

Optimierung der Mößbauerspektroskopie für Weltraummissionen

Von der Naturwissenschaftlichen Fakultät der
Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover

zur Erlangung des Grades
Doktor der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)

genehmigte Dissertation
von
Moritz Jahns, M. Ed.

[2019]

Referent: Prof. Dr. techn. et rer. nat. habil Franz Renz

Korreferent: Prof. Dr. rer. nat. Jens-Uwe Grabow

Tag der Promotion: 26.04.2019

Zusammenfassung

Die Mößbauerspektroskopie ist eine hochpräzise Methode zur Analyse von verschiedenen Elementen. Sie beruht auf dem MÖßBAUER-Effekt, der rückstoßfreien Kernresonanzabsorption von γ -Strahlen und wurde nach ihrem Entdecker Rudolf MÖßBAUER benannt. Anhand dieser spektroskopischen Methode können Bindungs- und magnetische Eigenschaften untersucht werden. Besonders für das Element Eisen ist die Mößbauerspektroskopie von Interesse. Das anregende Isotop für Eisen ist das ^{57}Co , das bei 14,41 keV einen Zerfallsübergang hat, welcher eine Resonanz im Eisen erzeugen kann.

Die Geräte zur Mößbauerspektroskopie beruhen auf Methoden der Gammastrahlenspektroskopie. Um ein Spektrum einer zu analysierenden Substanz anzufertigen muss die Energie der ^{57}Co Quelle variiert werden. Um dies zu erreichen wird die Quelle periodisch bewegt, so dass aufgrund des DOPPLER-Effektes die Frequenz und damit auch die Energie der abgestrahlten Photonen verändert wird.

In dieser Arbeit wurde ein Gerät entwickelt, welches eine bessere Aufzeichnung der detektierten Photonen ermöglicht. Während konventionelle Geräte für Mößbauerspektroskopie die resonante Linie vorher festlegen und somit nur einen kleinen Teil der detektierten Photonen betrachten, wird in dieser Arbeit der Ansatz verfolgt, alle Photonen korreliert mit der Relativgeschwindigkeit der Quelle zu erfassen. Inhärent ergibt sich so auch ein Energiespektrum, aus dem, nach der Messung, die zu untersuchende Linie ausgewählt werden kann.

Mit Hilfe dieses Ansatzes wurde die Messung vereinfacht, da Fehler bei der Auswahl der Linie nicht dazu führen, eine vollständig neue Messung anfertigen zu müssen. Da die Aufnahme eines Mößbauerspektrums teilweise sehr zeitintensiv sein kann, ist hiermit ein großer Vorteil gegeben. Zusätzlich können parallel mehrere Energiebereiche untersucht werden, so dass weitere Resonanzen vor allem im Bereich von 6,4 keV oder sogar in niedrigeren Energiebereichen beobachtet werden können.

Auf Basis der verschiedener Eindringtiefen der unterschiedlichen Energien konnte so gezeigt werden, dass tiefenaufgelöste Messungen mit Hilfe des entwickelten Gerätes möglich sind.

Stichworte: Mößbauerspektroskopie, zweidimensionale Mößbauerspektren, MIMOS II, Abtast-Halte-Schaltung

Abstract

MÖSSBAUER spectroscopy is a high precision method for analysing various elements. It was named after its inventor Rudolf MÖSSBAUER, who discovered the MÖSSBAUER effect, the recoilless nuclear resonance. The absorption of γ -ray photons. With this method information on the bonding and on magnetic properties can be studied. Mössbauer spectroscopy is important, especially for iron. The excitation isotope for iron is ^{57}Co exhibiting a nuclear decay transition at 14,41 keV, which can cause a resonance in iron.

The devices used by MÖSSBAUER spectroscopy are based on techniques for γ -ray analytics. Additionally, to obtain a spectrum the energy has to be varied. To achieve this the γ -ray source is moved periodically and in consequence the frequency and therefore the energy of the emitted photons is altered by means of the DOPPLER effect.

In this work a device was developed, which provides a better recording of the detected photons. While conventional devices select the line of investigation prior to the measurement and thus records only a small part of the photon energy spectrum, this new device collects every photon in correlation with the relative velocity of the source. Inherently an energy spectrum is obtained and, after the measurement, the resonant line under test can be selected.

Utilizing this method, the measurements are simplified since mistakes in selecting the spectral interval does not require entirely new measurements. Because MÖSSBAUER measurements can be very time-consuming this new method provides huge advantages. In addition, several energies can be observed simultaneously i.e. other resonances, particularly the 6,41 keV line or the lower energy spectrum (low energy electron mössbauer spectroscopy, LEEMS) can be investigated.

On basis of different penetration depth for photons at different energies could be shown that depth sensitive measurements are feasible with the newly developed device.

Key words: Mössbauer spectroscopy, tow-dimensional Mössbauer spectra, MIMOS II, sample and hold circuit

Danksagungen

Mein besonderer Dank gebührt Herrn Prof. Dr. Franz Renz, welcher mich überaus herzlich in den Arbeitskreis aufgenommen und es mir ermöglicht hat, meine Promotion zu verwirklichen.

Des Weiteren gebührt mein Dank Herrn Prof. Dr. Robert Patzke, der mir bei meiner Arbeit mit Rat und Tat zur Seite stand und mir mit vielen Tipps den richtigen Weg zur technischen Realisierung meiner Ideen gezeigt hat.

Auch gilt mein Dank Herrn Prof. Dr. Jens-Uwe Grabow, der kurzfristig als weiterer Gutachter und Mitglied der Prüfungskommission zur Verfügung stand.

Mein Dank gebührt auch Herrn Helmuth Spiller und Bernd Kuhs von der Hochschule Hannover, die mir bei der praktischen Verwirklichung der Platinenlayouts geholfen haben.

Auch möchte ich Herrn Dr. Göstar Klingelhöfer und Herrn Bodo Bernhardt danken, welche mir tiefe Einblicke in die technische Seite der Mößbauerspektroskopie gegeben haben.

Herrn Prof. Dr. Sindelar möchte ich für die Kontakte bedanken, die er zur Hochschule Hannover hergestellt hat.

Außerdem möchte ich Herrn Prof. Dr. Schrewe dafür danken, dass er für mich immer ein kompetenter Ansprechpartner bei Fragen über Gammaspektroskopie war.

Dem Arbeitskreis möchte an dieser Stelle für die freundliche und lockerere Atmosphäre danken, in der ich meine Arbeiten verrichten konnte. Insbesondere Stephen Klimke, mit dem ich laufend meine Gedanken austauschen und damit weiter entwickeln konnte, möchte ich hierbei erwähnen.

Auch soll hier allen Freunden und Familienangehörigen gedankt sein, durch die ich fortlaufend Motivation erfahren habe. Dabei gilt mein besonderer Dank Frau Julia Schubert, die diese Arbeit Korrektur gelesen hat.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	8
2. Theoretischer Teil	10
2.1. Der Mößbauereffekt	10
2.2. Mößbauerspektroskopie	13
2.2.1. Beobachtbare Effekte	14
2.3. Technischer Aufbau	19
2.4. Detektion der Gammastrahlung	21
2.4.1. Proportionalitätszählrohr	22
2.4.2. Si-PIN-Detektor	25
2.5. Verarbeitung der Spannungsimpulse	27
2.5.1. Fensterdiskriminator	27
2.5.2. Vielkanalanalysator und Puls-Höhen-Analyse	28
2.6. Antriebseinheit und Dreiecksgenerator	31
3. Methodischer Teil	34
3.1. Dreieckssignal	34
3.1.1. Digital-Analog-Umsetzer (DAU)	34
3.1.2. Dreiecksgenerator mittels DAU	35
3.1.3. Messung der Dreiecksspannung	37
3.2. Messung der absoluten Geschwindigkeit	39
3.2.1. Schaltung zur Ermittlung der Geschwindigkeit	39
3.2.2. Kalibrierung über Referenzsubstanz	41
3.3. Sample- und Hold-Schaltung	43
3.4. Pulsauswertung	45
3.4.1. Realisierung mittels Mikrocontroller	46
3.4.2. Photonenerkennung mittels Interrupts	46
3.5. Spektrenaufnahme mittels Mikrocontroller	48
3.5.1. Energiespektrum	48
3.5.2. Mößbauerspektrum	49
3.6. Zweidimensionale Datenaufnahme	51
3.6.1. Realisierung mittels Mikrocontroller	52
3.6.2. Datenspeicherung	53
3.7. Steuerung mittels Computer	54
3.7.1. Einstellung der Messparameter	54
3.7.2. Dateiformat für zweidimensionale Daten (*.moe2d)	57
3.7.3. Zweidimensionale Visualisierung	58
3.7.4. Faltung der Spektren	60
3.8. Kalibrierung der Energiespektren	64
3.9. Proportionalitätszählrohr	65
3.9.1. Messung von α -Eisen	65

3.10. Si-PIN-Detektor	66
3.10.1. Aufbau und Betrieb des Si-PIN-Detektors	66
3.10.2. Messung von α -Eisens mittels Si-PIN-Detektor	68
3.10.3. Messung von V2A-Stahl mittels Si-PIN-Detektor	69
3.10.4. Messung von V2A-Stahl und α -Eisen in Schichten	70
4. Ergebnisse und Auswertung	72
4.1. Dreiecksspannung	72
4.2. Geschwindigkeitskalibrierung	76
4.3. Photonendetektion	78
4.3.1. Spannungsverläufe von Photonen	78
4.3.2. Verarbeitung der Impulse	79
4.4. Zweidimensionale Messung von α -Eisen	81
4.4.1. Dreidimensionale Auswertung der Ergebnisse	82
4.4.2. Kalibrierung der Energie	83
4.4.3. Spektren	85
4.5. Messungen mit dem Si-PIN-Detektor	92
4.5.1. Referenzmessung mit α -Eisen	92
4.5.2. Referenzmessung mit V2A-Stahl	98
4.5.3. Messung von V2A-Stahl und α -Eisen in Schichten	102
5. Fazit	117
6. Ausblick	119
7. Verzeichnisse	121
7.1. Literaturverzeichnis	121
7.2. Abbildungsverzeichnis	126
7.3. Tabellenverzeichnis	128
7.4. Codeverzeichnis	129
7.5. Abkürzungsverzeichnis	130
7.6. Vorsätze für Maßeinheiten	131
7.7. Benutzte Geräte	132
7.8. Benutzte Programme	133
8. Anhang	134
8.1. Lebenslauf	134
8.2. Publikationen und Tagungsbeiträge	135

1. Einleitung

Die rückstoßfreie Kernresonanzabsorption von γ -Strahlen wurden von Rudolf L. MÖßBAUER 1958 im Rahmen seiner Promotion entdeckt. Für diesen, nach ihm benannten, MÖßBAUER-Effekt wurde ihm 1961 der Nobelpreis verliehen [1][2]. Die Entdeckung des MÖßBAUER-Effektes ermöglichte die Entwicklung der MÖßBAUER-Spektroskopie. Bei der MÖßBAUER-Spektroskopie wird mit Hilfe des DOPPLER-Effektes die Energie der von einer Quelle abgestrahlten, Photonen variiert und so die Bindungsverhältnisse im entsprechenden, resonanten Absorber untersucht. Für Eisen wird dafür eine Photonenquelle mit ^{57}Co genutzt [3].

Im Laufe der Jahre wurde die MÖßBAUER-Spektroskopie weiterentwickelt und verfeinert. Neue Technologien boten die Möglichkeit zur Miniaturisierung. Göstar KLINGELHÖFER und seine Arbeitsgruppe von der Johannes Gutenberg Universität in Mainz und der Technischen Universität in Darmstadt entwickelten so das miniaturisierte Mößbauerspektrometer MIMOS II, welches im Zuge der Marsmissionen auf den Rovern Spirit und Opportunity eingesetzt wurde [4]. Sie lieferten Erkenntnisse über ehemals vorhandenes Wasser auf dem Mars [5][6][7].

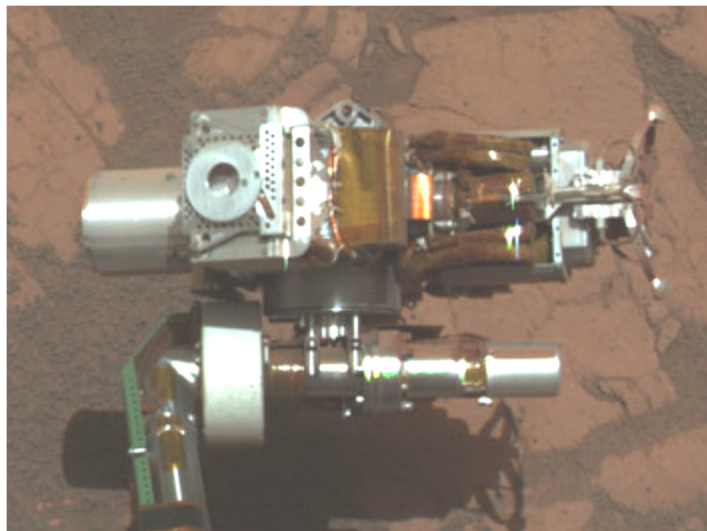


Abbildung 1: Mößbauer-Spektrometer MIMOS II am Roboterarm des Rovers Opportunity.
Das MIMOS II zeigt nach oben [8].

Durch eine stete Entwicklung im Bereich der Mikrocontrollertechnologie wurden diese Bauteile immer kleiner, leistungsfähiger und kostengünstiger. 2005 wurde von Massimo Banzi das quelloffene Projekt Arduino ins Leben gerufen, welches zum Ziel hatte Mikrocontroller einem technikinteressierten Publikum leichter zugänglich zu machen. Eine große Gemeinschaft bildete sich um dieses Projekt [9]. Auf dieser Basis wurden auch Strahlungsmessgeräte entworfen [10][11][12][13].

Die Arduino Plattform ist der Ansatzpunkt dieser Arbeit sein, in der gezeigt werden soll, dass auf ihrer Basis eine funktionsfähige Einheit zur Steuerung und Datenaufnahme von Mößbauerspektren entwickelt werden kann. Hierbei soll im Verlauf der Arbeit eine *Sample*- und *Hold*-Stufe gezeigt werden, welche es ermöglicht nicht nur zu detektieren, ob Strahlung emittiert wird, sondern auch

deren spektrale Energiedichten zu diskriminieren. Dieser zweite Punkt ist dabei von essentieller Bedeutung, da für die Aufnahme von Mößbauerspektren diejenigen Photonen ermittelt werden müssen, welche im resonanten Energiebereich liegen [3]. Da eine Modulation der Energien durch den DOPPLER-Effekt erfolgt, muss eine Synchronisation mit der Quellenbewegung erfolgen. Entsprechend werden auch Möglichkeiten beleuchtet, eine solche Synchronisation vorzunehmen.

Für die Aufnahme der Daten werden im MIMOS II die Energiegrenzen, in denen Resonanz zu finden ist vor der eigentlichen Messung festgelegt. Die Gründe für diese Festlegung sind zum einen im Entwicklungsstand der Technologie zum damaligen Zeitpunkt zu finden, aber auch in der Datenreduktion im Hinblick auf die limitierte Übertragungsrate vom Mars zur Erde [14]. In dieser Arbeit wird jedoch ein Ansatz verfolgt, welcher bereits von Maltsev *et al.* beschrieben wurde. Hierbei handelt es sich um eine zweidimensionale Datenaufnahme. Dabei wird die Energie jedes Photonenerignisses bestimmt und gemeinsam mit der Quellengeschwindigkeit als ein Datenwort behandelt und gespeichert. Es wird in dieser Arbeit gezeigt, dass mit Hilfe dieses Ansatzes die Energieintervallgrenzen nicht vor der Messung festgelegt werden müssen [15].

Abschließend soll in dieser Arbeit gezeigt werden, dass der zweidimensionale Ansatz die Möglichkeit bietet, mehrere resonante Energiebereiche gleichzeitig zu untersuchen aber erst hinterher zu diskriminieren. Dabei soll gezeigt werden, dass Photonen unterschiedlicher Energien unterschiedliche Eindringtiefen besitzen und somit eine gewisse Tiefenauflösung bieten [16].

2. Theoretischer Teil

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen zur Mößbauerspektroskopie erläutert. Dabei wird zunächst der Mößbauereffekt erläutert. Anschließend wird auf die Effekte, welche beobachtet werden können eingegangen. Zum Abschluss wird der technische Hintergrund erklärt, welcher nötig ist, um ein Mößbauerspektrum aufzunehmen.

2.1. Der Mößbauereffekt

Die rückstoßfreie Kernresonanzabsorptionsspektroskopie (kurz Mößbauerspektroskopie) basiert auf dem von Rudolf MÖßBAUER 1958 entdeckten Kernresonanzfluoreszenzeffekt, welcher nach ihm Mößbauereffekt genannt wird. Für diesen Effekt erhielt MÖßBAUER 1961 den Nobelpreis der Physik [1][2].

Der Mößbauereffekt ist dabei analog zur Fluoreszenzerscheinung in der Atomhülle zu verstehen, bei der zum Beispiel sichtbares Licht absorbiert werden kann [17]. Es geht bei der Absorption eines γ -Quants das Energieniveau eines Kerns vom Grundzustand in einen angeregten Zustand über. Fällt der Kern nach einer endlichen Lebensdauer wieder auf das Grundniveau zurück, so wird das Quant wieder als Gammastrahlung emittiert [3][18].

Damit eine Resonanz und damit eine Absorption auftreten, müssen Absorptionslinie und Emissionslinie möglichst gut überlappen [1]. Diese Überlappung wird dabei durch zwei Effekte beeinflusst. Dies ist zum einen die Linienbreite, welche sich aus der natürlichen Linienbreite Γ_0 ergibt. Die natürliche Linienbreite ist mit der mittleren Lebenszeit, also die Zeit welche die Kerne im angeregten Zustand verbleiben, über die HEISENBERG'sche Unschärferelation verknüpft. Gleichung 1 zeigt diese Verknüpfung auf [19].

$$\delta E \delta t > \frac{h}{2\pi} \quad 1$$

δE : Varianz der Energie

δt : Varianz der Zeit

h : PLANCK'sches Wirkungsquantum

Aufgrund dieser Verknüpfung gibt es ein Fenster für die mittlere Lebenszeit, indem eine Resonanz stattfinden kann. Dieses Fenster bewegt sich im Bereich zwischen 10^{-6} s – 10^{-11} s [3]. Lebenszeiten länger als 10^{-6} s produzieren zu enge Linien, so dass eine ausreichende Überlappung der Linien nicht gewährleistet werden kann. Lebenszeiten kürzer als 10^{-11} s verursachen zu breite Linien, so dass die Überlappung zu breit ist und das Spektrum undeutlich wird. Die Linienbreite der emittierten γ -Quanten wird dabei als Lorentzprofil beschrieben [20].

$$I(E) = \frac{\Gamma/2\pi}{(E - E_0)^2 + \left(\frac{\Gamma}{2}\right)^2} = \frac{\Gamma/2\pi}{\Delta E^2 + \left(\frac{\Gamma}{2}\right)^2}$$

2

I : Intensität
 E : Energie am Maximum der Absorptionslinie
 E_0 : Energie am Maximum
 Γ : natürliche Linienbreite

Gleichung 2 zeigt diese Verknüpfung. Mit der Korrelation von δE und ΔE über die Gleichungen 1 und 2 folgt, dass nur in einem bestimmten Energiekorridor der Mößbauereffekt beobachtet werden kann. Zum zweiten können nur identische Kerne Resonanzen aufweisen [3]. MÖßBAUER untersuchte bei seinen Forschungen das ^{191}Ir , welches bei 129 keV eine Resonanz zeigt [17]. Später wurden noch weitere Elemente gefunden, die Resonanzen aufweisen [3]. Für das Eisen, welches in dieser Arbeit Gegenstand der Forschung ist, ergibt sich eine Resonanz bei 14,41 keV [21]. Dabei ist zu beachten, dass, wie bereits erwähnt, nur isotopengleiche Kerne resonant sein können. Bei Eisen ist es das ^{57}Fe , welches für die Resonanz verantwortlich ist. Die angeregte Spezies entsteht dabei durch den Zerfall von ^{57}Co , welches durch einen K-Einfang zum angeregten ^{57}Fe im Zustand $I = 5/2$ wird. Das angeregte ^{57}Fe zerfällt dann auf den Zustand $I = 3/2$ (122 keV) und schließlich auf den Zustand $I = 1/2$. Bei letzterem entstehen die resonanten γ -Quanten mit der Energie 14,41 keV [22].

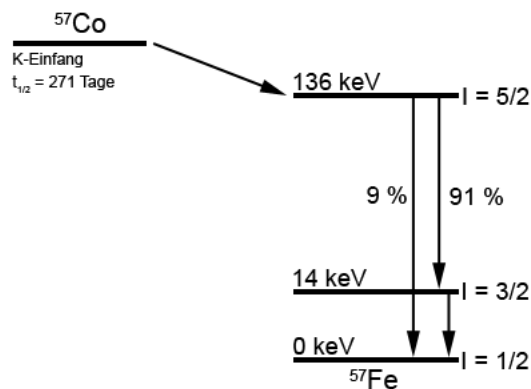


Abbildung 2: Zerfallsschema von ^{57}Co zu ^{57}Fe .

Es wurden die Energien, Zustände und Wahrscheinlichkeiten dargestellt [3].

Bei der Emission aber auch bei der Absorption können aufgrund der hohen Energie, welche die γ -Quanten besitzen Rückstoßphänomene auftreten, welche die Emissionslinie bzw. die Absorptionslinie verschieben [23].

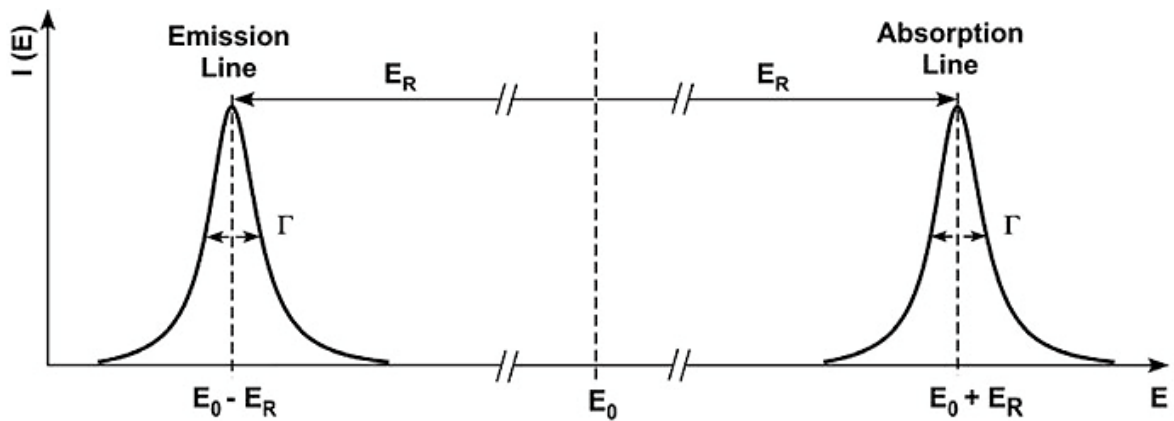


Abbildung 3: Verschiebung der Emissions- und Absorptionslinie aufgrund des Rückstoßes.

Gegenüber der mittleren Energie E_0 ist die Energie der Emission durch den Rückstoß um E_R vermindert. Für eine Absorption hingegen wird eine höhere Energie gegenüber E_0 durch den Rückstoß benötigt [3].

Abbildung 3 zeigt, dass es durch den Rückstoß zu einem Verlust der Überlappung kommt. Entsprechend ist die Absorption nicht möglich. Die Rückstoßenergie ist dabei durch die Gleichung 3 beschrieben [24][21].

$$E_R = \frac{E_0^2}{2mc^2} \quad 3$$

E_R : Energie des Rückstoßes
 E_0 : mittlere Energie der Emissionslinie
 m : Masse des Atoms
 c : Vakuumlichtgeschwindigkeit

Die vorherigen Betrachtungen galten für ein freies Atom. Aufgrund des beschriebenen Rückstoßes können bei einem freiem Atom Emission und Absorption nicht überlappen. Ist der Kern jedoch in einem Gitter eingebunden, so kann der Rückstoß auf das Gitter übergehen. Aufgrund der Tatsache, dass die Masse des Gitters um mehrere Zehnerpotenzen größer ist als die Masse eines Kerns, werden die Anregungsenergien für Translationszustände immer größer. Da Zustände jedoch nicht kontinuierlich besetzt werden können, sondern feste Energien haben, also gequantelt sind, führt dies dazu, dass die Rückstoßenergien nicht ausreichen, solche Zustände anzuregen. Es folgt ein rückstoßfreier Übergang, welcher auch zero-phononen-Übergang genannt wird. Die Wahrscheinlichkeit für einen solchen rückstoßfreien Übergang wird über die MÖßBAUER-LAMB-FUNKTION beschrieben [1][23][3][24].

$$f = e^{-\frac{E_\gamma^2}{(\hbar c)^2} \langle x^2 \rangle} \quad 4$$

f : Lamb-Mößbauer Faktor
 E_γ : Energie der γ -Strahlen
 \hbar : PLANCK'Sches Wirkungsquantum
 c : Vakuumlichtgeschwindigkeit
 $\langle x^2 \rangle$: Die quadratisch gemittelte Schwingungsanteile

Gleichung 4 zeigt die Bestimmung der Wahrscheinlichkeit eines rückstoßfreien Übergangs [3]. Die quadratisch gemittelte Schwingungsanteile $\langle x^2 \rangle$ ist vor allem im Kristall gering, was dazu führt, dass die Wahrscheinlichkeit für einen rückstoßfreien Übergang dort hoch ist. Es lässt sich eine Bedingung

aus den vorherigen Überlegungen ableiten, welche für die erfolgreiche Beobachtung des MÖßBAUER-Effektes erfüllt werden muss [1][25]:

$$\frac{E_0^2}{2mc^2} < k_B \cdot \theta \quad 5$$

E_0 : mittlere Energie der Emissionslinie
 m : Masse des Atoms
 c : Vakuumlichtgeschwindigkeit
 k_B : BOLTZMANN-Konstante
 θ : Debye Temperatur

Aus dieser Beziehung lässt sich schließen, dass eine Mößbauerspektroskopie an Gasen oder Flüssigkeiten nicht möglich ist, da hier kein Gitter die Rückstoßenergie abfangen kann und die Wahrscheinlichkeit für einen rückstoßfreien Übergang gegen null strebt. Des Weiteren lässt sich zeigen, dass bei abnehmender Temperatur die Schwingungen im Gitter geringer werden, so dass die Übergangsenergien für die Translations- oder Schwingungszustände noch größer werden, was dazu führt dass die Wahrscheinlichkeit für einen rückstoßfreien Übergang und damit einer Absorption steigt [1].

2.2. Mößbauerspektroskopie

Alle Erläuterungen aus dem vorhergegangenen Kapitel basieren auf der Annahme eines punktförmigen Atomkerns ohne Hülle. Da jedoch Kerne nicht punktförmig sind, sondern eine räumliche Ausdehnung besitzen und immer von einer Hülle umgeben sind, die aufgrund der Wechselwirkungen, welche die Elektronen mit dem Kern eingehen, treten Verschiebungen der Resonanz oder auch mehrfache Resonanzen auf. Die Verschiebungen der Resonanzenergien sind klein gegenüber der Gesamtenergie des emittierten Quants. Sie bewegt sich im Bereich von 10^{-8} eV [23][3]. Um diese Verschiebungen auszugleichen, müssen die Energien der emittierten Photonen modifiziert werden [22]. Dies geschieht, indem man die Quelle in Schwingung versetzt. Dabei wird über den Dopplereffekt dem emittierten Quant bei einer Bewegung in die Richtung des Absorber Energie hinzugefügt und bei einer Bewegung in die Gegenrichtung des Absorbers weg Energie entfernt. Die Energie, welche hinzugefügt oder abgezogen wird, kann über den DOPPLER Effekt berechnet werden:

$$f_B = \frac{f_s}{1 - \frac{v}{c}} \quad 6$$

$$E = hf \quad 7$$

f_B : beobachtete Frequenz
 f_s : Frequenz in Ruhelage
 v : Geschwindigkeit
 c : Vakuumlichtgeschwindigkeit
 E : Energie
 h : Planck'sches Wirkungsquantum
 f : Frequenz

Gleichung 6 zeigt die Berechnung der Frequenzänderung aufgrund des DOPPLER-Effekts. Mit der Proportionalität von der Energie und Frequenz Gleichung 7 erhält man den Energiebetrag, mit welchem das Quant modifiziert wird [23][3].

2.2.1. Beobachtbare Effekte

Wie bereits im vorherigen Kapitel beschrieben, kann es zu Verschiebungen oder auch zu Aufspaltungen der Resonanzen kommen. Dies wird durch die Umgebung, in der sich das Eisenatom befindet verursacht. Die Parameter der entsprechenden Verschiebungen und Aufspaltungen geben dabei Aufschluss über die Umgebung und über den Zustand des Atoms selber.

Der Forschungsschwerpunkt dieser Arbeit lag auf dem Element Eisen. Es sind hier drei Effekte zu beobachten: Die Isomerieverschiebung, die Quadrupolaufspaltung und die magnetische Aufspaltung. Im Folgenden sollen diese Effekte näher erläutert werden [1][26].

Isomerieverschiebung

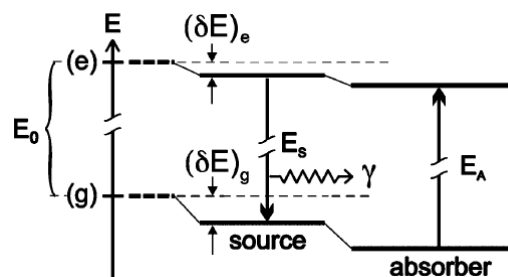


Abbildung 4: Isomerieverschiebung.

Gezeigt ist die Energieänderung des Absorberkerns gegenüber den Quellenkerns durch die Isomerieverschiebung [3].

Die Isomerieverschiebung ist die Veränderung der Anregungsenergie identischer Kerne aufgrund unterschiedlicher Elektronenkonfiguration, da s-Elektronen aufgrund der räumlichen Ausdehnung des Kerns eine gewisse Aufenthaltswahrscheinlichkeit am Kern haben. Die Aufenthaltswahrscheinlichkeit kann durch das Quadrat der Wellenfunktion wie sie in Gleichung 8 dargestellt ist berechnet werden [1][26].

$$p(r) = |\psi(r)|^2 \quad 8$$

p : Aufenthaltswahrscheinlichkeit
 φ : Wert der Wellenfunktion

Der Kern hat im angeregten und im Grundzustand unterschiedliche Ausdehnungen, was dazu führt, dass sich die Energieniveaus bei gleichbleibender Elektronendichte im angeregten und Grundzustand verschieben. Damit geht die Anregungsenergie E_0 in eine gestörte Anregungsenergie $E_{A,S}$ über. Der Unterschied zwischen diesen beiden Energien ist dabei mit $\Delta E(A)$ bzw. $\Delta E(S)$ angegeben. Abbildung 4 stellt die Veränderung schematisch dar. Er wird mit Gleichung 9 berechnete [3].

$$\begin{aligned}\Delta E(A) &= E_A - E_0 \\ \Delta E(A) &= \text{const} \cdot |\psi(0)|_A^2 \cdot (R_e^2 - R_g^2)\end{aligned}\tag{9}$$

E : Energie
 φ : Wert der Wellenfunktion
 R : mittlerer Kernradius

Da dieser Effekt auch am Kern der Quelle zu beobachten ist ergibt sich für die Quelle eine ähnliche Formel mit der $\Delta E(Q)$ berechnet werden kann.

$$\begin{aligned}\Delta E(S) &= E_S - E_0 \\ \Delta E(S) &= \text{const} \cdot |\psi(0)|_S^2 \cdot (R_e^2 - R_g^2)\end{aligned}\tag{10}$$

E : Energie
 φ : Wert der Wellenfunktion
 R : mittlerer Kernradius

Absolutwerte für $\Delta E(A)$ und $\Delta E(S)$ können jedoch nicht gemessen werden, so dass nur Relativwerte, also Verschiebungen gegeneinander gemessen werden können die Verschiebung wird dabei mit δ bezeichnet. Sie berechnet sich anhand der Beziehung

$$\delta = \Delta E(A) - \Delta E(S)\tag{11}$$

δ : Isomerieverschiebung
 E : Energie

Die Isomerieverschiebung ist damit der Unterschied der Anregungsenergien des Quellenkerns und des Absorberkerns. Daher sollte die Quelle angegeben werden, mit welcher gemessen wurde um die Verschiebungen interpretieren zu können [1][26].

Die Isomerieverschiebung wird beeinflusst durch den *Second Order Doppler Shift* (SODS). Dieser relativistische Effekt beruht auf der thermischen Bewegung der Quellen und Absorberatome [27]. Er kann durch die Gleichung 12 beschrieben werden:

$$\delta_{\text{SODS}} = -E_\gamma \frac{\langle v^2 \rangle}{2c^2}\tag{12}$$

δ : Isomerieverschiebung
 E : Energie
 $\langle v^2 \rangle$: mittlere quadrierte Bewegungsgeschwindigkeit des Kerns
 c : Vakuumlichtgeschwindigkeit

Dabei ist die thermische Bewegung, ausgedrückt durch die mittlere quadrierte Bewegungsgeschwindigkeit der Kerne $\langle v^2 \rangle$, abhängig von der Temperatur. Daher verringert sich der SODS mit geringerer Temperatur [28]. Die Spektren müssen auf diesen Effekt hin korrigiert werden [3]. Die thermische Abhängigkeit des SODS lässt sich über die Gleichung 13 beschreiben:

$$\delta_{\text{SODS}}(T) = -\frac{9k_{\text{B}}E_{\gamma}}{16M_{\text{eff}}c^2} \left[\theta_{\text{M}} + 8T \left(\frac{T}{\theta_{\text{M}}} \right)^3 \int_0^{\theta_{\text{M}}/T} \frac{x^3}{e^x - 1} dx \right] \quad 13$$

δ : Isomerieverschiebung
 T : Temperatur in Kelvin
 k_{B} : BOLTZMANN Konstante
 M_{eff} : Effektive Kernmasse
 c : Vakuumlichtgeschwindigkeit
 θ_{M} : MÖSSBAUER Temperatur
 x : Versatz des Kerns

Die Isomerieverschiebung ist aufgrund der direkten Abhängigkeit von der Elektronendichte am Kern ein gutes Maß für Veränderungen an der Valenzschale, also auch für Oxidationszustände [1][26].

