

Fortgeschrittenenpraktikum

Mößbauerspektroskopie (MBS)

Standort: Physikgebäude, Raum PHY D011

Versuchsdurchführung:

- Donnerstag: 11-19 Uhr
- Freitag: 8-16 Uhr
- Im Sommersemester können die Anfangszeiten abweichen. Bitte informieren Sie sich beim Betreuer.

Ansprechpartner: Sirko Kamusella (PHY D202, Tel. 0351 463 37833,

E-Mail: sirko.kamusella@tu-dresden.de)

1 Versuchsziel

Ziel des Versuches ist das Kennenlernen der Mößbauerspektroskopie als Vertreter der "lokalen Sonden". Unter Verwendung des Mößbauereffekts sollen Absorptionsspektren von Fe-Folie, Edelstahl und Rost aufgenommen und auf ihre Hyperfeinparameter untersucht werden. Der Einfluss von Polarisation und Absorberdicke soll anhand der Eisenfolie verdeutlicht werden. Im Rahmen des Versuches erfolgt eine genauere Einarbeitung in die Hyperfeinwechselwirkungen.

2 Aufgabenstellung

Der Versuch gliedert sich in folgende Teilversuche:

1. Aufnahme des Pulshöhenspektrums der Quelle, Identifizierung der Mößbauerlinie und anderer Linien, Kalibrierung der x-Achse des Pulshöhenspektrums, setzen des Gammafensters für die 14.4 keV-Linie
2. Kalibrierung des Mößbauerantriebs mit Hilfe einer Eisenfolie
3. Bestimmung der Hyperfeinparameter einer unbekannten Probe
4. Aufnahme und Diskussion eines weiteren Eisenspektrums entweder mit externem Feld oder mit einer Folie abweichender Dicke.

Der Versuch ist für bis zu zwei Gruppen ausgelegt. Es ist hilfreich, aber nicht zwingend notwendig, einen Laptop zur parallelen Datenauswertung mitzubringen. Ersatzweise wird ein USB-Stick benötigt.

3 Mößbauereffekt

Die Mößbauerspektroskopie ist ein Resonanzabsorptionsexperiment. Ein Photon wird in einem Absorber genau dann absorbiert, wenn seine Energie und Polarisationszustand mit jenen der Anregung eines Kernniveaus übereinstimmt. Der Impuls $\hbar\vec{k}_\gamma$ des Photons wird bei Emission und Absorption vom bzw. auf den beteiligten Atomkern übertragen. Mit diesem Impulsübertrag ist ein Energieverlust

$$\Delta E_\gamma = -\frac{E_\gamma^2}{2Mc^2} \approx -\frac{E_0^2}{2Mc^2} \quad (1)$$

verknüpft. Nur wenn dieser Energieübertrag genügend klein ist, erreicht man Resonanz zwischen emittierenden Kernen und absorbierenden Kernen. Während bei Resonanzen im optischen Bereich die Energiedifferenzen E_0 der Elektronenniveaus hinreichend klein sind, tritt Resonanz zwischen Kernniveaus insbesondere dann auf, wenn der Impulsübertrag nicht auf den isolierten Atomkern, sondern auf das gesamte Kristallgitter stattfindet und die Masse M dadurch viele Größenordnungen anwächst. Diese rückstoßfreie Photonenemission durch Einbau des emittierenden Kerns in das Kristallgitter wird als Mößbauereffekt bezeichnet¹.

Nur 44 Elemente zeigen den Mößbauereffekt. Davon sind zur Mößbauerspektroskopie nur derartige Resonanzen geeignet, deren Energie genügend groß sind (>5 keV, Absorption aus dem Grundzustand), um Absorber und Quelle zu durchdringen, und deren angeregte Kernniveaus eine adäquate Lebensdauer ($\mu\text{s} \dots 10\text{ps}$) besitzen. Aufgrund der Energieimpulsbeziehung ist diese Lebensdauer mit einer Energieunschärfe verknüpft, die als Linienbreite ω im Mößbauerspektrum sichtbar wird.

In diesem Versuch wird die Resonanz $I = 1/2 \leftrightarrow I = 3/2$ des ^{57}Fe -Kerns genutzt. Sie besitzt eine Energie von 14.4 keV. ^{57}Fe ist der für die Mößbauerspektroskopie bedeutendste Kern. Als Quelle dient eine radioaktive ^{57}Co -Quelle. Das Zerfallsschema ist in Abbildung 1 dargestellt. Neben dem 14.4 keV Mößbauer-Übergang gibt es noch 136 keV bzw. 122 keV Übergänge, welche die Anforderung an den Strahlenschutz bestimmen.

