

Praktikum für
Fortgeschrittene Hauptfachphysiker

Mössbauereffekt

Physikalisches Institut der Universität Bern
Huber, Plattner, Lemke, Blattmig, Lüthi

21. August 2006

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Versuchsaufbau	2
3	Die Geräte	5
3.1	Mössbauer Driving Unit MR-351	5
3.2	AD-Wandler ADC 7070	7
3.3	Spannungsversorgung und Zählrohr	7
3.4	Preamplifier und SCA	8
4	Software	9
4.1	MCWin	9
4.2	Mosview	11
4.3	Origin	11
5	Theoretische Aufgaben	13
6	Experimentelle Aufgaben	14
	Anhang: Strahlenbelastung	16
	Literatur	17

1 Einleitung

Der Mössbauereffekt befasst sich mit der Emission und Resonanzabsorption von γ -Strahlung mit sehr hoher Resonanzschärfe. Durch das feste Einbinden γ -strahlender Atome in einen Kristall können linienverbreiternde Effekte unterdrückt werden. Zum einen wird durch die starre Bindung die thermische Bewegung stark vermindert. Zum anderen wird der Rückstoss des emittierten γ -Quants sehr stark reduziert. Die Rückstosskraft wird an einen grossen Teil des Kristalls übergeben. Die einzelnen Atome dieses Bereichs teilen sich diesen Rückstossimpuls weshalb der Rückstoss des emittierenden Atoms quasi vernachlässigbar wird (für eine ausführliche Abhandlung siehe [5]). Man erhält dadurch unverschobene Emissionslinien von natürlicher Linienbreite, die Mössbauerlinien, welche an Schärfe nicht zu überbieten sind. Diese Erscheinung (als Mössbauereffekt bezeichnet) ermöglicht es, sehr geringe Energieverschiebungen von Kernzuständen zu messen, indem man die Resonanzabsorption solcher Linien untersucht. Deshalb ist der Mössbauereffekt ein heute viel genutztes Werkzeug in der Chemie, Biochemie und auch in der Eisenforschung, was durch die einfache Handhabung des Effekts bei der Verwendung des Zerfalls von Co^{57} zu Fe^{57} bedingt ist. Dieser Übergang wird auch in diesem Praktikumsversuch angewendet. Als typische Mössbauerlinie zeigt sich die 14.4 keV- γ -Linie, die vom Übergang des ersten angeregten auf den Grundzustand des Fe^{57} -Nuklids herrührt (Abb. 1). Die Grundfrequenz errechnet sich durch die Energieerhaltung:

$$\omega_0 = \frac{E_a - E_g}{\hbar} \tag{1}$$

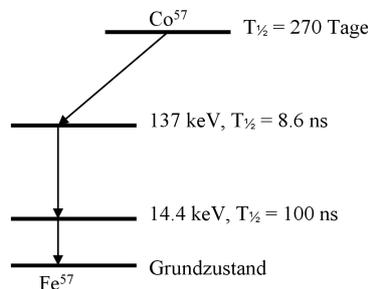


Abbildung 1: Das Zerfallsschema von Co^{57}

Passiert ein solches 14.4 keV- γ -Quant einen Absorber, der Fe^{57} in gleicher oder verschiedener chemischer Verbindung enthält wie die Quelle, so wird das Quant absorbiert oder durchgelassen, je nachdem, ob es im Absorber eine Energieresonanz vorfindet oder nicht.

2 Versuchsaufbau

Um das Mössbauerspektrum aufzunehmen benötigt man nicht nur eine in einen Kristall eingebettete Co^{57} -Quelle als Emitter, sondern auch einen Fe^{57} enthaltenden Kristall als Absorber. Es wird ein Aufbau gewählt, in dem die Quelle auf den Absorber abstrahlt, dessen durchgelassenes Spektrum durch ein Zählrohr gemessen wird (Abb. 2). Da die Quelle nicht nur die 14.4

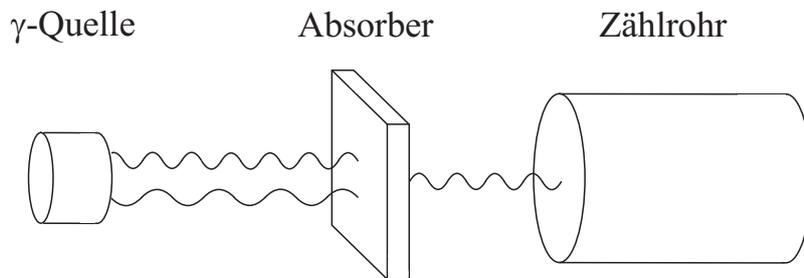


Abbildung 2: Skizze des Messprinzips

keV-Linie sondern auch Röntgenstrahlung bei z.B. 6.6 keV abstrahlt (siehe Nuklidkarte), muss es sich dabei um ein Proportionalzählrohr handeln, das einen der Energie des γ -Quants proportionalen Spannungswert liefert. So ist es dann möglich, mit Hilfe eines Diskriminators (Single Channel Analyzers SCA) die 14.4 keV-Linie aus dem übrigen γ -Spektrum zu extrahieren. Um die Linienform zu bestimmen, benötigt man die Transmissionswerte des Absorbers bei variierenden Energien des γ -Quants im Bereich um $\hbar\omega_0$. Um solche von $\hbar\omega_0$ verschiedene Energien zu erzeugen, wird nun der Dopplereffekt gezielt ausgenutzt. Man gibt der Quelle eine Relativgeschwindigkeit zum Absorber und erhält dabei über Beziehung (2) eine leicht von ω_0 abweichende Kreisfrequenz.