Quadrupolaufspaltung

Bislang wurde der absorbierende Kern in einem homogenen elektrischen Feld betrachtet. Befindet sich der Kern jedoch nicht in einem homogenen Feld, wie es durch eine Anordnung der Elektronen um den Kern zustande kommt, die nicht kugelsymmetrisch ist, so ergibt sich die Aufspaltung im angeregten Zustand. Dies liegt daran, dass das Quadrupolmoment des Kerns mit dem inhomogenen Feld in Wechselwirkung tritt. Es spalten die zunächst entarteten Orientierungszustände von Kernen mit einem Spin von $I > 1/2$ auf [3][29].

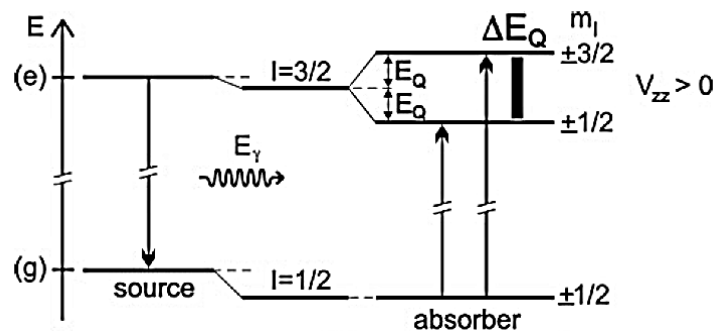


Abbildung 5: Quadrupolaufspaltung.

Gezeigt ist die Aufspaltung des Energieniveaus $I=3/2$ durch die Quadrupolaufspaltung und die daraus resultierende Resonanzänderung [3].

Abbildung 5 zeigt die Aufspaltung durch die Wechselwirkung des Kerns im Feldgradienten. Der Grundzustand besitzt einen Spin von $I = 1/2$ und spaltet daher nicht auf [1]. Der angeregte Zustand besitzt einen Spin von $I = 3/2$. Er spaltet daher in zwei Zustände auf. Die Aufspaltung des angeregten Zustandes verändert dabei nicht die mittlere Energie des angeregten Zustandes. Das bedeutet, dass die Zustände $\pm 3/2$ und $\pm 1/2$ symmetrisch um den Energiebetrag E_{Q} nach oben bzw. nach unten verschoben sind. Es ergibt sich eine Gesamtaufspaltung von ΔE_{Q} . Bei der Anregung können nun abhängig von der Dopplergeschwindigkeit des Photons beide Zustände angeregt werden. Im Spektrum ergibt sich somit ein Dublett mit der Aufspaltung von ΔE_{Q} . Dieses kann durch die Isomerieverschiebung zusätzlich in seinem Mittelpunkt verschoben sein [1][3][29].

Die Quadrupolaufspaltung kann mathematisch durch die Gleichung 14 beschrieben werden.

$$\Delta E = E_Q \left(\pm \frac{3}{2} \right) - E_Q \left(\pm \frac{1}{2} \right) = \frac{eQV_{zz}}{2} = 2E_Q$$

ΔE : Energie der Quadrupolaufspaltung
 E_Q : Energie der Aufspaltung
 E_Q : Quadrupolaufspaltung
 e : Elementarladung
 Q : Kernquadrupolmoment
 V_{zz} : Feldgradient

Dabei ist eQV_{zz} die Kernquadrupolkopplungskonstante q_{zz} . Ist der elektrische Feldgradient des inhomogenen Feldes dabei nicht achsensymmetrisch, so muss dies berücksichtigt werden. Dies geschieht über einen Faktor (η)[3][29]. Zusammengefasst gibt die Quadrupolaufspaltung Aufschluss über die Symmetrie in einer Verbindung. So gibt auch sie Hinweise über ungleiche Liganden in der Koordinationssphäre eines Kerns[1][30].

Magnetische Aufspaltungen

Befindet sich der Kern, welcher untersucht wird nicht nur in einem inhomogenen elektrischen Feld, sondern auch in einem magnetischen Feld, so spalten die Niveaus des angeregten- und des Grundzustandes aufgrund des ZEEMAN-Effektes weiter auf, wenn er ein magnetisches Dipolmoment μ besitzt [1][18][6].

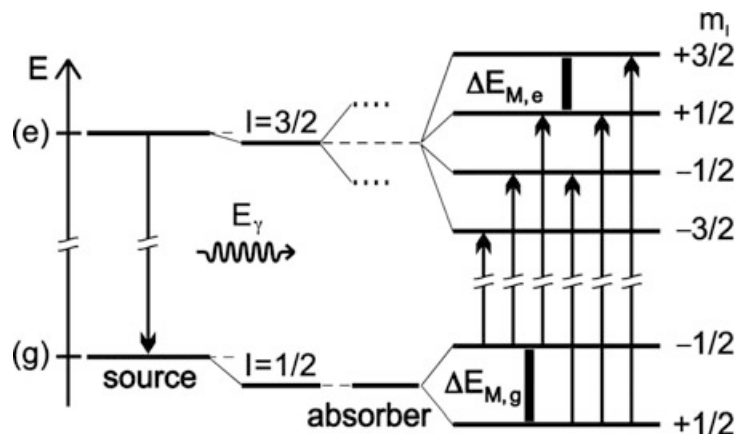


Abbildung 6: Magnetische Aufspaltung.

Gezeigt ist die Aufspaltung der Energieniveaus $I=1/2$ und $I=3/2$ und die daraus resultierenden Resonanzveränderungen [3].

Die Anzahl der aufgespaltenen Hyperfeinniveaus ist mit der Gleichung 15.

$$2I + 1$$

I : Bahndrehimpulszahl

Die Energie der Aufspaltung E_M , wie sie in Abbildung 6 gezeigt ist, entspricht [3]:

$$E_M = -\mu H \frac{m_l}{I} \quad 16$$

E_M : Zusatzenergie im Magnetfeld
 μ : Magnetisches Dipolmoment
 H : Magnetfeld
 m_l : magnetische Quantenzahl
 l : Spinquantenzahl

In einem Spektrum sind jedoch nicht acht Linien zu sehen, wie es sich aus der Kombination zu erwarten wäre, sondern nur sechs. Dies ist damit zu erklären, dass aufgrund der Auswahlregeln nur sechs Übergänge quantenmechanisch erlaubt sind. Die Auswahlregeln sind dabei [1]:

- 1) $\Delta l = \pm 1$
- 2) $\Delta m_l = 0$ oder ± 1

Δl : Änderung der Spinquantenzahl
 Δm_l : Änderung der magnetischen Quantenzahl

Die Gesamtaufspaltung im beobachteten Spektrum entspricht dabei der Energie der Aufspaltung E_M . Das wiederum bedeutet, dass bei der Berechnung der Energie berücksichtigt werden muss, dass im angeregten Niveau vier Subniveaus und damit drei Mal die Aufspaltung der einzelnen Niveaus in die Berechnung einfließen. Es ergibt sich hieraus die Formel 17 [3]:

$$E_M = 3\Delta E_{M,e} + \Delta E_{M,g} \quad 17$$

E_M : Energie der magnetischen Aufspaltung
 $\Delta E_{M,e}$: Energiestufen der Zustände im angeregten Zustand
 $\Delta E_{M,g}$: Energiestufe der Zustände im Grundzustand

Mit den beiden Gleichung 16 und 17 kann somit aus der beobachteten Aufspaltung das am Kern wirkende Magnetfeld berechnet werden.

2.3. Technischer Aufbau

Im Folgenden soll der prinzipielle technische Aufbau beleuchtet werden, welcher für die Mößbauer-spektroskopie genutzt wird. Anschließend sollen die einzelnen Komponenten näher betrachtet werden.

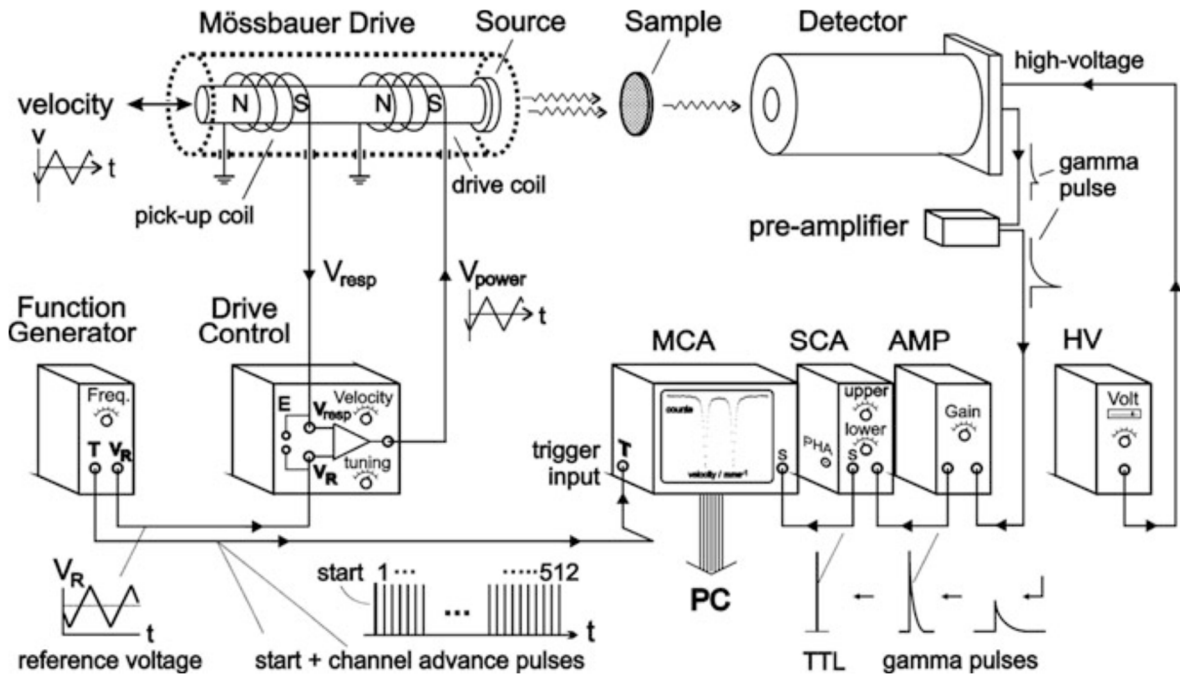


Abbildung 7: Aufbau eines Mößbauerspektrometers.

Es ist der technische Aufbau eines Mößbauerspektrometers für Transmissionsmessungen dargestellt [3].

Der technische Aufbau eines Mößbauerspektrometers besteht prinzipiell aus drei Einheiten:

1. Quelleneinheit
(Funktionsgenerator, Antriebskontrolleinheit, Antriebseinheit, Quelle z.B. ^{57}Co)
2. Detektionseinheit
(Detektor und Verstärker)
3. Verarbeitungseinheit
(Vielkanalanalysator (Multichannel Analyzer, MCA), Einkanalanalysator (Singlechannel Analyzer, SCA), Computer)

Die Quelleneinheit besteht aus Funktionsgenerator, Antriebskontrolleinheit und Antriebseinheit mit Quelle. Der Funktionsgenerator generiert ein Signal, welches die Bewegung der Quelle steuert. Die Antriebseinheit setzt dann das Spannungssignal in einen Strom um, der mittels einer Spule die Bewegung der Quelle induziert, um über den Dopplereffekt die Energie der abgestrahlten Quanten zu modulieren. Die Funktion des Drives ist dabei wie ein Lautsprecher. Das Signal zur Steuerung der Antriebseinheit wird dabei noch in seiner Maximalspannung modifiziert, da die Maximalspannung

proportional zur Maximalgeschwindigkeit ist, mit der sich die Quelle bewegt. Dies geschieht durch einen Verstärker, welcher auch als Impedanzwandler dient [31][3].

Zwischen Quelleneinheit und Detektionseinheit wird die Probe eingebracht. Die Probe absorbiert einen Teil der abgestrahlten Photonen. Die transmittierte Strahlung wird dann von einer Detektionseinheit detektiert. Es bieten sich hier verschiedene Strahlungsdetektoren wie Proportionalitätszählrohr, Szintillationsdetektoren oder Halbleiterdetektoren an. Allen gemein ist, dass sie einen Spannungsimpuls ausgeben, welcher proportional zur Energie der Photonen ist [32][22].

Der Spannungsimpuls, welchen der den Detektor generiert, wird verstärkt und an die Verarbeitungseinheit weitergegeben, welche aus dem abgestrahlten Gammasktrum der Quelle den Energiebereich auswählt, in welchem das Mößbauerspektrum gemessen werden kann. Sie verwirft also diejenigen Photonen, welche sich außerhalb dieses Bereiches befinden. Des Weiteren werden in der Verarbeitungseinheit die entsprechenden Koinzidenzen zwischen Geschwindigkeit und detektierten Photon hergestellt [3][33]. In dieser Arbeit wurde der Fokus insbesondere auf die Verarbeitungseinheit gelegt.

Abschließend werden die verarbeiteten Daten an einen Computer weitergegeben, welcher die Daten zur Auswertung aufbereitet und visualisiert.

2.4. Detektion der Gammastrahlung

Für die Detektion von Gammastrahlung stehen verschiedene Möglichkeiten zur Verfügung. Zum einen lassen sich Gammastrahlen durch so genannte Zählrohre analysieren. Dies sind gasgefüllte Kammern, an die eine Hochspannung angelegt wird. Des Weiteren können Szintillatoren eingesetzt werden. Szintillatoren sind Feststoffe, welche beim Durchgang eines energiereichen Photons Lichtblitze aussenden, die detektiert werden können. Hierzu werden zumeist Photomultiplier benutzt. Als letzte Methode stehen Halbleiter Dioden zur Verfügung. Im Folgenden sollen die einzelnen Detektorarten genauer beschrieben werden.

Dabei soll bei den Halbleiterdioden und den Zählrohren stärker ins Detail gegangen werden, da sie in den Mößbaueraufbauten, wie sie für diese Arbeit verwendet wurden, Anwendung fanden [34][35]. Ein Überblick ist in Tabelle 1 zu finden. Die Auflösung, Effizienz und Kosten variieren zwischen den verschiedenen Detektoren. Es soll in dieser Arbeit nicht weiter auf die Bedeutung der entsprechenden Literaturwerte eingegangen werden. In dieser Arbeit wurde mit einem Proportionalitätszählrohr und einem Si-PIN-Detektor gearbeitet. Daher werden diese Arten von Detektoren im Folgenden näher betrachtet.

Tabelle 1: Eigenschaften verschiedener Detektoren in der Mößbauerspektroskopie.
Es werden die Auflösung, Effizienz und maximale Zählrate der Detektoren verglichen [3].

Detektor	Auflösung	Effizienz	Max. Zählrate
Proportionalitätszählrohr	2-4 keV bei 14 keV	80 % bei 14,4 keV	50 kHz
Nal (Szintillator)	8-10 keV bei 60 keV	100 % bei 60 keV	100-200 kHz
Si (Li-dotiert)	400 eV bei 10 keV	100 % bei 10 keV	10 – 40 kHz
Ge (Li-dotiert)	600 eV Bei 100 keV	80 – 100 %	10- 40 kHz

2.4.1. Proportionalitätszählrohr

Proportionalitätszählrohre sind gasgefüllte, abgeschlossene Röhren mit Elektroden, an welche eine elektrische Potenzialdifferenz angelegt wird.

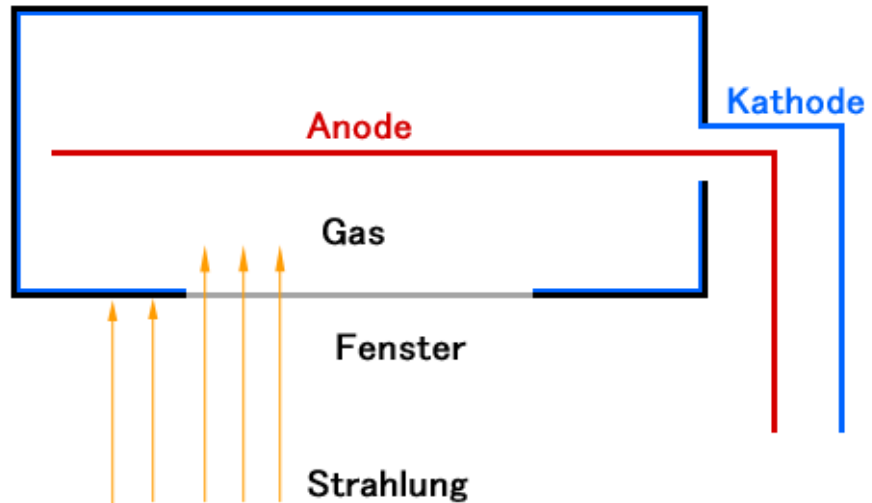


Abbildung 8: Schematischer Aufbau eines Proportionalitätszählrohrs.

Abbildung nach „Radiation detection and measurement“ von G. Knoll [34].

Abbildung 8 zeigt den schematischen Aufbau eines Proportionalitätszählrohrs. Treten durch das durchlässige Fenster ionisierende Strahlen in die gasgefüllte Kammer, so wird das Gas ionisiert. Es entstehen also Elektronen-Ionen-Paare [34]. Die Teilchen werden entsprechend ihrer Ladung entweder zur Anode (freie Elektronen) oder zu Kathode (Kationen) beschleunigt, wenn eine Potenzialdifferenz anliegt. Je nach angelegter Spannung kann man verschiedene Arbeitsbereiche unterscheiden. Die verschiedenen Arbeitsbereiche werden in Abbildung 9 gezeigt.

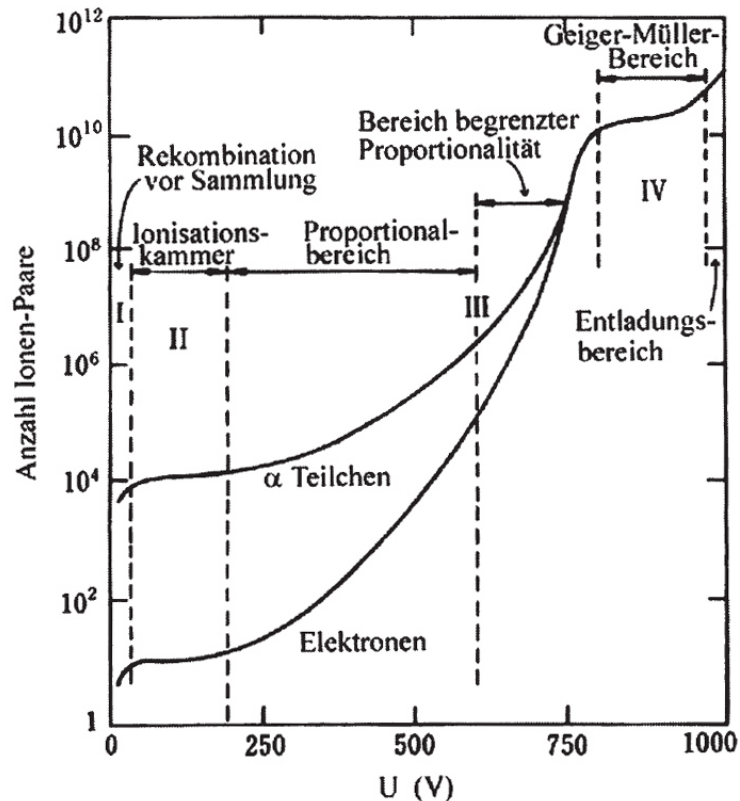


Abbildung 9: Betriebsmodi eines Gaszählrohres.

Es sind die verschiedenen Betriebsbereiche und deren Spannungen eines Gaszählrohres dargestellt [35].

Rekombination:

Die durch die Potenzialdifferenz verursachte Bewegung der Teilchen reicht nicht aus, um die Rekombination der ionisierten Teilchen zu verhindern, bevor sie die Elektroden in der Kammer erreichen. Das bedeutet, dass etwaige Impulse vom Ort der Ionisierung in der Kammer abhängen. Da die entsprechende Ladung, welche so entsteht, kleiner ist als die durch die ursprüngliche Ionisation ausgelösten Elektron-Ionen-Paare, sind Aussagen über Energie der eingetretenen Strahlung nicht möglich [34].

Ionisationskammer:

Bei einer Erhöhung der Potenzialdifferenz verhält sich das Zählrohr wie ein Plattenkondensator. Das bedeutet, die entstehenden Elektronen-Ionen-Paare sammeln sich auf den gegensätzlich geladenen Elektroden ohne dabei sekundäre Ionisationsprozesse auszulösen. Die Ladung kann dabei über die Elektroden abfließen und gemessen werden [35].

Proportionalitätszählrohr:

Wird die Spannung nun gegenüber der Potenzialdifferenz in einer Ionisationskammer weiter erhöht und damit das elektrische Feld über einen kritischen Wert angehoben ($10^4 \text{ V}\cdot\text{cm}^{-1} - 10^5 \text{ V}\cdot\text{cm}^{-1}$) so reicht die Beschleunigung der ionisierten Teilchen aus um weitere Teilchen zu ionisieren [35]. Die Ionisation breitet sich lawinenartig aus und wird nach ihrem Entdecker TOWNSEND-Lawine genannt. Es kommt damit zu einer Verstärkung der ursprünglich verursachten Ladungstrennung. Dieser Effekt wird Gasverstärkung genannt [34].

$$\frac{dn}{n} = \alpha \cdot dx$$

dn : Anzahl der auf der Wegstrecke neu angeregten Teilchen
 n : Anzahl der Teilchen
 α : Townsend Koeffizient
 dx : Wegstrecke

Gleichung 18 zeigt die Verstärkung der Ladung dn/n über die Wegstrecke dx . Der Faktor α ist dabei der Proportionalitätsfaktor und wird TOWNSEND-Koeffizient genannt [34]. Der TOWNSEND-Koeffizient ist dabei abhängig von der Potenzialdifferenz. Es ergibt sich über die oben benannte Formel eine Proportionalität der gemessenen Spannung und der Energie der eingetretenen Photonen.

Wird die Spannung weiter erhöht so ergeben sich Nichtlinearitäten, welche durch die langsamere Bewegung der Kationen ausgelöst werden. Sie produzieren Wolken, welche die das elektrische Feld innerhalb des Zählrohres erheblich beeinflussen. Dieser Bereich ist der Bereich der begrenzten Proportionalität.

Geiger-Müller-Bereich:

Wird die Spannung über den Bereich der begrenzten Proportionalität weiter erhöht, so werde so viele Kationenwolken gebildet, dass das elektrische Feld soweit abgesenkt wird, dass keine weiteren Ionisierungen mehr stattfinden können. Das bedeutet, dass die gemessenen Spannungsimpulse unabhängig von der primären Ionisation sind und damit alle Impulse gleich groß sind. Die Kammer fungiert nun als Auslösezähler [34][35][36].

2.4.2. Si-PIN-Detektor

Ein Silizium-PIN-Detektor (kurz Si-PIN) besteht aus einer Si-PIN-Diode. PIN steht dabei für (positive, intrinsic, negative). Dies beschreibt den Aufbau der Diode, welche sich aus drei Schichten zusammensetzt: Eine positiv dotierte Schicht und eine negativ dotierte Schicht fassen eine dritte schwach leitende Schicht (*i*-Schicht) ein. Daher wird diese Diode im Deutschen auch psn-Diode genannt, wobei s für schwach leitend steht [37][38].

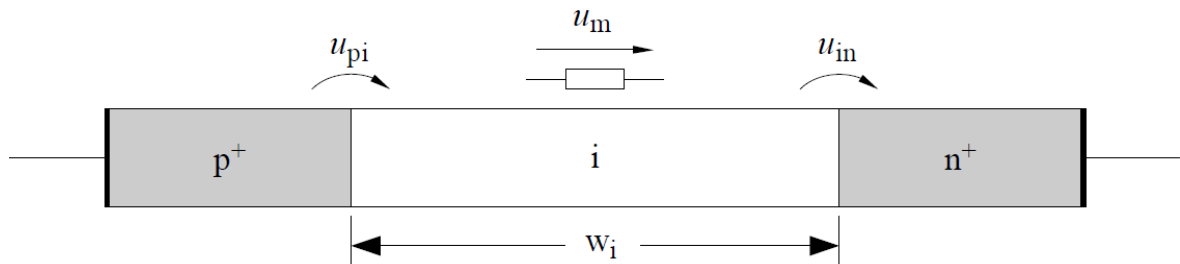


Abbildung 10: Aufbau einer Si-PIN-Diode [38].

Abbildung 10 zeigt den Aufbau einer Si-PIN-Diode. Zu erkennen ist, dass zusätzlich zum üblichen pn-Übergang eine weitere Schicht, die *i*-Schicht, vorhanden ist. Für den Betrieb der Si-PIN-Diode als Photonendetektor bestehen zwei Möglichkeiten: mit oder ohne Vorspannung.

Treffen Photonen, die eine Energie haben die größer ist, als die Bandlücke zwischen Valenz- und Leitungsband, auf die Si-PIN-Diode, so werden Elektron-Loch-Paare erzeugt. Diese Paare wandern aufgrund ihrer Ladung zu den entsprechenden dotierten Schichten und erzeugen einen Strom. Da eine Si-PIN-Diode jedoch eine Kapazität besitzt, muss diese zunächst geladen werden um eine Spannungsänderung zu messen. Die Spannungsänderung in Abhängigkeit der Kapazität kann unter Zuhilfenahme der Gleichung 19 berechnet werden kann.

$$\Delta U = \frac{\Delta q}{C} \quad 19$$

ΔU : Spannungsänderung
 Δq : Ladungsänderung
 C : Kapazität der Diode

Die Kapazität, die eine Si-PIN-Diode besitzt kann mit der in Gleichung 20 gezeigten Beziehung bestimmt werden [39].

$$C = \varepsilon_r \varepsilon_0 \frac{A}{d} \quad 20$$

C : Kapazität
 ε_r : relative Permittivität
 ε_0 : elektrische Feldkonstante
 A : Fläche der Kondensatorplatten
 d : Abstand der Kondensatorplatten

Wird die Si-PIN-Diode in Sperrrichtung geschaltet und eine Spannung angelegt, so werden die überschüssigen Elektronen der n-dotierten Schicht zur Anode gezogen und die Elektronenlöcher der p-dotierten Schicht hingegen zur Kathode. Es entsteht eine Verarmungszone, welche durch die i-Schicht, die nur schwach dotiert und damit hochohmig ist, noch weiter verstärkt wird [38].

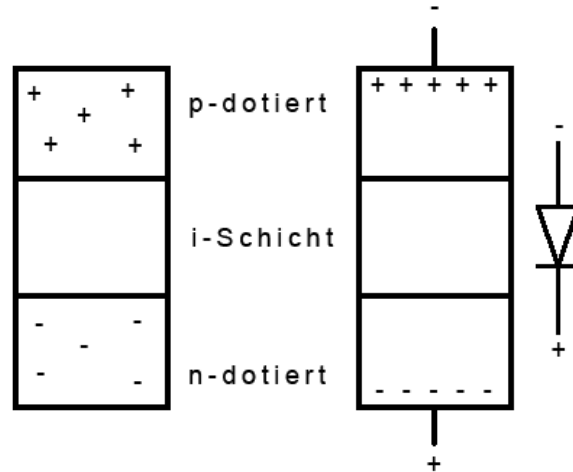


Abbildung 11: Schematischer Aufbau einer Si-PIN-Diode.

Im linken Bild dargestellt sind ist eine Si-PIN-Diode, ohne angelegte elektrische Spannung, im rechten mit angelegter Spannung in Sperrrichtung. Die Schichten wurden gekennzeichnet und zum Vergleich das Schaltzeichen für eine Diode eingefügt [37].

Abbildung 11 zeigt den beschriebenen Vorgang. Links im Bild zu sehen ist die Diode ohne Potentialdifferenz, die Dotierungen sind dabei gleichmäßig verteilt. Im rechten Bild ist eine Potentialdifferenz angelegt, welche die entsprechenden Ladungen trennt. Sie ist damit vorgespannt [6]. Treffen in diesem Zustand Photonen auf die Si-PIN-Diode so werden auch Elektron-Loch-Paare erzeugt, welche anhand ihrer Ladungen eine Coulomb-Kraft erfahren. Dies ist in Abbildung 12 zu sehen. Mit der Vorspannung wird die Kapazität der Diode gesenkt und damit die Spannungsantwort verbessert.

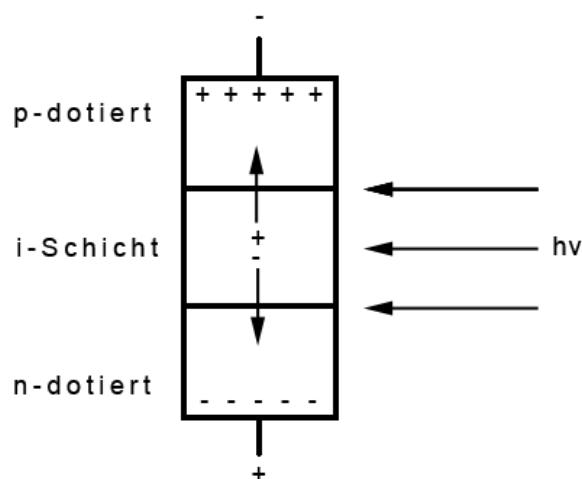


Abbildung 12: Si-PIN-Diode im vorgespannten Zustand mit eingestrahelten Photonen.

Es ergeben sich jedoch durch die Vorspannung Ströme, die ein Rauschen erzeugen, obwohl keine Strahlung auf die Diode getroffen ist. Dies wird als Dunkelstrom bezeichnet [40][41]. Die

Vorspannung beträgt für das MIMOS II 100 V. Für die Marsmission wurde im MIMOS II eine PIN-Diode mit einer Schichtdicke von 500 μm verwendet [6].

2.5. Verarbeitung der Spannungsimpulse

Es gibt verschiedene Möglichkeiten die detektierten Spannungsimpulse zu verarbeiten und somit zur Auswertung bereit zu stellen. In dieser Arbeit wurde sowohl mit Fensterkomparatoren gearbeitet, wie sie im MIMOS II auf dem Mars eingesetzt wurden, als auch mit der Puls-Höhen-Analyse [42]. Im Folgenden sollen diese beiden genutzten Ansätze beschrieben werden.

2.5.1. Fensterdiskriminator

Aus den Pulsen verschiedener Spannungsspitzen und damit Energien wählt ein Fensterdiskriminator nur diejenigen Energien aus, welche innerhalb eines vorher eingestellten Spannungsfensters liegen [32][43]. Es ergibt sich somit ein so genannter Einkanalanalysator.

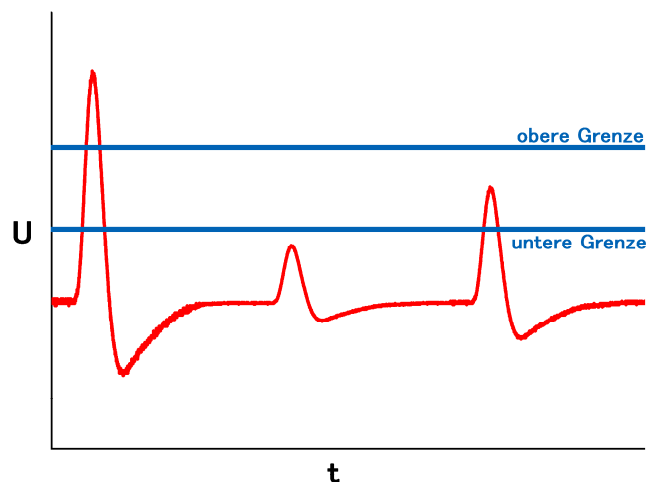


Abbildung 13: Funktionsweise eines Fensterdiskriminators.

Es sind schematisch drei Spannungsimpulse mit unterschiedlichen Amplituden dargestellt. Zusätzlich wurden die Grenzen des Fensterdiskriminators eingezeichnet [34].

Abbildung 13 zeigt schematisch die Funktion eines Fensterdiskriminators. Es wird eine untere Grenze (*lower level threshold*) und eine obere Grenze (*upper level threshold*) gesetzt. Komparatoren vergleichen analog die Grenzspannungen mit der Pulsspannung und geben bei Überschreiten bzw. Unterschreiten einen logischen Impuls aus. Die beiden Komparatoren sind mit einer UND-Schaltung verknüpft, sodass nur Pulse gewertet werden, welche sich innerhalb des eingestellten Spannungsfensters befinden [34].

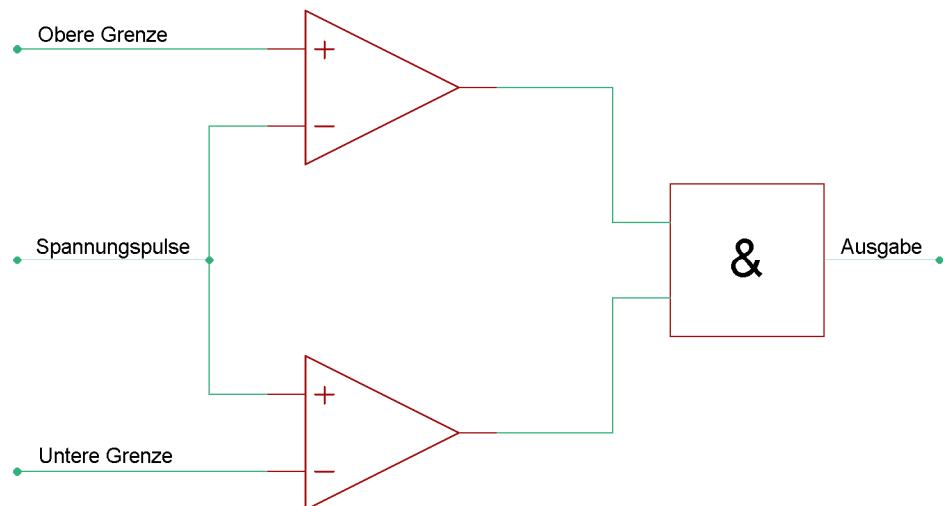


Abbildung 14: Schematischer Aufbau eines Fensterdiskriminators [44].

