

## Versuchsprotokoll

## Mößbauerspektroskopie

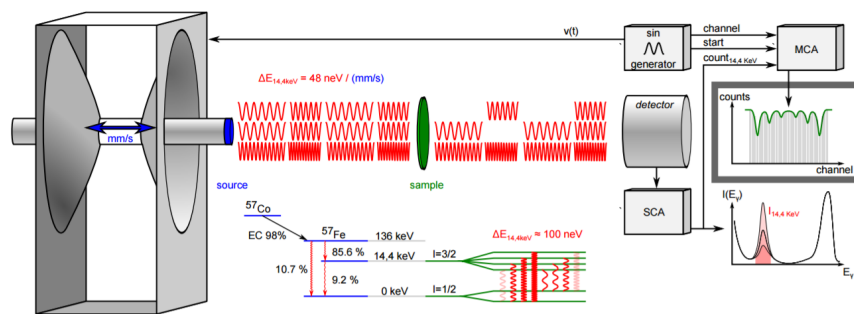
Maximilian Obst, Thomas Adlmaier

Protokoll: 22. November 2016

Messung: 18.11.2016

Ort: Technische Universität Dresden, Institut für Festkörperphysik

Betreuer: Philipp Materne

Abbildung 1: Aufbau und Funktionsprinzip der Mößbauerspektroskopie an  $^{57}\text{Fe}$  [1]

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Physikalische Grundlagen</b>	<b>3</b>			
1.1	Hyperfeinwechselwirkungen	3	2.2	Eisenfolie . . . . .	7
1.1.1	Magnetischer Kernspineffekt . . . . .	3	2.3	Ferrocen . . . . .	7
1.1.2	Elektrische Kernspineffekte . . . . .	3	2.4	Auswirkungen eines Magnetfeldes . . . . .	7
1.1.3	Isotopeneffekte . . . . .	4	<b>3</b>	<b>Analyse</b>	<b>7</b>
1.2	Mößbauereffekt . . . . .	4	3.1	Kalibrierung . . . . .	7
1.3	Dopplereffekt . . . . .	5	3.2	Mößbauerspektrum von $^{57}\text{Fe}$	8
1.4	Radioaktiver Zerfall . . . . .	5	3.3	Mößbauerspektrum von Ferrocen . . . . .	8
<b>2</b>	<b>Durchführung</b>	<b>6</b>	<b>4</b>	<b>Fazit</b>	<b>8</b>
2.1	Kalibrierung . . . . .	6	<b>Literatur</b>		<b>8</b>

# 1 Physikalische Grundlagen

Die Mößbauerspektroskopie ist ein physikalisches Analyseverfahren, bei dem zerstörungsfrei ein Material auf seine Bestandteile sowie ihre elektrische Interaktion untersucht wird. Das Hauptanwendungsgebiet ist dabei die Unterscheidung zwischen zwei- und dreiwertigem Eisen. [2] Für die Mößbauerspektroskopie werden sowohl der Doppler- als auch der Mößbauer-Effekt genutzt.

## 1.1 Hyperfeinwechselwirkungen

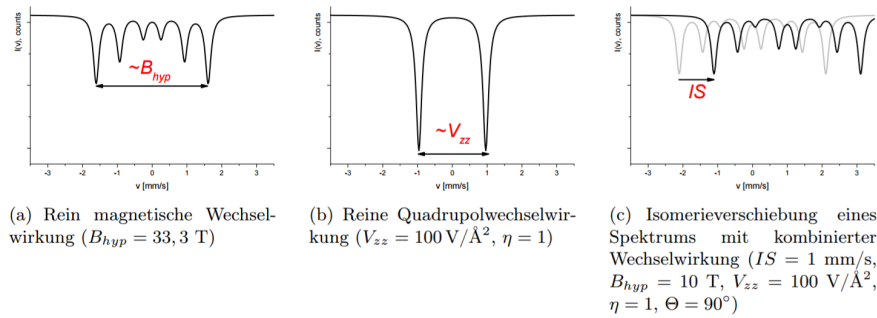


Abbildung 2: Hyperfeinwechselwirkungen von  $^{57}\text{Fe}$  [1]