$$\omega = \omega_0 \left(1 + \frac{v}{c}\right) \quad (2)$$

Durchfährt man mit der Quellengeschwindigkeit einen Bereich (z. B. von $-v_{max}$ bis $+v_{max}$), so erhält man das gewünschte Spektrum. Ein solches kann mit Hilfe eines Multi-Channel-Analyzers (MCA) aufgenommen werden, der

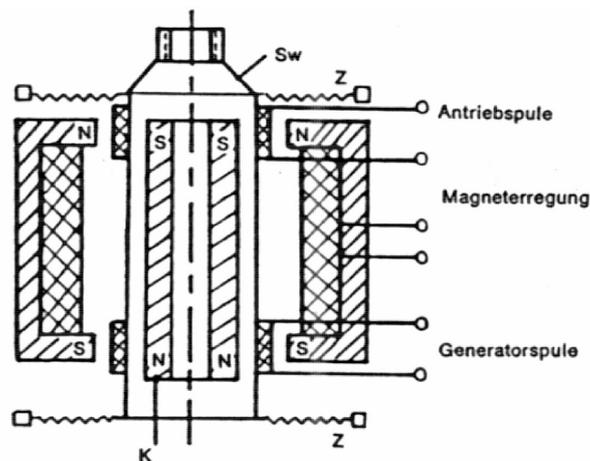


Abbildung 3: Antrieb der Quelle durch das Lautsprecherprinzip

die im Zählrohr auftreffenden γ -Quanten in Abhängigkeit der Quellengeschwindigkeit über die Zeit zählt und die Werte in einem Graphen ausgibt.

Der Antrieb der Quelle geschieht elektromechanisch über ein Lautsprecherähnliches Prinzip (siehe Abbildung 3). Die Quelle befindet sich dabei im Zentrum eines magnetischen Rohres, welches durch das sich ändernde Magnetfeld einer umgebenden Spule gezielt bewegt werden kann. Diese Bewegung induziert wiederum in einer zweiten Spule eine der Geschwindigkeit proportionale Spannung, die dem MCA den Geschwindigkeitswert liefert. Wie oben erwähnt wird der Quelle über diesen Lautsprecherantrieb ein Geschwindigkeitsverlauf vorgegeben. In diesem Versuch wird ein linearer Verlauf (Dreiecksverlauf) gewählt (s. Abbildung 4), damit die Gewichtung der Zählraten geschwindigkeitsunabhängig ist.

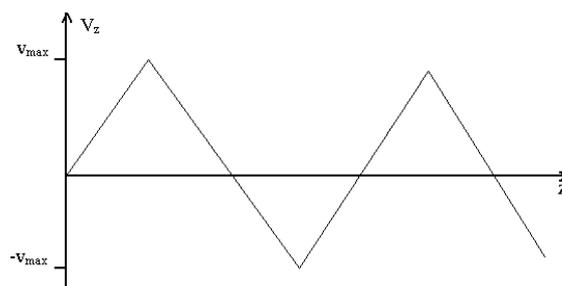


Abbildung 4: Geschwindigkeitsverlauf der Quelle

Um dies zu gewährleisten, wird das Signal aus der Messspule, das den aktuellen Geschwindigkeitswert ausgibt, mit dem vorgegebenen eines Funktionsgenerators verglichen. Elektronisch wird daraus eine Spannung für die Antriebsspule generiert, die eventuelle Abweichungen korrigiert. In Abbildung 6 auf der nächsten Seite ist der Aufbau schematisch dargestellt. Die Mössbauer Drive Unit (MDU) berechnet über das Signal der Messspule die richtige Antriebsspannung für den Antrieb und sorgt so dafür, dass der Geschwindigkeitsverlauf der Quelle sehr genau dem des Funktionsgenerators entspricht. Die γ -Quanten der Quelle erreichen, nachdem sie durch den Absorber gefiltert wurden, das Proportionalzählrohr, in welchem sie ein ihrer Energie proportionales Signal auslösen. Nachdem dieses vorverstärkt wurde, wird es amplitudennormiert und weitergeleitet falls es sich um das 14,4keV Signal handelt. Anschliessend wird der Impuls durch die MDU auf eine der Geschwindigkeit der Quelle proportionale Amplitude moduliert. Dieses Signal gelangt schließlich in den MCA, wo es unter dem jeweiligen Energiewert gespeichert und schliesslich als Mössbauerspektrum abgerufen werden kann. Zur Aufnahme eines γ -Spektrums der unbewegten Quelle besteht die Möglichkeit, die durch den SCA ungefilterten Energiesignale des Zählrohres durch einen AD-Wandler in digitale Werte zu transformieren und durch den Rechner ausgeben zu lassen. Die einzelnen Elemente sind in Gehäusen zusammengefasst: MDU und Funktionsgenerator im Gerät MR-351 sowie Preamplifier und SCA im Modul PAS2. Der AD-Wandler trägt die Aufschrift ADC 7070. Die radioaktive Quelle mit Antrieb, Absorber und Zählrohr sind auf einer Art optischen Schiene angebracht und von einem Kupfergehäuse umgeben, so dass ein strahlungsfreier Arbeitsplatz gewährleistet ist (siehe Abb. 5).