Ein schematischer Aufbau eines Fensterdiskriminators ist in Abbildung 14 gezeigt.

Die Ausgabe des Fensterdiskriminators wird anschließend in Zählerregistern gespeichert [34]. Ein Energiespektrum kann aufgenommen werden, in dem die Grenzen nach bestimmten Zeitintervallen verschoben werden und so die vollständige Breite der Referenzspannungen abgefahren wird [3].

2.5.2. Vielkanalanalysator und Puls-Höhen-Analyse

Ein Einkanalanalysator liefert nur logische (*TTL*, Transistor-Transistor-Logik) Impulse für Signalamplituden, welche innerhalb eines Fensters liegen. Er ist daher gut geeignet, Mößbauerspektren aufzunehmen, wenn vorher die Grenzen, in denen die 14,41 keV Linie liegt, bekannt sind. Für die Bestimmung der Lage der Linie wird ein Vielkanalanalysator benötigt. Ein Solcher Analysator überwacht mehrere Kanäle gleichzeitig und speichert die eintreffenden Spannungspulse in Zählern ab [3].

Um diese Funktionsweise zu gewährleisten wird ein Analog-Digital-Umsetzer (ADU) benutzt, welcher die Amplituden der einzelnen Pulse misst und speichert. Hierbei ist eine ausreichende Abtast-rate von großer Bedeutung, da die Impulsform korrekt nachvollzogen werden muss [45].

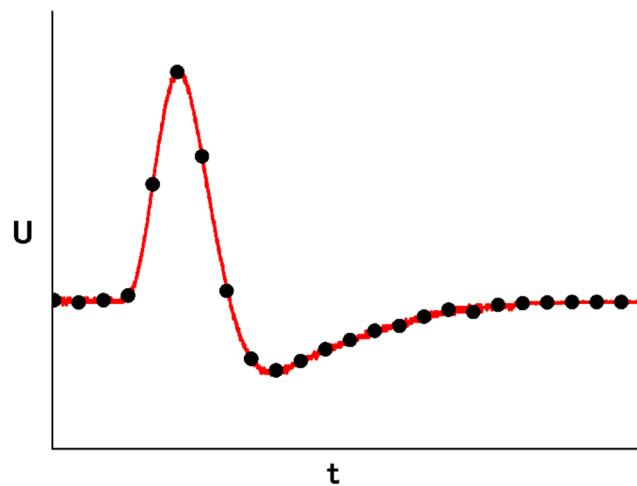


Abbildung 15: Schematische Darstellung der Puls-Höhen-Analyse.

Die Abtastrate, welche benötigt wird um ein Signal eindeutig rekonstruieren zu können, muss nach dem NYQUIST-SHANNON-Theorem mindestens doppelt so groß sein wie die höchste Frequenzkomponente des Signals, welches gemessen werden soll [46][45][47].

$$f_{\text{tast}} > 2 \cdot f_{\text{max}}$$

21

f_{tast} : Abtastfrequenz
 f_{max} : Maximale Signalfrequenz

Eine weitere Möglichkeit zur Diskriminierung der Amplitude bietet daher eine *Sample-* und *Hold-*Schaltung. Eine *Sample-* und *Hold-*Schaltung kann so ausgelegt werden, dass sie über einen kurzen Zeitraum die Amplitudenspannung konstant hält, sodass die Abtastzeit des Analog-Digital-Umsetzer länger sein kann [44].

Für die Bestimmung der Signalspitzen im Energiespektrum werden die Zählraten der Amplituden gegen die Kanäle, den die Amplituden zugeordnet wurde, aufgetragen. Um nebeneinander liegende Signale auflösen zu können muss dabei die Kanalaufösung also die Anzahl der Kanäle groß genug sein.

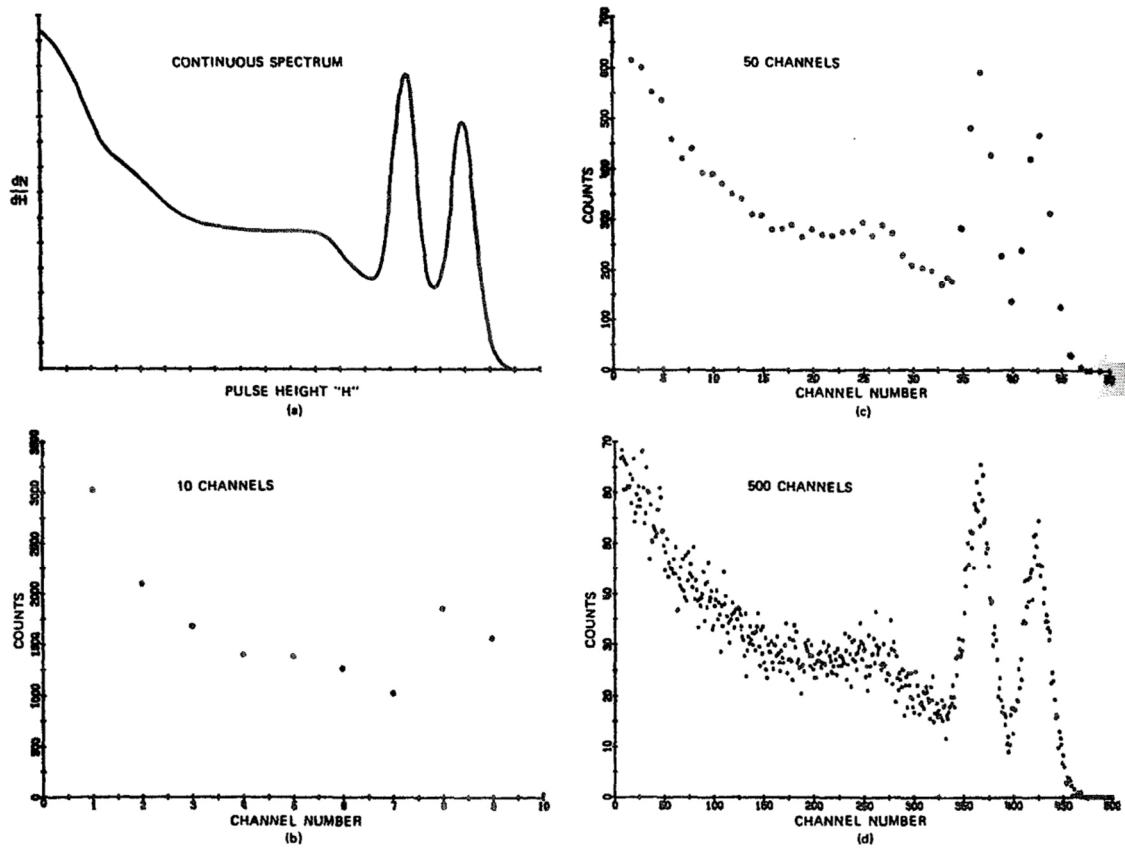


Abbildung 16: Spektren einer Quelle aufgenommen mit verschiedener Anzahl von Kanälen.

Es wurde ein kontinuierliches Spektrum (a) mit verschiedenen Anzahl von Kanälen (b: 10, c: 50, d:500) aufgenommen [34].

Für die vollständige Bestimmung der Position und Höhe eines Signals im Spektrum sollten über die Breite des Signals mindestens fünf Messpunkte vorhanden sein. Für eine bessere Aussagekraft sind jedoch neun bis zwölf Punkte über die gesamte Breite bei halber Höhe des Peaks (*full width at half maximum*, FWHM), empfohlen [34]. Dies wird in Abbildung 16 verdeutlicht. Es wird hier ein kontinuierliches Spektrum gezeigt, das mit unterschiedlicher Anzahl von Kanälen aufgelöst wurde. Dabei ist zu erkennen, dass je höher die Kanalzahl und damit die Auflösung ist, die Signalspitzen des kontinuierlichen Spektrums besser sind.

2.6. Antriebseinheit und Dreiecksgenerator

Wie bereits im Kapitel 2.2 beschrieben wird ein Mößbauerspektrum angefertigt, indem die Energie der abgestrahlten Photonen mit Hilfe des DOPPLER-Effektes moduliert wird. Das Spektrum ergibt sich dann aus der Auftragung der Absorption bzw. der Transmission gegen die Relativgeschwindigkeit.

Um diese Funktion zu gewährleisten muss die Quelle periodisch vor- und wieder zurückbewegt werden. Hierfür wird eine Art Antriebssystem genutzt, wie sie auch in Lautsprechern zu finden sind. Dies ist der sich bewegende Teil auf dem die Quelle montiert ist [3]. Der Aufbau besteht aus einer Spule und einem magnetischen Stab, welcher sich innerhalb der Spule befindet. Der wichtigste Unterschied zu einem herkömmlichen Lautsprechersystem liegt dabei daran, dass in einer Antriebseinheit für Mößbauerspektroskopie, keine Membran vorhanden ist, die das Signal in Luftschwingungen umsetzt. Das bedeutet, dass eine Antriebseinheit in dieser Hinsicht einem Linearmotor ähnelt [48]. Wird nun an die Spule eine Potentialdifferenz angelegt so ergibt sich ein Stromfluss durch die Spule. Der fließende Strom induziert innerhalb der Spule ein Magnetfeld. Ist die Anzahl der Windungen auf der Spule bekannt, so ergibt sich ein Magnetfeld innerhalb der Spule nach der Gleichung 22 [49].

$$H = I \frac{n}{l} \quad 22$$

H: Magnetfeld
I: Strom
n: Anzahl der Windungen
l: Länge der Spule

Hierbei ist *I* der elektrische Strom, *n* die Anzahl der Windungen und *l* die Länge der Spule. Durch das Magnetfeld wird der magnetische Stab, auf dem die Quelle montiert ist in Bewegung versetzt. Dabei entspricht eine bestimmte Spannung einem bestimmten Stromfluss und damit auch einer bestimmten Geschwindigkeit, mit welcher sich die Quelle bewegt [3].

Um eine lineare Abtastung der Geschwindigkeitskanäle möglich zu machen, wird ein Dreieckssignal an die Antriebseinheit angelegt. Dieses Signal ist eine Spannung, welche linear von einer negativen Maximalspannung zu einer positiven Maximalspannung, mit gleichem Betrag, ansteigt und dann wieder linear zur negativen Maximalspannung absinkt [3][50].

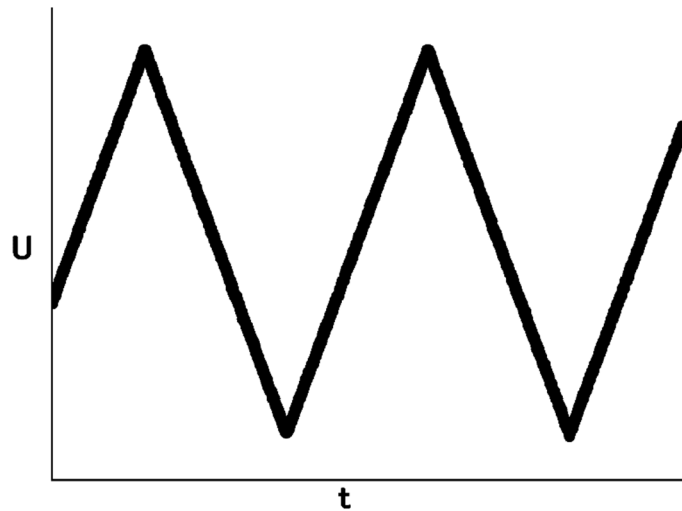


Abbildung 17: Dreiecksspannung.

Es wird schematisch die Dreiecksspannung gezeigt, wie sie zur Aufnahme eines Mößbauerspektrums benötigt wird.

Ein Beispiel für eine Dreiecksspannung ist in Abbildung 17 zu sehen. Sie wird von einem Funktionsgenerator erzeugt. Um nun das Signal und damit die Geschwindigkeit mit den detektierten Photonen zu synchronisieren werden zusätzlich zum Dreieckssignal Impulse in TTL-Logik vom Funktionsgenerator ausgegeben. Diese Impulse zeigen der Auswerteeinheit, dass die Spannung um einen bestimmten Betrag angestiegen ist und damit eine neue Geschwindigkeit erreicht wurde [3][1]. Die Anzahl dieser so genannten Kanalfortschrittsimpulse hängt davon ab, mit welcher Auflösung das Spektrum abgetastet werden soll. Soll die Auflösung beispielsweise 1024 Kanäle betragen, so müssen 1024 Impulse während einer Periode generiert werden [3]. Wichtig ist dabei, dass das Signal auch möglichst linear generiert wird. Abweichungen zur idealen linearen Form führen zu Fehlern im Spektrum, welche sich durch Verbreiterungen der Pulse äußern können [3][51].

Es ist dabei zu beachten, dass die vom Funktionsgenerator erzeugte Spannung nur eine Referenzspannung mit festen Maximalspannungen ist, welche die relativen Geschwindigkeiten angibt. Das Signal muss zusätzlich verstärkt werden um die eigentliche Eingangsreferenz (V_R) für die Bewegungseinheit zu bilden. Die einzelnen, durch die Impulse angegebenen Geschwindigkeitskanäle müssen entsprechend der Verstärkung durch eine Messung gegen eine Substanz mit bekannten Werten kalibriert werden, um absolute Geschwindigkeiten zu erhalten [52][53].

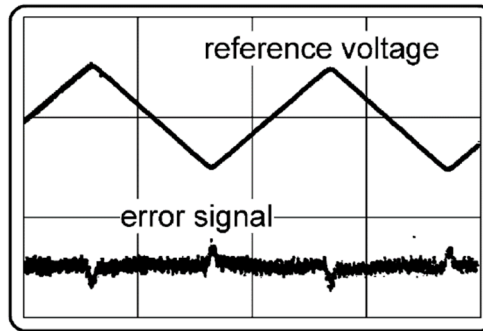


Abbildung 18: Spannungsverlauf der Dreiecksspannung und Fehlersignal.
 Oben: Dreieckssignal, unten Fehlersignal [3].

Zur Kontrolle der Güte der Signalumsetzung in eine Geschwindigkeit werden in einer Rückkopplungsschleife mittels einer Aufnahmespule die Bewegung des Stabes und damit der Quelle gemessen. Die Funktion ist dabei reziprok zur Bewegungserzeugung. Der magnetische Stab induziert einen Strom in einer Spule, welcher über einen Widerstand als Spannung gemessen werden kann. Diese gemessene Spannung wird als Antwortspannung U_{resp} bezeichnet. Werden nun die Signale V_R von der Antwortspannung U_{resp} abgezogen so erhält man ein Fehlersignal, welches zur Optimierung der Bewegungserzeugung genutzt werden kann [3].

3. Methodischer Teil

Im Folgenden Teil soll methodisch und technisch erläutert werden, wie Mößbauerspektren aufgenommen werden können. Zunächst soll dabei die genutzte Schaltung erläutert werden. Im weiteren Verlauf wird dann darauf eingegangen, wie die Geschwindigkeit der Quelle und damit die Energie der Photonen moduliert wird. Im Anschluss wird dann die Auswertung der detektierten Photonen beschrieben, dabei soll besonders auf die Ermittlung der Energie, welche die Photonen besitzen eingegangen werden. Zum Abschluss wird erläutert, wie die die Koinzidenz von detektiertem Photon und Quellengeschwindigkeit ausgewertet wird. Für die Arbeit wurde ein *Arduino Due* eingesetzt, welcher auf einem *SAM3X* Mikrocontroller basiert.

3.1. Dreieckssignal

Das zu generierende Dreieckssignal ist die Referenz für die Quellenbewegung. Es muss daher möglichst linear sein und keine Abweichungen in der Frequenz haben [3][54]. Da das Signal nur als Referenz gilt, entspricht es nicht der absoluten Geschwindigkeit, mit welcher sich die Quelle bewegt, sondern nur das Verhältnis zur Maximalgeschwindigkeit. Daher ist folgendes zu unterscheiden: Der Geschwindigkeitskanal ist diejenige Spannung der Referenz, die ein bestimmtes Verhältnis zur Maximalspannung und der damit korrelierenden Maximalgeschwindigkeit hat. Diese Referenz wird im weiteren Verlauf verstärkt. Das verstärkte Signal korreliert dann mit der absoluten Geschwindigkeit.

3.1.1. Digital-Analog-Umsetzer (DAU)

Mit Digital-Analog-Umsetzern können aus digitalen kodierten Werten analoge Spannungen erzeugt werden. In der Informationstechnologie werden sie vor zur Generierung von Audio- und Videosignalen eingesetzt. An diesem Punkt wurde angesetzt. Eine Mößbauer Antriebseinheit besteht vereinfacht aus einem Lautsprecher welcher ein „Ton“ ausgibt. Dieser „Ton“ ist das Dreieckssignal. Mit Hilfe eines DAU, welcher periodisch seine Ausgangsspannung ändert, können beliebige Signalformen erzeugt werden. Der entsprechende digitale Wert der analog eingestellten Spannung ist dabei der momentan eingestellte Geschwindigkeitskanal. Hier wird ein Unterschied zum klassischen Aufbau einer Mößbauerspektroskopie gemacht, bei dem das Dreieckssignal mit Kanalfortschrittsimpulsen unterteilt wird [3].

Die wichtigsten Kenngrößen bei DAUs sind [55]:

1. Die Einschwingzeit, also die Zeit, welche der DAU benötigt um sein Ausgangspotential einzustellen
2. Die Auflösung: Die Anzahl an Stufen, die der DAU unterscheiden kann. Hier wird, wie üblicherweise im Binärsystem, also mit Potenzen von zwei, gearbeitet.

3. Nullpunkt- und Empfindlichkeitsfehler: Hierbei unterscheidet sich die eingestellte Spannung von der real ausgegebenen Spannung um entweder einen konstanten (Nullpunktfehler) oder prozentualen (Empfindlichkeits-) Fehler.
4. Nichtlinearitäten: Hierbei sind die Stufen des DAUs untereinander nicht gleich.

Der Nullpunktfehler des DAUs ist für die Betrachtung in der Mößbauerspektroskopie unerheblich, da das Signal später durch ein RC-Glied, das als Hochpassfilter fungiert, gefiltert wird. Hierbei wird der konstante, also niederfrequenten Gleichspannungsanteil herausgefiltert, während das höherfrequente Dreieckssignal passieren kann.

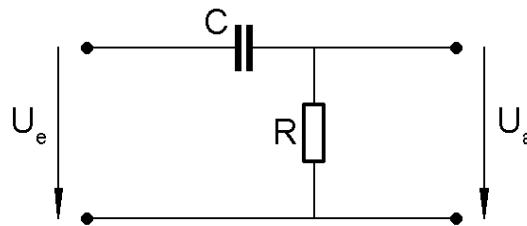


Abbildung 19: Hochpassfilter.

U_e ist die mit einem Gleichspannungsoffset versehene Eingangsspannung, U_a die gefilterte Ausgangsspannung. C ist ein Kondensator, R ein Widerstand.

Abbildung 19 zeigt das Schaltbild eines passiven Hochpassfilters wie er genutzt wurde. Die Grenzfrequenz, also die Frequenz, ab welcher der Filter eine Wechselspannung passieren lässt berechnet sich anhand der Gleichung:

$$f_g = \frac{1}{2 \cdot \pi \cdot R \cdot C} \quad 23$$

f_g : Grenzfrequenz
 I : Strom
 R : Widerstand in Ohm
 C : Kapazität in Farad

In der Schaltung wurde ein Kondensator mit dem Wert 220 nF und ein Widerstand mit dem Wert 4,7 MOhm eingesetzt. Entsprechend ergibt sich eine Grenzfrequenz von 0,15 Hz. Frequenzen Oberhalb dieser Frequenz sollten daher passieren können.

3.1.2. Dreiecksgenerator mittels DAU

Der in dieser Arbeit verwendete Mikrocontroller SAM3X besitzt zwei DAUs welche unabhängig voneinander geschaltet werden können. Die Auflösung der DAUs beträgt 12 Bit. Das bedeutet, dass es möglich ist, den DAU in 4096 Stufen zu schalten. Theoretisch wären so 4096 unterschiedliche Geschwindigkeitskanäle möglich. Da das ein Mößbauerspektrum in einer Periode zweimal durchlaufen wird wären hier 8192 Schritte nötig. Die Umsetzung des eingestellten Spannungswertes benötigt dabei 25 Taktzyklen. Bei einer Taktung von 84 MHz entspricht das ca. 300 ns [56].

Die gewählten Frequenzen für die Mößbauerspektroskopie betragen 10 – 30 Hz [1]. In dieser Zeit muss das Signal entsprechend 10 – 30 Perioden durchlaufen. Entsprechend errechnet sich die Schaltfrequenz mit zu:

$$f_{\text{Schalt}} = CH * f_{\text{Signal}} \quad 24$$

CH: Anzahl der Geschwindigkeitskanäle
f_{Signal}: Frequenz, mit der die Quelle schwingt.

Für ein Beispiel von 1024 und eine Schwingfrequenz von 22,5 Hz folgt eine Schaltfrequenz von 23040 Hz. Entsprechend besitzt jeder Kanal ein Zeitfenster von 43,4 µs.

Das Dreieckssignal wurde technisch umgesetzt, indem ein interner Zeitgeber des SAM3X so eingestellt wurde, dass er mit der berechneten Schaltfrequenz eine Funktion auslöst, welche die Spannung des DAU einstellt. Der Zeitgeber ist dabei von der Ausführung des übrigen Programms unabhängig und löst ein *Interrupt*, also eine Unterbrechung der übrigen Programmausführung aus. Dadurch erhält die Einstellung der Spannung und damit der Quellenbewegung Priorität, um ohne Störung das Dreieckssignals zu verarbeiten.

Um die Einstellung der Spannung am DAU möglichst schnell zu vollziehen wurde eine Lookup-Tabelle mit vorgefertigten Werten verwendet. Des Weiteren wurden die Register des Mikrocontrollers direkt beschrieben.

```
1 void setDAC() {
2   ch = (++ch) & 0x3FF;
3   DAC->DACC_CDR = lookup[ch] & 0xFFF;
4 }
```

Code 1: Einstellung der DAU Spannung.

Code 1 zeigt die Einstellung der Geschwindigkeit mittels Register. Zunächst wird der entsprechende Schritt berechnet, welcher dann aus der Lookup-Tabelle den entsprechenden vorherberechneten Spannungswert ausliest. Es sollen 1024 Geschwindigkeitskanäle zur Auswertung zur Verfügung stehen. Um eine Schleife über 1024 Werte zu generieren wird mit dem Hexadezimalwert für 1023 bitweise maskiert. Dies entspricht einer Restfunktion, welche nur Werte von Null bis 1023 zulässt. In Zeile 3 wird das Register des DAUs beschrieben und entsprechend ist nach 25 Taktzyklen die eingestellte Spannung am Ausgang verfügbar.

```
1 Timer3.attachInterrupt(setDAC).setFrequency(freq).start();
```

Code 2: Einstellung der Schaltfrequenz.

In Code 2 erfolgt die Einstellung der Schaltfrequenz zu erkennen. Die Frequenz (Variable *freq*) wird an anderer Stelle mit Hilfe der Beziehung 24 berechnet. Wie bereits erwähnt, wird ein *Interrupt* ausgelöst, welcher die Funktion *setDAC* (siehe Code 1) aufruft.

3.1.3. Messung der Dreiecksspannung

Da die Kalibrierung der Geschwindigkeit nur Anhand einer Maximalgeschwindigkeit vorgenommen wird, müssen die Geschwindigkeiten der Kanäle interpoliert werden. Um auszuschließen, dass Fehler aufgrund der Überrepräsentation einzelner Kanäle begangen werden, muss das Dreieckssignal möglichst linear sein.

Hierfür wurde die Dreiecksspannung mit Hilfe des Oszilloskops *TDS2024C* der Firma Tektronix gemessen. Es wurde eine Schwingfrequenz von 22,5 Hz eingestellt. Die Werte wurden so aufgenommen, dass das Maximum bei 0 s steht. Abgegriffen wurde die Spannung nach dem *RC*-Glied, also nach der Filterung des Gleichspannungsanteils. Die Werte wurden gespeichert und aufgetragen. Da ein *RC*-Glied ggf. Oberschwingungen seiner Grenzfrequenz besitzt, kann die resultierende Spannung Nichtlinearitäten aufweisen. Um die Linearität zu testen, wurde ein Linearitätstest nach *Mandel* angewendet. Hierzu wurden zunächst Spannungsabfälle zwischen Minimum und Maximum identifiziert und dann sowohl mit linear wie auch mit einer quadratisch über die Methode der kleinsten Quadrate angepasst. Es wurden die Reststreuungen ermittelt und der Prüfwert bestimmt.

Reststreuung für die lineare Anpassung:

$$s_{y1} = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{N - 2}} \quad 25$$

s_{y1} : Reststreuung lineare Anpassung
 y_i : gemessener Wert an der Stelle i
 \hat{y}_i : Berechneter Wert an der Stelle i
 N : Anzahl der Messungen

Reststreuung für die quadratische Anpassung:

$$s_{y2} = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{N - 3}} \quad 26$$

s_{y2} : Reststreuung quadratische Anpassung
 y_i : gemessener Wert an der Stelle i
 \hat{y}_i : Berechneter Wert an der Stelle i
 N : Anzahl der Messungen

Die Prüfwerte berechnen sich aus der Prüfgröße DS^2 :

$$DS^2 = (N - 2)^2 \cdot s_{y1}^2 - (N - 3) \cdot s_{y2}^2 \quad 27$$

DS^2 : Prüfgröße
 N : Anzahl der Messungen
 s_{y1} : Reststreuung lineare Anpassung
 s_{y2} : Reststreuung quadratische Anpassung

Der Prüfwert PW berechnet sich aus der Prüfgröße DS^2 :

$$PW = \frac{DS^2}{s_{\hat{y}2}^2}$$

PW: Prüfwert
*DS*²: Prüfgröße
*s*_{*y*2}: Reststreuung quadratische Anpassung

Der Wert, mit dem der Prüfwert verglichen wird um eine Aussage zu treffen wird mit der F-Tabelle berechnet. Dabei wurde ein Prozent Irrtumswahrscheinlichkeit angenommen. Die Hypothese, dass die lineare Anpassung der quadratischen vorzuziehen ist verworfen, wenn der *PW* größer ist als der *F*-Wert.

3.2. Messung der absoluten Geschwindigkeit

Das in Kapitel 3.1 beschriebene Dreieckssignal ist die Referenz. Sie stellt noch nicht die absolute Geschwindigkeit dar, sondern nur das Verhältnis zur zu wählenden Maximalgeschwindigkeit. Das Referenzsignal wird durch einen Verstärker so verändert, dass eine bestimmte Maximalgeschwindigkeit gewählt werden kann.

Für die Zuordnung von absoluten Geschwindigkeiten zu den Geschwindigkeitskanälen wird eine Kalibrierung benötigt. Diese kann zum einen über bekannte Referenzsubstanz wie α -Eisen geschehen, aber auch über technische Mittel wie Interferometer [51]. Zusätzlich gibt die Antriebskontrolleinheit ein zur Geschwindigkeit der Quelle proportionales Monitor Signal aus, welches zur Zuordnung genutzt werden kann. In dieser Arbeit wurde das Monitor Signal genutzt um die Geschwindigkeit zu ermitteln. Des Weiteren wurde mit einer Referenzsubstanz gemessen. Im Folgenden werden die genutzten Verfahren genauer erläutert. Dabei wird zunächst die Schaltung erklärt, welche für die Nutzung des Monitorsignals erstellt wurde, und im Anschluss das Verfahren, um die Ermittelten Werte der Schaltung zu kalibrieren [53][57].

3.2.1. Schaltung zur Ermittlung der Geschwindigkeit

Die Verstärkung des Referenzsignals erfolgt im Mößbaueraufbau der Firma WISSEL mit der Antriebskontrolleinheit *MDU-1200*. Diese Einheit besitzt einen Monitor Ausgang, an dem das verstärkte Signal abgegriffen werden kann, welches mit der Geschwindigkeit korreliert. Die Verstärkung wird dimensionslos mit einem Feinpotentiometer, welches in 12 x 10 Schritte eingeteilt ist, eingestellt. Aufgrund des hohen Ausgangswiderstands des Hochpassfilters, der sich an den DAU anschließt, ist eine Betrachtung des Eingangswiderstandes der nachfolgenden Antriebskontrolleinheit erforderlich. Das Monitorsignal, an dem das verstärkte Signal abgegriffen werden kann, ist dabei sowohl vom Ausgangswiderstand des Hochpassfilters, als auch vom Eingangswiderstand der Antriebskontrolleinheit beeinflusst. Es eignet sich also für die für eine Beurteilung etwaiger Störungen.

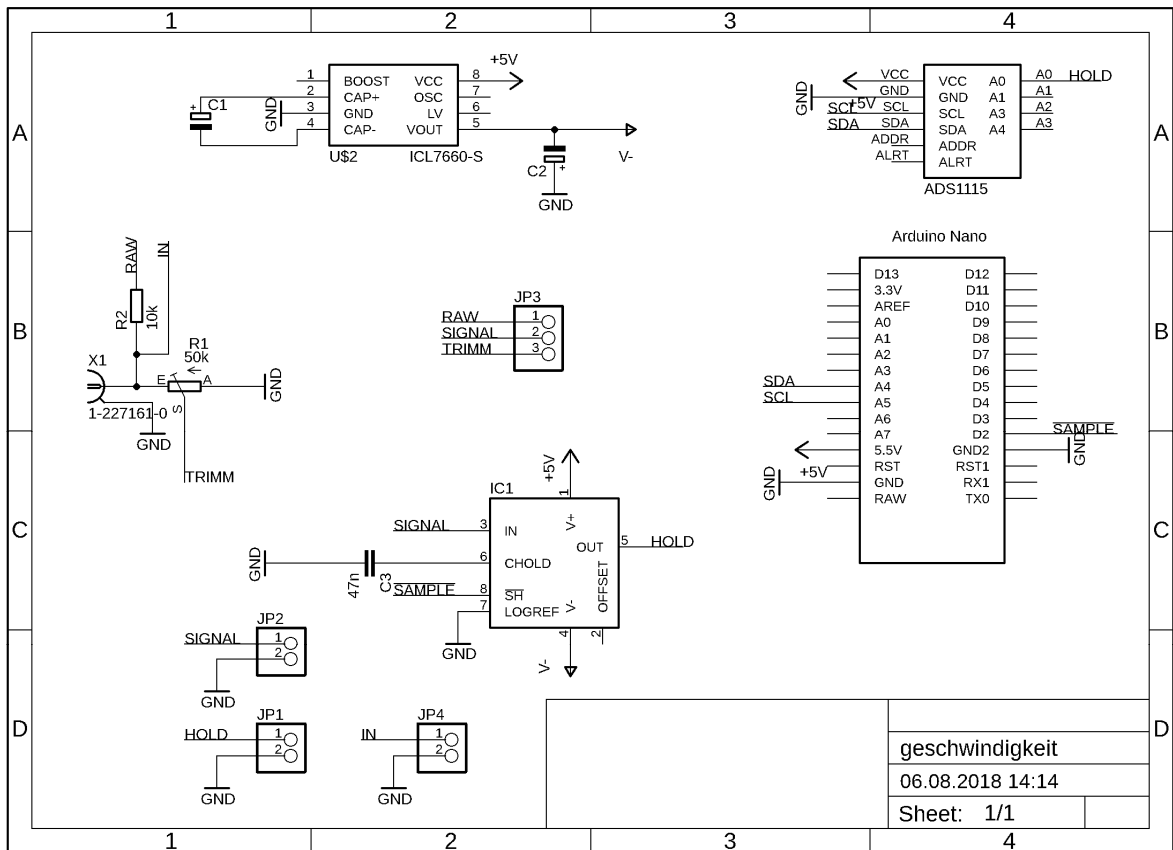


Abbildung 20: Schaltung Geschwindigkeitsmessung.

Für die Geschwindigkeitsmessung wurde ein *ADS1115* verwendet. Eine *Sample- and Hold-Stufe LF398N* wurde als integrierte Schaltung (*integrated Circuit, IC*) eingebaut (IC1). Die negative Spannungsversorgung wird mit dem IC *ICL7660* bereitgestellt. Die Datenverarbeitung findet im Mikrocontroller *ATmega328P* statt.

Abbildung 20 zeigt die Schaltung für die Geschwindigkeitsmessung. Sie wurde in Zusammenarbeit mit der Hochschule Hannover mit einer *CNC-Fräse LPKF ProtoMat S63* gefertigt. Es wurde hier der Analog-Digital-Umsetzer *ADS1115* der Firma Texas Instruments benutzt. Dieser kann bei 16 Bit theoretisch $7,81 \mu\text{V}$ auflösen. Um die maximale Eingangsdynamik zu erreichen, wurde die interne Verstärkung so gewählt, dass sich eine maximale Eingangsspannung von $\pm 1,024 \text{ V}$ ergibt und somit bei der Auflösung von 16 Bit eine Spannungsauflösung von $31,3 \mu\text{V}$. Die Abtastrate wurde auf den maximalen Wert von 860 Samples pro Sekunde eingestellt. Da die Abtastrate mit $0,86 \text{ ms}$ pro Abtastung deutlich über der Änderungszeit von $43 \mu\text{s}$ liegt, wurde eine *Sample- und Hold-Stufe LF398AN* von Texas Instruments hinzugefügt [58]. Für die negative Spannungsversorgung wurde der Spannungsumwandler *ICL7660* der Firmer Intersil benutzt. Die Auswertung der gemessenen Werte ist durch den Mikrocontroller *ATmega328P* gewährleistet, welcher über den I²C Bus an den ADU angeschlossen ist [59][60]. Des Weiteren sind Trimmungen vorgesehen, falls höhere Spannungen gemessen werden müssen.

Da nur Spannungen gemessen werden können, muss eine Kalibrierung der Spannungen mit der Geschwindigkeit vorgenommen werden.