Die Hyperfeinstruktur ist eine Aufspaltung der Energieniveaus in den Spektrallinien der Atomspektren und damit einer der Effekte, die der Entartung entgegenwirken. Sie ist etwa 2000 mal kleiner als die Feinstruktur und wird durch die Interaktion der Elektronen mit dem Kernspin, die in elektrische und magnetische unterschieden werden können, und den verschiedenen Isotopen eines Atoms bewirkt. [3]

### 1.1.1 Magnetischer Kernspineffekt

Der magnetische Kernspineffekt führt zur sogenannten Zeeman-Aufspaltung: Dabei wird das Spektrum in  $2I + 1$  Zustände geteilt. Für  $^{57}\text{Fe}$  kann das Zeeman-Spektrum in Bild 2(a) gesehen werden.

$$H_z = -g_I \mu_n I_z B_z \quad (1)$$

### 1.1.2 Elektrische Kernspineffekte

Die Effekte des elektrischen Kernpotentials lassen sich über folgende Formel verstehen:

$$H_{\text{elektr.}} = \int \rho(\vec{r}) \Phi(\vec{r}) d^3 \quad (2)$$

Diese Formel kann mit einer Taylorreihe entwickelt werden:

$$H_{\text{elektr.}} \approx Ze\Phi(0) - \frac{Ze \langle r^2 \rangle \rho_e(0)}{6\epsilon_0} + \frac{e}{6} \sum_i^3 V_{ii} Q_{ii} \quad (3)$$

Hierbei beschreibt der erste Teil die normalen Kernzustände, der zweite eine Isomerieverschiebung und der dritte das Quadropolmoment. Die Isomerieverschiebung beschreibt dabei die Energie des Kerns in der Elektronenhülle. Da sie nur von Größen aufgestellt wird (Ladungsdichte der Hülle  $\rho_e$  und Kernsradius  $\langle r^2 \rangle$ , die für das ganze Atom gelten, verschiebt sie alle Übergangsenergien in gleichem Maß, wie in Bild 2(c) gesehen werden kann. Da eine Isomerieverschiebung auch in der Strahlungsquelle auftreten kann, muss sie stets auf die Quelle bezogen werden. Das Quadropolmoment schließlich lässt im Sonderfall, dass  $V_{xx} = V_{yy}$  darauf schließen, wie groß der Kernspin ist: Bei einem Kernspin von  $\frac{1}{2}$  entsteht keine Aufspaltung, bei  $\frac{3}{2}$  wird das Spektrum schon in zwei Zustände geteilt - dieser Fall tritt bei  $^{57}\text{Fe}$  auf und das entstehende Bild kann in Bild 2(b) gesehen werden. Dies ist darauf zurückzuführen, dass im genannten Sonderfall das Quadropolmoment nur vom Quadrat der z-Richtung der Hauptquantenzahl  $I_z$  abhängig ist.

### 1.1.3 Isotopeneffekte

- **Kernmassen-Effekt** Bei Absorption und Emission von Photonen durch Atome findet eine Auslenkung der Atomkerne von ihrer Ruhelage statt. Dies führt zu einer Schwingung, die die effektive Masse der Elektronen absenkt. Das wiederum führt zu einer Ausspaltung der Energieniveaus, die von der Masse des Atomkerns und somit dem Isotop abhängt. Dieser Effekt wird bei steigender Kernmasse geringer.
- **Kernvolumen-Effekt** Elektronen der s-Schale haben eine große Wahrscheinlichkeit, sich im Atomkern zu befinden. Dies führt zu einer Abweichung des Potentials, was eine Anhebung der Energieniveaus zur Folge hat. Dieser Effekt wird größer, ja größer der Kern wird, die Abweichung bei verschiedenen Isotopen ist aber bei kleinen Kernen größer, da hier die Volumendifferenzen stärker ins Gewicht fallen.

## 1.2 Mößbauereffekt

Wie unter Isotopeneffekte beschrieben, beginnt ein Atomkern zu schwingen, sobald er ein Photon emittiert oder absorbiert. Diese Schwingung ist von der Energie des Photons und

der Masse des Atomkerns abhängig. Der Mößbauereffekt jedoch beseitigt diese Effekte nahezu vollständig: Bestimmte Elemente sind in der Lage, den entstehenden Stoß über das gesamte Gitter zu verteilen. Damit ist der Anteil der Masse des Atomkerns um Größenordnungen höher. Der Stoß wird damit nahezu rückstoßfrei.