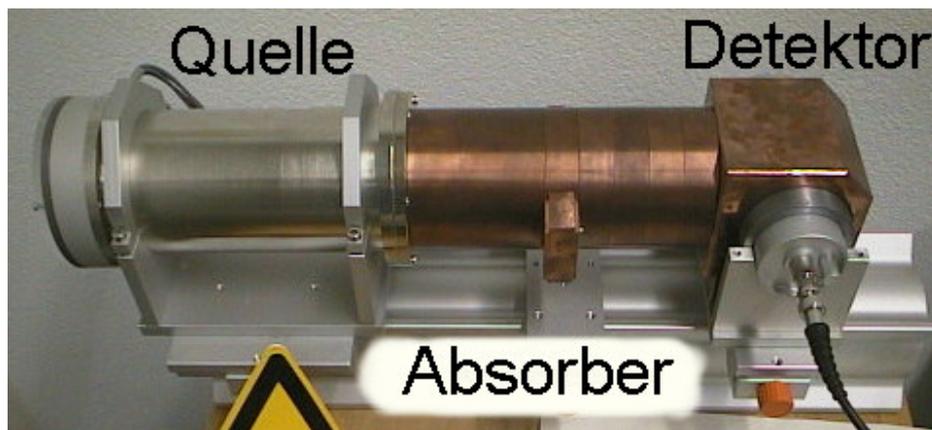


Abbildung 5: Abgeschirmte Messanordnung mit Quelle, Absorber und Detektor

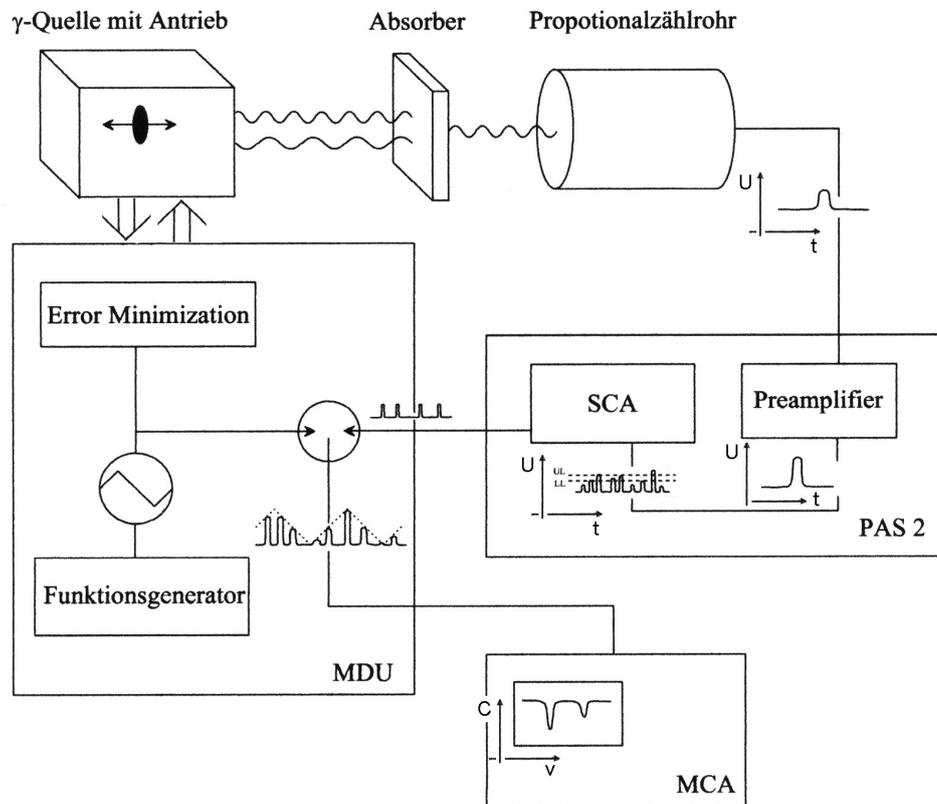


Abbildung 6: Schematischer Versuchsaufbau

3 Die Geräte

3.1 Mössbauer Driving Unit MR-351

Die Frontplatte der Mössbauer Driving Unit MR-351 enthält folgende Elemente (Abb. 7 auf der nächsten Seite links):

Velocity/Error-Schalter und Anzeige Hiermit kann gewählt werden, ob die eingebaute Digitalanzeige die aktuelle Maximalgeschwindigkeit oder die Abweichung der aktuellen Geschwindigkeit vom vorgegebenen Geschwindigkeitsverlauf anzeigt.

Frequency Mit diesem Regler wird die Frequenz des γ -Quellen-Antriebs geregelt.



Abbildung 7: Bedienfronten von MR-351 (links), AD-Wandler (mitte) und Spannungsversorgung (rechts).

Velocity Dieses Potentiometer dient zur Einstellung der Maximalgeschwindigkeit im Geschwindigkeitsverlauf.

Error Minimization Die unter dieser Aufschrift befindlichen 3 Trimpotis und der Schalter bedienen die eingebaute Elektronik, die zur Angleichung des aktuellen Geschwindigkeitsverlaufs an den vorgegebenen Dreiecksverlauf dient. Diese Angleichung kann durch den Schalter aktiviert werden und wird durch die Trimpotis auf beste Funktion justiert (nur vom Assistenten vorzunehmen).

Gain Hiermit wird die innere Verstärkung des Geschwindigkeitssignals für die Fehlerminimierung justiert (auch nur Assistent).