4 Mößbauerspektroskopie

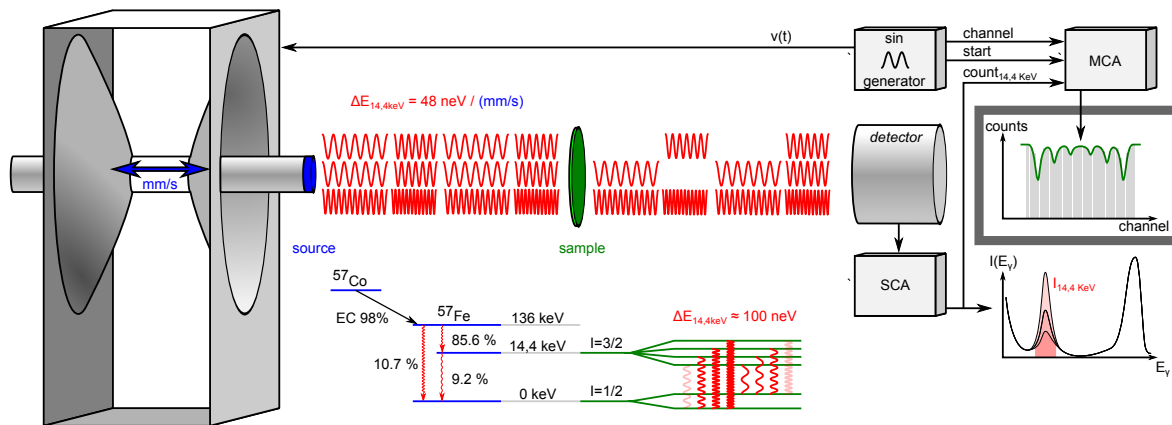


Abbildung 1: Prinzip der ^{57}Fe -Mößbauerspektroskopie in Transmissionsgeometrie

Das Prinzip des Versuchsaufbaus ist in Abbildung 1 für ^{57}Fe -Mößbauerspektroskopie dargestellt. Monoenergetische Gammastrahlung wird mittels linearem Dopplereffekt in ihrer Energie

¹Rudolf Mößbauer erhielt für die Untersuchung der Resonanzabsorption von Gammastrahlung 1961, nur 4 Jahre nach Entdeckung des Mößbauereffekts, den Nobelpreis.

variiert, sodass Absorption in der zu untersuchenden Probe, dem Absorber, auftreten kann. Im Versuch wird die Quelle harmonisch bewegt (siehe Gleichung (9.3)). Der Sinusgenerator, welcher die Quellbewegung induziert, wird während eine Periode 1024 äquidistante *channel*-Signale aussenden.

Im Gegensatz zum scharfen 14.4 keV Übergang in der ^{57}Co -Quelle gibt es in den Absorberkernen aufgrund der Hyperfeinwechselwirkungen in der Regel eine Aufspaltung der Energieniveaus und deshalb maximal 8 Übergänge je Sondenkern. Die typische Energieaufspaltung von 100 neV kann aufgrund der begrenzten Auflösung nicht direkt durch einen Gammadetektor erfasst werden. Stattdessen wird das Detektorsignal, sofern es vom SCA als 14,4 keV Photon eingeordnet wird (d.h. im zuvor gesetzte Gammafenster liegt), als count mit dem aktuellem channel-Signal und somit mit der aktuellen Dopplergeschwindigkeit v assoziiert. Die Erfassung des count-channel-Histogramms ist Aufgabe des MCA, aus diesem Histogramm lässt sich das $I - v$ -Diagramm herleiten. Dieses Absorptionsspektrum $I = I(v(channel(t)))$ ist das Mössbauerspektrum.

Die Interpretation des Mössbauerspektrums hinsichtlich der vorherrschenden Hyperfeinwechselwirkungen ist die wesentliche Aufgabe des Experimentators. Sie hat die Charakterisierung der elektronischen Umgebung des Sondenkerns zum Ziel.

5 Hyperfeinwechselwirkung

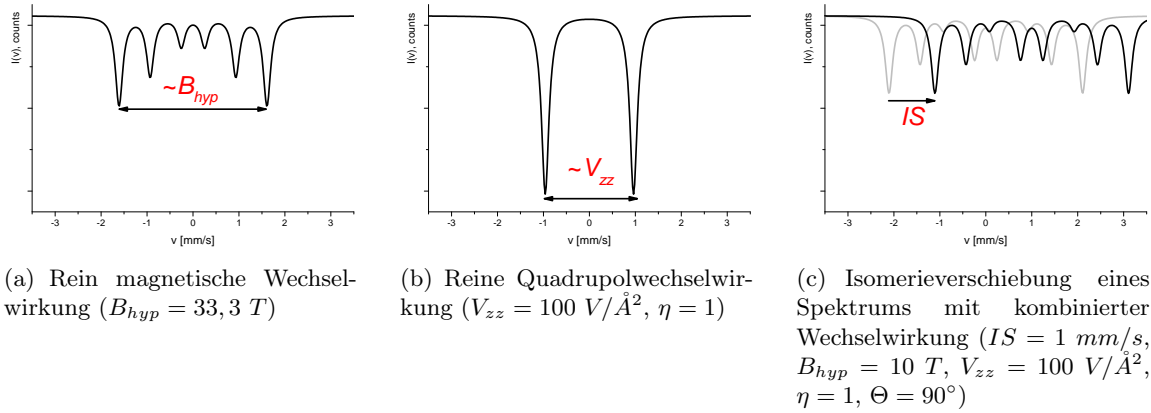


Abbildung 2: Bedeutung der Hyperfeinwechselwirkungen im ^{57}Fe -Mössbauerspektrum. Alle dargestellten Spektren sind durch genau einen Hamiltonian einer Pulverprobe charakterisiert und besitzen die gleiche Baseline I_0 und Fläche A .