### 1.3 Dopplereffekt

Der Doppler-Effekt beschreibt die Dehnung oder Stauchung von Wellen, die durch eine Bewegung des Wellen-Aussenders hervorgerufen werden. Beschrieben wird der Effekt häufig über die entstehende Frequenzänderung. Ohne Medium, also für elektromagnetische Wellen, kann diese Änderung mit folgenden Formeln beschrieben werden:

$$f_{\text{Beobachter;allgemein}} = f_{\text{Quelle}} \frac{\sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}}}{1 - \frac{v}{c} \cos(\alpha)} \quad (4)$$

$$f_{B;\text{longitudinal}} = f_{\text{Quelle}} \sqrt{\frac{c+v}{c-v}} \quad (5)$$

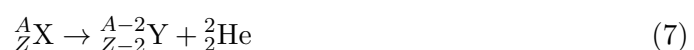
$$f_{B;\text{transversal}} = f_{\text{Quelle}} \sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}} \quad (6)$$

Dabei beschreibt  $\alpha$  den Winkel zwischen Bewegung und der Strecke Beobachter-Quelle.

### 1.4 Radioaktiver Zerfall

Nicht alle Atomkerne sind stabil. Einige können zerfallen. Dieser Zerfall ist je nach Atomkern unterschiedlich, es werden vier Arten unterschieden:

**Alpha-Strahlung:** Hier werden beim Zerfall des Atomkerns  $\text{He}^{2+}$ -Kerne freigesetzt. Diese sind sehr schwer und können daher schwere Schäden in ihrer Umgebung anrichten. Allerdings fliegen diese Teilchen nicht sehr weit und können gut abgeschirmt werden.



**Beta-Strahlung:** Bei dieser Strahlungsart wandelt sich ein Neutron in ein Proton oder umgekehrt. Die entstehenden Elektronen oder Positronen fliegen weiter als Alpha-Teilchen, haben aber auch eine verringerte schädigende Wirkung.



**Gamma-Strahlung:** Diese Strahlung führt nicht zu einer Veränderung des Atomkerns sondern bringt diesen nur von einem angeregten Zustand zurück in den Grundzustand.

Dabei werden hochenergetische Photonen ausgesendet, die nur schwach schädigend wirken, aber eine hohe Reichweite haben und kaum abzuschirmen sind.



## 2 Durchführung

Im Versuch wird eine ummantelte  ${}^{57}\text{Co}$ -Quelle verwendet, die Gammastrahlung emittiert. Die Energie der emittierten Photonen haben Peaks bei 136 keV, 122 keV und 14,4 keV. Für die Messung sind Photonen der Energie 14,4 keV interessant. Für die Detektion wird ein Silicium-Detektor verwendet. Ziel des Versuchs ist eine Einführung in die Verwendungsmethoden von lokalen Sonden, im speziellen der Mößbauer-Spektroskopie.

### 2.1 Kalibrierung

Um die Messung möglichst genau zu machen, soll das Programm nur Photonen aufzeichnen, die im gewollten Energiespektrum liegen. Dafür muss am Anfang das Gamma-Fenster auf den 14,4 keV-Peak gesetzt werden. Um diesen zu bestimmen, wird je eine 5-minütige Messung des Pulshöhenspektrums von der Quelle ohne Probe und mit einer  $4 \times 3 \mu\text{m}$ -Eisenfolie aufgenommen. Die Spektren werden übereinandergelegt und aus dem entstehenden Bild der 14,4 keV-Peak bestimmt. Anschließend wird das Gammafenster auf diesen Peak gesetzt.