Velocity x1/x10 Einstellung des Geschwindigkeitsbereiches um einen Faktor 10.

Transducer on/off Durch diesen Schalter kann der Antrieb der Quelle ein- und ausgeschaltet werden.

Velocity (Buchse) Hieran kann das Geschwindigkeitssignal gemessen werden.

Error x10 Das Signal der Abweichung vom Dreiecksverlauf.

Start, Ch. Adv. Verbindungen zum Rechner

Transducer Verbindung zum γ -Quellen Antrieb

3.2 AD-Wandler ADC 7070

Der AD-Wandler hat folgende wichtigen Anschlüsse und Einstellmöglichkeiten (Abb. 7 rechts):

signal Eingang des analogen Signals.

gate Eingang für ein digitales Signal, das die AD-Wandlung startet (z.B. wenn Gate auf HI, dann Wandlung)

coinc/ $\overline{\text{coinc}}$ Negation des Startsignals für *Gate*

conversion gain Einstellung der Auflösung der ausgegebenen Digitalwerte (Übereinstimmung mit der Softwareeinstellung beachten!)

3.3 Spannungsversorgung und Zählrohr

Ganz rechts unten befindet sich eine Bedienleiste mit dem Hauptschalter für die Spannungsversorgung aller Module. Links in der Geräteanordnung befindet sich die Hochspannungsversorgung für das Zählrohr, bei der man mit dem Potentiometer die angelegte Spannung variieren kann. Sie wird auf der darüberliegenden Anzeige bei Schalterstellung V angezeigt. Das Energiefenster, das das Proportionalzählrohr anzeigen kann ist von der Spannung abhängig. Sie darf **höchstens 2200 Volt** betragen.



Abbildung 8: Spannungsversorgung des Zählrohres

3.4 Preamplifier und SCA

Das kleine freie Gehäuse PAS2 enthält wie oben erwähnt den Vorverstärker sowie den SCA. Der obere und untere Grenzlevel (UL/LL) können durch die zwei Regler gewählt werden. Das Zählrohr, das hinten am Gehäuse angeschlossen wird, bekommt seine Hochspannung durch den Anschluss HV an der Gerätvorderseite. Unter OUT erhält der AD-Wandler das Startsignal zur Umwandlung, das zu wandelnde Signal erhält er dazu aus der Buchse SCA. Für den MCS-Modus ist diese ausserdem über den grünen Signal-Anschluss mit dem Rechner verbunden.



Abbildung 9: Front des SCA

4 Software

Die mitgelieferte Software zu den Geräten umfasst drei Programme. Zum einen das Messprogramm MCWin, zum anderen die Darstellungs- und Analyse-Programme Mosview und Origin. **Wichtig:** Damit die Messkarte richtig initialisiert wird sollte die Spannungsversorgung der Geräte (MDU, Zählrohr, AD-Wandler, SCA) vor dem Computer eingeschaltet werden.

4.1 MCWin

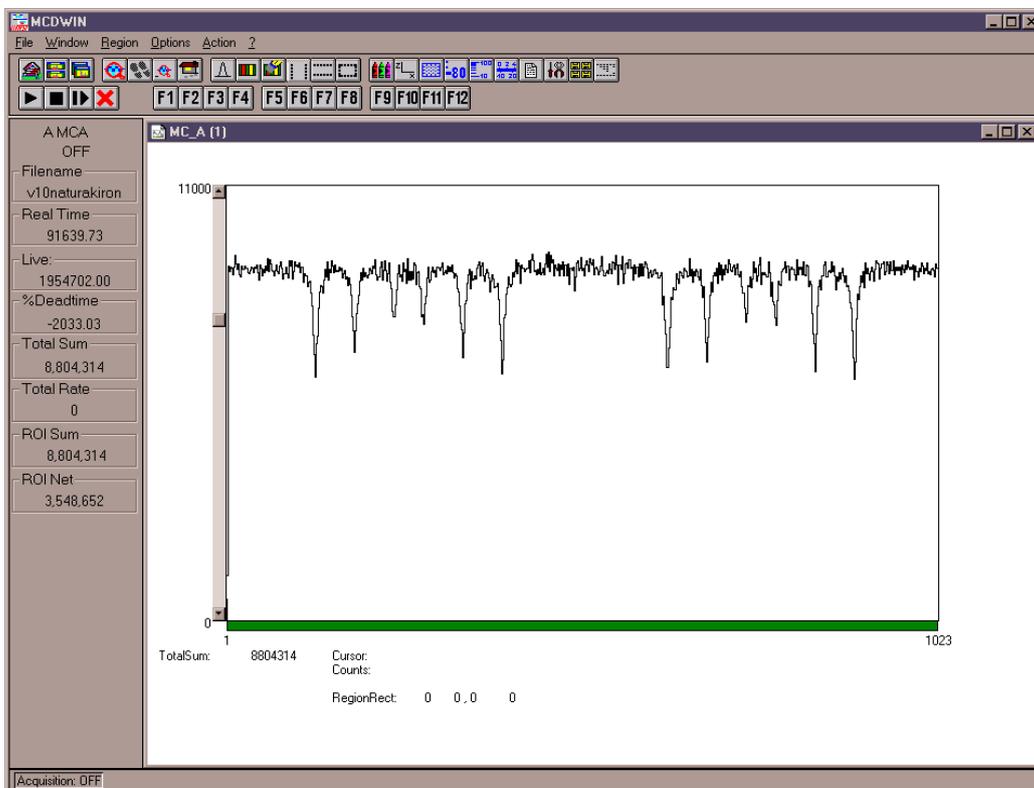
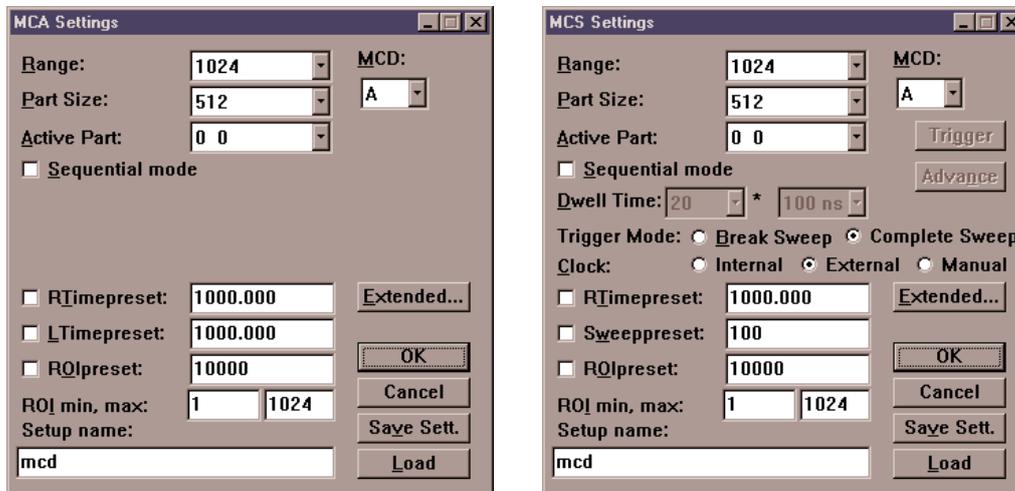