3.2.2. Kalibrierung über Referenzsubstanz

Für die Geschwindigkeitskalibrierung mittels Referenzsubstanz wird in dieser Arbeit eine Folie aus α -Eisen eingesetzt. α -Eisen zeigt eine Magnetische Aufspaltung, besitzt also im Mößbauerspektrum ein Sextett.

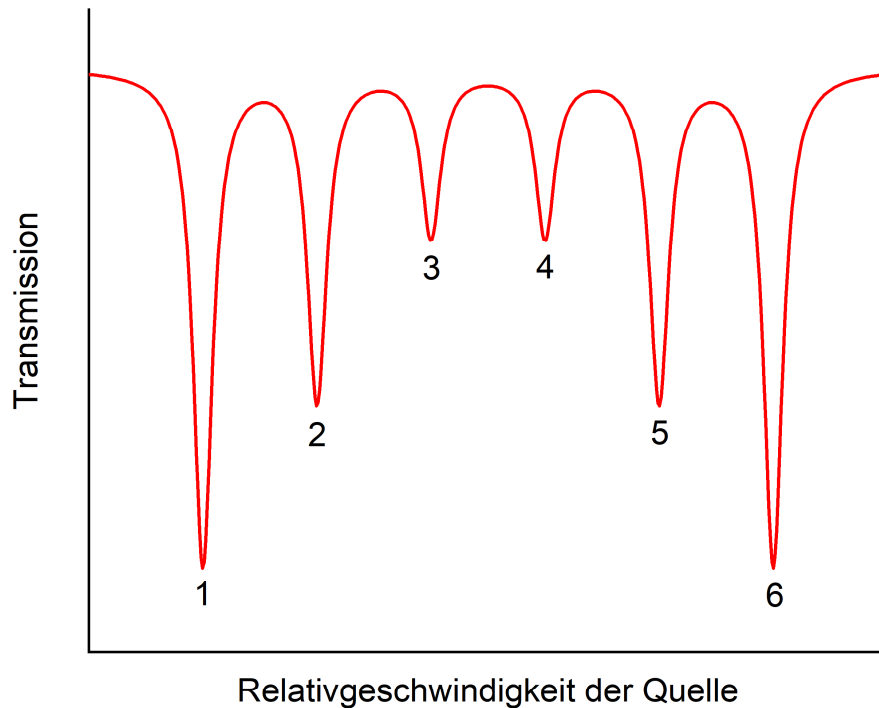


Abbildung 21: Schematisches Sextett, wie es bei α -Eisen vorkommt.

Gezeigt wird die Transmission gegen die Geschwindigkeitskanäle. An die Signale wurden Nummerierungen zur Orientierung angefügt.

Abbildung 21 zeigt ein simuliertes Sextett, so wie es bei α -Eisen zu finden ist. Die einzelnen Signale des Spektrums besitzen bekannte Werte für die Geschwindigkeit, welche in Tabelle 2 aufgelistet sind.

Tabelle 2: Geschwindigkeitsparameter für α -Eisen im Mößbauerspektrum.

Es wurden die Geschwindigkeitsdifferenzen zwischen den Signal 1 und 6, 2 und 5 und 3 und 4 eingetragen [3].

	1 → 6	2 → 5	3 → 4
ΔV in mms^{-1}	10,657	6,167	1,677

Um den Kanälen Geschwindigkeiten zuordnen zu können, wird bei den gleichen Einstellungen einmal die Referenzsubstanz und dann die Probe gemessen. Das Spektrum der Referenzsubstanz wird mit Hilfe der LORENTZ Funktion angepasst. Anhand der Differenzen der Geschwindigkeitskanalwerte und den bekannten Parametern der Referenzsubstanz kann nun die Quellengeschwindigkeitskorrelation bestimmt werden.

$$\frac{\Delta v}{\text{Kanal}} = \frac{Ch(6) - Ch(1)}{10,657 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}} \quad 29$$

Δv : Geschwindigkeitsänderung
 $Ch(6)$: lokale Extremstelle der Anpassung für für Signal 6
 $Ch(1)$: lokale Extremstelle der Anpassung für für Signal 1

Beziehung 29 zeigt die Berechnung anhand der äußeren beiden Signale.

$$\frac{\Delta v}{\text{Kanal}} = \frac{Ch(5) - Ch(2)}{6,167 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}} \quad 30$$

Δv : Geschwindigkeitsänderung
 $Ch(5)$: lokale Extremstelle der Anpassung für für Signal 5
 $Ch(2)$: lokale Extremstelle der Anpassung für für Signal 2

Beziehung 30 zeigt die Berechnung anhand der mittleren beiden Signale.

$$\frac{\Delta v}{\text{Kanal}} = \frac{Ch(4) - Ch(3)}{1,677 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}} \quad 31$$

Δv : Geschwindigkeitsänderung
 $Ch(4)$: lokale Extremstelle der Anpassung für für Signal 4
 $Ch(3)$: lokale Extremstelle der Anpassung für für Signal 3

Beziehung 31 zeigt die Rechnung anhand der inneren beiden Signale. Mit Hilfe der bestimmten Differenzen kann nun die Maximalgeschwindigkeit, mit der sich die Quelle bewegt, unter der Voraussetzung, dass linear extrapoliert werden darf, berechnet werden. Nachdem die Maximalgeschwindigkeit berechnet wurde, kann nun jedem Geschwindigkeitskanal dessen absolute Geschwindigkeit zugeordnet werden [61][62].

Die Zuordnung kann mit Hilfe der Maximalgeschwindigkeit automatisiert werden. Im Kapitel 3.7.4 wird beschrieben, wie eine solche Automatisierung mit Hilfe eines Algorithmus vorgenommen werden kann.

Um die Schaltung aus dem vorherigen Kapitel zu nutzen, kann über die beschriebene Bestimmung der Maximalgeschwindigkeit eine Kalibrierung erfolgen. Hierfür wurde die Maximalgeschwindigkeit bei fünf äquidistanten Einstellungen des Reglers der *MDU-1200* bestimmt und dem korrespondierenden ADU Ausgabewert zugeordnet. Mit den Wertepaaren kann so eine Kalibrierfunktion nach DIN 38402/51 bestimmt werden [63][64].

3.3. Sample- und Hold-Schaltung

Im folgenden Kapitel soll die *Sample- and Hold*-Schaltung beschrieben werden, welche als zentraler Bestandteil der Datenaufnahme genutzt wurde. Die Schaltung wurde mit Unterstützung der Hochschule Hannover in einer *CNC-Fräse LPKF ProtoMat S63* angefertigt.

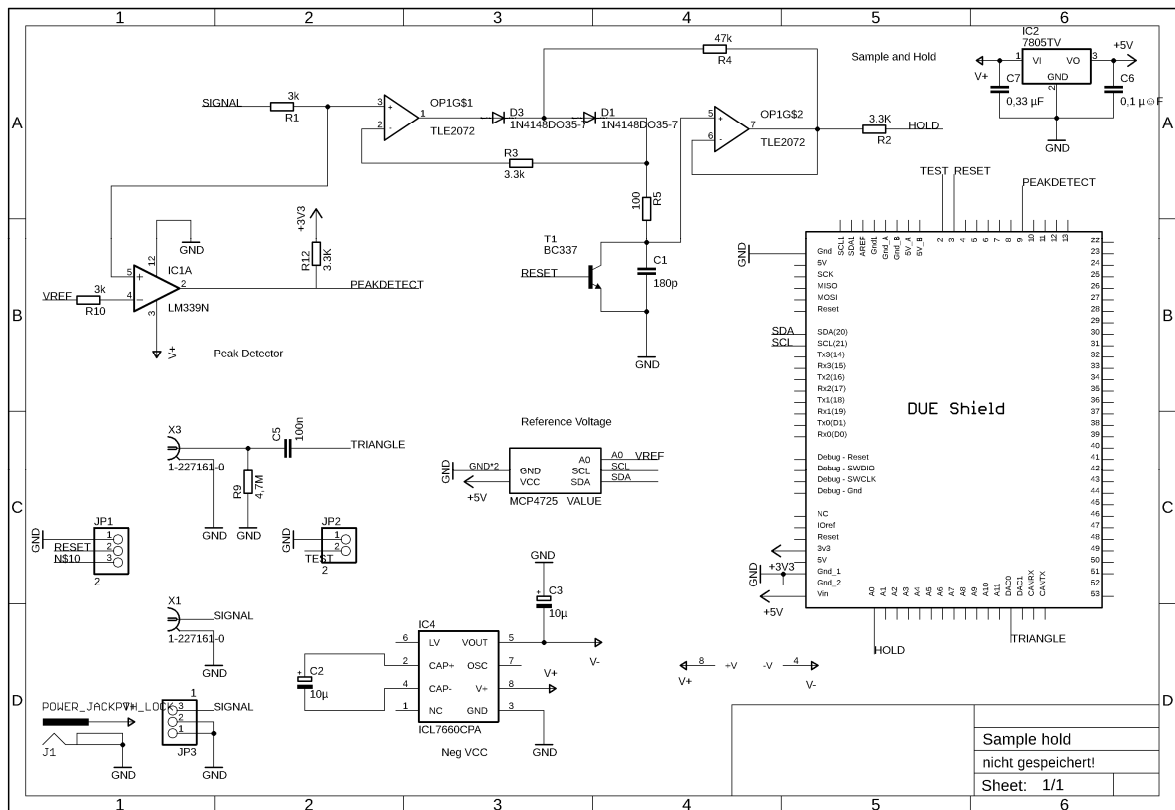


Abbildung 22: Schaltplan der Mößbauer Auswerteeinheit.

Der Schaltplan enthält eine *Sample- and Hold*-Schaltung mit den Operationsverstärkern *TLE2072*, eine Reset-schaltung mit dem NPN-Transistor *BC337*, Spannungsversorgung und Spannungsinverter *ICL7660CPA* und einen Referenzspannungsgenerator. Des Weiteren ist ein *SAM3X* Mikrocontroller in Form eines Arduino Due zur Datenverarbeitung verbaut.

In Abbildung 22 ist die genutzte Schaltung für die Auswertung der verstärkten Pulse zu sehen. Oben in der Abbildung wurde die eigentliche *Sample- and Hold*-Stufe eingezeichnet. Sie besteht aus zwei Operationsverstärkern des Modells *TLE207x*. Es wurde für diese Arbeit die Ausführung *TLE2072* gewählt. Diese Ausführung enthält pro Einheit zwei Operationsverstärker [65].

Der Operationsverstärker *TLE207x* hat ein Verstärkungs-Bandbreite-Produkt von 10 MHz und eine Anstiegsrate von 45 V/ μ s [65]. Dieses Verstärkungs-Bandbreite-Produkt wurde entsprechend der Charakteristika des Verstärkers gewählt. Aus dem Datenblatt des *Tennelec TC246* Verstärkers kann entnommen werden, dass das Integrationsnetzwerk Pulsbreiten von 4 μ s im unipolaren Betrieb, wie er für diese Arbeit benutzt wurde, erzeugt. Das bedeutet, dass in einer Sekunde maximal 250.000 Pulse aufgelöst werden können, ohne, dass es zur Überlappung kommt. Hieraus kann gleichbedeutend mit einer Pulsfrequenz von maximal 250 kHz. Dem NYQUIST-SHANNON-Abtasttheorem entsprechend sollte eine Abtastung möglich sein [66].

Als weiterer Aspekt ist die Anstiegsrate zu beachten. Um abzuschätzen wie groß die Steigung ist, wurde ein linearer Anstieg angenommen. Wie bereits erwähnt wurde die Verstärkung so eingestellt, dass eine maximale Ausgangsspannung von 3,3 V nicht überschritten wird, um Beschädigungen am Mikrocontroller zu vermeiden. Betrachtet man eine Gesamtpulsbreite von 4 μs , so ist eine Anstiegszeit mit der Hälfte, also 2 μs zu fordern. Dies bedeutet, dass eine minimale Anstiegsrate bei maximaler Aussteuerung der Verstärkung von 3,3 V, 1,65 V/ μs zu erreichen ist, was unterhalb der möglichen Werte des *TLE207x* Operationsverstärkers liegt.

Die Schaltung wurde dabei so ausgelegt, dass einer der beiden Operationsverstärker des *TLE2072* als Impedanzwandler arbeitet (*OP1G\$1*). Entsprechend ist es möglich einen hohen Ladestrom für den Haltekapazitor *C1* zu liefern. Angeschlossen im zweiten Teil der Schaltung ist ein Spannungsfolger (*OP1G\$2*), der elektrische Belastungen und damit Entladungen vom Kondensator fernhalten soll und somit die zu gewünschte Spannung möglichst lange konstant hält [44]. Es wurde eine Über-Alles-Gegenkopplung mit *R4* eingebaut um die Genauigkeit zu erhöhen [44]. Des Weiteren wurden die Dioden *D3* und *D1* hinzugefügt, die verhindern, dass bei einem Spannungsabfall auch die Ausgangsspannung wieder abfällt. So wird diese *Sample- and Hold*-Schaltung zu einer Maximalwert Halteschaltung. Dies ist wichtig, da es so möglich ist, die maximale Spannung die durch einen Puls erzeugt wurde und die damit korrelierende Energie zu messen. Um die Schaltung zu entladen und damit für einen weiteren Puls bereit zu machen wurde der Transistor *BC337* eingefügt [67]. Dieser NPN-Transistor schließt den Haltekapazitor kurz und entlädt ihn. Dadurch wird die gehaltene Spannung gelöscht und es kann ein neuer Puls gespeichert werden.

Der Schaltung hinzugefügt wurde ein Komparator des Modells *LM339N*. Dieser Komparator wird in einem Eingang mit einer Referenzspannung gespeist und im zweiten Eingang mit dem verstärkten Eingangssignal. Der Ausgang nimmt dann einen Zustand für binär Eins (*high*) an, wenn die Signalspannung oberhalb der Referenzspannung liegt. Wenn die Eingangsspannung unter der Referenzspannung liegt, nimmt der Ausgang einen Zustand für binär Null (*low*) an. Der Komparator besitzt eine so genannte *Open-Collector* Schaltung am Ausgang. Das bedeutet, dass durch einen Pull-Up Widerstand der Ausgangszustand auf eine Spannung angehoben werden muss, was in der Schaltung über den Widerstand *R12* realisiert wird. Im High-Zustand ist der Ausgang des Komparators somit sperrend, was bedeutet, dass die 3,3 V Betriebsspannung als Signal ausgegeben werden. Im Low-Zustand hingegen ist der Ausgang leitend, sodass die 3,3 V Betriebsspannung über dem Widerstand *R12* vollständig abfallen und keine Spannung gemessen werden kann. Der Widerstand wurde mit Hilfe des Ohm'schen Gesetzes so dimensioniert, dass ein bestimmter Stromfluss nicht überschritten wird [31].

$$U = R \cdot I$$

32

U: Spannung
R: Widerstand
I: Strom

Entsprechend der Gleichung 32 wurde der Stromfluss bei 3,3 V mit 1 mA berechnet.

Das verstärkte und gehaltene Signal liegt für die Auswertung am Analogeingang des Mikrocontrollers an. Der Analogeingang des Mikrocontrollers ist dabei ein Analog zu Digital Umsetzer. Ein ADU teilt eine Referenzspannung zur Masse in 2^n Schritte ein. Der Exponent n gibt dabei die Auflösung des Analog-Digital-Umsetzer. Für die Auswertung des Signals wurde eine Auflösung von 10 Bit gewählt. Dies ergibt 1024 Schritte. Als Referenzspannung wurde intern auf die Betriebsspannung des Mikrocontrollers verwiesen. Der ADU ordnet das analoge Eingangssignal innerhalb dieser Kanäle ein. Bei einer Referenzspannung von 3,3 V (Betriebsspannung des Mikrocontrollers *SAM3X*) und der gewählten Auflösung von 10 Bit ergibt eine Spannung von 1,65 V für einem Wandlungswert von 512. Die Wandlungswerte sind dimensionslos, werden in dieser Arbeit analog zu den klassischen Mößbauerspektroskopie Kanäle (*Ch*) genannt. Es ist darauf zu achten, dass die analoge Eingangsspannung nicht die Referenzspannung überschreitet, da sonst der Mikrokontroller Schaden nehmen kann [55][56].

Die Referenzspannung wird durch einen *MCP4725 I²C* DAU realisiert. Dieser DAU liefert ähnlich dem internen DAU des *SAM3X* Mikrocontrollers einstellbare Spannungen. Er wird über das *I²C* Interface angebunden [60]. Seine Auflösung beträgt 12 Bit. Im Gegensatz zum internen DAU des *SAM3X* Mikrocontrollers hat er jedoch eine Ausgangscharakteristik von Null Volt bis zur Betriebsspannung [68]. Dies ist nötig, da die Referenzspannung kleine Werte annehmen können muss. Die Referenzspannung wird so eingestellt, dass das Rauschen knapp unterhalb der Referenz liegt. Der Komparator signalisiert so dem Mikrocontroller, dass ein Photon detektiert wurde.

Für die Modulierung der Geschwindigkeit wird ein Referenzsignal in Form einer Dreiecksspannung benötigt, welches analog zu einem Audiosignal zwischen einem positiven und einem negativen Maximalwert oszilliert. Der für die Generierung verwendete Hochpassfilter ist in der Schaltung mit *TRIANGLE* gekennzeichnet. In Kapitel 3.1 wurde das Referenzsignal bereits erläutert.

Für die negative Spannungsversorgung der Operationsverstärker wurden hier der IC *ICL7660CPA* der Firma MAXIM verwendet [69]. Er ist als Spannungsinverter geschaltet und mit zwei Elektrolytkondensatoren *C2* und *C3* mit den Werten 10 μ F zur Spannungsstabilisierung beschaltet.

Die gesamte Schaltung wird mit 12 V betrieben. Für die Spannungsversorgung des Mikrocontrollers und des *MCP4725* DAU ist ein Festspannungsregler *7805TV* (IC2) vorgesehen [70]. Alternativ kann hier auch auf die Spannungsversorgung mittels USB zurückgegriffen werden.

Die Schaltung wird mittels *BNC*-Steckverbindung (*Bayonet Neill Concelman*) an die vorhandenen Geräte angeschlossen.

3.4. Pulsauswertung

Zur Aufnahme der Mößbauerspektren ist es nötig aus einem Energiespektrum, welches von der Photonenquelle ausgesendet wird, dasjenige Strahlungsmaximum auszuwählen, welches der geforderten Energie entspricht. Dies ist bei der Mößbauerspektroskopie mit Eisen die 14,4 keV Linie [1][3]. Hierzu muss die Spannungsänderung eines Detektors ausgewertet werden. In dem verwendeten

Aufbau kam ein Proportionalitätszählrohr, welches mit Argon Gas betrieben wird zum Einsatz. Die Spannung mit welchem der Detektor betrieben wurde beträgt 2,1 kV. Die Spannungsantwort des Detektors wird mit dem Verstärker *TC246* der Firma Tennelec angehoben. Dieser Verstärker besitzt gleichzeitig ein Integrationsnetzwerk, welches das Signal in eine Form bringt, die nahezu einer Glockenkurve nach GAUß entspricht [71]. Die Verstärkung der ausgegebenen, geformten Antwort kann dabei über einen Regler grob und über ein Potentiometer fein nachgeregelt werden. Es wurde so eingestellt, dass am Oszilloskop die beobachtete Maximalspannung nicht über 3,3 Volt hinausgeht. Hierfür wurde die grobe Einstellung (*Coarse Gain*) auf 20 und die feine Einstellung (*Fine Gain*) auf 7,9 eingestellt. Die Einstellung gestaltete sich dabei als problematisch, da die Pulse statistisch verteilt sind. Die 3,3 V wurden gewählt, um den *SAM3X* Mikrocontroller nicht zu beschädigen, da er eine maximale Eingangsspannung von 3,3 V besitzt [56]. Als zweiter Detektor kam ein Si-PIN-Detektor zum Einsatz, welcher in der Arbeitsgruppe von Göstar KLINGELHÖFER im Rahmen des MIMOS II Projektes entwickelt wurde. Seine Ausgangscharakteristiken entsprechen dabei auch den erlaubten Eingangswerten des *SAM3X* Mikrocontroller. Eine genauere Beschreibung soll in Kapitel 0 erfolgen.

Bereits im theoretischen Teil (vgl. Kapitel 2.5) wurden die Möglichkeiten zur Bestimmung der Energie einfallender Photonen erläutert. Da für diese Arbeit mit einer *Sample- and Hold*-Stufe gearbeitet wurde, soll der technische Aufbau näher erläutert werden.

3.4.1. Realisierung mittels Mikrocontroller

Wie in Abbildung 22 zu erkennen, werden die verschiedenen Signale mit dem Mikrocontroller verbunden. Dieser verarbeitet die Daten und leitet sie an den Computer weiter. Im Folgenden soll die Software des Mikrocontrollers weitergehend erläutert werden.

```
1 #define RESET 3
2 #define IRQ_PHOTON 9
3 #define ENG_PHOTON A0
```

Code 3: Definitionen der Eingänge und Ausgänge.

Die Definitionen der verschiedenen Signalein- und Ausgänge sind in Code 3 zu finden. RESET steht dabei für den Ausgang, welcher den Haltekapazitor entlädt und damit die Schaltung bereit für eine weitere Messung macht. IRQ_PHOTON ist der Eingang, an dem der Mikrocontroller über detektierte Photonen informiert wird. ENG_PHOTON ist dabei der Analogeingang, an dem der ADU zur Messung der Spannung und damit der Photonenenergie angeschlossen ist. Die Zahlen in den Programmzeilen eins bis drei stellen hierbei die physikalischen Ein- und Ausgänge am Mikrocontroller selber dar.

3.4.2. Photonenerkennung mittels Interrupts

Wie bereits in Kapitel 3.3 erläutert wird durch den Komparator ein HIGH-Signal ausgegeben, wenn, ein Photon detektiert wurde. Dies soll nun vom Mikrocontroller verarbeitet werden. Hierzu wird ein

Interrupt geschaltet. Dieser wird ausgelöst sobald das Signal am Eingang von LOW auf HIGH wechselt, was einen flankenbasierten Trigger darstellt.

```
1 attachInterrupt(digitalPinToInterrupt(IRQ_PHOTON), irq_photon, RISING);
```

Code 4: Initialisierung des Interrupts für die Photonenregistrierung

Code 4 zeigt die Bindung des Interrupts. Bei einer steigenden Signalfanke (RISING) am Eingang IRQ_PHOTON wird die Routine irq_photon aufgerufen.

```
1 void irq_photon() {  
2     photon = 1;  
3 }
```

Code 5: Unterbrechungsroutine für die Photonenregistrierung

Die Routine irq_photon ist eine Unterbrechungsroutine, das bedeutet, wie bereits erläutert, dass sie die übrige Ausführung des Programms unterbricht. Sie sollte daher möglichst kurzgehalten werden. Hier wird nur eine einzelne Variable vom Typ Boolean auf 1 gesetzt. Dies teilt dem Mikrocontroller in der übrigen Programmausführung mit, dass ein Photon detektiert wurde. Die durch das Photon verursachte Spannung kann nun durch die Umsetzung in einen digitalen Wert am Eingang des ADU vom Mikrocontroller abgefragt werden.

3.5. Spektrenaufnahme mittels Mikrocontroller

Es wurde bereits in Kapitel 3.4 erläutert wie ein detektiertes Photon intern im Mikrocontroller registriert wird. Der Spannungswert, welcher proportional zur Energie des Photons ist, kann nun am Analogeingang des Mikrocontrollers abgefragt werden.

```
1 #define ENG_PHOTON A0
```

Code 6: Definition des Analogeingangs.

Code 6 zeigt die Definition des Analogeingangs des Mikrocontrollers. Für die Wandlung soll der Analogeingang A0 genutzt werden. Im weiteren Verlauf kann dieser nun initialisiert werden.

```
1 REG_ADC_MR = (REG_ADC_MR & 0xFFFF0FFF) | 0x00020000;  
2 REG_ADC_MR = (REG_ADC_MR & 0xFFFFF0F) | 0x00000080;  
3 pinMode(ENG_PHOTON, INPUT);  
4 energy = analogRead(ENG_PHOTON);
```

Code 7: Initialisierung des Analog-Digital-Umsetzers.

Code 7 zeigt die Initialisierung des ADU. Die Einstellungen wurden so gewählt, dass der Controller im Freilauf-Modus arbeitet. Das bedeutet, dass er fortlaufend Wandlungen vornimmt. So kann die Wandlungszeit auf 4 μ s eingestellt werden. Als Startup Zeit wurden 8 Taktzyklen ausgewählt. Dies hat jedoch keinen Einfluss, da der ADU im Freilauf-Modus nicht abgeschaltet wird. Mit der Zeile drei wird der definierte Pin A0 als Eingang geschaltet. Die im Register ADC_LCDR abgelegten Wandlungswerte können dann mittels Funktion ausgelesen werden (Code 7, Zeile 4). Dies wird einmal in der Initialisierung getan, um etwaige Artefakte zu verwerfen.

3.5.1. Energiespektrum

Um ein Energiespektrum aufzunehmen, müssen die Häufigkeiten (*Counts*) aller Photonenergebnisse gegen ihre Energie (Kanäle, *Ch*) aufgetragen werden. Im klassischen Gerät der Firma Wissel wird ein Einkanalanalysator auf einen Kanal eingestellt und für eine bestimmte Zeit offengehalten. Nach dieser Zeit wird der Kanal geschlossen und die Komparatoren um einen Kanal weiter eingestellt [72]. Um dies zu erreichen werden dabei zwei Komparatoren mit einem Referenzspannungsoffset beschaltet. Um das Energiespektrum aufzunehmen muss jeder Energiekanal die gleiche Integrationszeit besitzen. Das bedeutet dabei auch, dass Photonen die eine Energie haben, die außerhalb der Einstellungen des Einkanalanalysator liegt verworfen werden, was dazu führt, dass die Messzeit verlängert wird bis in jedem Kanal eine ausreichende Anzahl an Photonenergebnissen registriert wurde.

In dem hier gewählten Ansatz werden die Energien über die Kanäle des ADU repräsentiert. Das bedeutet, dass in allen Kanälen Photonenergebnisse registriert werden können. Es werden hier keine zeitabhängigen Einstellungen benötigt. Dieser Modus ähnelt dem eines Vielkanalanalysator [32]. Der genaue Ansatz soll nun weiter erläutert werden.

```
1 uint32_t counter_energy[1024];
```

Code 8: Definition der Zähler für das Energiespektrum.

```
1 if(photon) {
2     startdeath = micros();
3     if(measure == 1) {
4         noInterrupts();
5         sumcounts++;
6         delayMicroseconds(1);
7         energy = analogRead(ENG_PHOTON);
8         counter_energy[energy]++;
9         reset_photon();
10        deathtime = deathtime + (micros() - startdeath);
11        photon = 0;
12        interrupts();
13    }
14 }
```

Code 9: Realisierung der Aufnahme des Energiespektrums.

In Code 8 und Code 9 wird beschrieben wie das Energiespektrum aufgenommen werden kann. Zunächst werden die Zähler für das Energiespektrum initialisiert. Da für jeden Wert den der ADU annehmen kann, ein Zähler benötigt wird, wird eine Tabelle (*Array*) mit 1024 32 Bit Zählern initialisiert. Das bedeutet, dass jeder Kanal $2^{32}-1 = 4,2 \cdot 10^9 - 1$ Photonen zählen kann.

Die eigentliche Datenaufnahme ist in Code 9 beschrieben. Dieser Code befindet sich in der so genannten *loop()*-Schleife. Diese Schleife läuft endlos, was zum einen verhindert, dass der Mikrocontroller in einen undefinierten Zustand gerät und dafür sorgt, dass der Code immer wieder ausgeführt wird. Zunächst wird in Zeile 1 geprüft, ob ein Photon über die Unterbrechungsroutine registriert wurde (Vgl. Kap. 3.4.2). Dabei ist die Zeit zwischen Registrierung innerhalb der Unterbrechungsroutine und der nächsten Überprüfung nicht bekannt. Sie wird durch Hintergrundprozesse, wie beispielsweise die Generierung des Referenzsignals, die der Mikrocontroller abzuarbeiten hat beeinflusst. Der Programmablauf muss an dieser Stelle noch weiter optimiert werden. Wurde ein Photon registriert, wird die Zeit abgespeichert, an der die Messung gestartet wurde. Dann wird geprüft, ob sich die Messeinheit im Modus Energiespektrum befindet. Anschließend werden die Interrupts abgeschaltet, damit während der Messung keine Störungen auftreten können. Es wird dann noch eine Mikrosekunde abgewartet, um sicherzustellen, dass die Maximalwerthaltung auch sicher auf dem Maximum angekommen ist. Anschließend wird in Zeile 5 das Konversionsergebnis abgerufen. Nun wird der Zähler an der Stelle des gemessenen Energiekanals um Eins erhöht (Zeile 6). Anschließend wird der Haltekondensator entladen. Die Messzeit wird als Totzeit (*deathtime*) aufaddiert. Der Boolean, welcher als Mitteilung für die Detektion eines Photons dient wird wieder zurückgesetzt und die Interrupts wieder aktiviert. Das Messgerät ist nun für die Detektion eines weiteren Photons bereit.

Sollte die Datenaufnahme beendet werden, steht das Ergebnis über eine Tabelle bereit und kann abgefragt und grafisch aufgetragen werden.

3.5.2. Mößbauerspektrum

Für die Aufnahme eines Mößbauerspektrums dürfen nur Photonen verarbeitet werden, welche eine Resonanz in der Probe erzeugen. Dies ist bei Eisen die 14,4 keV Linie beziehungsweise die 6,4 keV

Linie [73]. Die Linie, die untersucht werden soll, muss dafür aus dem vorher aufgenommenen Energiespektrum ausgewählt werden. In der klassischen Mößbauerspektroskopie werden dann die Komparatoren so eingestellt, dass nur Impulse von Photonen gewertet werden, welche innerhalb der Grenzkkanäle liegen, die die zu untersuchende Linie eingrenzen. Der Einkanalanalysator arbeitet in diesem Fall als Fensterkomparator [3].

Im hier gewählten Ansatz wird der Fensterkomparator im Programm des Mikrocontrollers realisiert. Im Folgenden soll nun anhand des Programmcodes erläutert werden wie die Datenaufnahme für das Mößbauerspektrum realisiert wurde.

```
1 uint32_t counter[1024];
```

Code 10: Definition des Zählers für das Mößbauerspektrum.

```
1 if(measure == 2) {
2     noInterrupts();
3     sumcounts++;
4     delayMicroseconds(1);
5     energy = analogRead(ENG_PHOTON);
6     if(energy >= lowerborder && energy <= upperborder) {
7         counter[ch]++;
8     }
9     reset_photon();
10    deathtime = deathtime + (micros() - startdeath);
11    photon = 0;
12    interrupts();
13 }
```

Code 11: Realisierung der Aufnahme des Mößbauerspektrums.

Code 10 und Code 11 zeigen die softwareseitige Realisierung der Aufnahme eines Mößbauerspektrums. Hierzu wird zunächst der entsprechende Zähler in Code 10 initialisiert. Wie bereits in Kapitel 3.1.1 beschrieben wird mit 1024 Geschwindigkeitskanälen gearbeitet. Daher wird eine Tabelle mit 1024 32 Bit Zählern, die jeweils einen Zähler pro Geschwindigkeitskanal repräsentieren genutzt. Wie bei der Aufnahme des Energiespektrums kann jeder Zähler $2^{32} = 4,2 \cdot 10^9$ Photonen zählen. Für die eigentliche Spektrenaufnahme wird zunächst geprüft ob sich das Messgerät im Modus Mößbauerspektroskopie befindet. Dann wird analog zur Aufnahme eines Energiespektrums wie sie in Abschnitt 3.5.1 beschrieben wurde verfahren. Nachdem der Energiekanal ermittelt wurde wird dann jedoch zunächst in Zeile 6 geprüft ob sich die Energie des detektierten Photons innerhalb der vorher festgelegten Grenzen befindet. Die Grenzen werden innerhalb des Mikrocontrollers über die serielle Schnittstelle mittels eines Steuerbefehles gesendet. Die Steuerbefehle sind für die untere Grenze „lower=“ gefolgt von der unteren Grenze im Wertebereich von 0 bis 1023 und für die obere Grenze „upper=“ gefolgt von der oberen Grenze, auch im Wertebereich von 0 bis 1023. Befindet sich der gemessene Wert innerhalb der Grenzen wird der Zähler in der Tabelle an der Stelle der momentanen Geschwindigkeit um eins erhöht. Befindet sich der gemessene Wert außerhalb der Grenzen so wird nichts unternommen. Zum Abschluss des Zyklus wird wieder der Haltekapazitor entladen, die Totzeit aufaddiert und der Boolean für die Detektion eines Photons auf null gesetzt. Das Gerät ist nun bereit für einen neuen Zyklus.

3.6. Zweidimensionale Datenaufnahme

Wie im vorherigen Abschnitt erklärt lassen sich so Mößbauerspektren aufnehmen. Es wird jedoch im Voraus eine Auswahl der Energien getroffen, die untersucht werden. Dies führt zu einer Reduktion der Komplexität der Daten. Diese Reduktion geht jedoch auch mit einem Verlust an Informationen einher, da die Linie, welche untersucht werden soll vorher festgelegt wird und detektierte Photonen, welche sich außerhalb des Messfensters befinden verworfen werden. Sollte das Fenster nicht ausreichend präzise gewählt worden sein, so muss die Messung wiederholt werden.

Maltsev *et al.* schlagen daher einen Ansatz vor, bei dem die Daten zweidimensional aufgenommen werden. Das bedeutet, dass jedes detektierte Photon bei jeder Geschwindigkeit gezählt wird. Werden die Zählerwerte für jeden Geschwindigkeitskanal von jeweils einem Energiekanal aufaddiert, so wird das Energiespektrum erhalten. Es können die entsprechenden Linien, die untersucht werden sollen ausgewählt werden. Werden nun die Zählerwerte die sich in den gewählten Grenzen befinden für die entsprechenden Geschwindigkeitskanäle aufaddiert so erhält man das Mößbauerspektrum. Dies entspricht einer Drehung um 90° in einem gedachten Kubus bei dem die x-Achse die Energiekanäle darstellen, die y-Achse die Geschwindigkeitskanäle und die z-Achse die gezählten Photonen. Abbildung 23 zeigt beispielhaft eine dreidimensionale Darstellung.