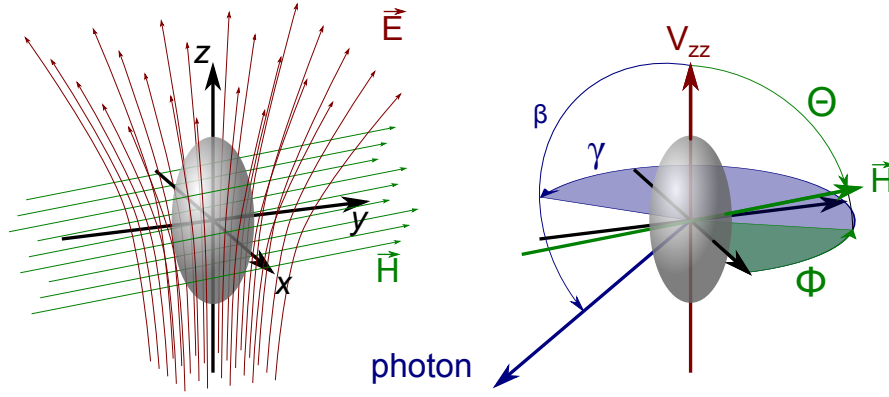


Abbildung 3: Bedeutung der Texturwinkel β und γ sowie der Lage des magnetischen Hyperfeinfeldes beschrieben durch Θ und Φ

Die Hyperfeinwechselwirkung des Sondenkerns mit seiner elektronischen Umgebung bewirken eine Aufhebung der Energieentartung der Kernzustände $|I, M = I_z\rangle$ bezüglich der Quantenzahl M bzw. eine Verschiebung der Kernenergien in Abhängigkeit der Hauptquantzahl (siehe Abbildung 1). Man unterscheidet drei Wechselwirkungen: Zeemanaufspaltung, Quadrupolaufspaltung, Isomerieverschiebung.

5.1 Quadrupolaufspaltung und Isomerieverschiebung

Sowohl Quadrupolaufspaltung als auch Isomerieverschiebung sind Anteile der Energie der Kernladung $\rho(\vec{r})$ im elektrischen Potential $\Phi(\vec{r})$ seiner Umgebung. In der Folge wird skizziert, wie die Ausdrücke zustande kommen.

$$\mathcal{H}_{el} = \int d^3r \rho(\vec{r}) \Phi(\vec{r}) \quad (2)$$

Aufgrund der kleinen Ausdehnung der Kernladung ist eine Taylorentwicklung zweiten Grades vernünftig.

$$\mathcal{H}_{el} \approx \int d^3r \rho(\vec{r}) \left[\left(\Phi(\vec{r}) \right)_{\vec{r}=0} + \left(\vec{r} \nabla' \Phi(\vec{r}) \right)_{\vec{r}=0} + \frac{1}{2} \left(\vec{r} \nabla' \left(\vec{r} \nabla' \Phi(\vec{r}) \right) \right)_{\vec{r}=0} \right] \quad (3)$$

$$\mathcal{H}_{el} \approx \underbrace{\int d^3r \rho(\vec{r}) \Phi(0)}_{Ze\Phi(0)=const.} + \underbrace{\int d^3r \rho(\vec{r}) \left(\vec{r} \nabla' \Phi(\vec{r}) \right)_{\vec{r}=0}}_{=0, \text{ falls } \rho \text{ eine gerade Funktion}} + \frac{1}{2} \int d^3r \rho(\vec{r}) \left(\vec{r} \nabla' \left(\vec{r} \nabla' \Phi(\vec{r}) \right) \right)_{\vec{r}=0} \quad (4)$$

Im Hauptachsensystem des elektrischen Potentials lässt sich der Ausdruck weiter vereinfachen. Dabei wird die z-Achse so gelegt, dass Φ_{zz} die betragsmäßig größte Komponente darstellt.

$$\mathcal{H}_{el} \approx \underbrace{Ze\Phi(0)}_{Ze\langle r^2 \rangle} + \frac{1}{6} \underbrace{\sum_i \Phi_{ii}}_{=\Delta\Phi(0)=-\frac{\rho_e(0)}{\epsilon_0}} + \frac{1}{6} \sum_i \Phi_{ii} \underbrace{\int d^3r \rho(\vec{r}) (3r_i^2 - r^2)}_{\text{Kerquadrupolmoment } eQ_{ii}} \quad (5)$$

$$\mathcal{H}_{el} \approx \underbrace{Ze\Phi(0)}_{const. \forall \text{ Kernzustände}} - \underbrace{\frac{Ze \langle r^2 \rangle \rho_e(0)}{6\epsilon_0}}_{\text{Isomerieverschiebung}} + \underbrace{\frac{e}{6} \sum_i V_{ii} Q_{ii}}_{\text{Quadrupolwechselwirkung}} \quad (6)$$

Die Isomerieverschiebung quantifiziert die Energie des Kerns in der Elektronenwolke der Hülle. Ausschließlich s-Elektronen tragen zur endlichen Elektronendichte am Kern bei. Die Kernenergie ist umso niedriger, je größer diese Elektronendichte ρ_e ist, bzw. je größer der mittlere quadratische Kernradius $\langle r^2 \rangle$. Letztgenannter ist nur abhängig von der Hauptquantenzahl I , sodass alle Übergangsenergien im gleichen Maße verschoben werden. Das Mößbauerspektrum verschiebt sich im ganzen in eine Richtung. Der Effekt tritt nicht nur am Sondenkern, sondern auch in der Gammaquelle auf. Es ist deshalb wichtig, die Isomerieverschiebung immer auf die Quellverschiebung zu beziehen. Aus Tabellen kann aufgrund der Isomerieverschiebung auf den Valenzzustand des Eisenatoms geschlossen werden.