Danach wird das Mößbauer-Spektrum der  $4 \times 3 \mu\text{m}$ -Eisenfolie etwa 75 Minuten lang aufgenommen. Dafür wird eine Spannung  $U_{\text{Antrieb}}$  von etwa 195 mV an den Antrieb der  ${}^{57}\text{Co}$ -Quelle angelegt. Mithilfe des aufgenommenen Spektrums wird der  $\alpha$ -Faktor zwischen  $U_{\text{Antrieb}}$  und Geschwindigkeit  $v_{\text{Quelle}}$  bestimmt. Dafür wird das Programm Moessfit verwendet, welches mit einem ersten abgeschätzten  $\alpha$ -Faktor einen Fit an das Mößbauer-Spektrum anlegt und einen dafür passenden Wert des Magnetfeldes zwischen den Atomen  $B_{\text{fit};\text{Atome}}$  angibt. Mit dem Wissen, dass das Magnetfeld zwischen den Atomen  $B_{\text{th};\text{Atome}}$  33,3 T entsprechen soll, wird über die Formel 12 der korrekte  $\alpha$ -Faktor bestimmt. Anschließend werden die in Moessfit zur Verfügung stehenden Variablen angepasst, bis das verwendete Modell bestmöglich dem betrachteten Verhalten entspricht. Die Anpassungen werden physikalisch erklärt.

$$v_{\text{Quelle}} = \alpha_{\text{exp}} U_{\text{Antrieb}} \quad (11)$$

$$\alpha_{\text{exp}} = \alpha_{\text{Schätzung}} \frac{B_{\text{th};\text{Atome}}}{B_{\text{fit};\text{Atome}}} \quad (12)$$

## 2.2 Eisenfolie

Nun wird das Mößbauer-Spektrum einer 25  $\mu\text{m}$ -Eisenfolie wieder über etwa 75 Minuten aufgenommen. Im aufgenommenen Bild werden wieder die Variablen angepasst, bis das Modell bestmöglich übereinstimmt. Anschließend wird das betrachtete Spektrum mit dem der 4x3  $\mu\text{m}$ -Eisenfolie verglichen und die Abweichungen physikalisch erklärt.

## 2.3 Ferroцен

Der Versuch wird ein weiteres Mal für Ferroцен durchgeführt. Dabei wird eine verringerte Antriebsspannung verwendet, die eine Geschwindigkeit der Quelle von  $2,5 \text{ mm s}^{-1}$  bewirkt. Wieder werden im aufgenommenen Bild die Variablen angepasst und die Anpassungen physikalisch erklärt.

## 2.4 Auswirkungen eines Magnetfeldes

Im letzten Versuchsteil werden an die 25  $\mu\text{m}$ -Eisenfolie zwei unterschiedliche Magnetfelder angelegt, wieder über etwa 75 Minuten das Mößbauer-Spektrum aufgenommen und in den erhaltenen Bildern die Variablen angepasst, bis das Modell die Werte am Besten wiedergibt. Die Bilder und Variablen werden miteinander und mit den Bildern und Variablen der anderen Eisenfolien-Messungen verglichen und die Ergebnisse physikalisch interpretiert.

# 3 Analyse

## 3.1 Kalibrierung

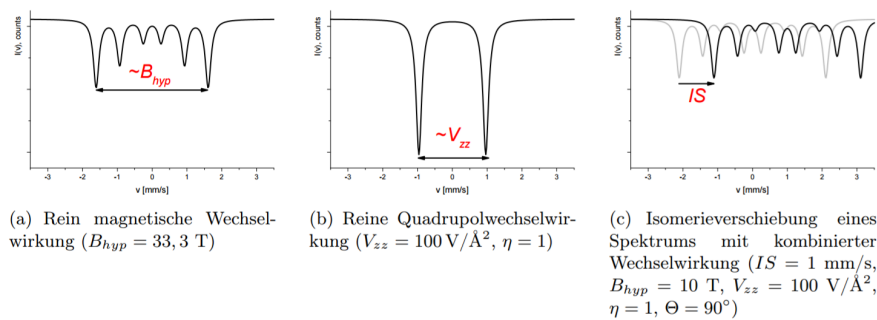


Abbildung 3: Pulshöhenspektren der verwendeten Quelle ohne und mit 4x3  $\mu\text{m}$ -Eisenfolie