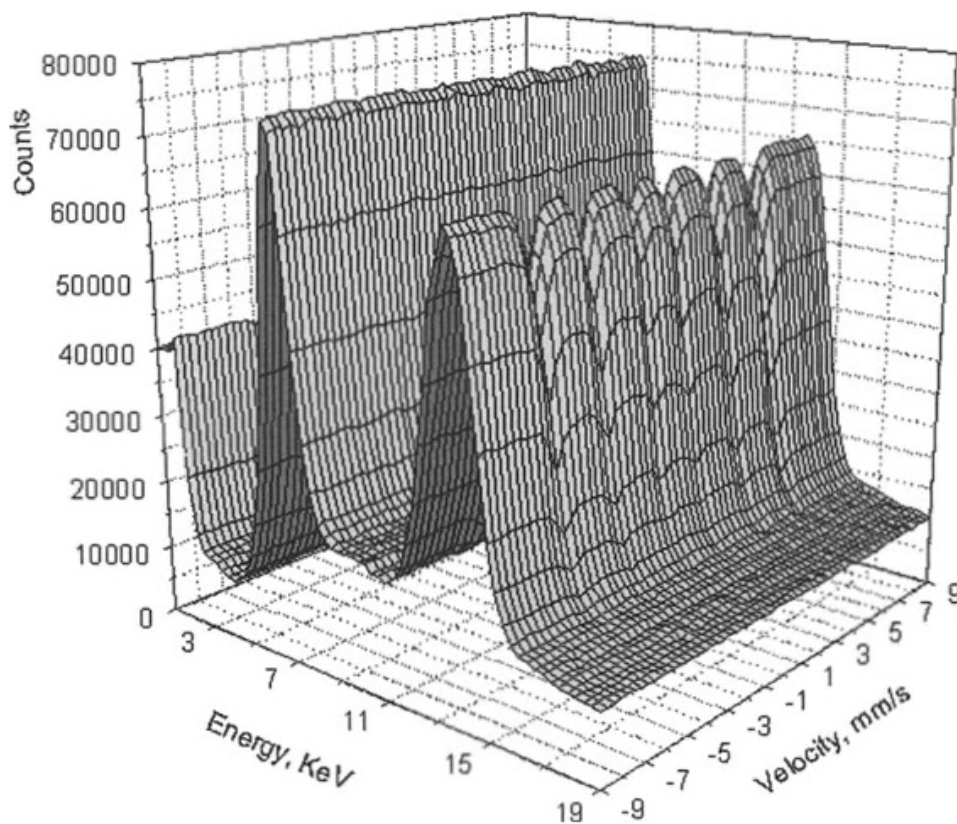


Abbildung 23: Dreidimensionale Darstellung eines zweidimensionalen Mößbauerspektrums. Die Messung wurde Maltsev *et al.* vorgenommen und dreidimensional aufgetragen. Es wurde Eisenfolie mit einem Proportionalitätszählrohr gemessen [15].

Der Ansatz von Maltsev *et al.* soll in dieser Arbeit weiterverfolgt werden. In den folgenden Abschnitten soll nun beschrieben werden, wie dies innerhalb dieser Arbeit umgesetzt wurde. Dabei soll zunächst auf Software im Mikrocontroller eingegangen werden und im Anschluss auf die Auswertesoftware am Computer.

3.6.1. Realisierung mittels Mikrocontroller

Im Arbeitsspeicher des Mikrocontrollers sind bereits alle nötigen Daten vorhanden. Der aktuelle Geschwindigkeitskanal ist bekannt über die fortlaufende Variable *Ch* wie sie in Kapitel 3.1.2 beschrieben wurde. Der Energiekanal wurde über die Konversion des analogen Spannungswertes bestimmt. Im Klassischen Modus wurde jetzt wie in Kapitel 3.5.2 beschrieben die Datenreduktion vorgenommen. Hier werden in der zweidimensionalen Datenaufnahme Änderungen vorgenommen.

```
1 char serial_output[8192];
```

Code 12: Definition des Puffers für die Photoneninformationen.

Da die Werte für Energie und Geschwindigkeit jeweils zehn Bit umfassen, werden jeweils zwei Byte, also 16 Bit, benötigt. Die Tabelle *serial_output* umfasst 8192 Bytes. Da jedes Photon vier Byte Informationen benötigt können in dieser Tabelle die Informationen von 2048 Photonen zwischengespeichert werden. Es ist nötig die 16 Bit Informationen für Geschwindigkeit und Energie in jeweils zwei acht Bit Einheiten zu zerlegen, da die Kommunikation immer ein Byte, also acht Bit, pro Übertragung sendet.

```
1 if(measure == 3) {
2     noInterrupts();
3     sumcounts++;
4     delayMicroseconds(1);
5     energy = analogRead(ENG_PHOTON);
6     serial_output[outputpointer] = (ch >> 8) & 0xff;
7     outputpointer++;
8     serial_output[outputpointer] = (ch & 0xff);
9     outputpointer++;
10    serial_output[outputpointer] = (energy >> 8) & 0xff;
11    outputpointer++;
12    serial_output[outputpointer] = (energy & 0xff);
13    outputpointer++;
14    reset_photon();
15    deathtime = deathtime + (micros() - startdeath);
16    if(outputpointer == 8192) {
17        interrupts();
18        SerialUSB.write(serial_output, 8192);
19        memset(serial_output, 0, sizeof(serial_output));
20        outputpointer = 0;
21    }
22    photon = 0;
23    interrupts();
24 }
```

Code 13: Realisierung der zweidimensionalen Datenaufnahme.

Code 13 zeigt die Aufnahme und Informationsverarbeitung für ein zweidimensionales Spektrum. Zunächst wird wieder analog zur Datenaufnahme in der klassischen Version, wie sie in Kapitel 3.5.2 beschrieben wurde, verfahren. Anschließend werden über Bitschiebeoperationen in Zeile 6 - 13 die 16 Bit Wörter für die Geschwindigkeit und Energie in jeweils 8 Bit Einheiten zerlegt. Dabei wird zunächst mit dem höherwertigen acht Bit angefangen und im Anschluss die niederwertigen acht Bit

extrahiert. Die entsprechenden Werte werden direkt in den Puffer übertragen. Ein Zeiger, der auf die aktuelle Stelle im Puffer zeigt wird jeweils mit erhöht. Im Anschluss wird der Haltekondensator entladen. Abschließend wird über den Zeiger überprüft, ob der Puffer vollgeschrieben wurde. Dies geschieht in Zeile 16. Ist dies der Fall, so wird der Puffer über die native USB-Schnittstelle des SAM3X Mikrocontrollers vollständig übertragen und anschließend jede Zelle auf null gesetzt. Interrupts werden während der Übertragung bereits wieder aktiviert, da es sonst zu Störungen des Dreiecksgenerators kommen kann. Zum Abschluss wird der Mikrocontroller bereit gemacht für einen neuen Messzyklus.

Die stetige Übertragung an einen Computer ist aufgrund des Speicherbedarfes nötig. Um den Speicherbedarf zu bestimmen muss beachtet werden, dass für jede Energie und jede Geschwindigkeit ein Zähler mit mindestens 32 Bit initialisiert werden muss. Dies entspricht einer Tabelle mit $1,024 \times 1,024 = 1.048.576$ Zählern. Wird dies mit 4 Byte, also 32 Bit, multipliziert so erhält man einen Wert von 4,096 kB oder 4 MB. Dies übersteigt den Speicher des SAM3X, welcher einen Arbeitsspeicher von 96 kB hat, deutlich.

3.6.2. Datenspeicherung

Die Datenannahme der vom Mikrocontroller übertragenen Daten erfolgt im Computer mittels eines Programms, das in *Visual Basic* geschrieben wurde. Die Datenverarbeitung ist im folgenden Code beschrieben:

```
1 While Len(moessbauerData) < 8192
2     moessbauerData = moessbauerData + MSComdata.Input
3 Wend
```

Code 14: Zwischenspeicherung der Daten auf dem Computer.

Zunächst wird die Übertragung der Daten abgewartet. Dies geschieht mit Hilfe einer Schleife welche solange läuft, bis 8192 Byte angekommen sind.

```
1 For i = 5 To Len(moessbauerData) - 4 Step 4
2     rechnung = 0
3     rechnung = Asc(Mid(moessbauerData, i, 1))
4     rechnung = rechnung * 256
5     decode = decode + rechnung
6     decode = decode + Asc(Mid(moessbauerData, i + 1, 1))
7     velo = decode + 1
8     rechnung = Asc(Mid(moessbauerData, i + 2, 1))
9     rechnung = rechnung * 256
10    decode = decode + rechnung
11    decode = decode + Asc(Mid(moessbauerData, i + 3, 1))
12    egy = decode + 1
13    spectrum2d(velo, egy) = spectrum2d(velo, egy) + 1
14    sumcounts = sumcounts + 1
15 Next i
16 moessbauerData = ""
```

Code 15: Datenverarbeitung am Computer.

Wenn die Datenübertragung abgeschlossen ist, werden die Daten verarbeitet. Hierzu werden zunächst die 16 Bit breiten Datenworte aus den 8 Bit (1 Byte) langen übertragenen Einheiten wieder zusammengefügt. Dies geschieht in den Zeilen zwei bis zwölf. Sind die Informationen

(Geschwindigkeit und Energie), welche das Photon charakterisieren übertragen, können sie in das Zählerarray eingepflegt werden. Hierzu wird in Zeile 13 der Zähler für das Wertepaar Geschwindigkeit/Energie um eins erhöht. Zusätzlich wird die Gesamtzahl der detektierten Photonen um eins erhöht. Aus der Gesamtzahl der detektierten Photonen können hinterher Statistiken berechnet werden. Das erste Photon und das letzte Photon werden abgeschnitten. Dies geschieht, indem an Stelle fünf des Puffers die Verarbeitung begonnen und bereits vier Bytes vor dem Ende des Puffers wieder beendet wird. Hier muss noch eine weitere Optimierung bei der Datenkommunikation und Speichern vorgenommen werden. Es ist daher eine Abweichung der detektierten Photonen in den Rohdaten von denen, die verarbeitet wurden zu erwarten. Der theoretische Wert kann dabei mit Hilfe der Gleichung 33 berechnet werden.

$$Abweichung = \frac{2}{Pufferlänge} \cdot 100 \% \quad 33$$

Für eine Pufferlänge von 1024, so wie sie im Mikrocontroller angewendet wird, entspricht der Erwartungswert 0,19 %. Dieser Wert sollte sich in einer entsprechenden Fehlerrate zeigen.

Das Abschneiden der Daten ist dabei nur eine Hilfslösung, die aufgrund der geringen Verluste und der Aussagekraft der Messergebnisse, jedoch als ausreichend angesehen werden soll.

3.7. Steuerung mittels Computer

3.7.1. Einstellung der Messparameter

Für die Nutzung der zweidimensionalen Datenaufnahme muss das Gerät eingestellt werden. Hierzu wird zum einen die Frequenz, mit der die Quelle schwingt benötigt. Diese Frequenz sollte leicht über der Resonanzfrequenz der Antriebseinheit liegen [3]. Als weitere Angabe wird die Einstellung der Referenzspannung für den Komparator benötigt. Diese Einstellung gibt an ab welcher Spannung angenommen wird, ab dem sich ein Photonenpuls aus dem Grundrauschen hervorgehoben hat.

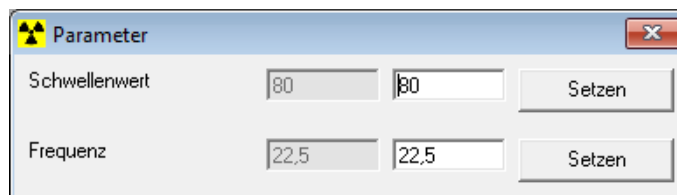


Abbildung 24: Einstellungsfenster Parameter.

Schwellenwert für den Komparator: 80, Frequenz der Quellenbewegung: 22,5 Hz.

Abbildung 24 zeigt die Einstellungen der Parameter. Mit der Einstellung „Schwellenwert“ lässt sich der Komparator verändern. Die Einstellung kann in 4096 Stufen verändert werden, wobei 4096 die Betriebsspannung des Spannungsgenerators darstellt. Die Betriebsspannung des Spannungsgenerators liegt bei 5 V. Der übliche Wert liegt bei 80.

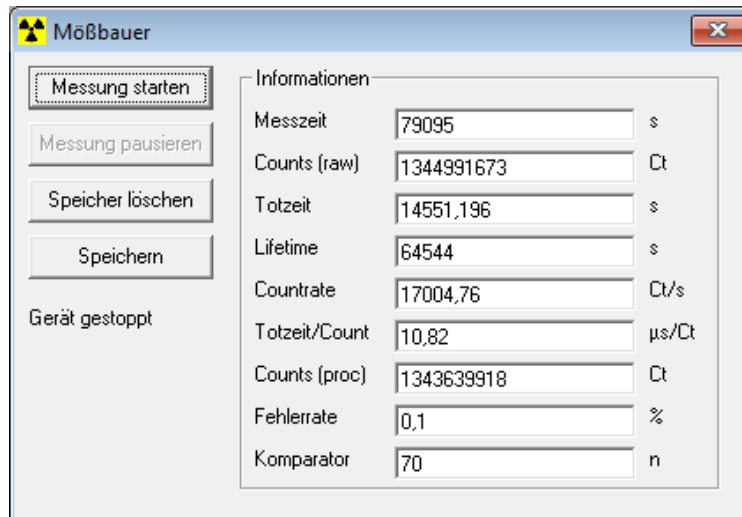


Abbildung 26: Steuerung zweidimensionale Aufnahme.

Diese Abbildung zeigt die Werte nach Beendigung einer Messung.

Die zweidimensionale Spektrenaufnahme wird über das in Abbildung 26 gezeigte Menü gestartet. Es werden regelmäßig, alle zehn Minuten, Sicherungskopien angelegt und Statistiken berechnet. „Counts (raw)“ sind dabei die detektierten Photonen, die vom Mikrocontroller gezählt wurden, während „Counts (proc)“ diejenigen detektierten Photonen sind, welche vom Computer auch verarbeitet werden. Dieser Wert sollte dabei kleiner sein, als der Wert „Counts (raw)“, da bei jeder Übertragung die Informationen von zwei Photonen abgeschnitten werden (Vgl. Kapitel 3.6.2).

$$Fehlerrate = \frac{Counts(proc)}{Counts(raw)} \cdot 100 \% \quad 34$$

Aus diesen Werten wird die Fehlerrate in Prozent mittels Gleichung 34 berechnet. Bei der Verarbeitung wird das erste detektierte Photon nicht verarbeitet, da es hier zu Fehlkorrelationen zwischen Energie und Geschwindigkeit kommen kann. Diese Fehlkorrelation ist technisch bedingt und wurde in Kapitel 3.6.2 durch die Sendefunktion im Mikrocontroller erklärt. Auch wurden die Abweichung und damit die zu erwartende Fehlerrate bestimmt.

Die Totzeit ist diejenige Zeit welche der Mikrocontroller benötigt, die Energie zu bestimmen, und diese mit der Geschwindigkeit zu korrelieren. Während dieser Zeit ist der Mikrocontroller nicht zugänglich für andere Operationen. Sie wird in Mikrosekunden vom Mikrocontroller gemessen und beim Stoppen einer Messung zusammen mit den gezählten Photonen, der Messzeit und dem aktuell eingestellten Referenzspannungswert für den Komparator übertragen. Aus der Totzeit und den gezählten Photonen wird mit Hilfe der Gleichung 35 die Totzeit pro Photonenergebnis berechnet.

$$\frac{Totzeit}{Count} = \frac{Totzeit}{Counts(raw)} \cdot 1000000\mu s \quad 35$$

Anhand der Messzeit und den Zählereignisse kann die Zählrate, also die Photonenergebnisse pro Sekunde berechnet werden. Dies geschieht mit Beziehung 36.

$$\frac{\text{Counts}}{\text{Sekunde}} = \frac{\text{Counts(raw)}}{\text{Messzeit}}$$

Die *Lifetime* ist diejenige Zeit, in der die Einheit bereit ist ein Photonenergebnis zu registrieren. Sie wird berechnet indem die Totzeit von der Messzeit abgezogen wird.

Mit Hilfe der Schaltflächen kann die Datenaufnahme gestartet („Messung starten“) und pausiert („Messung stoppen“) werden. Die Schaltfläche „Speicher löschen“ löscht alle im Speicher enthaltenen Daten und setzt die Messzeit, Totzeit und den Gesamtzähler im Mikrocontroller zurück. Über die Schaltfläche „Speichern“ lässt sich das aufgenommene Spektrum zusammen mit den Informationen abspeichern. Sollte dabei ein Gerät zur Messung der Geschwindigkeit der Quelle angeschlossen sein, wird diese auch abgespeichert.

3.7.2. Dateiformat für zweidimensionale Daten (*.moe2d)

Die im Programm aufgenommenen Daten können abgespeichert werden. Dafür wurde das Dateiformat „*.moe2d“ gestaltet. Es handelt sich dabei um eine Textdatei im *ASCII* Format, die mit einem beliebigen Textverarbeitungsprogramm im Klartext gelesen werden kann. In dieser Datei werden die aufgenommenen Zählerwerte als kommagetrennte Tabelle gespeichert. So bleibt auch eine Kompatibilität zum „*.csv“ Dateiformat erhalten [74]. Daher ist auch ein Einlesen der Werte in ein beliebiges Tabellenkalkulationsprogramm möglich. Damit die Statistiken über die Datenaufnahme weiterhin zur Verfügung stehen, werden die zur Berechnung benötigten Informationen zusätzlich zu den Zählerwerten abgespeichert.

```

1 Messzeit_in_Sekunden
2 Totzeit_in_Mikrosekunden
3 Summe_aller_durch_den_Controller_detektierten_Photonen
4 Eingestellter_Schwellenwert
5 Geschwindigkeit_in_mm/s
6 v1e1,v1e2,v1e3,...,v1e1024
7 v2e1,v2e2,v2e3,...,v2e1024
...
1029 v1024e1,v1024e2,v1024e3,...,v1024e1024

```

Code 16: Schematische Darstellung des Dateiformats „*.moe2d“.

Code 16 zeigt die schematische Darstellung des Dateiformats. Die für die Statistiken essentiellen Informationen sind in den ersten vier Zeilen abgespeichert. Zunächst die Messzeit in Sekunden, dann die Totzeit in Mikrosekunden. Als weitere Werte sind die Summe aller detektierten Photonen durch den Mikrocontroller und der eingestellte Schwellenwert für den Komparator abgespeichert. Zum Abschluss ist die Geschwindigkeit in mms^{-1} eingetragen. Die Geschwindigkeit wird dabei nur gespeichert, wenn eine automatisierte Geschwindigkeitsmessung aktiviert war. Sollte dies nicht der Fall gewesen sein, so wird eine Null für diesen Wert eingesetzt. Anschließend an diese allgemeinen Informationen für die Messung werden die Zählerwerte gespeichert. Dabei beginnt die Tabelle mit Zählerwert des ersten Geschwindigkeitskanals und des ersten Energiekanals. Mit Kommata abgetrennt werden bis zum letzten Energiekanal aufsteigend die Zählerwerte der weiteren Energiekanäle gespeichert. Gekennzeichnet ist dies in Zeile 6 mit $v1e1 - v1e1024$. In der nächsten Zeile werden dann die Zählerwerte der Energiekanäle des zweiten Geschwindigkeitskanals gespeichert

($v2e1 - v2e1024$). Dies setzt sich bis zum letzten Geschwindigkeitskanal ($v1024$) fort. Das bedeutet, dass in Jeder Zeile ein Energiespektrum für einen Geschwindigkeitskanal gespeichert ist.

3.7.3. Zweidimensionale Visualisierung

Im Programm enthalten ist eine Möglichkeit die aufgenommenen Daten zu visualisieren.

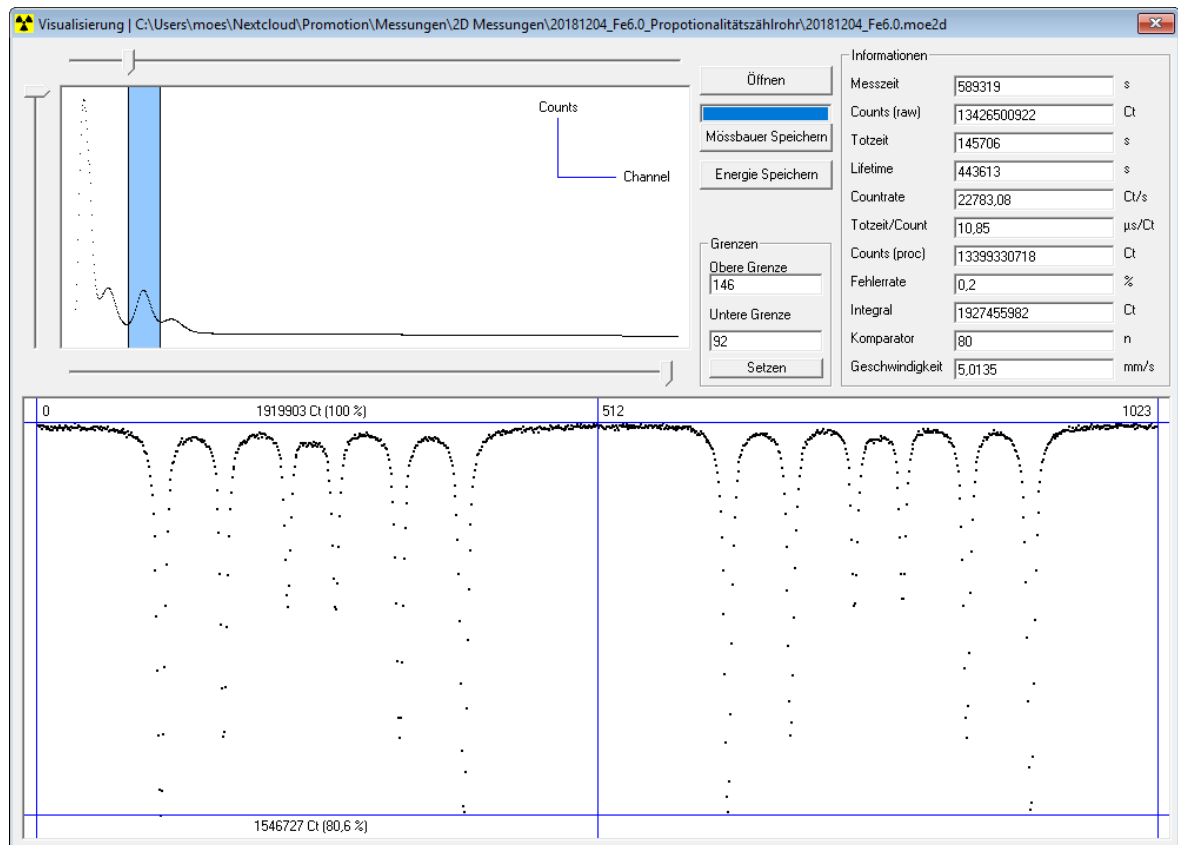


Abbildung 27: Visualisierung der zweidimensional aufgenommenen Daten.

Oben: Energiespektrum der Messung. Der Energiebereich, in dem das Mößbauerspektrum berechnet wurde ist blau markiert. Unten: Mößbauerspektrum ohne Faltung.

Abbildung 27 zeigt die Möglichkeit die zweidimensional aufgenommenen Daten zu visualisieren. Das obere kleinere Fenster, markiert mit Energiespektrum, wird dazu genutzt, das aus den Daten generierte Energiespektrum anzuzeigen. Das Energiespektrum wird dabei, wie bereits eingangs dieses Kapitels erwähnt, über die Summation aller Zählerwerte der Geschwindigkeitskanäle für die Energiekanäle errechnet. Durch die Schieberegler links und unterhalb des Fensters Energiespektrum lässt sich das Spektrum skalieren. In diesem Fenster lassen sich auch Energiefenster setzen, welche für die Berechnung des Mößbauerspektrums genutzt werden. Das Energiefenster wird blau hinterlegt angezeigt. Das Energiefenster lässt sich mit Hilfe des Schiebereglers oberhalb des Fensters verschieben. Die Energiekanäle, die das Energiefenster umfasst werden in den Textfeldern „*obere Grenze*“ und „*untere Grenze*“ angezeigt. Hier können sie auch verändert werden und über die Schaltfläche „Setzen“ eingestellt werden. Rechts oben befinden sich erneut die Informationen über das Spektrum. Zusätzlich zu den im Kapitel 3.7.1 erläuterten Daten wird hier noch die Geschwindigkeit angegeben, sofern diese Information in der Datei enthalten ist. Auch wird das Integral angegeben.

Dies ist die Anzahl an detektierten Photonen, welche innerhalb der gesetzten Grenzen liegen und damit für die Berechnung des Spektrums genutzt werden. Es berechnet sich über die Gleichung 37:

$$n(\text{Grenzen}) = \sum_{e=\text{untere Grenze}}^{\text{obere Grenze}} \sum_{v=0}^{1024} \text{spectrum2d}(v, e) \quad 37$$

n: Zählerwert
v: Geschwindigkeitskanal
e: Energiekanal

Dabei steht *e* für den Energiekanal und *v* für den Geschwindigkeitskanal. Aus den eingestellten Grenzen wird dann das Mößbauerspektrum berechnet. Dies geschieht mit Hilfe des Algorithmus der in Code 17 gezeigt wird.

```

1 For v = 1 To 1024
2   For e = ch_from To ch_to
3     spectrum_vis(v) = spectrum_vis(v) + vis(v, e)
4   Next e
5   integral_moess = integral_moess + spectrum_vis(v)
6 next v

```

Code 17: Algorithmus zur Berechnung des Mößbauerspektrums.

In Code 17 sind zwei Schleifen ineinander verschachtelt. Die äußere Schleife verläuft über alle Geschwindigkeitskanäle, gekennzeichnet über die Laufvariable „*v*“. Die innere Schleife startet bei dem gewählten Wert für die untere Grenze und läuft bis zur gewählten oberen Grenze. Sie ist gekennzeichnet durch die Laufvariable „*e*“. Zeile 3 zeigt, dass das Spektrum für den gewählten Geschwindigkeitskanal im gewählten Fenster aufsummiert wird. Zusätzlich wird nach der Summation über das gewählte Fenster in Zeile 5 das Integral für die Anzahl an Photonen, welche zur Generierung des Spektrums genutzt werden, gebildet.

Das ungefaltete Mößbauerspektrum, welches wie oben beschrieben erstellt wurde, wird im unteren Bereich des Fensters angezeigt. Es kann über die Schaltfläche „Mößbauer speichern“ gesichert werden. Beim Sichern werden die berechneten Zählerwerte für die Geschwindigkeitskanäle untereinander in eine Datei geschrieben. Sollten Informationen über die Quellengeschwindigkeit enthalten sein, so werden diese an das Ende des Spektrums angefügt. Das Dateiformat wird mit „*.moe“ bezeichnet.

3.7.4. Faltung der Spektren

Während der Datenaufnahme wird aufgrund der Periodizität des Signals jede Spannung und damit jede Geschwindigkeit zweimal durchlaufen. Erstmalig geschieht dies bei der Beschleunigung der Quelle und ein zweites Mal beim Abbremsen der Quelle. Daher wird das Spektrum zweimal gespiegelt zueinander aufgenommen. Es muss also eingefaltet werden. Für die Faltung der Spektren kann der Programmteil „Spektrum und Falten“ genutzt werden.

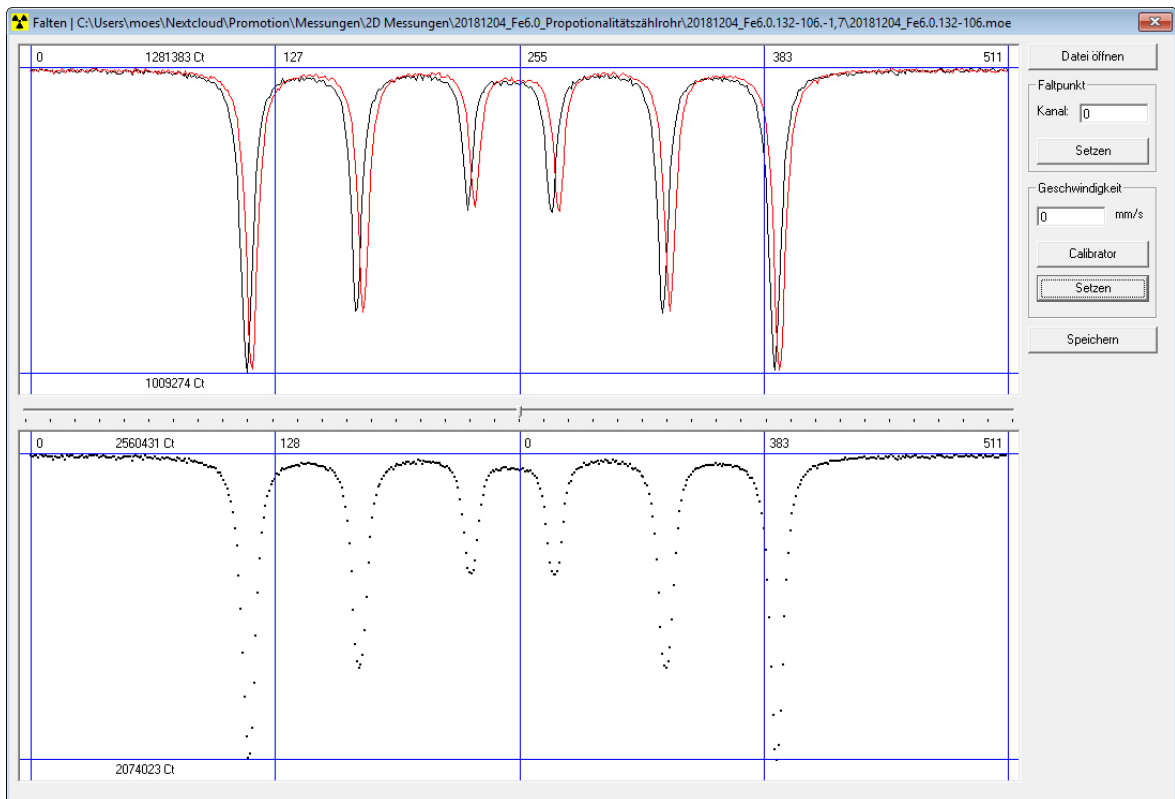


Abbildung 28: Dialogfenster Spektrum und Falten.

Oben: Beide Teilspektren der Rohdaten spiegelverkehrt übereinandergelegt. Unten: Summenspektrum.

Abbildung 28 zeigt den Programmteil für das Falten des Mößbauerspektrums. Hier können über die Schaltfläche „Datei öffnen“ Daten im „*.moe“ Format eingelesen werden, welche aus den zweidimensionalen Messungen generiert worden sind.

Das ungefaltete Spektrum wird bei der Hälfte der Kanäle auseinandergeschnitten und gespiegelt über die erste Hälfte gelegt. Die erste Hälfte des Spektrums wird dabei in schwarz, die zweite Hälfte des Spektrums in Rot angezeigt. Es kann mit dem Schieberegler in der Mitte der Faltpunkt verschoben werden, welcher auch im Textfeld im Reiter Faltpunkt angezeigt wird. Dabei wird gleichzeitig die zweite Hälfte des Spektrums entsprechend des Faltpunktes verschoben, sodass eine Visualisierung erstellt wird, wie die beiden Teilspektren für die Faltung übereinander liegen. Anhand des Faltpunktes wird dann im unteren Teil des Fensters das Summationsspektrum angezeigt.


```

1 For i = 0 To (max_channel / 2) - 1
2   ch1 = (i + v) - max_channel * Int((i + v) / max_channel)
3   ch2 = ((max_channel - 1) - (i - v)) - max_channel * Int(((max_channel - 1) - (i -
v))) / max_channel)
4   interpol_1 = calculate_interpol(ch1)
5   interpol_2 = calculate_interpol(ch2)
6   folded(i) = interpol_1 + interpol_2
7 Next i

```

Code 18: Berechnung des gefalteten Spektrums.

Code 18 zeigt die Berechnung der Summation. Hierfür läuft eine Schleife über alle Zähler. Da jedoch eine Verschiebung mit einbezogen werden muss, müssen die Kanäle für die Summation bestimmt werden. In Zeile zwei wird der Kanal in der linken Hälfte des Spektrums inklusive Verschiebung berechnet. Aufgrund der Verschiebung kann es zu einem Überlauf kommen. Das bedeutet, dass ein Kanal dann auf einen negativen oder auf einen Kanal der größer ist als 511 gefaltet werden würde. Dies wird mit Hilfe des zweiten Teils der Berechnung verhindert. Sollte der berechnete Kanal über dem Zahlenwert für den obersten Kanal liegen, so wird dieser Zahlenwert von dem berechneten Kanal abgezogen. Es wird wieder ein gültiger Kanal erhalten. In Zeile drei wird der Kanal des rechten Teilspektrums für die Faltung berechnet. Hier wird rückwärts vom obersten Kanal gerechnet. So kann die Spiegelung mit einbezogen werden. Auch hier kann es aufgrund der Verschiebung zu einem überlaufen kommen. Dies wird erneut im zweiten Teil der Berechnung verhindert. Dabei wird analog zur Berechnung des Kanals in der linken Hälfte des Spektrums vorgegangen.

Da auch nicht ganzzahlige Verschiebungen für die Faltung gewählt werden können, muss zwischen zwei Kanälen interpoliert werden. Es wird dafür eine lineare Interpolation angewendet.

```

1 Private Function calculate_interpol(ByVal channel As Double) As Double
2   ch1 = Fix(channel)
3   ch2 = (ch1 + 1) Mod max_channel
4   weight = channel - ch1
5   wert = spectrum(ch1) * (1 - weight) + spectrum(ch2) * weight
6   calculate_interpol = wert
7 End Function

```

Code 19: Funktion zur Berechnung der Interpolation zwischen zwei Kanälen.