Abbildung 10: Oberfläche von MCWin

Das Messprogramm MCWin unterscheidet zwei verschiedene Messmodi. Zum einen derjenige zur Aufnahme des Quellspektrums über AD-Wandlung des Zählrohrsignals (MCA-Modus), zum anderen derjenige bei bewegter Quelle zur Aufnahme des Mössbauerspektrums (MCS-Modus). Sie werden unter der Option *System...* gewählt. Zur Einstellung der Auflösung der AD-Wandlung und Vorgaben zur Länge der Messung dient die Option *Range*,



(a) MCA-Modus

(b) MCS-Modus

Abbildung 11: Einstellungen Range/Preset

Preset... Im MCA-Modus (Abb. 11 (a)) muss dabei die Abtastung (Range) auf den am AD-Wandler unter *ConversionGain* eingestellten Wert gebracht werden. Unter den Preset-Einstellungen lassen sich Vorgaben definieren für den Stop der Messung nach einer gewissen LiveTime, RealTime oder Anzahl Ereignisse in einem interessanten Bereich, der durch *ROI min, max* bestimmt wird. Im MCS-Modus gibt es zusätzlich noch die Möglichkeit einer Stopbedingung nach einer bestimmten Anzahl registrierter Quanten (*Sweepreset*). Die übrigen Einstellungen sollten wie in Abbildung 11 (a) und (b) gestellt werden.

Über die Play/Stop Buttonleiste auf der Oberfläche von MCWin lässt sich die Messung starten, beenden, weiterfahren und löschen. Die Achsparameter und Kalibrierung lassen sich auf der rechten Leiste einstellen, in der Mitte ist es möglich, Bereiche zu vergrößern und zu bearbeiten sowie einen Gaussfit vorzunehmen (Bereichswahl mit *rechter* Maustaste!).

Bei langen Messdauern zeigt sich u. U. ein Defekt der Datenerfassung: Die ungeraden Kanäle registrieren mehr Zählimpulse als die Geraden. Zur Korrektur kann mit der Option *Data Operations...* ein fließender Mittelwert berechnet werden (2 Pt., *Smooth*).

4.2 Mosview

Mosview übernimmt die Daten, die durch MCWin aufgenommen wurden, und „faltet“ das Spektrum, d.h. es fasst die spiegelverkehrt gleichen Teile, die aufgrund des doppelten Auftretens aller Geschwindigkeitswerte während einer Dreiecksperiode des Geschwindigkeitsverlaufs entstehen, in einem Graphen zusammen. In den *Spectrum Settings* (Abb. 12), die über den Button M aufgerufen werden, lassen sich die Maximalgeschwindigkeit, der Betriebsmodus (Triangular, Transmission) und Optionen für die Anzeige einstellen. Nach korrekter Einstellung gibt das Programm unter der Karteikarte Report das gemessene Mössbauerspektrum ansehnlich aus. Mosview beinhaltet leider keine Analysesoftware, dazu ist die Software Origin zuständig. Unter *File* → *Export* kann das gefaltete Spektrum im ASCII Format gespeichert werden, welches von Origin gelesen werden kann.