Zunächst wurde zur Festlegung des Gamma-Fensters das Pulshöhenspektrum der Quelle

mit und ohne 4x3 µm-Eisenfolie aufgenommen. Das Ergebnis kann in Bild 3 gesehen werden. Für eine bessere Sichtbarkeit der Ergebnisse wurde eine logarithmische Skala bei der Ordinate gewählt. Es können 8 Peaks in drei Gruppen beobachtet werden: Die erste Gruppe umfasst Peaks bei den Kanälen 56, 228 und 361, die zweite bei 1171 und 1349 und die dritte bei 2508, 2803 und 3024. Das Spektrum einer  $^{57}\text{Co}$ -Quelle umfasst im Normalfall 4 Peaks, wie in Bild 4 gesehen werden kann. Von diesen können zwei zur ersten Gruppe gerechnet werden: Der 7 keV-Peak und der 14,4 keV-Peak, die den Peaks in den Kanälen 56 und 228 entsprechen. Diese Zuordnung ist möglich, da diese Peaks eine hohe Verringerung bei Einbringen des Eisens erfahren: Den Photonen niedriger Energie gelingt es seltener, das Eisen zu durchdringen. Die Photonen der Energie 14,4 keV werden vom Eisen absorbiert und in alle Raumrichtungen wieder abgestrahlt, was eine Verringerung im betrachteten Raumwinkel bedeutet. Die übrigen zwei Peaks können zur dritten Gruppe gezählt werden: Der größte Peak bei Kanal 2508 entspricht dem Peak bei 122 keV, der den größten Abstrahlungspeak einer  $^{57}\text{Co}$ -Quelle entspricht. Der Peak danach bei Kanal 2803 kann dem darauf folgendem Peak bei 136 keV zugeordnet werden. Damit ist der gesuchte Peak bei 14,4 keV identifiziert. Die übrigen 4 Peaks bei den Kanälen 361, 1171, 1349 und 3024 sowie die Stufen bei den Kanälen 700 und 1745 sind schwieriger zu erklären.

Mit diesem Ergebnis wurde das Gamma-Fenster auf die Kanäle ??? bis ??? gesetzt.

Für die Antriebsspannung  $U_{\text{Antrieb}}$  wurde der Wert  $(190.5 \pm 0.2)$  mV eingestellt. Zu Beginn wurde ein  $\alpha_{\text{Schätzung}}$ -Wert von 0.02 angenommen. Diese Annahme führt zu einem  $B_{\text{fit;Atome}}$  von 19,07 T. Damit ergibt sich über die Formel 12 folgender  $\alpha$ -Faktor:

$$\alpha_{\text{exp}} = 0.03493034309$$

### 3.2 Mößbauerspektrum von $^{57}\text{Fe}$

### 3.3 Mößbauerspektrum von Ferrocen

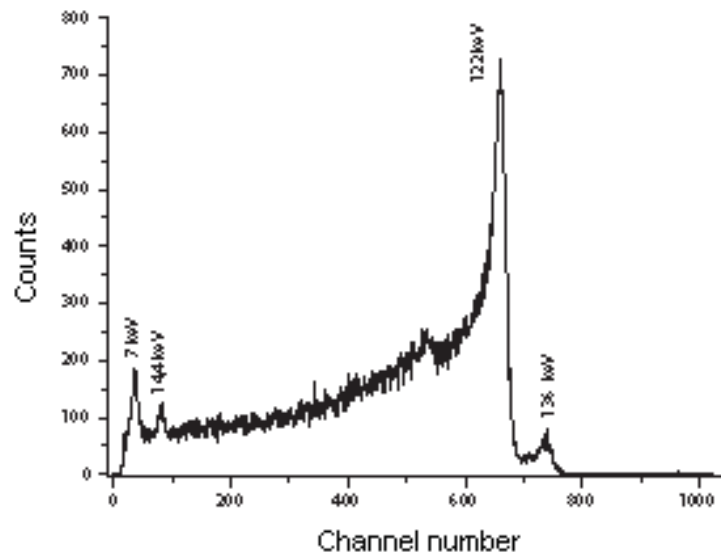
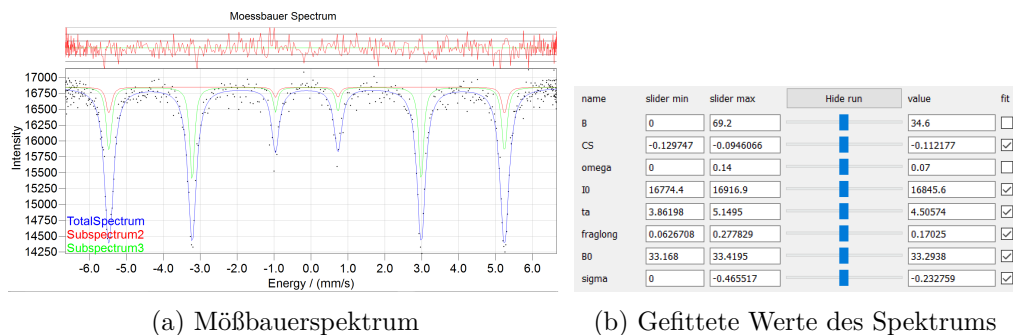
## 4 Fazit