Die Quadrupolwechselwirkung gibt die Energie des Kernquadrupolmoments Q_{ii} im elektrischen Feldgradienten $V_{ii} = \Phi_{ii} - \frac{\Delta\Phi}{3} \text{ an}^2$. Der klassische Ausdruck lässt sich mit Hilfe des Wigner-Eckhart-Theorems unter Einführung eines Asymmetrieparameters $\eta := \frac{V_{xx}-V_{yy}}{V_{zz}}$ in folgenden Ausdruck umformen:

$$\mathcal{H}_{el} = \frac{eQ_{zz}V_{zz}}{4I(2I-1)} \left[(3I_z^2 - I^2) + \frac{\eta}{2}(I_+^2 + I_-^2) \right] \quad (7)$$

Der wichtige Sonderfall $\eta = 0$ zeigt, dass die Energieverschiebung quadratisch in $I_z = M$ ist. Folglich hat sie keinen Einfluss auf den Grundzustand, spaltet aber den angeregten Zustand $I = 3/2$ in zwei jeweils zweifach entartete Unterzustände auf, im Mößbauerspektrum erkennt man zwei Übergänge, Dublett genannt.

5.2 Zeemanaufspaltung

Die Zeemanaufspaltung beschreibt die Energie des Kernspins $\vec{\mu} = g_I \mu_n \frac{\vec{I}}{\hbar}$ im magnetischen Feld $\vec{B} = (0, 0, B_z)$.

$$\mathcal{H}_Z = -\vec{\mu} \vec{B} = -g_I \mu_n \frac{\vec{I}}{\hbar} \vec{B} = -g_I \mu_n I_z B_z$$

Es ergeben $2I + 1$ energetische äquidistante Unterzustände in den Kernniveaus, d.h. zwei bzw. vier für $I=1/2$ bzw. $I=3/2$. Da Übergänge mit $\Delta M = \pm 2$ verboten sind, erhält bei einem ^{57}Fe -Kern 6 Übergänge, das Mößbauerspektrum ist dann ein charakteristisches Sextett, dessen Ausdehnung proportional zum magnetischen Hyperfeinfeld ist. Das magnetische Hyperfeinfeld ist kein Magnetfeld im eigentlichen Sinne, sondern eine korrekte Beschreibung der Fermikontaktwechselwirkung des geordneten Moments des Atoms mit dem Kernmoment. Diese Beschreibung ist konsistent mit zusätzlichen, „echten“ externen, magnetischen Feldern.

6 Statischer Hamiltonian und Linienintensitäten

Die Summe aus Quadrupolwechselwirkung und Zeemanaufspaltung ergibt den vollen statischen Hamiltonian. Beschreibt man beide Wechselwirkungen im Koordinatensystem des Feldgradienten, so nimmt er folgende Form an:

$$\mathcal{H} = \underbrace{\frac{eQ_{zz}V_{zz}}{4I(2I-1)}}_{a_I} \left((3I_z^2 - I^2) + \frac{\eta}{2}(I_+^2 + I_-^2) \right) - \underbrace{g_I \mu_n B}_{b_I} \left(\frac{I_+ e^{-i\Phi} + I_- e^{+i\Phi}}{2} \sin \Theta + I_z \cos \Theta \right) \quad (8)$$

²Der elektrische Feldgradient \vec{V} ist per Definition spurfrei!

Durch Anwendung von \mathcal{H} auf alle Zustände $|I, M\rangle$ erhält man die Matrixdarstellung des Hamiltonian. Die mit den messbaren Übergängen verbundenen Eigenzustände sind im allgemeinen Mischzustände, für sie ist M keine gute Quantenzahl mehr. Man erhält diese Eigenzustände durch Diagonalisierung des Hamiltonians.

Die Intensität einer Absorptionslinie $|I_i, m_i\rangle \leftrightarrow |I_f, m_f\rangle$ ist das Produkt aus:

- quantenmechanischer Emmissions-/Absorptionswahrscheinlichkeit, proportional zum Quadrat des Clebsch-Gordon Koeffizienten
 $\langle 1/2, 1, -M_i, M_i - M_f | 3/2, M_f \rangle$
- winkelabhängige Abstrahlcharakteristik, beschrieben durch die klassische magnetische Multipolemission $I_{cl}(\theta)$ mit dem polaren Emmissionswinkel θ bezüglich der z-Achse des Feldgradientensystems bzw. der Magnetisierung, entfällt bei Pulverproben durch Mittelung über alle Winkel
- Polarisationsübereinstimmung der emittierten und absorbierenden Linie, nur wichtig bei Quellen im Feld und Synchrotron Mößbauerspektroskopie

6.1 Diagonaler Hamiltonian

Im Sonderfall reiner magnetischer Wechselwirkung oder reiner Quadrupolwechselwirkung ist der Hamiltonian diagonal, und die ersten beiden Faktoren lassen sich für alle Übergänge angeben.