Code 19 zeigt die Berechnung der Interpolation. Der nicht ganzzahlige Kanal, der interpoliert werden soll, wird dabei als Fließkommazahl angegeben. In Zeile zwei und drei werden die ganzzahligen Kanäle ermittelt zwischen denen interpoliert wird. „*Weight*“ ist die Nachkommastelle und wird als Gewichtung genutzt. Die eigentliche Berechnung ist dabei in Zeile fünf zu erkennen. Hier wird Der Zählerwert für den unteren Kanal mit der von Eins abgezogenen Gewichtung multipliziert. Das bedeutet, je kleiner die Nachkommastelle ist, desto mehr Gewicht hat der Zählerwert für den unteren Kanal. Hinzu wird der Zählerwert für den oberen Kanal, welcher mit der Gewichtung multipliziert wird, addiert. Das bedeutet, je größer die Nachkommastelle, desto mehr Gewicht hat der Zählerwert für den oberen Kanal. Abschließend wird der berechnete Wert in Zeile sechs als Funktionswert übergeben. Die interpolierten Werte können nun addiert und das gefaltete Spektrum somit erzeugt werden.

Sollte eine Geschwindigkeit in der Datei enthalten sein, so wird diese im Textfeld „Geschwindigkeit“ angezeigt. Mit einem Klick auf „Setzen“ werden den Geschwindigkeitskanälen absolute Geschwindigkeiten zugeordnet.

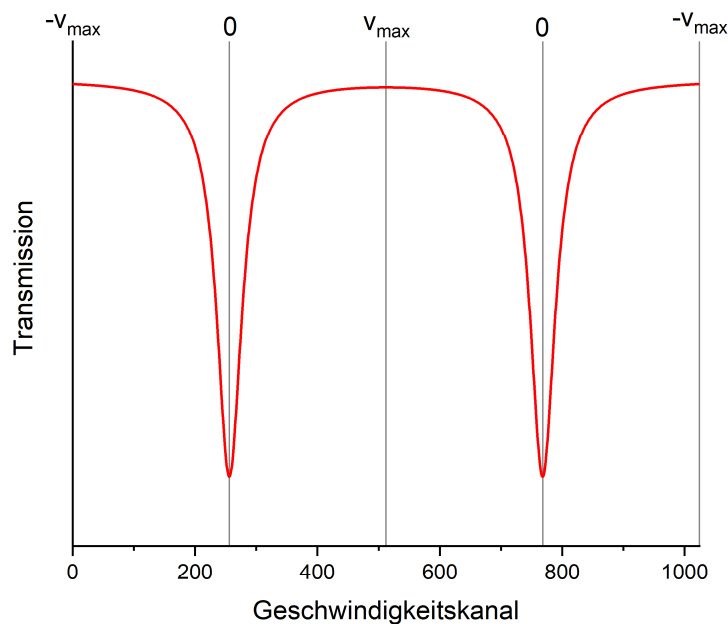


Abbildung 29: Skizze eines Singulett.

Eingezeichnet wurde ein simuliertes Spektrum eines Singulett im ungefalteten Zustand. Auf der X-Achse sind die Geschwindigkeitskanäle eingezeichnet und auf der Y-Achse die Transmission. Zusätzlich wurden Hilfslinien an X-Werten eingezeichnet an denen Extremwerte für die Geschwindigkeit erreicht wurden.

Für die Zuordnung von absoluten Geschwindigkeiten zu den Geschwindigkeitskanälen ist zu beachten, dass die angegebene Geschwindigkeit eine Maximalgeschwindigkeit ist. Diese Maximalgeschwindigkeit wird sowohl als positiver Wert erreicht, wenn sich die Quelle auf die Probe zubewegt, als auch als negativer Wert, wenn sich die Quelle von der Probe wegbewegt. Das bedeutet, dass die Spannweite über die die Geschwindigkeitskanäle verteilt werden müssen, den doppelten Wert der angegebenen Maximalgeschwindigkeit hat. Dies ist in Abbildung 29 zu erkennen. Hier wird das simulierte Spektrum eines Singulett gezeigt. Zusätzlich wurden Marker für die Geschwindigkeit hinzugefügt.

```

1 velocity_step = (2*calc_velocity) / ((max_channel / 2))
2 For i = 0 To (max_channel / 4) - 1
3 speed(i) = Round(-calc_velocity + (i * velocity_step), 6)
4 speed(((max_channel / 2) - 1) - i) = Round(calc_velocity - (i * velocity_step), 6)
5 Next i

```

Code 20: Berechnung der absoluten Geschwindigkeit für die Geschwindigkeitskanäle.

Die Bestimmung der Geschwindigkeit ist in Code 20 zu erkennen. Dabei ist „*calc_velocity*“ die angegebene Maximalgeschwindigkeit, für die die Rechnung vorgenommen wird. Aufgrund des oben beschriebenen Sachverhalts, dass die angegebene Maximalgeschwindigkeit sowohl positiv wie auch negativ erreicht wird, wird „*calc_velocity*“ mit dem Faktor zwei multipliziert. Um die Geschwindigkeitsdifferenz zwischen zwei Kanälen („*velocity_step*“) zu berechnen, wird dann die verdoppelte Geschwindigkeit durch die Anzahl der Geschwindigkeitskanäle im gefalteten Spektrum geteilt. Da sich bei der Faltung die Anzahl der Geschwindigkeitskanäle halbiert, entspricht die Anzahl der Geschwindigkeitskanäle im gefalteten Spektrum der Hälfte der Anzahl der Kanäle im ungefalteten Spektrum.

Nachdem also der Schrittbreite bekannt ist können den Geschwindigkeitskanälen nun absolute Geschwindigkeiten zugeordnet werden. Hierfür wird eine Schleife über die Hälfte der Geschwindigkeitskanäle im gefalteten Spektrum gestartet. Im Anschluss wird die Zuordnung vorgenommen. Dabei wird entgegengesetzt, einmal für negative Geschwindigkeiten (Zeile 3) und einmal für positive Geschwindigkeiten (Zeile 4), jeweils die eine Hälfte der Geschwindigkeitskanäle zugeordnet.

Sollte jedoch keine Geschwindigkeit angegeben, oder die Geschwindigkeit im Textfeld Geschwindigkeit auf null gesetzt worden sein so wird nur die Nummerierung der Geschwindigkeitskanäle angezeigt.

3.8. Kalibrierung der Energiespektren

Wie bereits in Kapitel 3.5.1 erläutert wurde, werden die Zählerwerte für jeden Energiekanal in einem Array gespeichert, welches abgefragt werden kann. Werden nun die einzelnen Zählerwerte gegen ihre Zählernummer (Kanal) aufgetragen so wird ein Energiespektrum erhalten. Dabei sind mehrere Signale zu erkennen, welche der Emission der einzelnen Übergänge entsprechen, wie sie im Zerfallsschema von ^{57}Co beschrieben sind [3].

Nachdem die Signale mit Hilfe der LORENTZ-Funktion angepasst wurden, können die Zählernummern der Signalmaxima den einzelnen Übergängen zugeordnet werden. Hierbei können verschiedene Referenzen als Bestimmungshilfe dienen:

1. Signalpositionen untereinander:
Relative Signalpositionen und relative Übergangsenergien geben Aufschlüsse über die beobachteten Peaks.
2. Relative Signalthöhen:
Die Signalthöhen und damit die Intensitäten sind ein Maß für die Übergangswahrscheinlichkeiten. Entsprechend muss ein Signal dessen Emission zehn Mal wahrscheinlicher ist auch zehn Mal so hoch sein.
3. Resonanz in einem Mößbauerspektrum:
Über die Aufnahme eines Mößbauerspektrums und der Beobachtung der Resonanz kann die Position der 14,4 keV Linie aber auch die 6,4 keV Linie bestimmt werden.

Für ^{57}Co sind die Übergänge aus Tabelle 3 bekannt.

Tabelle 3: Energien und Wahrscheinlichkeiten der Übergänge von ^{57}Co .
Es sind die Energien der Übergänge dargestellt. Zusätzlich sind die Wahrscheinlichkeiten aufgeführt. [75]

Übergang	E / keV	$p / \%$
$K\alpha_1$	6,404	100 %
$I=3/2 \rightarrow I=1/2$	14,41	87,69
$I=5/2 \rightarrow I=3/2$	122,06	87,53
$I=5/2 \rightarrow I=1/2$	136,47	12,30

Für die Kalibrierung wird daher nach der Auftragung der Zählerwerte die Position anhand der oben genannten Kriterien bestimmt. Aus den Kanalwerten für die Maxima wird dann eine Kalibrierung bestimmt.

3.9. Proportionalitätszählrohr

Es wurden zunächst Messungen mit dem vorhandenen Material durchgeführt, dazu zählte das Proportionalitätszählrohr. Das Proportionalitätszählrohr, mit dem die Messung vorgenommen wurde ist mit Argongas befüllt. Es wurde mit einer Spannung von 2,1 kV betrieben. An das Zählrohr angeschlossen war der Verstärker Tencelc *TC246*.

3.9.1. Messung von α -Eisen

Für die Messung von Eisen mit dem Proportionalitätszählrohr wurde eine α -Eisen Folie gewählt, welche als Referenz für Geschwindigkeitsmessungen im Arbeitskreis genutzt wird. Die Referenzprobe ist in Abbildung 30 zu sehen.

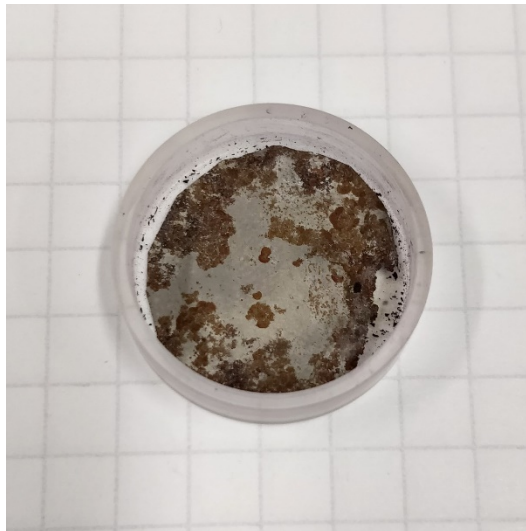


Abbildung 30: α -Eisen Referenzprobe.

Für die Messung wurde die Verstärkung der Mößbauer Antriebskontrolleinheit *MDU 1200* auf 6.0 eingestellt. Die Frequenz für die Dreiecksspannung zur Generierung der Bewegung der Quelle wurde auf 22,5 Hz gestellt. Für den Komparator wurde der Wert 80/4096 gewählt, was 97 mV entspricht. Da an der Probe Oxidspuren zu erkennen waren, wurde die Probe so eingesetzt, dass so wenig wie möglich vom Strahlengang erfasst werden. Als Quelle diente ^{57}Co in einer Rhodiummatrix

Das Spektrum wurde im „*.moe2d“-Format abgespeichert und die entsprechenden Statistiken für die Messung generiert.

Si-PIN-Detektor

Von der Universität Mainz wurde ein miniaturisiertes Mößbauerspektrometer *MIMOS II* erworben. Dieses Spektrometer ist baugleich mit den Spektrometern, welche im Zuge der Mars Exploration Rover Missionen Spirit und Opportunity zum Mars geschickt worden [76][77]. Es besteht aus dem eigentlichen *MIMOS II* Spektrometer, welches vier Detektoren besitzt, die in Reflexion Mößbauerspektren aufnehmen können. Zusätzlich wurde der Referenzkanal des *MIMOS II* so abgezweigt, dass mit Hilfe des zusätzlich erworbenen Detektors ein Transmissionskanal zur Verfügung steht. Um das *MIMOS II* zu betreiben wird eine Steuereinheit genutzt, welche mit Hilfe einer Software eingestellt und ausgelesen werden kann [6].

3.9.2. Aufbau und Betrieb des Si-PIN-Detektors

Der zur Transmissionsmessung erworbene Detektor ist wie die Detektoren zur Reflexionsmessung ein Si-PIN-Detektor. Er ist in Abbildung 31 zu sehen. Zur Veranschaulichung wurde die Abdeckung, welche auch eine Aluminiumfolie als Filter vor der Si-PIN-Diode enthält entfernt. Die Fläche des eigentlichen Detektors beträgt 10 mm x 10 mm. Zusätzlich zur eigentlichen Si-PIN-Diode ist noch die Verstärkereinheit enthalten, welche den Spannungsantwort des Detektors verstärkt und formt [5][6].

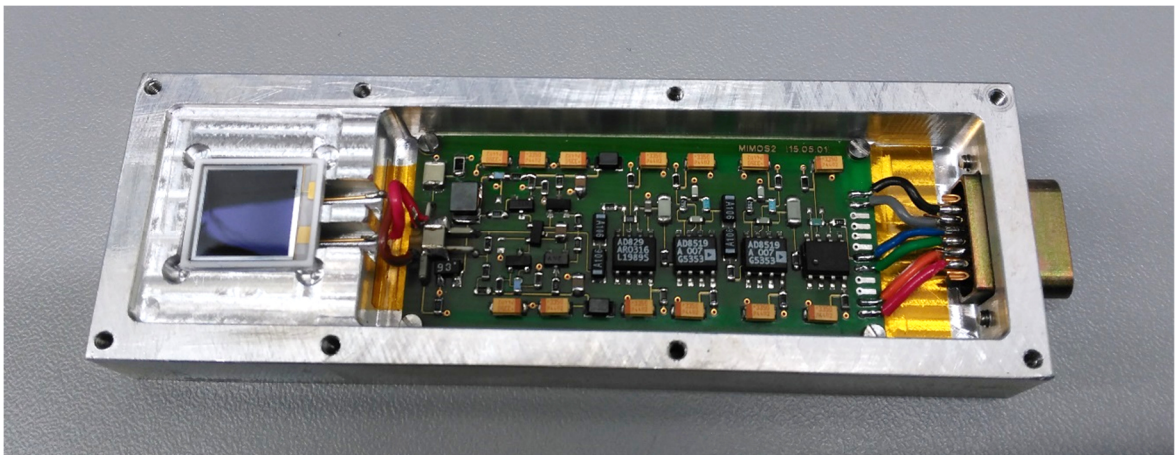


Abbildung 31: Si-PIN-Detektor.

Es wurde die Abdeckung entfernt, damit die Elektronik sichtbar ist.

An dem Detektor ist ein 15 poliger Mikro-Stecker vorhanden, welcher für die Kommunikation und Versorgung des Detektors benötigt wird. Wie bereits im Kapitel 2.4.2 beschrieben, wird die Si-PIN-Diode mit einer Spannung vorgespannt. Diese Spannung beträgt für das *MIMOS II* 100 V und wird in der Steuereinheit erzeugt. Die eigentlichen Versorgungsspannungen für die Verstärkereinheit betragen fünf Volt und minus fünf Volt. Als weitere Anschlüsse sind der Signalausgang und ein Anschluss für Testimpulse vorhanden.

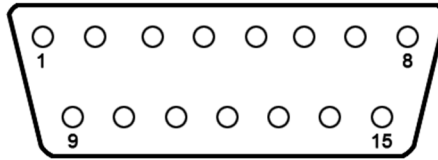


Abbildung 32: Schematische Zeichnung eines 15 poligen Steckers.

Der Stecker wurde von außen betrachtet. Es wurden die Nummerierungen der Anschlüsse eingetragen, welche in Tabelle 4 genutzt werden.

Abbildung 32 zeigt schematisch die Anschlüsse im Mikrostecker. Die Zuordnung der Anschlüsse im Stecker zu den Funktionen sind in Tabelle 4 aufgeführt. Die angegebenen Farben weichen bei anderen Detektoren ab. Die Belegung des Mikro-Steckers jedoch nicht.

Tabelle 4: Anschlussbelegung des Mikro-Steckers des Si-PIN-Transmissionsdetektors.

Die Steckerbelegung ist von außen auf die Detektorbuchse blickend angegeben.

Anschluss	Farbe	Funktion
2	Rot	Testsignal
3	Orange	-5 V
4	Grün	Masse
5	Blau	Signalausgang
6	Grau	+5 V
7	Schwarz	+100 V

Für den Betrieb des Si-PIN-Detektors ist es nötig, die entsprechenden Versorgungsspannungen bereitzustellen. Diese wurden mit Hilfe eines Adapters von der Steuereinheit des *MIMOS II* genutzt. Für den Betrieb an der *Sample- and Hold*-Stufe wurde der Signalausgang des Detektors im Adapter abgezweigt und in die Schaltung eingespeist. Die Versorgungsspannung des Detektors mit 5 V ermöglicht im fehlerfreien Betrieb eine maximale Ausgangsspannung, welche den gleichen Betrag hat. Daher ist ein Betrieb ohne zusätzliche Dämpfung in Kombination mit der *Sample- und Hold*-Stufe möglich. Die 100 V Spannungsversorgung für die Diode wird durch die Steuereinheit erst bereitgestellt, wenn sich diese im Messmodus befindet. Daher muss zum Messen die Steuereinheit des *MIMOS II* in den MB-Mode (Mößbauer Mode) geschaltet werden.

3.9.3. Messung von α -Eisens mittels Si-PIN-Detektor

Für die Referenzmessung wurde die Eisenfolie, welche in Abbildung 33 zu sehen ist, verwendet. Als Quelle wurde ^{57}Co in einer Rhodiummatrix genutzt. Die Geschwindigkeit wurde an der Mößbauer-Antriebskontrolleinheit MDU 1200 so eingestellt, dass das Mößbauerspektrum ca. 2/3 der Geschwindigkeitskanäle einnimmt. Dies entspricht dem Wert 6.0 auf dem Drehregler. Für den Komparator wurde der Wert 80/4096 gewählt. Dies entspricht einem Wert von 0,097 V. Die Frequenz mit der die Quelle schwingt betrug 22,5 Hz.

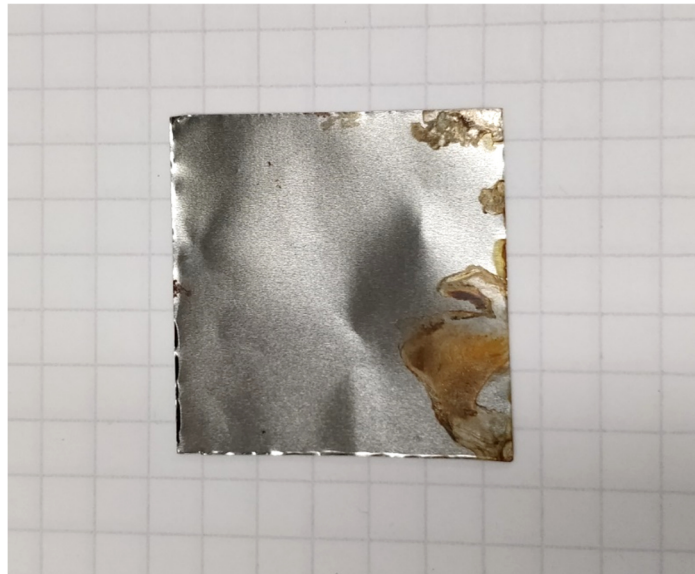


Abbildung 33: α -Eisen Folie

Das Spektrum wurde im „*.moe2d“ Format abgespeichert und die entsprechenden Statistiken für die Messung generiert.

Da an der Folie Oxidspuren zu erkennen waren, wurde die Probe so eingesetzt, dass der gebündelte Strahl möglichst nicht die oxidierten Teile erfasst.

3.9.4. Messung von V2A-Stahl mittels Si-PIN-Detektor

Für die Referenzmessung wurde die Folie aus V2A-Stahl, welche in Abbildung 34 zu sehen ist, verwendet. Als Quelle wurde ^{57}Co in einer Rhodiummatrix genutzt. Die Geschwindigkeit wurde an der Antriebskontrolleinheit *MDU 1200* so eingestellt, dass das Mößbauerspektrum ca. 2/3 der Geschwindigkeitskanäle einnimmt. Dies entspricht dem Wert 6.0 auf dem Drehregler. Der Komparator, wurde auf den Wert 80/4096 eingestellt. Dies entspricht einem Wert von 0,97 V. Die Frequenz mit der die Quelle schwingt wurde auf 22,5 Hz eingestellt.

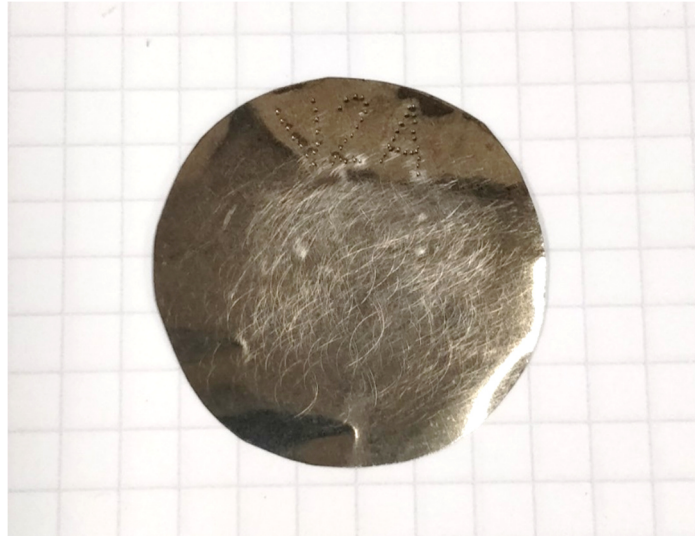


Abbildung 34:Folie aus V2A-Stahl.

Das Spektrum wurde im „*.moe2d“-Format abgespeichert und die entsprechenden Statistiken für die Messung generiert.

3.9.5. Messung von V2A-Stahl und α -Eisen in Schichten

Zur Evaluierung etwaiger Schichteffekte wurden die Folien aus den Kapiteln 3.9.3 und 3.9.4 übereinandergelegt und erneut gemessen.



Abbildung 35: Probenhalter für Schichtmessung mit V2A-Stahl oben.

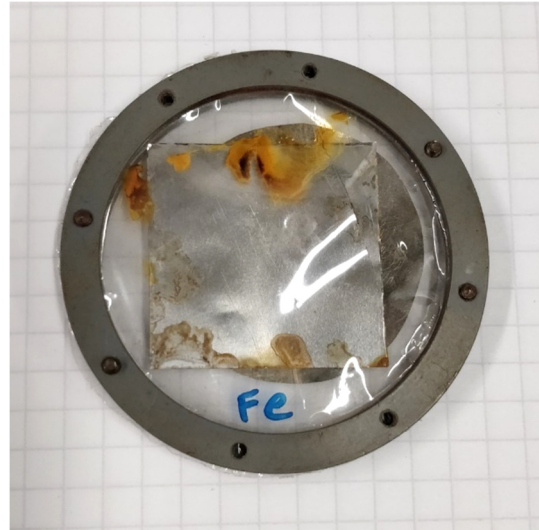


Abbildung 36: Probenhalter für Schichtmessung mit α -Eisen oben.

Die beiden Abbildungen 35 und 36 zeigen den Probenhalter für die Messung der Schichten aus α -Eisen und V2A-Stahl. Die Folien wurden übereinandergelegt und mit Hilfe der Plastikfolien plan aneinandergeschmiegt, so dass keine Lücken zwischen den Metallfolien vorhanden sind. Mit Hilfe des Rahmens konnten die Plastikfolien zusätzlich gespannt werden.

Der Probenhalter wurde zunächst so eingesetzt, dass die Strahlung, welche von der Quelle ausgesendet wird erst auf die Eisenfolie trifft und die Folie aus V2A-Stahl entsprechend näher am Detektor ist. In einem zweiten Schritt wurde der Probenhalter umgedreht, damit die Strahlung nun zunächst auf die V2A-Stahlfolie trifft und damit die Eisenfolie näher am Detektor ist. Dies wird in den beiden Abbildungen 37 und 38 schematisch dargestellt. Es wird erwartet, dass sich die Spektren aufgrund der unterschiedlichen Schichtfolgen umkehren. Da hier erneut die Eisenfolie aus Kapitel 3.9.3 verwendet werden sollte, wurde auch darauf geachtet, dass während der Messungen die Oxidschichten nicht im Strahlengang lagen.

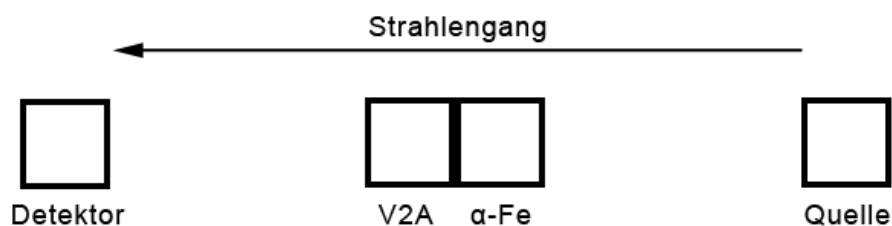


Abbildung 37: Aufbau: Messung von Schichten Teil 1: D-V2A-Fe-Q.

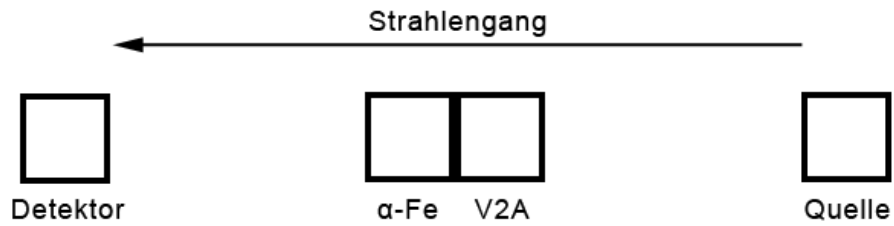


Abbildung 38: Aufbau: Messung von Schichten Teil 2: D-Fe-V2A-Q.

Als Messparameter wurden dieselben Parameter gewählt wie in den Messungen aus Kapitel 3.9.3 und 3.9.4. Das bedeutet, dass als Quelle ^{57}Co in einer Rhodiummatrix genutzt wurde. Die Geschwindigkeit wurde auf einem Wert von 6,0 an der Antriebskontrolleinheit *MDU 1200* eingestellt. Der Komparator, wurde auf den Wert 80/4096 eingestellt. Dies entspricht einem Wert von 0,97 V. Die Frequenz mit der die Quelle schwingt wurde auf 22,5 Hz eingestellt.

Das Spektrum wurde im „*.moe2d“-Format abgespeichert und die entsprechenden Statistiken für die Messung generiert.

4. Ergebnisse und Auswertung

4.1. Dreiecksspannung

Die Dreiecksspannung wurde wie in Kapitel 3.1.3 erläutert, drei Mal aufgenommen und ausgewertet.

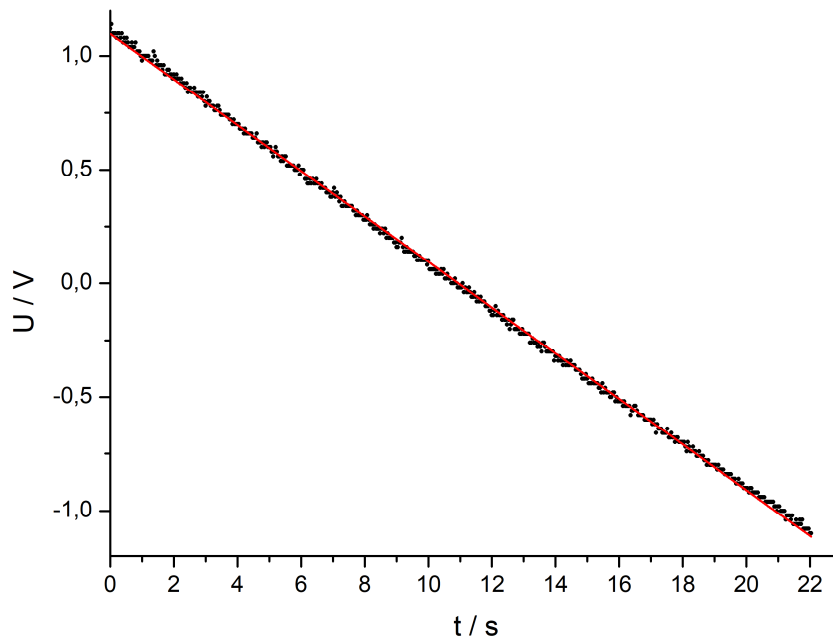


Abbildung 39: Spannungsabfall 1.

Schwarz: Messwerte, Rot: Lineare Anpassung an die Messwerte.

Abbildung 39 zeigt den Spannungsabfall einer Halbperiode der Dreiecksspannung. Dabei wurde die gemessene Spannung gegen die Zeit aufgetragen. Das Signal verläuft von 1,1 V bis -1,1 V. Dies entspricht den theoretisch errechneten Maxima aus den Charakteristika des DACs des SAM3X Mikrocontrollers, welcher eine Ausgangsspannung von 1/6 bis 5/6 der Versorgungsspannung aufweist [56]. Der Gleichspannungsanteil wurde entsprechend erfolgreich herausgefiltert. In Rot wurde die lineare Anpassung an die Messwerte in die Zeichnung hinzugefügt. Die Parameter für die Anpassung lauten:

Steigung $m = -0,1004 \text{ V/ms}$

Achsenabschnitt $b = 1,098 \text{ V}$

Reststreuung $s_{y1} = 0,0162$

Für eine Quadratische Anpassung mit der allgemeinen Formel $y = ax^2 + bx + c$ ergeben sich folgende Parameter:

$$a = 0,0003 \text{ V/s}^2$$

$$b = -0,107 \text{ V/s}$$

$$c = 1,1218 \text{ V}$$

$$\text{Reststreuung } s_{y_2} = 0,0482$$

Wird die Steigung bei einer Frequenz von 22,5 Hz berechnet ergibt sich eine zu erwartende Steigung von 0,0978 V/ms. Die angepasste Steigung weicht nur leicht von der zu erwartenden Steigung ab.

Um die Linearität zu sichern wurde wie in Kapitel 3.1.3 bereits erwähnt ein Linearitätstest nach Mandel durchgeführt [64]. Die entsprechenden Werte ergeben sich mit:

$$DS^2 = -1,1321$$

$$PW = -486,65$$

Der F-Wert $\alpha = 99\%$, liegt bei 6,6763. Dadurch, dass der Prüfwert (PW) unterhalb dieser Grenze liegt ist statistisch untermauert, dass eine lineare Anpassung der gekrümmten vorzuziehen ist.

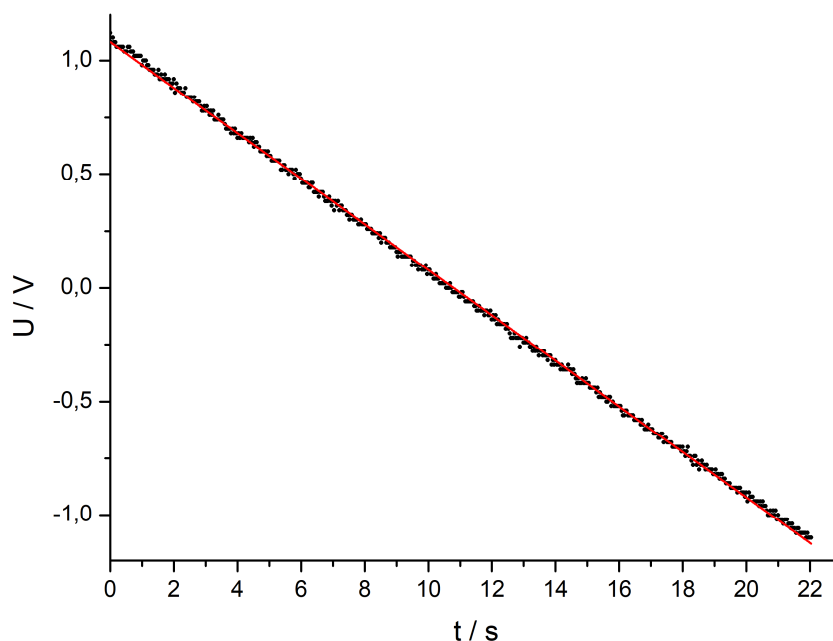


Abbildung 40: Spannungsabfall 2.

Schwarz: Messwerte, Rot: Lineare Anpassung an die Messwerte.

Abbildung 40 zeigt einen zweiten gemessenen Spannungsabfall. Es wurde erneut die Spannung gegen die Zeit aufgetragen. Die erreichten Maxima und Minima entsprechen denen, die durch die Charakteristika des Mikrocontrollers zu erwarten sind. Des Weiteren wurde erneut eine lineare sowie quadratische Anpassung vorgenommen und ein Test nach Mandel durchgeführt [64].

Die Parameter für die lineare Anpassung sind:

Steigung m: $-0,1002 \text{ V/ms}$
Achsenabschnitt b: $1,0812 \text{ V}$
Reststreuung $sy_1 = 0,0152$

Die Parameter für die quadratische Anpassung lauten:

$a = 0,0003 \text{ V/ms}^2$
 $b = -0,1061 \text{ V/ms}$
 $c = 1,1029 \text{ V}$
Reststreuung $sy_2 = 0,049$

Die Prüfgrößen für den Linearitätstest nach Mandel ergeben:

$DS^2 = -1,1916$
 $PW = -496,19$

Es wurde erneut der F-Wert für $\alpha = 99\%$ genutzt. Dadurch, dass der Prüfwert (PW) unterhalb dieser Grenze liegt ist statistisch begründet, dass eine lineare Anpassung der gekrümmten vorzuziehen ist.