### Literatur

- [1] <https://tu-dresden.de/mn/physik/ifp/ressourcen/dateien/lehre/praktika/mbs?lang=de> 16.11.2016 16:00 Uhr
- [2] <https://de.wikipedia.org/wiki/M%C3%B6%C3%9Fbauerspektroskopie> 16.11.2016 16:15 Uhr

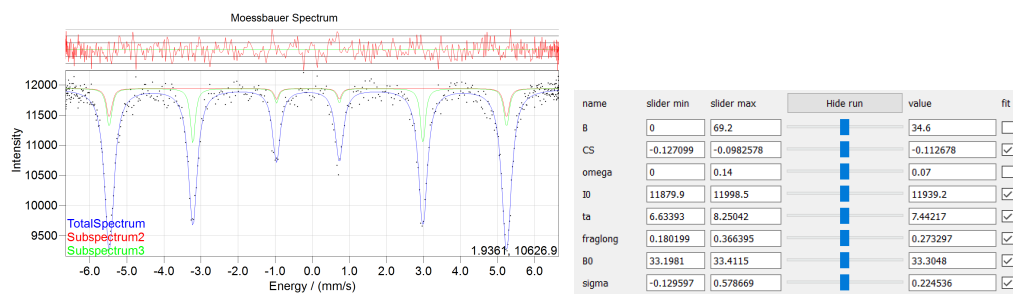


- [3] <https://de.wikipedia.org/wiki/Hyperfeinstruktur> 16.11.2016 16:15 Uhr
- [4] [https://de.wikipedia.org/wiki/Doppler-Effekt#Doppler-Effekt\\_ohne\\_Medium](https://de.wikipedia.org/wiki/Doppler-Effekt#Doppler-Effekt_ohne_Medium)  
16.11.2016 17:50 Uhr