M_i	M_f	ΔM	$\langle 1/2, 1, -M_i, M_i - M_f 3/2, M_f \rangle^2$	$I_{cl}(\Theta)$
-1/2	-3/2	-1	3	$1 + \cos^2 \theta$
-1/2	-1/2	0	2	$2 \sin^2 \theta$
-1/2	+1/2	+1	1	$1 + \cos^2 \theta$
-1/2	+3/2	+2	0	0
+1/2	-3/2	-2	0	0
+1/2	-1/2	-1	1	$1 + \cos^2 \theta$
+1/2	+1/2	0	2	$2 \sin^2 \theta$
+1/2	+3/2	+1	3	$1 + \cos^2 \theta$

Tabelle 1: Die Linienintensität eines Übergangs ist das Produkt aus quadratischem Clebsch-Gordon Koeffizient $\langle 1/2, 1, -M_i, M_i - M_f | 3/2, M_f \rangle^2$ und klassischer Dipolabstrahlcharakteristik $I_{cl}(\theta)$. Übergänge mit $\Delta M = \pm 2$ sind verboten. In Pulverproben mittelt sich die Abstrahlcharakteristik zu jeweils 1.

Die Eigenzustände des nichtdiagonalen Hamiltonian sind Mischzustände aller Niveaus. Die Übergangswahrscheinlichkeit ist nicht allein die Summe aller Wahrscheinlichkeiten "reiner" Übergänge (gewichtet mit den Mischungskoeffizienten), sondern muss Interferenzen der Zustände berücksichtigen.

Das Programm Moessfit zum Fitten dieser komplexen Zusammenhänge steht zur Verfügung und kann auch zu Hause benutzt werden.

6.2 Pulverproben

Aus Tabelle 1 entnimmt man, dass sich die Verhältnisse der Linienintensitäten im Eisensextett (reine Zeemanaufspaltung) wie 3:2:1:1:2:3 verhalten, sofern die Probe pulverartig ist, d.h. der Winkel θ statistisch verteilt ist.

$$\begin{aligned} & \frac{I_{outer}}{= 3 \underbrace{\int_0^\pi (1 + \cos^2 \theta) \sin \theta d\theta}_{8/3}} : \frac{I_{middle}}{= 2 \underbrace{\int_0^\pi (2 \sin^2 \theta) \sin \theta d\theta}_{8/3}} : \frac{I_{inner}}{= 1 \underbrace{\int_0^\pi (1 + \cos^2 \theta) \sin \theta d\theta}_{8/3}} \quad (9) \\ & = 3 : 2 : 1 \quad (11) \end{aligned}$$

Die analoge Rechnung für eine reine, axialsymmetrische Quadrupolwechselwirkung (Doublett, $\eta = 0$) zeigt hingegen gleichgroße Linien 1:1.

$$\begin{aligned} & \frac{I_{left}}{= 2 \underbrace{\int_0^\pi (2 \sin^2 \theta) \sin \theta d\theta}_{8/3} + 1 \underbrace{\int_0^\pi (1 + \cos^2 \theta) \sin \theta d\theta}_{8/3}} : \frac{I_{right}}{= 3 \underbrace{\int_0^\pi (1 + \cos^2 \theta) \sin \theta d\theta}_{8/3}} \quad (12) \\ & = 1 : 1 \quad (14) \end{aligned}$$

Für beide reinen Wechselwirkung existiert ein effektiver Winkel θ_{eff} , welcher das Pulverspektrum beschreibt und *Magic Angle* genannt wird.

$$\underbrace{\frac{2}{3} \stackrel{!}{=} \frac{I_{middle}}{I_{outer}} = \frac{2 \cdot 2 \sin^2 \theta_{eff}}{3 \cdot (1 + \cos^2 \theta_{eff})}}_{\text{reine Zeemanaufspaltung}} \Rightarrow \underbrace{\theta_{eff} \approx 54.7^\circ}_{\text{Magic Angle}} \Leftarrow \underbrace{\frac{1}{1} \stackrel{!}{=} \frac{I_{left}}{I_{right}} = \frac{2 \cdot 2 \sin^2 \theta_{eff} + (1 + \cos^2 \theta_{eff})}{3 \cdot (1 + \cos^2 \theta_{eff})}}_{\text{reine Quadrupolwechselwirkung}} \quad (15)$$

Treten diese Intensitätsverhältnisse nicht auf, ist dies ein Hinweis darauf, dass der Absorber:

- nicht pulverförmig ist, d.h. eine Vorzugsrichtung (=Textur) besitzt
- keine zu vernachlässigende Dicke besitzt (siehe Abschnitt 7)
- Goldanskii-Karagin Effekt vorliegt (Anisotropie im Phononenspektrum)
- Relaxationsphänomene vorliegen
- Das Spektrum eigentlich mehrere Subspektren mit leicht unterschiedlicher Isomeriever-schiebung repräsentiert

