в области трека возможны фрагментация исходного материала и образование новых фаз. Именно этот механизм может быть ответственен за формирование оксида FeO_x . Его образованию может способствовать частичная потеря кислорода при перегреве вещества в вакууме.

Таким образом, модель теплового пика качественно объясняет основные особенности мессбауэровских спектров после облучения: отсутствие уширения линий в конверсионном спектре образование фазы FeO_x . Однако более детальная информация может быть получена при увеличении дозы облучения, при которой увеличится концентрация радиационных дефектов. Также перспективным является уменьшение энергии ионов Fe до уровня 1 МэВ, при которой максимум концентрации дефектов сместится в поверхностный слой толщиной около 500 нм, удобный для измерения конверсионных мессбауэровских спектров.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Радиационные повреждения в магнетите Fe_3O_4 при имплантации ионов Fe с энергией 5.6 МэВ и флюенсом 10^{14} ион/ см^2 изучены двумя методами мессбауэровской спектроскопии: с регистрацией электронов конверсии с глубины до 0.5 мкм и с регистрацией вторичного рентгеновского излучения с глубины до 35 мкм. Образцы представляли собой таблетки монокристалла Fe_3O_4 диаметром 10 мм и толщиной 1.5 мм.

Сравнивали данные для облученного и необлученного образцов. Все мессбауэровские спектры содержали два секстета, отвечающих позициям A и B магнетита. Параметры секстетов соответствуют литературным данным, ширина линий близка к естественной. Все это указывает на то, что облучение ионами Fe не вызывало заметных нарушений кристаллической решетки. В конверсионном мессбауэровском спектре облученного образца с эффективной глубиной 0.5 мкм обнаружена дополнительная фаза FeO_x с интенсивностью 10%.

Данные эксперимента рассмотрены на основе модели теплового пика в области трека. Образование фазы FeO_x возможно в результате закалки после перегрева в области треков. Ее формированию также способствует частичная потеря кислорода при перегреве вещества в вакууме.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа проводилась в рамках НИР НИИЯФ МГУ “Развитие синхротронных и нейтронных исследований и инфраструктуры для материалов энергетики нового поколения и безопасного захоронения радиоактивных отходов” и выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (грант № 075-15-2021-1353).

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Григорьев Е.Г., Перлович Ю.А., Соловьев Г.И., Удовский А.Л., Якушин В.Л. Физическое материаловедение. Т. 4. Физические основы прочности. Радиационная физика твердого тела. Компьютерное моделирование / Ред. Калин Б.А. М.: МИФИ, 2008. 696 с.
- Вас Г.С. Основы радиационного материаловедения. Металлы и сплавы. М.: Техносфера, 2014. 992 с.
- Комаров Ф.Ф. // УФН. 2003. Т. 173. № 12. С. 1287.
- Анрианов В.А., Бедельбекова К.А., Озерной А.Н., Верещак М.Ф., Манакова И.А., Дектерева А.С. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2020. № 4. С. 63.
<https://www.doi.org/10.31857/S1028096020040032>
- Andrianov V.A., Bedelbekova K.A., Trigub A.L. // Vacuum. 2021. V. 193. P. 110521.
<https://www.doi.org/10.1016/J.VACUUM.2021.110521>
- Анрианов В.А., Бедельбекова К.А., Ерзинкян А.Л., Тригуб А.Л. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2022. № 7. С. 3.
<https://www.doi.org/10.31857/S1028096022070020>

7. WWW-МИНКРИСТ. <https://database.iem.ac.ru/mincryst/rus/search.php>
8. *Grenveld F., Sveen A.* // *J. Chem. Thermodynam.* 1974. V. 6. P. 859. [https://www.doi.org/10.1016/0021-9614\(74\)90230-4](https://www.doi.org/10.1016/0021-9614(74)90230-4)
9. Mössbauer Mineral Handbook / Ed. Stevens J.G. et al. North Carolina: Mössbauer Effect Data Center, 2005. 636 p.
10. SRIM. <http://www.srim.org/>
11. *Nomura K., Ujihira Y., Vertes A.* // *J. Radioanal. Nuclear. Chem.* 1996. V. 202. № 1–2. P. 103.
12. *Белозерский Г.Н.* Мессбауэровская спектроскопия как метод исследования поверхности. М.: Энергоатомиздат, 1990. 352 с.
13. *Terrell J.H., Spijkerman J.J.* // *Appl. Phys. Lett.* 1968. V. 13. P. 11. <https://www.doi.org/10.1063/1.1652437>
14. RRUFF: <https://rruff.info>
15. *Toulemonde M., Dufour Ch., Meftah A., Paumier E.* // *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B.* 2000. V. 166–167. P. 903. [https://www.doi.org/10.1016/S0168-583X\(99\)00799-5](https://www.doi.org/10.1016/S0168-583X(99)00799-5)

Mössbauer Studies of Radiation Damage in Magnetite

**V. A. Andrianov^{1,*}, A. L. Erzinkyan¹, A. A. Bush², T. V. Kulevoy³,
K. E. Pryanishnikov³, P. A. Fedin³**

¹*Lomonosov Moscow State University, Skobeltsyn Institute of Nuclear Physics, Moscow, 119991 Russia*

²*MIREA — Russian Technological University, Moscow, 119454 Russia*

³*National Research Center “Kurchatov Institute”, Moscow, 123182 Russia*

Radiation damages in Fe_3O_4 magnetite crystal caused by implantation of Fe ions with an energy of 5.6 MeV and a fluence of 10^{14} cm^{-2} was studied by two methods of Mössbauer spectroscopy: conversion Mössbauer spectroscopy with registration of conversion electrons from a depth of up to 0.5 μm and X-ray Mössbauer spectroscopy with registration of secondary X-ray radiation from a depth of up to 35 μm . The samples were Fe_3O_4 single crystal tablets with a diameter of 10 mm. The data for irradiated and non-irradiated samples were compared. All Mössbauer spectra contained two sextets corresponding to crystallographic positions *A* and *B* in magnetite. The parameters of the sextets corresponded to the literature data. The widths of the Mössbauer lines were small and were in the range of $G = 0.3\text{--}0.4 \text{ mm/s}$. Irradiation with Fe ions did not cause noticeable damage in the crystal lattice. In the case of the irradiated sample, an additional FeO_x phase with an intensity of 10% was detected using conversion Mössbauer spectroscopy method with an effective depth of 0.5 μm . The experimental data were considered based on the thermal spike model. The formation of the FeO_x phase is possible as a result of quenching after overheating in the track area.

Keywords: irradiation, Fe ions, magnetite, Fe_3O_4 , Mössbauer spectroscopy, ^{57}Fe nuclei, conversion electrons, X-ray radiation, magnetic hyperfine structure, ion tracks, thermal spike.