Abbildung 4: Gamma-Spektrum einer  $^{57}\text{Co}$ -Quelle

(a) Mößbauerspektrum

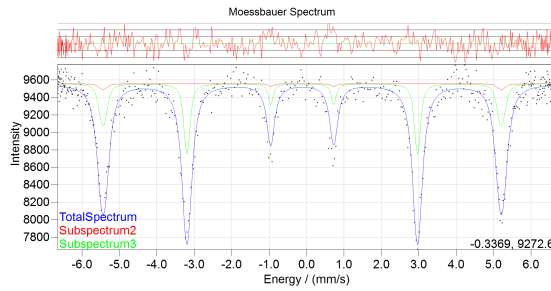
(b) Gefittete Werte des Spektrums

Abbildung 5: Gefittetes Mößbauerspektrum von 4x3  $\mu\text{m}$ -Eisenfolien

(a) Mößbauerspektrum

(b) Gefittete Werte des Spektrums

Abbildung 6: Gefittetes Mößbauerspektrum von einer 25  $\mu\text{m}$ -Eisenfolie

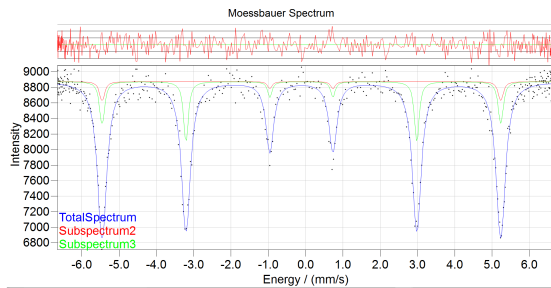


(a) Mößbauerspektrum

name	slider min	slider max	Hide run	value	fit
B	0	69.2	<input type="checkbox"/>	34.6	<input type="checkbox"/>
CS	-0.132658	-0.0903176	<input type="checkbox"/>	-0.111488	<input checked="" type="checkbox"/>
omega	0	0.14	<input type="checkbox"/>	0.07	<input type="checkbox"/>
l0	9499.83	9607.76	<input type="checkbox"/>	9553.8	<input checked="" type="checkbox"/>
ta	5.37272	7.04861	<input type="checkbox"/>	6.21067	<input checked="" type="checkbox"/>
fraglong	-0.0526087	0.179332	<input type="checkbox"/>	0.0633617	<input checked="" type="checkbox"/>
B0	32.8772	33.2556	<input type="checkbox"/>	33.0664	<input checked="" type="checkbox"/>
sigma	0.0710399	0.886764	<input type="checkbox"/>	0.478902	<input checked="" type="checkbox"/>

(b) Gefittete Werte des Spektrums

Abbildung 7: Gefittetes Mößbauerspektrum von einer mit zwei Stabmagneten ausgerichteten 25 µm-Eisenfolie

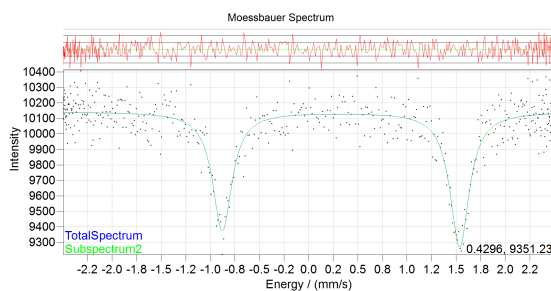


(a) Mößbauerspektrum

name	slider min	slider max	Hide run	value	fit
B	0	69.2	<input type="checkbox"/>	34.6	<input type="checkbox"/>
CS	-0.124986	-0.0932848	<input type="checkbox"/>	-0.109135	<input checked="" type="checkbox"/>
omega	0	0.14	<input type="checkbox"/>	0.07	<input type="checkbox"/>
l0	8821.67	8924.14	<input type="checkbox"/>	8872.91	<input checked="" type="checkbox"/>
ta	7.07038	9.08788	<input type="checkbox"/>	8.07913	<input checked="" type="checkbox"/>
fraglong	0.0786634	0.290596	<input type="checkbox"/>	0.18463	<input checked="" type="checkbox"/>
B0	33.0961	33.3363	<input type="checkbox"/>	33.2162	<input checked="" type="checkbox"/>
sigma	-0.342449	0.720605	<input type="checkbox"/>	0.189078	<input checked="" type="checkbox"/>

(b) Gefittete Werte des Spektrums

Abbildung 8: Gefittetes Mößbauerspektrum von einer mit zwei Ringmagneten ausgerichteten 25 µm-Eisenfolie



(a) Mößbauerspektrum

name	slider min	slider max	Hide run	value	fit
B	-1.72409	1.72409	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>
Vzz	-149.732	-140.589	<input type="checkbox"/>	-145.161	<input checked="" type="checkbox"/>
eta	-1.84322	1.84322	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>
theta	0	0	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>
phi	0	0	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>
CS	0.291939	0.367977	<input type="checkbox"/>	0.329958	<input checked="" type="checkbox"/>
omega	0.0584356	0.178249	<input type="checkbox"/>	0.118342	<input checked="" type="checkbox"/>
l0	10084.8	10200.5	<input type="checkbox"/>	10142.6	<input checked="" type="checkbox"/>
A0	361.24	858.7	<input type="checkbox"/>	609.97	<input checked="" type="checkbox"/>
beta	23.5654	96.4963	<input type="checkbox"/>	60.0309	<input checked="" type="checkbox"/>
gamma	0	0	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>

(b) Gefittete Werte des Spektrums

Abbildung 9: Gefittetes Mößbauerspektrum von Ferrocen