7 Probendicke

Die im vorangegangenen Abschnitt beschriebenen Intensitätsberechnungen sind gültig in der Näherung dünner Absorber. Reale Proben können aufgrund der schwierigen Präparation (luftempfindlich, nicht spaltbare Kristalle) bzw. der Erforderniss von ausreichend Absorption überhaupt von dieser Näherung abweichen. Für die Intensität einer Linie gilt dann

$$A(t_a) = f_s \Gamma_a \pi \frac{t_a}{2} e^{-\frac{t_a}{2}} \left[I_0 \left(\frac{t_a}{2} \right) + I_1 \left(\frac{t_a}{2} \right) \right] \quad (16)$$

$$t_a = n_a f_a \underbrace{\frac{\lambda_\gamma^2}{2\pi} \frac{1 + 2I_e}{1 + 2I_g} \frac{1}{1 + \alpha}}_{\sigma_0} d_a \quad (17)$$

Dabei sind I_0 und I_1 die modifizierten Besselfunktionen und t_a die effektive Probendicke, die sich aus der realen Probendicke d_a , der Dichte von Mößbauerkernen n_a in der Probe, dem Debye-Waller-Faktor f_a des Absorbers und dem Wirkungsquerschnitt resonanter Streuung σ_0 ergibt. $\alpha \approx 8,5$ ist der interne Konversionsfaktor des ^{57}Fe -Mössbauerübergangs, I_g und I_e sind die Kernspinkquantenzahlen des Kerns im Grund- und angeregtem Zustand. Gemäß der theoretischen Intensitäten (Abschnitt 6) ergeben sich unterschiedliche Anteile der Linien an der gesamten resonanten Absorption, so ordnet man beispielsweise der dritten Linie im Eisenspektrum eine effektive Dicke von $t'_a = \frac{1}{12}t_a$ zu. Somit ergibt sich eine vergrößerte Absorption kleiner Linien gegenüber Linien mit großer Fläche für Proben mit nicht verschwindender Dicke, was in Abbildung 4 dargestellt ist.

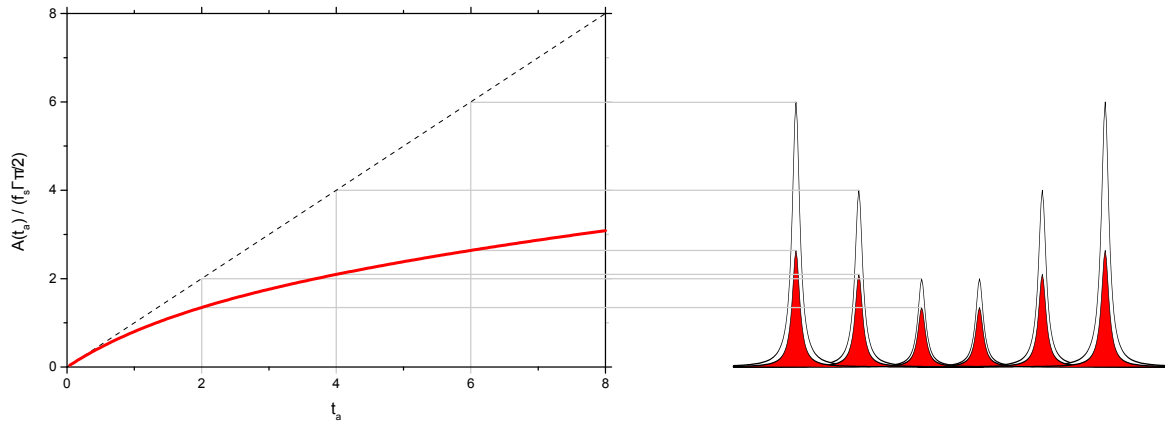


Abbildung 4: Sättigungseffekt und sein Einfluss auf das Spektrum einer Eisenfolie der effektiven Dicke $t_a = 24$. Das typische 3:2:1:1:2:3 Verhältnis der Linien im Eisensextett wird mit zunehmenden t_a nivelliert.

8 Vorbereitung

In Vorbereitung des Versuches sollten folgende Themen wiederholt bzw. kurz erarbeitet werden:

- Hyperfeinwechselwirkung (Herkunft, Auswirkung im Mößbauerspektrum, physikalische Bedeutung)
- Mößbauereffekt
- Dopplereffekt - In der Mössbauerspektroskopie werden Energiedifferenzen in mm/s (Geschwindigkeit der Quelle) angegeben: Wie lautet die Rechenvorschrift, um Energien im Bereich neV in mm/s umzurechnen?
- radioaktiver Zerfall
- Form und Breite der Linien im Spektrum, ausgehend von der Lebensdauer des angeregten Zustandes. Berechnen sie die Linienbreite in mm/s, die sie aufgrund der Halbwertszeit (98,3 ns) des angeregten Zustandes $I = 3/2$ erwarten.