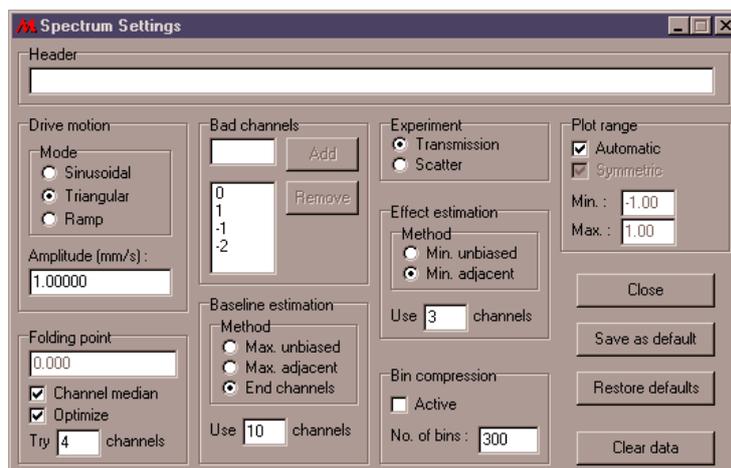


Abbildung 12: Einstellungen Mosview

4.3 Origin

Origin ist ein Analyse-Programm für gemessene Kurven (u.a. also auch Mössbauerspektren). Die gefalteten und exportierten Daten von MosView werden mit *File* → *Open...* → *ASCII Data* geöffnet. Theoretische Kurven lassen sich mittels der Methode der kleinsten Quadrate an die Daten fitten. Das geschieht in Origin im sog. Peak-Fit Modul (PFM), welches oben rechts mit dem Knopf  gestartet wird. Vorher muss noch die Spalte $B(Y)$ mit den Messresultaten markiert werden.

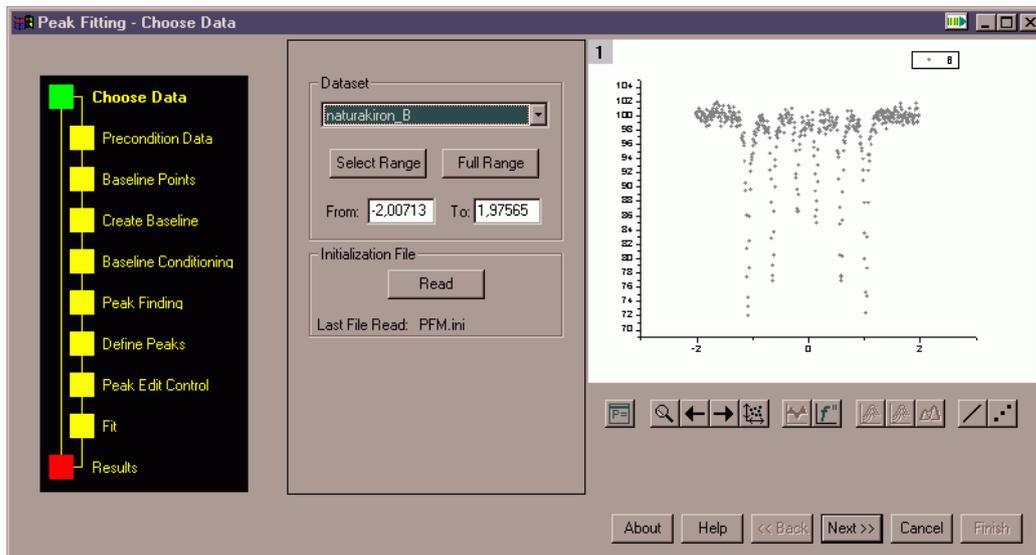


Abbildung 13: Das Peak-Fit Modul von Origin

Im PFM (Abb. 13) wird man Schritt für Schritt durch den Fit-Vorgang geführt. Die aktuellen Einstellungen sind meist brauchbar und man kann mit *Next* » zum nächsten Schritt gelangen. Hier die Schritte, wo individuelle Einstellungen vorgenommen werden müssen:

Baseline Points: *Constant* auf 100 setzen

Peak Finding: *Type* auf *Lorentz* stellen, *Number of Peaks* selektieren und anpassen, *Pick Peaks* drücken

Fit: (evtl. mehrmals) *Fit* drücken

Results: *Plot* drücken

Dannach kann das PFM mit *Finish* geschlossen werden. Der soeben generierte Plot kann im Origin bereinigt (Titel und Achsen) und ausgedruckt werden.

5 Theoretische Aufgaben

1. Berechne die Energie und Geschwindigkeit eines freien Fe^{57} -Kerns infolge
 - (a) des Rückstosses bei der Emission der 14.4 bzw. 123 keV-Linie.
 - (b) des Elektroneneinfangs des Co^{57} .
 - (c) der thermischen Bewegung bei 300 K.
2. Berechne die Dosisleistung von 5 mCi Co^{57} in 10 cm bzw. 1 m Abstand. Um wieviel wird sie durch 1 cm Blei bzw. 1 cm Kupfer reduziert? Ist die Strahlenbelastung, welcher du im Labor ausgesetzt bist, gefährlich oder unbedenklich? Angaben zu Strahlenbelastung findest du im Anhang und in [8] und [9].
3. Betrachte die Emission von Gamma-Quanten eines bewegten Kerns. Es seien E_0 die Energie des angeregten Zustandes und E_1 die kinetische Energie des betrachteten Kerns.
Berechne die spezifische Energieverschiebung $\Delta E/E$ des emittierten Quants als Funktion des Emissionswinkels θ bezogen auf die Flugrichtung des Kerns (Die Referenzenergie E ist diejenige bei ruhendem Kern).
4. Die 14.4 keV-Linie von Fe^{57} wird in einem Resonanzversuch verwendet, wobei die Eisenatome in einem stationären Absorber frei sein sollen. Mit welcher Geschwindigkeit muss die Quelle bewegt werden um maximale Absorption zu erreichen, wenn die emittierenden Atome in der Quelle als
 - (a) ungebunden
 - (b) rückstossfrei betrachtet werden?