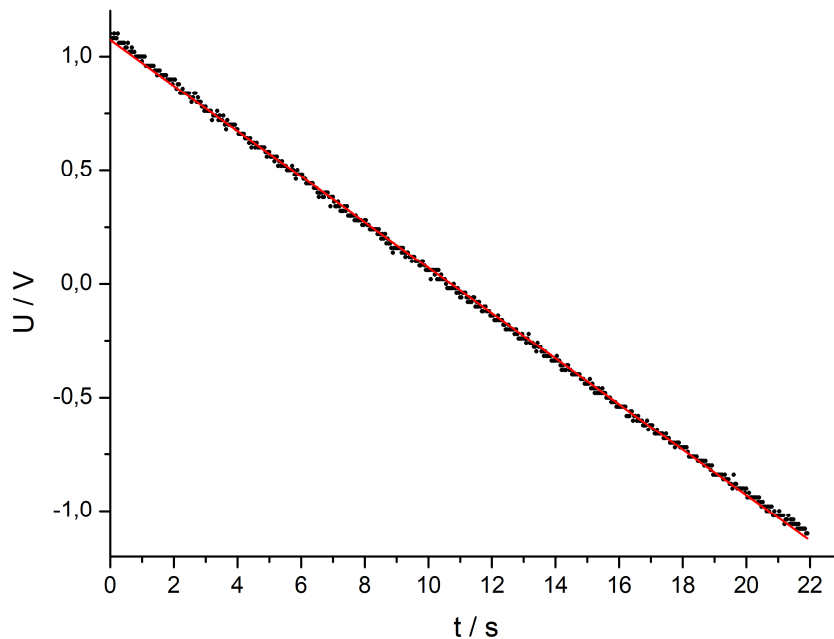


Abbildung 41: Spannungsabfall 3.

Schwarz: Messwerte, Rot: Lineare Anpassung an die Messwerte.

Abbildung 41 zeigt den dritten gemessenen Spannungsabfall. Aufgetragen ist hier wieder die Spannung gegen die Zeit. Auch hier verläuft das Signal zwischen $1,1 \text{ V}$ und $-1,1 \text{ V}$ den Charakteristika des Mikrocontrollers entsprechend. Es wurde in Rot erneut die Gerade für die lineare Anpassung hinzugefügt. Zusätzlich wurden die Parameter für eine Quadratische Anpassung berechnet.

Die Parameter für die lineare Anpassung sind:

Steigung $m = -0,1001 \text{ V/ms}$

Achsenabschnitt $b = 1,0724 \text{ V}$

Reststreuung $s_{y1} = 0,0155$

Die Parameter für die quadratische Anpassung lauten:

$a = 0,0003 \text{ V/ms}^2$

$b = -0,1062 \text{ V/ms}$

$c = 1,0947 \text{ V}$

Reststreuung $s_{y2} = 0,0488$

Die Prüfgrößen für den Linearitätstest nach Mandel ergeben:

$DS^2 = -1,168$

$PW = -490,63$

Auch bei dem dritten Spannungsabfall ist die lineare der quadratischen Anpassung für $\alpha = 0,99$ vorzuziehen, da der Prüfwert (PW) unterhalb des Grenzwertes aus der F-Verteilung liegt.

Da drei unabhängig voneinander aufgenommene Messungen jeweils die Linearität der Dreiecksspannung belegen, ist davon auszugehen, dass der Hochpassfilter ausreichend dimensioniert wurde und die Qualität der Dreiecksspannung für die Aufnahme von Mößbauerspektren hoch genug ist. Sie wird daher im weiteren Verlauf dieser Arbeit genutzt werden.

Da die Linearität der Dreiecksspannung belegt ist, kann die Geschwindigkeitsänderung pro Kanal anhand einer, über eine Referenzsubstanz ermittelten, Maximalgeschwindigkeit linear interpoliert werden. Fehler aufgrund falsch zugeordneter Geschwindigkeiten, die zu Verzerrungen im Spektrum führen, sind nicht zu erwarten. Eine konstante Verzögerung der Spannungseinstellung kann jedoch nicht ausgeschlossen werden. Da eine solche Verzögerung jedoch jeden Geschwindigkeitskanal gleichermaßen betrifft, kann sich eine Verschiebung des Faltpunktes von der Mitte des Spektrums ergeben. Eine Solche Verschiebung kann jedoch ausgeglichen werden (Vgl. Kap.3.7.4).

4.2. Geschwindigkeitskalibrierung

Für die Kalibrierung der Geschwindigkeit wurden mit fünf Unterschiedlichen, möglichst äquidistanten Einstellungen am Drehregler des Verstärkers *MDU-1200* gemessen. Die ADU Ausgabewerte wurden abgelesen und die Maximalgeschwindigkeit aus den Spektren, wie in Kapitel 3.2.2 beschrieben, bestimmt.

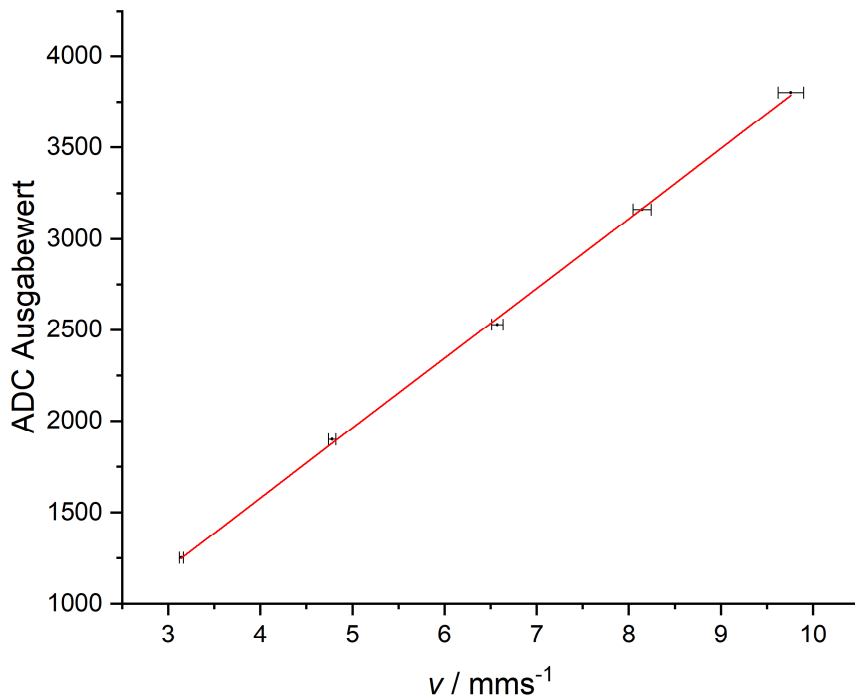


Abbildung 42: Kalibrierungsgerade für die Geschwindigkeit.

Aufgetragen sind auf der Y-Achse die Ausgabewerte des Analog-Digital-Umsetzers und auf der X-Achse die korrespondierende Maximalgeschwindigkeit mit der sich die Quelle bewegt. Schwarz eingezeichnet sind die Messwerte. Die rote Linie stellt die lineare Anpassung mit der Funktion $y = 383,1 \text{ mms}^{-1}x + 46,32$ dar. Zusätzlich wurden die Fehlerbalken für die berechnete Maximalgeschwindigkeit eingezeichnet.

Abbildung 42 zeigt die ermittelte Kalibrierung für Geschwindigkeit. Es wurden auf der Y-Achse der ADU-Ausgabewert, welcher zur maximalen Eingangsspannung proportional ist, und auf der X-Achse die Geschwindigkeit, wie sie anhand der gemessenen Spektren berechnet wurde, aufgetragen. Die Fehlerbalken wurden für die berechneten Maximalgeschwindigkeiten in X-Richtung eingezeichnet. Die Abweichungen sind in Tabelle 5 aufgezeigt. Die Fehler für die Maximalgeschwindigkeit bewegen sich im Bereich von $0,023 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ und $0,138 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$. Damit liegt der maximale Fehler bei 11,4 %. Der ADU-Wert verändert sich kontinuierlich über die Zeit, weswegen der Fehler mit 0,1 % abgeschätzt wurde. Dieser Fehler ist um Faktor zehn kleiner als die Unsicherheit, welche aus der Bestimmung der Maximalgeschwindigkeit resultiert und wird daher als vernachlässigbar angesehen. Die gemessenen ADU-Werte werden somit als wahre Werte angenommen und mit ihnen die Kalibrierung vorgenommen.

Tabelle 5: Messwerte der Kalibrierung.

Messpunkt	1	2	3	4	5
Reglerstellung	6,0	5,0	4,0	3,0	2,0
$dV/Ch / \text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$	$0,038 \pm 0,001$	$0,032 \pm 0$	$0,026 \pm 0$	$0,019 \pm 0$	$0,012 \pm 0$
$V_{\text{max}} / \text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$	$3,143 \pm 0,023$	$4,78 \pm 0,04$	$6,573 \pm 0,061$	$8,143 \pm 0,098$	$9,759 \pm 0,138$
ADU-Wert	1252	1898	2530	3163	3800

Die Tabellenwerte wurden zur Darstellung nach der dritten Nachkommastelle gerundet. Intern wurde für die Kalibrierung mit den präzisen Abweichungen gerechnet. Mit Hilfe der bestimmten Werte wurde eine Regressionsgerade berechnet. Die ermittelten Werte für die Regression sind in Tabelle 6 zu finden.

Tabelle 6: Parameter der linearen Regression der Kalibrierung der Geschwindigkeit.

Parameter	Wert
Steigung b	$383,098 \pm 4,714 \text{ s}\cdot\text{mm}^{-1}$
Achsenabschnitt a	$46,324 \pm 153,157$
Bestimmtheitsmaß r^2	0,9998
Reststreuung s_y	24,747
Kovarianz s_{xy}	2639,30832
Verfahrensstandardabweichung s_{x0}	0,534
Verfahrensvariationskoeffizient V_{x0}	8,245

Die Werte für die Steigung und den Achsenabschnitt wurden in die Konfiguration des Mößbauerkontrollprogramms eingepflegt und können so zukünftig zur Bestimmung der Geschwindigkeit genutzt werden. Die Geradengleichung lautet:

$$y = 383,098 \frac{\text{s}}{\text{mm}} \cdot x + 46,324 \quad 38$$

4.3. Photonendetektion

Im Folgenden werden die Erkennung und Auswertung von Photonen beschrieben. Es wurde dabei mit dem Proportionalitätszählrohr gearbeitet, wie es in Kapitel 3.9. beschrieben wurde. Als Verstärker wurde der Tenelec TC 246 genutzt. Es sollen zunächst die durch Photonen verursachten Spannungsverläufe erläutert werden und dann auf die Auswertung eingegangen werden.

4.3.1. Spannungsverläufe von Photonen

Zunächst wurde der analoge Spannungsverlauf eines Photonenimpulses aufgenommen. Abbildung 43 zeigt diesen Spannungsverlauf über die Zeit.

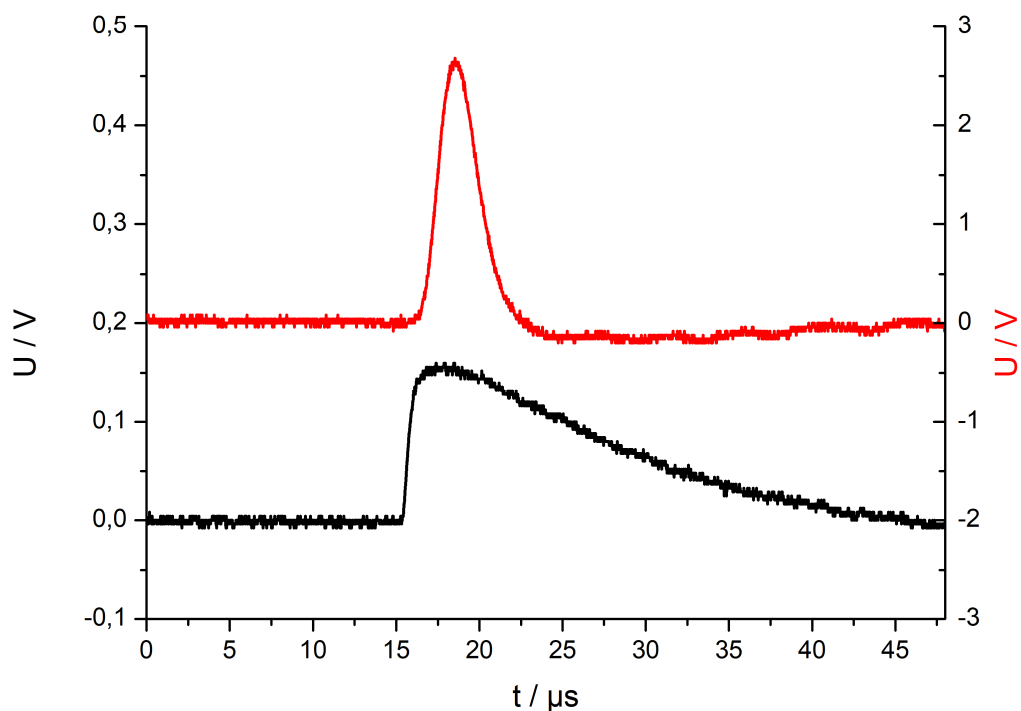


Abbildung 43: Spannungsverlauf eines Photonenimpulses und verstärktes Signal.

Schwarz: Das Signal, das am Detektor gemessen wurde. Rot: verstärktes Signal. Die Y-Achse links gibt die Spannung für das eintreffende Photonensignal an und rechts für das Verstärkte Signal.

Es wurden zwei Messungen gleichzeitig eingezeichnet, wobei beide Messungen unterschiedlich skalierte Y-Achsen haben. In schwarz ist der ursprüngliche Spannungsverlauf gezeigt, welcher durch das Photon im Detektor ausgelöst wurde. Hierzu gehört die linke Skalierung der Y-Achse von -0,1 V bis 0,5 V. Der Spannungsverlauf der am Detektor gemessenen Werte zeigt dabei ab 15 μs einen schnellen Spannungsanstieg auf etwa 0,15 V. Dies liegt an der lawinenartigen Ausbreitung wie sie in Kapitel 2.4.1 beschrieben wurde. Anschließend fällt die Spannung exponentiell ab. Dieser Abfall ist auf die typische Bauweise eines Proportionalitätszählrohres zurückzuführen, welche nachgeschaltet der gasgefüllten Kammer ein RC-Glied haben. Dieses RC-Glied wird durch den

Spannungsimpuls des Zählrohres geladen und dann wieder über den Widerstand entladen wird [35][78]. Nach ca. 45 μs ist die Spannung wieder auf null abgesunken.

Rot in Abbildung 43 abgebildet ist der verstärkte und geformte Spannungsverlauf des Signals, welches am Detektor gemessen wurde, dargestellt. Hierzu gehört die rechte Skalierung der Y-Achse. Es ist zu erkennen, dass die Spannung leicht zeitversetzt zum Ursprungssignal reagiert. Sie steigt dann bis auf ungefähr 2,75 V an und fällt genau so schnell wie sie angestiegen ist auch wieder ab und erreicht schon nach 25 μs wieder 0 V. Die Form ähnelt dabei einer GAUß'schen Glockenkurve. Dieses Verhalten wird durch die internen Operationsverstärker, welche als Integratoren und Differenzierer geschaltet sind erzeugt [71]. Das rote verstärkte und geformte Signal wird dann in die Auswerteeinheit, wie sie in Kapitel 3.3 beschrieben wurde, eingespeist.

4.3.2. Verarbeitung der Impulse

Für den Test der *Sample-* und *Hold-*Stufe, wurde die analoge Antwort der Schaltung mit dem Oszilloskop TDS2024C der Firma Tektronix gemessen.

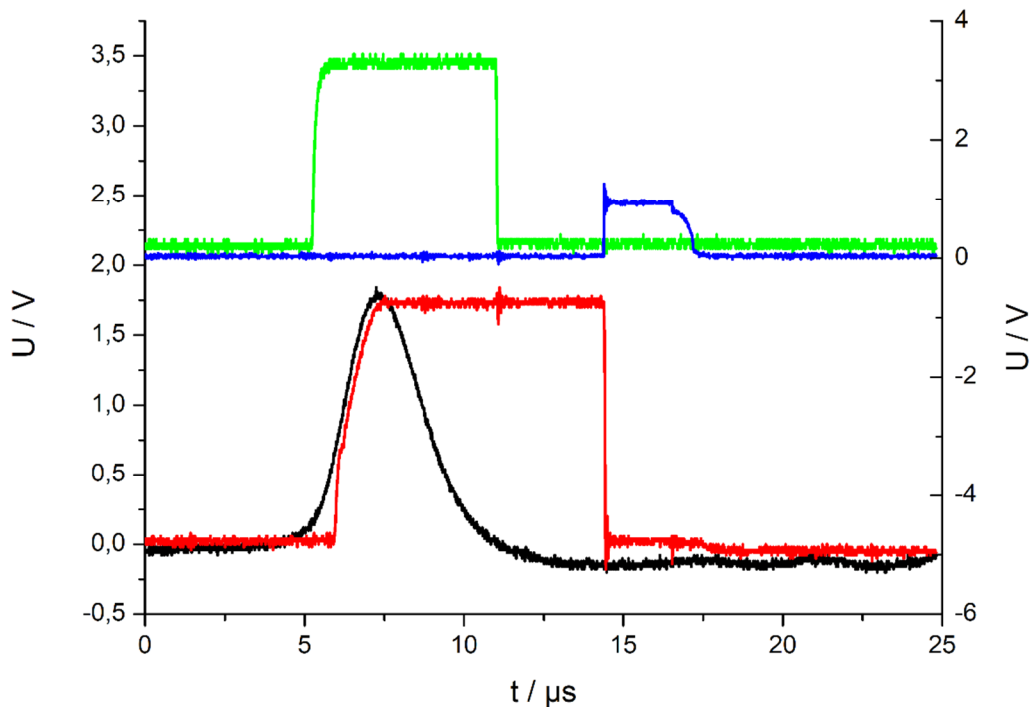


Abbildung 44: Spannungsverläufe eines Photonensignals und Auswertelogiken.

Schwarz: Verstärktes Signal eines eintreffenden Photons, rot: Gehaltener Maximalwert, grün: Trigger Signal, blau: Resetsignal. Die Y-Achse gibt links die Spannung für das Photonensignal und den gehaltenen Maximalwert an und rechts für die Logiksignale. Nicht eingezeichnet ist die Schwellspannung.

In Abbildung 44 wurde das Signal des Verstärkers (schwarz) und die korrespondierende Antwort der *Sample- and Hold-*Schaltung (rot) eingezeichnet. Diese beiden Signale haben ihre Skalierung der Y-Achse auf der linken Seite. In Grün und in blau sind die Schaltlogiken des Komparators (grün) und

des Resetsignals (blau) gezeigt. Die Skalierung für die Y-Achse ist für die letzten beiden Signale auf der rechten Seite zu finden.

Das Sample-Signal (rot) folgt dabei leicht zeitversetzt dem eingespeisten Verstärkersignal. Dies ist über die Verarbeitungsprozesse in den Operationsverstärkern zu erklären. Am Scheitelpunkt des Eingangssignals hält die *Sample*- und *Hold*-Stufe die Maximalspannung konstant, während die Eingangsspannung wieder abfällt. Die Schaltung arbeitet nun im Hold-Modus. Der angeschlossene Mikrocontroller kann die analoge Maximalspannung digitalisieren.

Für die Digitalisierung ist dabei das Signal des Komparators (grün) notwendig. Der Komparator löst dabei aus, wenn das eingespeiste Signal einen bestimmten Wert übersteigt, welcher vorher festgelegt wurde (Vgl. Kap. 3.7.1). Es gibt dem Mikrocontroller an, dass ein Photon detektiert wurde und schaltet im Programm (vgl. Kapitel 3.4.2) den Betriebsmodus für die Auswertung ein. Am Ende der Auswertung wird das Resetsignal (blau) durch den Mikrocontroller geschaltet. Dieses Signal schaltet einen Transistor vom sperrenden Zustand in den leitenden Zustand und entlädt so den Haltekapazitor. Die Haltespannung fällt entsprechend abrupt ab. Nachdem das Resetsignal wieder abgeschaltet wurde ist das System für eine erneute Photonenerkennung bereit.

Die Zeit, welche der Controller für die Auswertung benötigt kann abgelesen werden indem die Zeit von der Auslösung des Komparators bis zum Ende des Resetsignals gemessen wird. Der Komparator löst bei der $5 \mu\text{s}$ aus und das Resetsignal ist bei $17,5 \mu\text{s}$ erneut auf null Volt abgefallen. Das bedeutet, dass die gesamte Auswertzeit $12,5 \mu\text{s}$ in Anspruch nimmt.

4.4. Zweidimensionale Messung von α -Eisen

Für die zweidimensionale Messung von Eisen wurde α -Eisen gemessen. Es wurde das Proportionalitätsrohr verwendet. Die Statistiken der Messung, welche mit den Formeln aus Kapitel 3.7.1 berechnet wurden, sind in Tabelle 7 zu finden.

Tabelle 7: Statistiken zur Messung der α -Eisenfolie mit dem Proportionalitätsrohr.

Die Statistiken wurden aus den gespeicherten Werten nach den Formen aus Kapitel 3.7.1 berechnet.

Parameter	Wert
Messzeit	589.319 s
Photonenereignisse (roh)	$1,342 \cdot 10^{10}$
Photonenereignisse (verarbeitet)	$1,339 \cdot 10^{10}$
Zählrate	$30266,25 \text{ s}^{-1}$
Totzeit pro Photonenergebnis	$10,85 \mu\text{s}$
Fehlerrate	0,2 %

Es wurden 589.319 s gemessen. Dies entspricht 6 Tagen und 20 Stunden. Dabei wurden $1,342 \cdot 10^{10}$ Photonenergebnisse registriert. Die Zählrate betrug $30.266,25 \cdot \text{s}^{-1}$. Die Totzeit nach Messung beträgt $10,85 \mu\text{s}$. Der, durch die Messung mit dem Oszilloskop zu erwartende Wert beträgt $12,5 \mu\text{s}$. Es ist somit eine Abweichung zwischen den Messungen festzustellen, welche auf Basis der Verarbeitung im Mikrocontroller zu erklären ist. Die Totzeit kann technisch bedingt nur innerhalb der Messung, also nach Registrierung des Photonenergebnisses, gemessen werden. Das bedeutet, dass die Zeit zwischen Auslösung des Komparators und der eigentlichen Auslösungen der Messung unberücksichtigt bleibt. Hier können entsprechende Abweichungen entstehen. Die Fehlerrate von 0,2 % entspricht der Erwartung, so wie sie in Kapitel 3.6.2 bereits erläutert wurden.

4.4.1. Dreidimensionale Auswertung der Ergebnisse

Die Messergebnisse aus der zweidimensionalen Messung von α -Eisen wurden pseudodreidimensional aufgetragen. Diese Auftragung ist in Abbildung 45 zu erkennen.

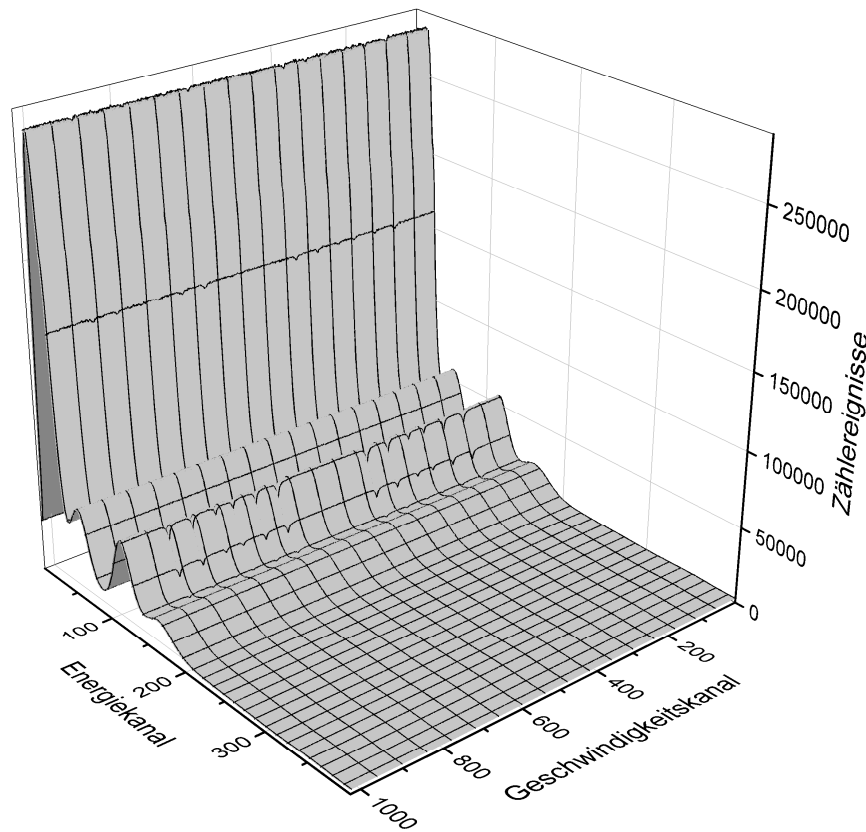


Abbildung 45: Pseudodreidimensionale Auftragung einer zweidimensionalen Messung von α -Eisen. Aufgetragen wurden auf der X-Achse der Energiekanal, auf der Y-Achse der Geschwindigkeitskanal und auf der Z-Achse die Zählerwerte.

Es wurden auf der X-Achse die Energiekanäle unkalibriert aufgetragen. Die Energiekanäle sind dabei die Stufen, welche der Analog-Digital-Umsetzer zur Verfügung stellt. Die Auflösung des SAM3X Mikrocontrollers beträgt 10 Bit, also 1024 Stufen [56]. Die Auftragung wurde bei 400 Kanälen abgeschnitten, um eine bessere Visualisierung der 14,41 keV Linie zu ermöglichen. Auf der Y-Achse aufgetragen sind die, wiederum unkalibrierten, Geschwindigkeitskanäle. Eine Kalibrierung auf absolute Geschwindigkeiten wird in den folgenden Kapiteln vorgenommen. Auf der Z-Achse aufgetragen sind die jeweiligen Zählerwerte für die Paare Energiekanal und Geschwindigkeitskanal. Wird aus Richtung der X-Achse auf das Spektrum geblickt, so lässt sich qualitativ das Energiespektrum ausmachen. Dies ist zu erwarten, da das Energiespektrum der Quelle das Histogramm der Zählerwerte jedes einzelnen Energiekanals darstellt. Zu sehen im Spektrum ist jedoch nur ein Geschwindigkeitskanal, da für jeden Geschwindigkeitskanal ein eigenes Energiespektrum aufgenommen wird. Eine Aufsummierung über alle Geschwindigkeitskanäle ist daher noch nötig.

Wird aus Richtung der Y-Achse und damit der Geschwindigkeitskanäle auf das Spektrum geblickt, so ist an dem Signal, welcher ungefähr bei Energiekanal 100 liegt die Resonanz und damit das Mößbauerspektrum zu erkennen. Dabei ist wieder zu beachten, dass einzelne Energiekanäle aufgetragen sind, sodass erneut eine Aufsummierung stattfinden muss. Im Gegensatz zum Energiespektrum muss hier jedoch darauf geachtet werden, dass der richtige Energiebereich ausgewählt wird.

In den folgenden Unterkapiteln sollen die gewonnenen Daten detailliert ausgewertet werden.

4.4.2. Kalibrierung der Energie

Für die Kalibrierung der Energie wurden die zweidimensionalen Daten in der Weise bearbeitet, dass die Energiespektren aller Geschwindigkeitskanäle aufsummiert wurden.

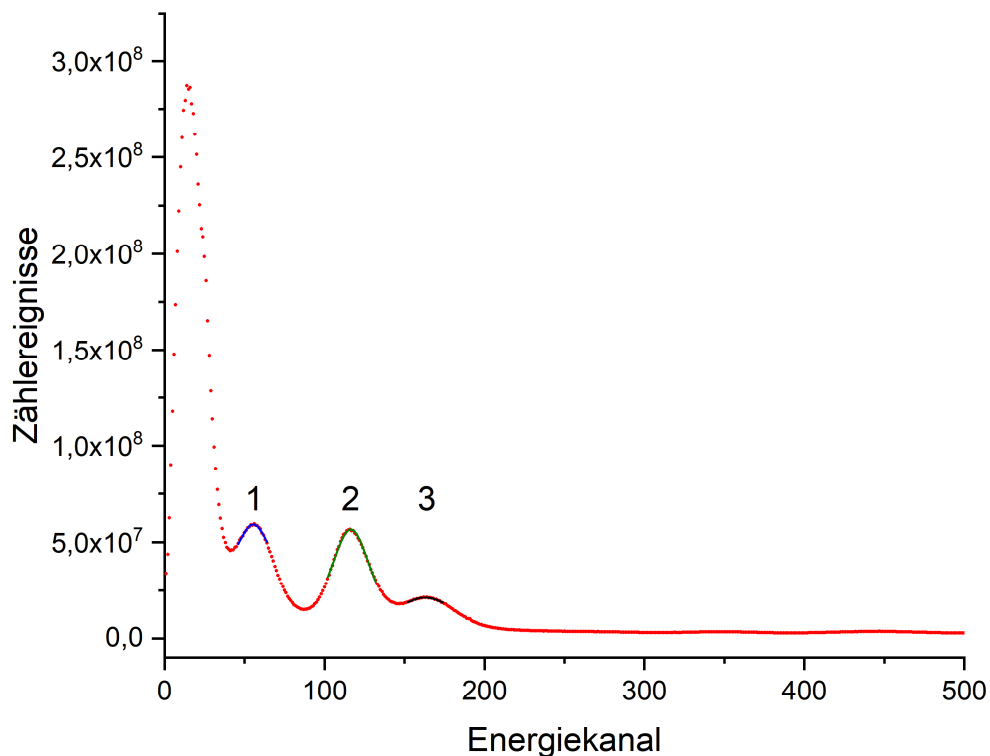


Abbildung 46: Energiespektrum generiert aus der zweidimensionalen Messung von α -Eisen.

Aufgetragen wurden die Counts gegen die Energiekanäle. Die gefundenen Peaks wurden nummeriert. Es wurden Anpassungen an die Peaks vorgenommen und mit Nummern versehen.

Abbildung 46 zeigt die Auftragung des Energiespektrums. Es wurden die Zählerwerte gegen die unkalibrierten Energiekanäle aufgetragen. Das Energiespektrum wurde bei Kanal 500 abgeschnitten um eine bessere Visualisierung im vorderen Bereich zu ermöglichen. In der Grafik wurden drei Peaks gefunden und nummeriert. Zusätzlich wurden an die gefundenen Signale Anpassungen mit Hilfe der LORENTZ-Funktion vorgenommen. Die Maximalstellen der Signale sind in Tabelle 8 angegeben.

Tabelle 8: Maximalstellen der Anpassungen für das Energiespektrum von α -Eisen.

Es wurden Anpassungen mit Hilfe der Lorentz-Funktion gemacht. Die Maximalstellen wurden berechnet und sind als x_{\max} angegeben. Die Verhältnisse X/X_2 wurden auf das Signal mit bekannter Resonanz (Signal 2) berechnet.

Signal	X_{\max}	X/X_2	E / keV
1	55,39	0,48	7,05 ($K_{\beta 1}$)
2	116,4	1	14,41
3	162,88	1,4	20,81 (Summe)

Bei dem Versuch der Zuordnung der Signale nach den Kriterien aus Kapitel 3.8 konnte nur für einen Signal eine Resonanz gefunden werden. Diese wurde der 14,41 keV Linie zugeordnet. Bei Signal eins und Signal drei war keine Resonanz zu finden. Relativ zum 14,41 keV Peak ist bei Kanal 162,88 ein weiterer Peak aufgetreten. Dieser wurde der Summation aus 6,4 keV und 14,41 keV zugeordnet. Das Maximum bei Kanal 55,39 wurde der $K_{\beta 1}$ Linie zugeordnet. Die Signale entsprechend dabei den zu erwartenden Abständen zwischen den Energien. Aus diesen Punkten wurde entsprechend die X-Achse des Energiespektrums kalibriert.

Die Geradengleichung für die Kalibrierung lautet:

$$y = 0,128 \text{ keV} \cdot x - 0,149 \text{ keV}$$

39

4.4.3. Spektren

Das Mößbauerspektrum wurde aus einem Teil des gesamten zweidimensionalen Spektrums generiert.

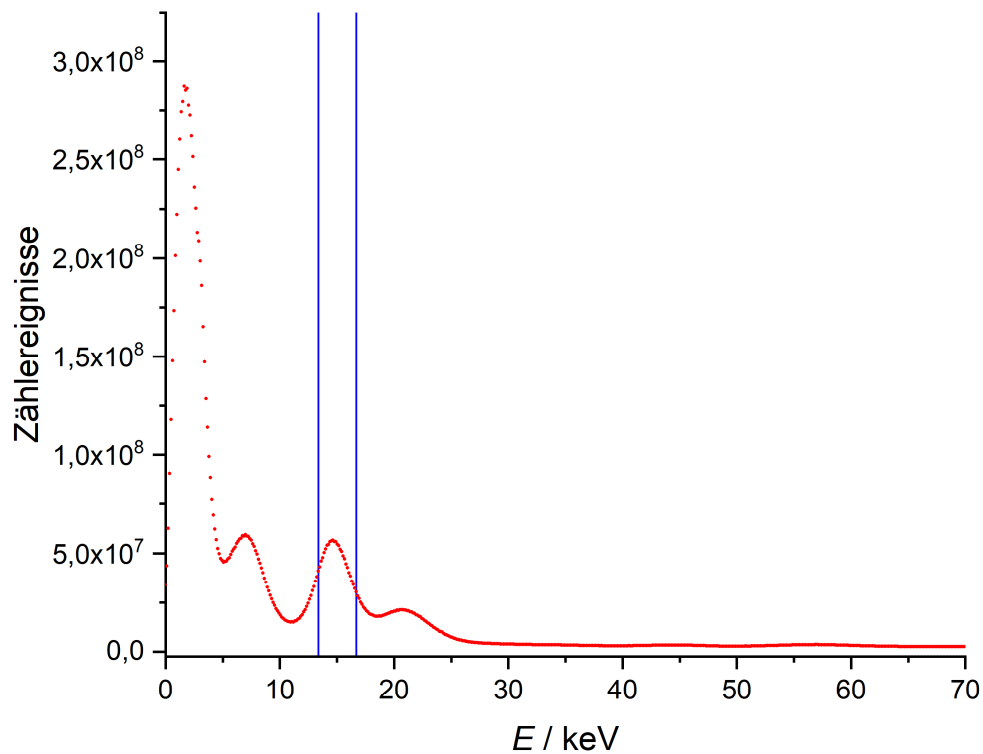


Abbildung 47: Energiespektrum der zweidimensionalen Messung von α -Eisen (energiekalibriert). Die X-Achse wurde anhand der Gleichung 39 kalibriert. Es wurden Marker eingefügt, zwischen denen das Mößbauerspektrum berechnet wurde.