Dazu wird folgende Literatur empfohlen:

- G. Schatz/A. Weidinger, Nukleare Festkörperphysik, Teubner, 1997 (*hervorragend geeignet als Vorbereitung auf diesen Versuch*)
- Yi-Long Chen/De-Ping Yang, Mößbauer Effect in Lattice Dynamics, Wiley-VCH, 2007 (*umfassend, zur Vertiefung*)
- D. Barb, Mößbauerspektroskopie, Akademie-Verlag Berlin, 1980 (*umfassend, zur Vertiefung, deutsch*)

9 Platzanweisung

9.1 Beschreibung der Signalverarbeitung (Kann während des gesamten Versuchs gemacht werden)

Betrachten Sie sich mit dem Oszilloskop Sie Signale „CHA“, „START“ und „ANALOG Output“. In welchem Zusammenhang stehen Sie zueinander? Das blaue Gerät (CMCA) erfüllt gleichzeitig die Aufgaben des SCA und der MCA. Betrachten Sie sich das Detektorsignal „ADC“, eine Photondetektion mit einem Ausgangssignal der Amplitude U wird im Pulshöhenspektrum von WisoSoft2010 an der Stelle U der x-Achse gezählt.

9.2 Impulshöhenspektrum, PHA-Modus

Alle Messungen werden im Praktikum mit dem Programm WisoSoft2010 (USB-Anschluss wählen) getätigt. Es stellt die Schnittstelle zwischen CMCA und Rechner dar.

- Nehmen Sie ein Pulshöhenspektrum ohne Probe auf. Zunächst unter Settings(DataAquisition) folgende Einstellungen vornehmen: Mode:PHA, Windows:single, Window1: 50 mV to 9500 mV (=Gammafenster). Löschen Sie die Kanalinhalt mit „Clear Memory“ und starten Sie die Messung mit „Start“. Mit „Set timer“ können Sie die Messdauer einstellen. Sie sollten zum Vergleich mit Eisen ein Spektrum kurzer Messzeit und zur Identifikation aller Linien ein Spektrum mit langer Messzeit aufnehmen (≥ 5 min).
- Nehmen Sie ein Pulshöhenspektrum mit 25 μm Eisenfolie auf.
- Bemerken Sie Veränderungen nach Einbringen der Probe? Bestimmen Sie den zu 14.4 keV gehörigen Peak. Welche Peaks sind noch zu sehen? Ist die x-Achse linear in der Photonenenergie? (Hinweis: Der Detektor ist eine PiN-Diode aus Silizium, in der Quelle ist Cobalt und Rhodium). Kernniveaus findet man online unter www.nndc.bnl.gov/nudat2/, Röntgenlinien unter xdb.lbl.gov/Section1/Sec_1-2.html.
- Um eine optimale Messgeschwindigkeit bei der Messung der Mößbauerspektren zu erzielen, muss das Gammafenster des CMCA gesetzt sein. Unter Annahme einer Gaußförmigen Linie im Pulshöhenspektrum lässt sich das Gammafenster exakt bestimmen. Setzen Sie in Abhängigkeit des Quotienten aus Peakhöhe zu Untergrund (ϵ) das Gammafenster als Vielfaches λ der Gausslinienbreite σ gemäß Abbildung 5. Zur Datenverarbeitung (Anzeigen, Fitten) bietet sich *Programme->OriginLab* an.

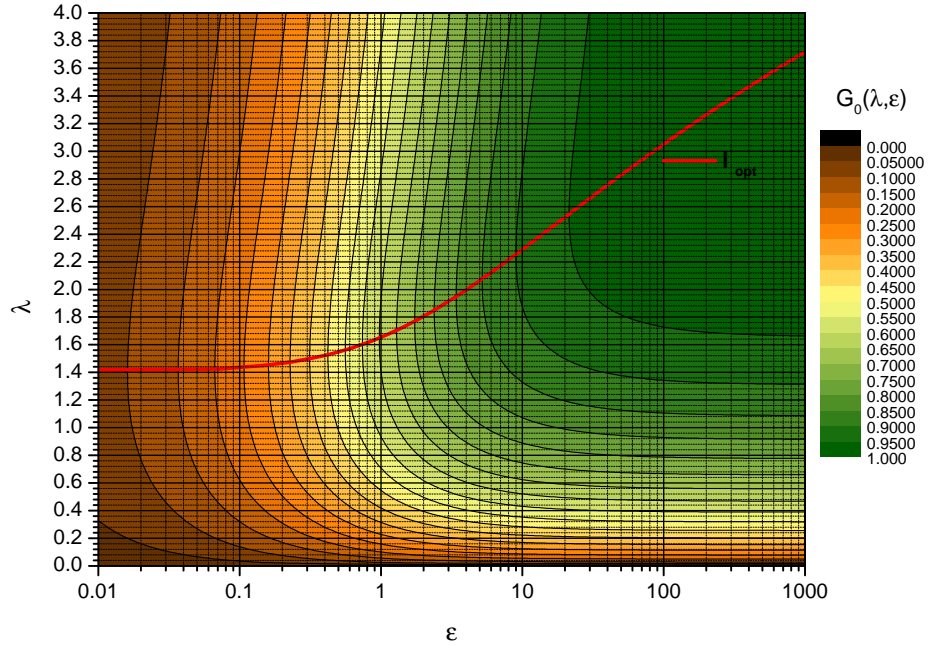


Abbildung 5: λ als Vielfaches der Gausslinienbreite in Abhängigkeit von Peakhöhe S zu Untergrund N ($\epsilon = \frac{S}{N}$) zur Optimierung der Messzeit.