6 Experimentelle Aufgaben

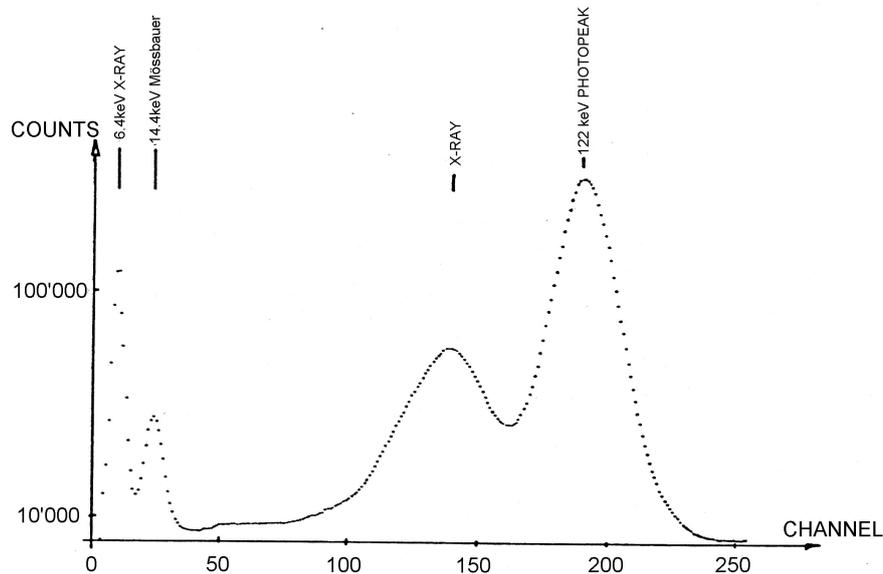


Abbildung 14: Das Spektrum von Fe^{57}

1. Aufnahme des Fe^{57} -Spektrums im MCA Modus (ohne Absorber). Identifizierung des 14.4 keV - Peaks. Es ist sicherzustellen, dass bei unbewegter Quelle gemessen und zunächst eine Hochspannung von etwa 2050 V angelegt wird. Auf diese Weise sollte man die beiden linken Peaks aus Abbildung 14 (6.4 keV resp. 14.4 keV) erhalten. Wie beeinflusst die Hochspannung das gemessene Spektrum. Hinweis: das gesamte Spektrum ist mit einem Proportionalzählrohr nicht messbar; im Bereich des Mössbauerpeaks liefert dieses aber eine relativ hohe Auflösung. Vergleiche die gemessene mit der natürlichen Linienbreite des 14.4 keV-Peaks und diskutiere die Unterschiede. Reduziere für die übrigen Messungen die Hochspannung auf etwa 1950 V. Der Mössbauerpeak sollte nun etwa mittig im Spektrum liegen (vgl. Abb.15). Schneide schliesslich den Mössbauerpeak, mit Hilfe des Diskriminators PAS2, für den MCS-Modus aus dem Spektrum aus.
2. *stainless steel absorber* Hier wird nun im MCS-Modus ein Mössbauerpektrum des Absorbers aufgenommen. Wähle dazu die Einstellung

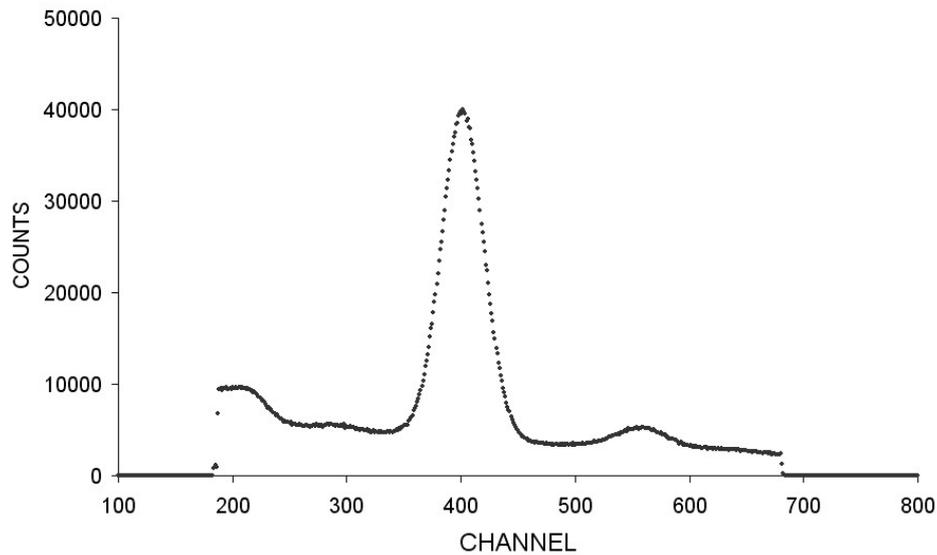


Abbildung 15: Eine Messung des 14.4 keV Peaks bei 1950 V

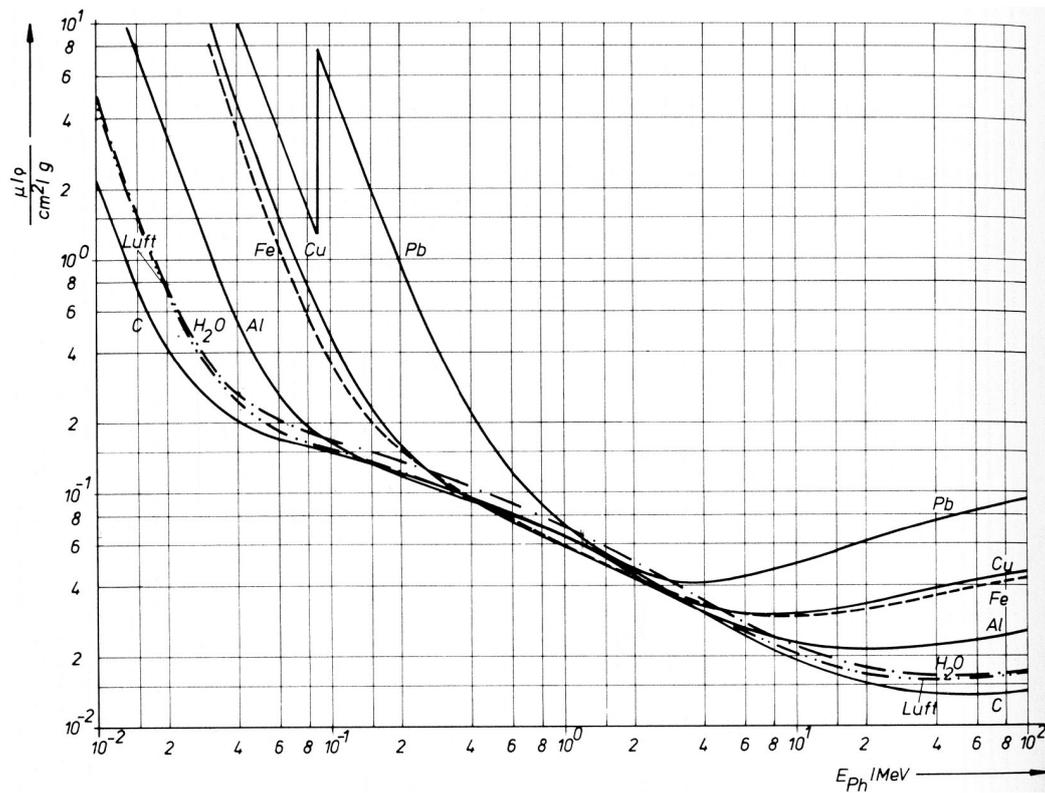
2.10 am Frequenzpotentiometer (die Fehlerminimierung der Geschwindigkeitsregelung wurde bei dieser Frequenz geeicht). Verwende die Fehlerminimierung (Error auf Anzeige ≤ 0.6). Berechne aus der Linienbreite die Lebensdauer des angeregten Zustandes. Benutze dazu die Möglichkeit der Kalibrierung und des Gauss-Fits in der Software MCWin.

3. *natural iron absorber* Nehme das Mössbauerspektrum auf und berechne daraus die magnetische Induktion am Kernort.
4. *ferrous sulphate absorber* Bestimme aus dem Mössbauerspektrum die Energie der Quadrupolaufspaltung.
5. *potassium ferrocyanide absorber* Bestimme aus dem Spektrum die Isomerieverschiebung der Mössbauerlinie.

Hinweis: Überlege dir jeweils vor den Messungen, welches der optimale Geschwindigkeitsbereich ist. Hilfe zum theoretischen Hintergrund findest du z.B. in [5].

Anhang: Strahlenbelastung

Massenabschwächungskoeffizienten einiger Materialien



Grenzwerte für beruflich strahlenexponierte Personen über 18 Jahren [8]:

- Höchstzulässige Äquivalentdosen D_q :

Gesamtkörper:	5 rem/Jahr = 50 mSv/Jahr
Gonaden, Knochenmark:	5 rem/Jahr = 50 mSv/Jahr
Haut, Knochen, Schilddrüse:	30 rem/Jahr = 300 mSv/Jahr
Hände, Füße:	75 rem/Jahr = 750 mSv/Jahr
Übrige Organe:	15 rem/Jahr = 150 mSv/Jahr

- Toleranzdosis (pro Arbeitswoche max. zulässige Strahlendosis):
0.3 rem = 3 mSv

- Die akkumulierte Gesamtkörperdosis (Lebensalterdosis) darf den Wert $D_q = (\text{Alter} - 18) \cdot 5 \text{ rem}$ nicht überschreiten.

Die zulässige Strahlenbelastung für eine nicht beruflich strahlenexponierte Person über 18 Jahren beträgt $5 \text{ rem} = 50 \text{ mSv}$ in 30 Jahren (Gonaden, Knochenmark). Das entspricht $170 \text{ mrem/Jahr} = 1.7 \text{ mSv/Jahr}$.

Literatur

- [1] R.D. Evans; The atomic nucleus; 1955
- [2] T.C. Gibb; Principles of Moessbauer Spectroscopy; 1976
- [3] N.N. Greenwood, T.C. Gibb; Moessbauer Spectroscopy; 1971
- [4] P. Marmier; Kernphysik I; 1973
- [5] H. Wegener; Der Moessbauereffekt; 1965
- [6] G.K. Wertheim; Moesbauer Effect: Principles and Applications; 1964 (REF 116)
- [7] I.J. Gruverman; Mössbauer Effekt: Methodology; 1966 (REF 115)
- [8] W.Petzold; Strahlenphysik, Dosimetrie und Strahlenschutz; 1983 (RHK 123)
- [9] Karlsruher Nuklidkarte