9.3 Kalibrierung des Mößbauerantriebs mit Quelle

Ein Mößbauerspektrum einer Eisenfolie ($B_{hyp} \stackrel{!}{=} 33.3$ T) dient der Kalibrierung der Geschwindigkeit, d.h.

- Bestimmung des Proportionalitätsfaktors α zwischen Spannungs $U_{monitor}$ der Pickup-Spule des Antriebs und resultierender Geschwindigkeit
- Bestimmung des Kompensationsfaktors CS_0 (Isomerieverschiebung der Eisenfolie in Bezug zur Cobaltquelle), im Experiment soll die Isomerieverschiebung von Eisen zu Null deklariert werden.

Unter Kenntnis der so gewonnen Parameter kann das *count – channel*-Histogramm in ein *count – v*-Histogramm, d.h. das Mößbauerspektrum überführt werden.

$$v(t) = v_{max} \cdot \cos(\omega \cdot t(channel)) - CS_0 = \alpha \cdot U_{monitor} \cdot \cos(\omega \cdot t(channel)) - CS_0$$

Das Monitor signal muss für jede Messung am braunen Keythley Messgerät abgelesen werden!

- Stellen Sie an der Antriebsregelung (Mößbauer Drive Unit) eine Geschwindigkeit von wenigstens 6 mm/s ein
- Setzen Sie unter Settings(DataAquisition) das zuvor bestimmten Gammafenster in Window1 und stellen Sie Mode auf MCS(Window), single.
- Löschen Sie die Kanalinhalt („Clear Memory“) und starten die Messung des Mößbauerspektrum von Eisenfolie.

- Das Programm E:\ws5_to_fld faltet das Rohspektrum (ws5) an einem bestimmten Kanal, ordnet den Kanälen die Geschwindigkeit $v(t)$ zu und verschiebt das Spektrum um CS_0 . Um eine ws5 Datei zu falten, öffnet man diese Datei über „Öffnen mit“ oder Doppelklick mit ws5_to_fld.exe.
- Die erhaltene fld kann mit E:\Mössfit (Öffnen mit oder Doppelklick) geöffnet und gefittet werden (Fitparameter einstellen, ankreuzen und "n" drücken). α und CS_0 von ws5_to_fld muss so angepasst werden (Doppelklick der ws5_to_fld.exe startet die Konfiguration des Programms), dass das gefaltene Eisenfolienspektrum 33.3 T und 0 mm/s CS fittet. Nachfolgende gemessene CS können somit sofort als Isomerieverschiebung gedeutet werden, gefittete Feldgradienten und magnetische Hyperfeinfeld sind nur nach Kalibrierung korrekt. Für die Lösung der Aufgabe ist wichtig, die folgende Relationen zu verstehen: $\frac{B_{hyp,fit}}{v_{max}} = const. \wedge \frac{v_{max}}{\alpha} = U_{monitor} \Rightarrow \frac{B_{test}}{\alpha_{test}} = \frac{B_{soll}}{\alpha_{soll}}$ Um diese Aufgaben zu erfüllen muss Ihnen klar sein, dass das magnetische Hyperfeinfeld mit der Breite des Sextetts und somit mit v_{max} skaliert.
- Alternativ kann auch ein Kalibrierfit mittels des zweiten Eingabemodus von Moessfit durchgeführt werden:
 - a) aus dem Example-Ordner von Mössfit "Calibration" kopieren und dort einen eigenen Order mit dem Name = Zahlenwert_der_Monitorspannung_in_mV anlegen und die Kalibrierungsmessung darin speichern
 - b) die mbs-Datei im Abschnitt RUN und PLOT auf den eigenen Ordnernamen modifizieren
 - c) die mbs-Datei durch Doppelklick oder „Öffnen mit“ mit Moessfit öffnen und „f“ drücken, für Fehlerrechnung „e“

9.4 Messung einer unbekannten Probe

- führen Sie die Messung analog der Kalibrierungsmessung durch und falten Sie das Spektrum
- setzen Sie sich mit der Struktur des Kristalls/Moleküls auseinander. Was für ein Mößbauerspektrum erwarten Sie. Fitten Sie das Spektrum mit Moessfit.
- Interpretieren Sie den Fit hinsichtlich der physikalischen Bedeutung für die Probensubstanz.

9.5 Feld- oder Dickenmessung von Eisenfolie

- Im Falle der Dickenmessung soll die effektive Dicke t_a der Eisenfolie anhand des Sättigungseffekt bestimmt werden. Welcher Debye Waller Faktor f_a kann aus der der nominalen Dicke d_a der Probe und der bestimmten effektiven Dicke t_a bestimmt werden?
- Im Falle der Polarisationsmessung wird versucht, durch ein externes Feld die Weißschen Bezirke auszurichten, und damit die magnetischen Momente zu Polarisieren. Welche Unterschiede zur Kalibrierungsmessung der Eisenfolie stellen Sie fest? Interpretieren Sie diese.