Abbildung 47 zeigt das energiekalibrierte Spektrum der zweidimensionalen Messung von α -Eisen. Im Energiefenster von 13,38 keV bis 16,7 keV wurde das Mößbauerspektrum anhand des Algorithmus aus Kapitel 3.7.3 berechnet.

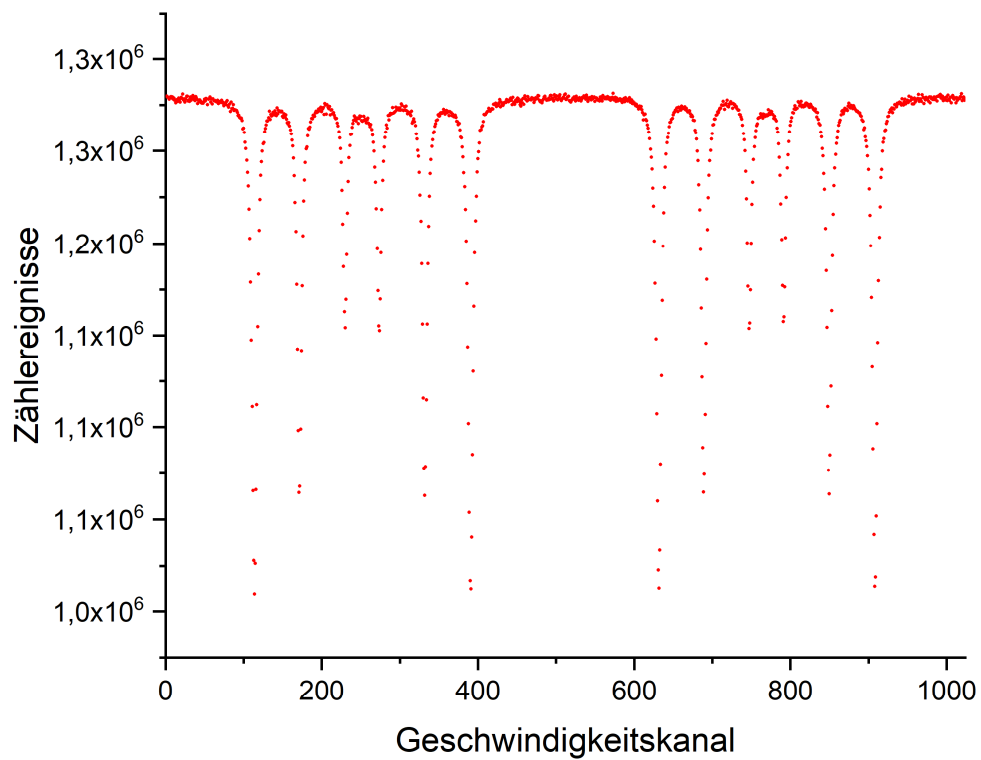


Abbildung 48: Mößbauerspektrum generiert aus der zweidimensionalen Messung von α -Eisen.
 Aufgetragen wurde der Energiebereich 13,38 keV und 16,7 keV (Energiekanäle 106-132).

Abbildung 48 zeigt das Mößbauerspektrum, welches im Energiebereich 13,38 keV bis 16,7 keV bestimmt wurde. Das Spektrum ist noch ungefalted und die X-Achse wurde noch nicht auf die absolute Geschwindigkeit der Quelle kalibriert. Mit Hilfe der Faltroutine aus dem Programm Mößbauercontrol wurde das Spektrum zunächst gefaltet.

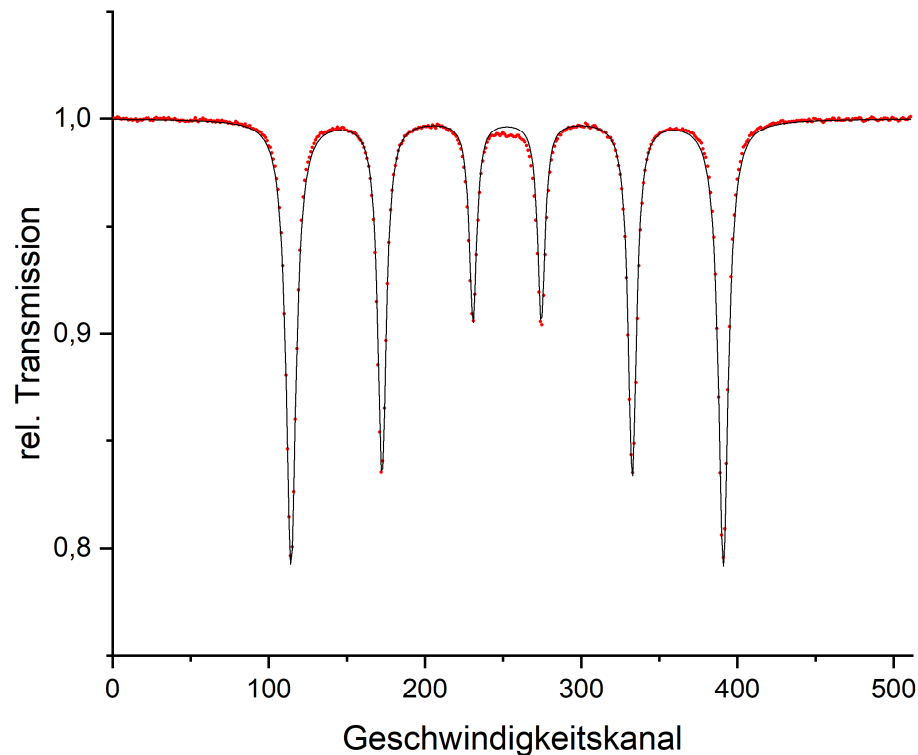


Abbildung 49: Gefaltetes Mößbauerspektrum der Messung von α -Eisen.

Das Spektrum wurde auf einen Hintergrund von 2557710 Ct normiert, welcher durch das Programm *Recoil* berechnet wurde. Es wurde markiert: Rot: Messpunkte nach der Faltung. Schwarz: Anpassungsrechnung mittels LORENTZ-Funktion.

Abbildung 49 zeigt das gefaltete Mößbauerspektrum aus dem Energiebereich 13,38 keV und 16,7 keV. Es wurde zusätzlich auf den Hintergrund von 2.557.710 Ct normiert, welcher durch das Programm *Recoil* bestimmt wurde. Aufgrund der Faltung sind noch 512 Geschwindigkeitskanäle vorhanden. Zu erkennen sind 6 Intensitätsminima. Diese Minima wurden mit Hilfe der LORENTZ-Funktion angepasst und von links nach rechts nummeriert. Die bestimmten Positionen sind in Tabelle 9 zu finden.

Tabelle 9: Minimalstellen der Peaks der Messung von α -Eisen.

Kanalwerte der Minimalstellen der in Abbildung 49 gezeigten Anpassung. Zusätzlich wurde der Fehler der Anpassung angegeben.

	Signal 1	Signal 2	Signal 3	Signal 4	Signal 5	Signal 6
Kanal	114,29	172,32	230,71	274,47	332,87	390,97
	$\pm 0,01$	$\pm 0,01$	$\pm 0,02$	$\pm 0,02$	$\pm 0,01$	$\pm 0,01$

Tabelle 10: Parameter für die Anpassung und Kalibrierung der Geschwindigkeit.

Es wurden die Maximalstellen der Lorentz-Anpassungen genutzt und die Differenz gebildet. Der Geschwindigkeitsschritt dV/Ch wurde mit den bekannten Parametern für α -Eisen berechnet. Aus dem Geschwindigkeitsschritt wurde die maximale Geschwindigkeit am höchsten Kanal nach der Faltung (511) berechnet [3].

Signale	Differenz	V / mm·s⁻¹	dV/Ch / mm·s⁻¹
1→6	271,93	10,657	0,039
2→5	159,31	6,167	0,039
3→4	40,72	1,677	0,041

Aus den gefundenen Maxima wurden Differenzen berechnet um die Kalibrierung der Geschwindigkeit durchzuführen.

Tabelle 10 zeigt die entsprechenden Parameter. Aus den drei Differenzen wurde der Mittelwert für die Geschwindigkeitsänderung für einen Kanal berechnet, welcher mit 511 multipliziert den positiven Maximalwert für die Geschwindigkeit ergibt. Dieser Maximalwert beträgt $10,14 \text{ mms}^{-1}$.

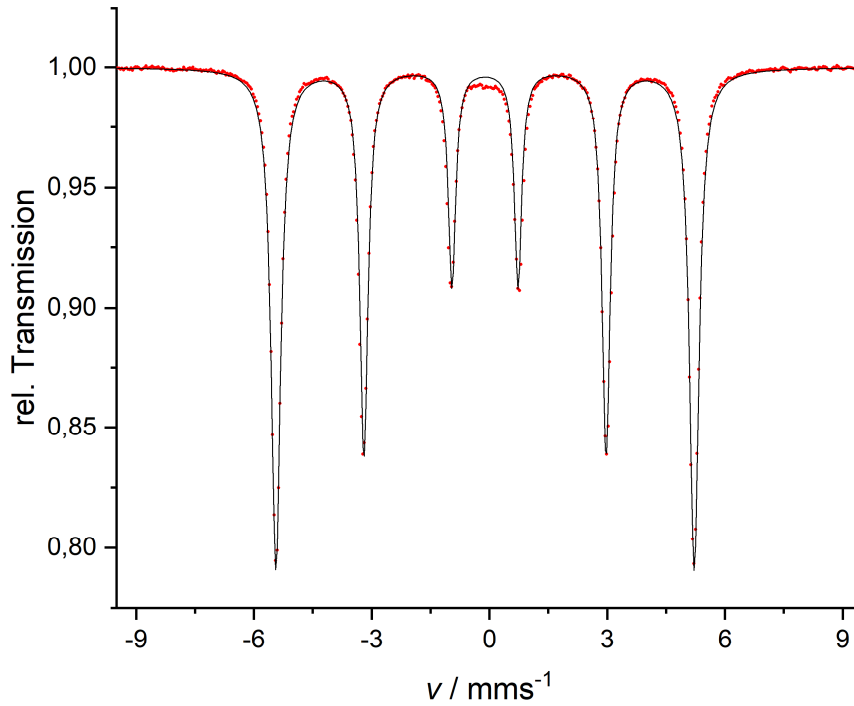


Abbildung 50: Gefaltetes Spektrum der Messung von α -Eisen mit kalibrierter Geschwindigkeit.

Das Spektrum wurde auf einen Hintergrund von 2557710 Ct normiert und die X-Achse auf die Geschwindigkeit der Quelle skaliert. Der Hintergrund wurde mit dem Programm *Recoil* berechnet. Es wurde rot markiert: Messpunkte nach der Faltung. Schwarz: Anpassungsrechnung mittels LORENTZ-Funktion.

Abbildung 50 zeigt das gefaltete und auf die Geschwindigkeit kalibrierte Mößbauerspektrum. Die X-Achse des Spektrums wurde entsprechend der ermittelten Maximalgeschwindigkeit kalibriert und das auf einen Hintergrund von 2.557.710 Ct normierte Spektrum aufgetragen. Der Hintergrund wurde mit dem Programm *Recoil* berechnet. Zusätzlich wurde eine Anpassung mit Hilfe der LORENTZ-Funktion vorgenommen und eingezeichnet. Da die Signale aus der Messung als Referenz für die Geschwindigkeit genommen wurden, sind Aussagen über das Magnetfeld am Kern nicht möglich. Es zeigt sich jedoch, dass die Signale mit einer Linienbreite von $0,13 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ im Bereich der zu erwartenden Linienbreite liegt [79][80]. Zusätzlich wurde im Bereich um $0 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ eine Abweichung zur Anpassung gefunden, welche durch eine weitere Absorption verursacht wird, die ein Dublett darstellt. Es wird davon ausgegangen, dass es sich bei dieser Abweichung um die Oxidspuren am Referenzabsorber handelt, welche an der Probe zu erkennen waren (Vgl. Abbildung 30).

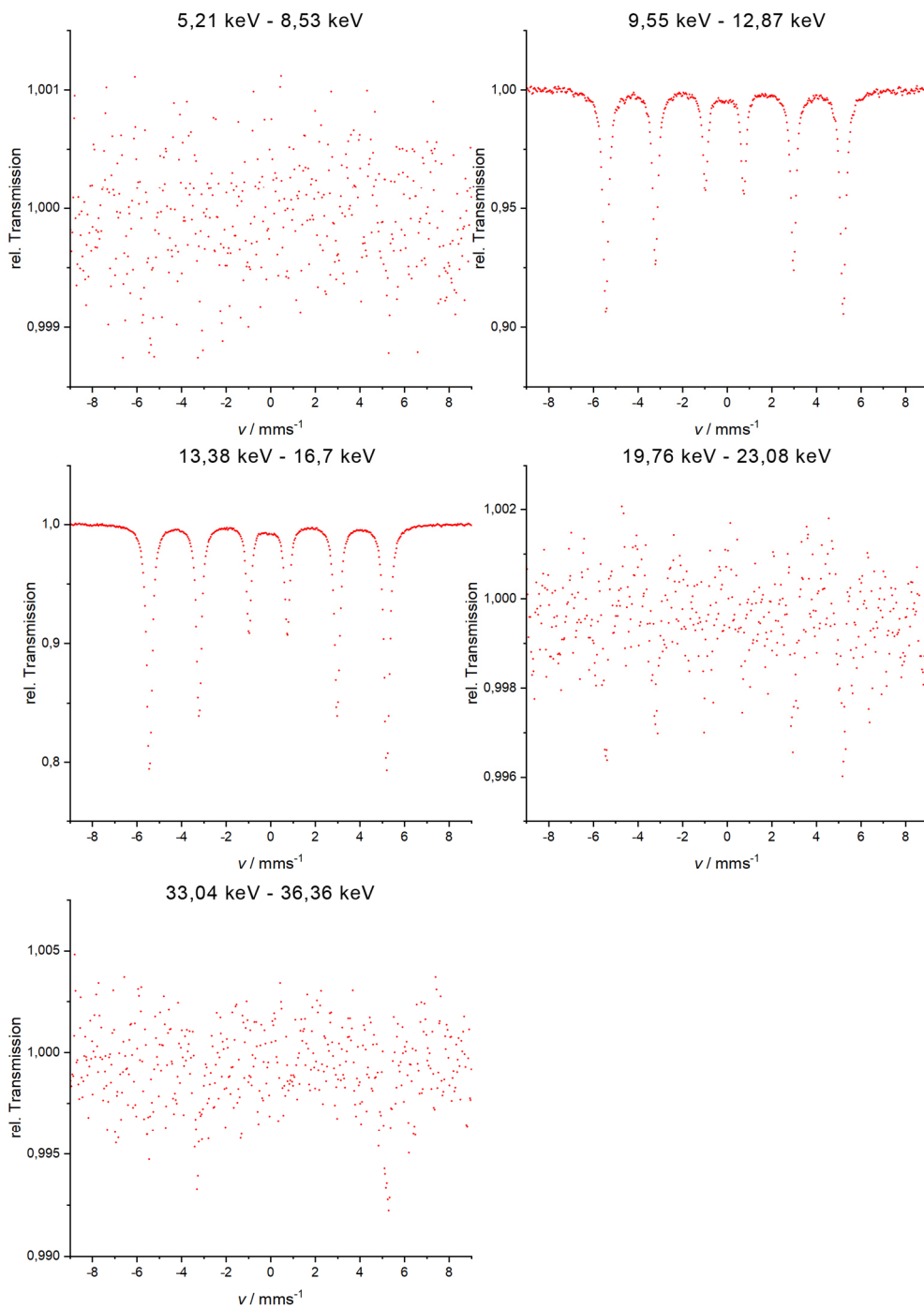


Abbildung 51: Spektren von α -Eisen in verschiedenen Energiebereichen.

Abbildung 51 zeigt integrierte Spektren bei verschiedenen Energiebereichen. Die Spektren wurden alle auf die Hintergründe normiert, welche mit dem Programm *Recoil* bestimmt wurden. Zusätzlich wurde mit Hilfe der gefunden Parameter für die Geschwindigkeit die X-Achse auf die Geschwindigkeit kalibriert. Zu erkennen ist, dass zunächst im Bereich 5,21 – 8,53 keV keine Resonanz zu finden ist. Hier wäre das Spektrum der 6,41 keV Line zu erwarten. Eine Erklärung für das Fehlen des Spektrums ist, dass die Messparameter nicht präzise genug gewählt worden sind. Außerdem könnte die Energieauflösung des Proportionalitätszählrohres nicht hochgenug sein, sodass eine Überlappung mit der 7,05 keV Line der $K_{\beta 1}$ -Röntgenstrahlung vorliegt. Als Folge ist das Spektrum vom Rauschen überlagert. Daher ist das Spektrum nur vom Hintergrundrauschen bestimmt. Im Bereich 9,55 – 12,87 keV ergibt sich eine Resonanz und damit ein Spektrum, die Absorption ist mit 10 % jedoch für diese Referenzsubstanz noch nicht im optimalen Bereich. Zusätzlich ist in der Grundlinie noch ein starkes Rauschen zu erkennen. Im Bereich 13,38 – 16,7 keV befindet sich die Hauptresonanz. Dies ist an der Absorption von über 20 % zu erkennen. Zusätzlich ist weniger Rauschen in der Grundlinie zu erkennen. Im folgenden Bereich 19,76 – 23,08 keV läuft die Resonanz wieder aus und das Spektrum verschwindet erneut im Hintergrundrauschen. Bis im Energiebereich 33,04 – 36,36 keV die Resonanz nicht mehr vorhanden ist. Etwaige Absorptionen in diesem Bereich sind durch Einstreuungen zu erklären.

4.5. Messungen mit dem Si-PIN-Detektor

Die Ergebnisse der Messungen mit dem Si-PIN-Detektor werden in den folgenden Kapiteln behandelt. Es wurden zunächst Referenzmessungen mit α -Eisen vorgenommen. Anhand dieser Messungen wurde in den folgenden Abschnitten die Geschwindigkeitskalibrierung vorgenommen. Zusätzlich wurde V2A-Stahl analysiert. Beide Stoffe waren in Folienform vorhanden. Abschließend wurden beide Folien übereinandergelegt und untersucht. Mit diesen Messungen sollten mögliche Schichtdickeneffekte bestimmt werden.

4.5.1. Referenzmessung mit α -Eisen

Mit Hilfe des Si-PIN-Detektors des *MIMOS II* wurde zunächst eine zweidimensionale Messung einer Folie aus α -Eisen angefertigt. Die Probe wurde gegen ^{57}Co in Rhodiummatrix gemessen. Die Statistiken der Messung wurden mit den Gleichungen aus Kapitel 3.7.1 berechnet und sind in Tabelle 11 zu finden.

Tabelle 11: Statistiken zur Messung der α -Eisenfolie.

Die Statistiken wurden aus den gespeicherten Werten nach den Formen aus Kapitel 3.7.1 berechnet.

Parameter	Wert
Messzeit	8819 s
Photonenereignisse (roh)	$1,464 \cdot 10^8$
Photonenereignisse (verarbeitet)	$1,461 \cdot 10^8$
Zählrate	$20240,98 \text{ s}^{-1}$
Totzeit pro Photonenergebnis	$10,82 \mu\text{s}$
Fehlerrate	0,2 %

Es wurde mit einer Zählrate von $20.240,98 \text{ s}^{-1}$ gemessen. Die Fehlerrate von 0,2 % entspricht dem Wert, welcher durch die vorgenommene Programmierung zu erwartet wurde.

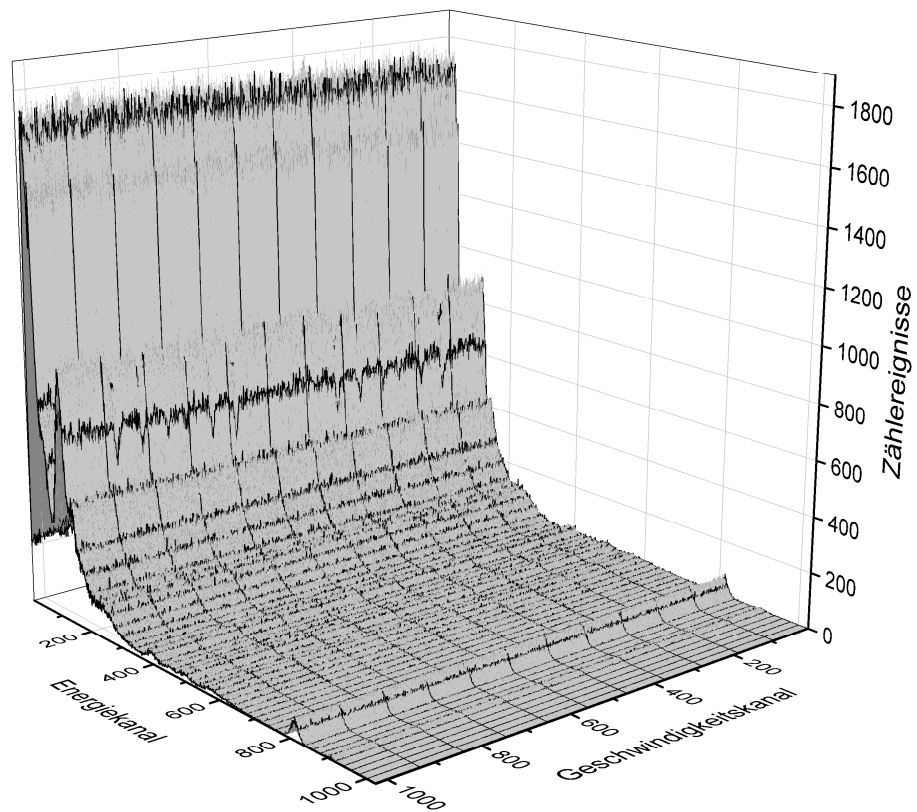


Abbildung 52: Pseudodreidimensionale Auftragung der Messung von α -Fe mit dem Si-PIN-Detektor.

Abbildung 52 zeigt die aufgetragenen Rohdaten der Messung der in Kapitel 3.9.3 erläuterten Analyse. Auf der X-Achse wurden die Energiekanäle und auf der Y-Achse der Geschwindigkeitskanal aufgetragen. Auf der Z-Achse wurden die mit dem Paar Energiekanal/Geschwindigkeitskanal korrespondierenden Zählerwerte eingezeichnet. Es lässt sich um den Bereich des Energiekanals 100 bereits das Spektrum von α -Eisen ausmachen. Das Energiespektrum wurde durch Summation der Zählerwerte der einzelnen Geschwindigkeitskanäle gebildet, um eine präzisere Auswahl der entsprechenden Kanäle zu ermöglichen.

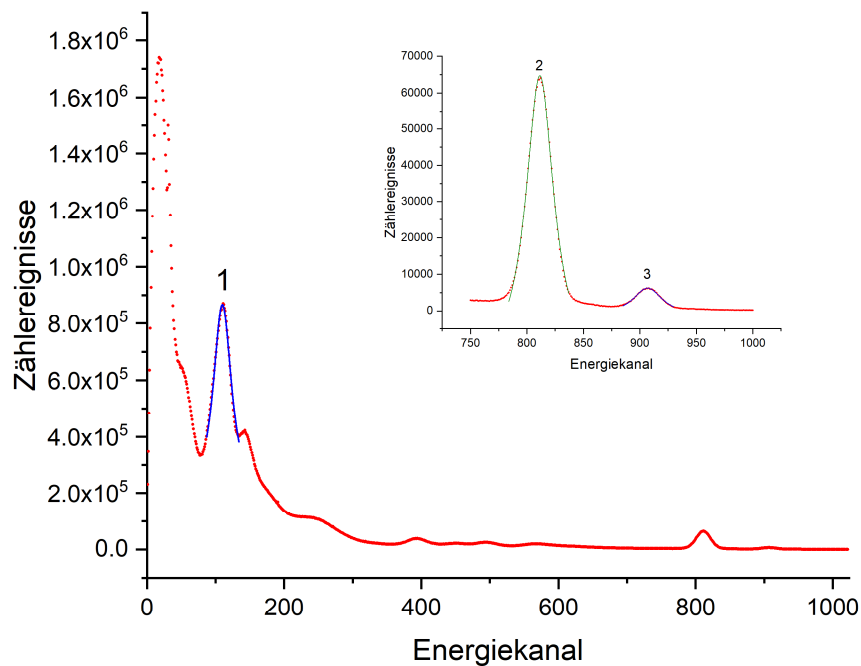


Abbildung 53: Energiespektrum der zweidimensionalen Messung von α -Eisen.

Es wurde der Bereich von Energiekanal 750 bis 1000 vergrößert eingezeichnet. Zusätzlich wurden die Anpassungen vorgenommen und nummeriert.

Abbildung 53 zeigt das aufsummierte Energiespektrum. Zusätzlich wurde das Spektrum von Energiekanal 750 bis Energiekanal 1000 zur besseren Visualisierung vergrößert. Für die interne Kalibrierung der Energiekanäle auf die absolute Energie wurden Nummerierungen für die Signale eingefügt, für welche ein Energiewert anhand der Kriterien aus Kapitel 3.8 identifiziert werden konnte. Signal eins zeigt eine Resonanz. Die abgebildete Resonanz ist als Mößbauerspektrum in Abbildung 55 zu finden. Die Peaks zwei und drei wurden anhand ihrer relativen Position und ihrer Höhen und der damit einhergehenden Übergangswahrscheinlichkeiten identifiziert. Das Signal drei besitzt dabei eine zehnmal geringere Übergangswahrscheinlichkeit als das Signal zwei. Dies entspricht den Werten, die anhand des Zerfallsschemas für ^{57}Co zu erwarten sind. Daher wurde Signal zwei der 122,06 keV Linie zugeordnet und Signal drei der 136,47 keV Linie. Etwaige Unterschiede zum Erwartungswert sind mit der Photoneneffizienz des Si-PIN-Detektors in den Messbereichen zu erklären. So liegt die Effizienz bei 100 keV noch bei Faktor 0,01 im Vergleich zum Energiebereich um 10 keV [81].

Die identifizierten Signale wurden mit Hilfe der LORENTZ-Funktion angepasst. Die Daten für die Zuordnung sind in Tabelle 12 zu finden.

Tabelle 12: Zuordnung der Peaks zu Energien.

Die Anpassungsdaten für die Maximalstelle und Maximalwert wurden eingetragen. Das Verhältnis der Signale auf des höchsten Signal (Signal 1) wurde berechnet. Die Zuordnung zu Energien wurde mit Hilfe der Kriterien aus Kapitel 3.8 erstellt [75].

Peaknummer	X_{\max}	Y_{\max}	Y/Y_1	X/X_1	E / keV
1	109,88	866816,22	1	1	14,41
2	811,45	64738,13	0,07	7,38	122,06
3	906,83	6253,11	0,007	8,25	136,47

Aus den Zuordnungen wurde eine Kalibrierungsgerade für das Spektrum berechnet.

Steigung $m = 0,153 \text{ keV} \cdot \text{Ch}^{-1}$

Achsenabschnitt $b = -2,42 \text{ keV}$

Korrelationskoeffizient $r^2 = 0,99999$

Anhand dieser Daten wurde Das Energiespektrum erneut aufgetragen.

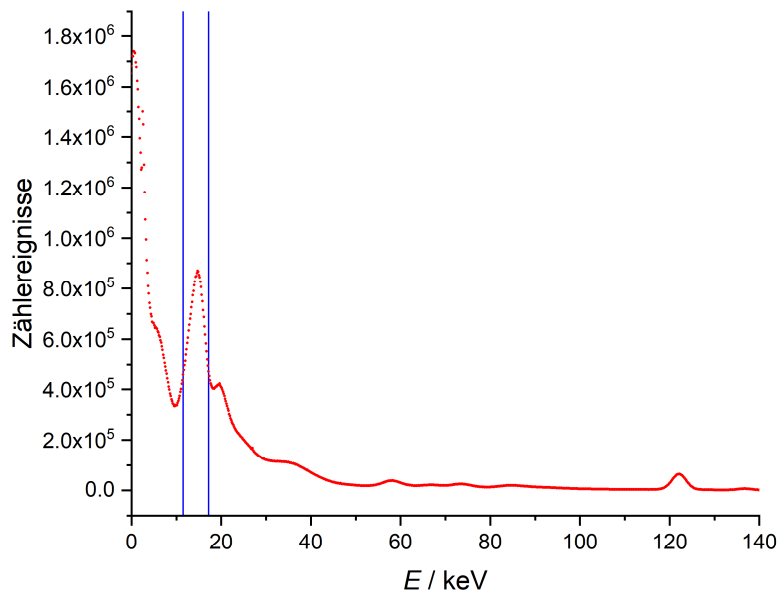


Abbildung 54: Energiespektrum der Messung von α -Eisen intern kalibriert.

Es wurde zusätzlich der Bereich eingezeichnet aus welchem ein Mößbauerspektrum generiert wurde. Dieser liegt zwischen 11,5 keV und 17,2 keV. Dies entspricht den Kanälen 91 – 128.

Abbildung 54 zeigt das kalibrierte Energiespektrum. Es wurde zusätzlich der Bereich eingezeichnet, in welchem das Mößbauerspektrum generiert wurde. Die Generierung des Mößbauerspektrums wurde wie in Kapitel 3.7.3 beschrieben. Es wurde anhand des Algorithmus aus Kapitel 3.7.4 gefaltet. Die Kalibrierung auf die Geschwindigkeit wurde bereits in Kapitel 4.4 erwähnt nach Kapitel 3.2.2 vorgenommen. Das Spektrum ist in Abbildung 55 zu sehen. Die Daten für die Maximalstellen sind in Tabelle 13 zu finden. Lokale Maximalstellen im Bereich von 60 keV sind auf *Escape* Linien zurückzuführen [82]. Es wurde eine Maximalgeschwindigkeit von 10,14 mm·s⁻¹ anhand der Formeln aus Kapitel 3.2.2 berechnet.

Tabelle 13: Parameter für die Anpassung und Kalibrierung der Geschwindigkeit.

Es wurden die Maximalstellen der Lorentz-Anpassungen genutzt und die Differenz gebildet. Der Geschwindigkeitsschritt dV/Ch wurde mit den bekannten Parametern für α -Eisen berechnet. Aus dem Geschwindigkeitsschritt wurde die Maximale Geschwindigkeit am höchsten Kanal nach der Faltung (511) berechnet [3].

Signale	Differenz	$v /$ $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$	$dV/Ch /$ $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$
1→6	271,93	10,657	0,039
2→5	159,31	6,167	0,039
3→4	40,72	1,677	0,041

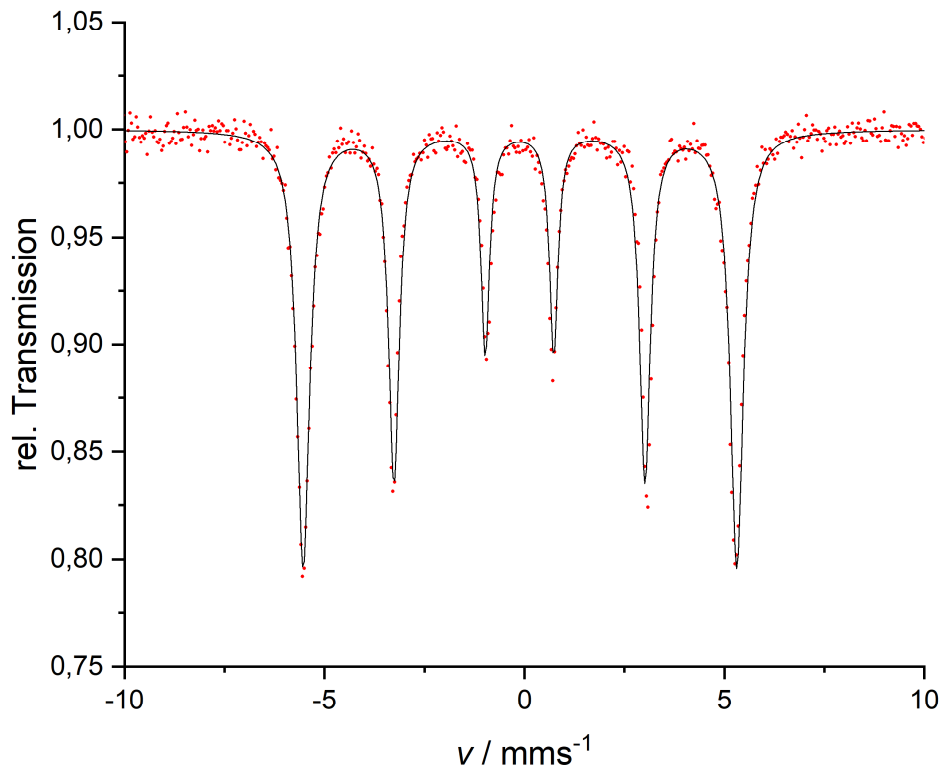


Abbildung 55: MÖSSBAUER-Spektrum der Referenzmessung α -Eisen.

Dargestellt ist das gegen einen Hintergrund von 52091 Ct normierte, geschwindigkeitskalibrierte Spektrum. Es wurden mit Hilfe des Programms *Recoil* der Hintergrund bestimmt und die Messungen mit der LORENTZ-Funktion angepasst.

Abbildung 55 zeigt das kalibrierte und normierte Spektrum von α -Eisen, welches aus $2,6 \cdot 10^7$ Photonenereignissen generiert wurde. Es wurde die Geschwindigkeit gegen die relative Absorption aufgetragen, wobei gegen einen Hintergrund von 52.091 normiert wurde. Zusätzlich wurde die Anpassungskurve für das Spektrum eingezeichnet. Es wurden keine Anzeichen für weitere Eisenspezies als das Sextett gefunden. Es kann also ausgeschlossen werden, dass die auf Abbildung 33 zu sehenden Oxidspuren mitanalysiert wurden. Daher wurde auch nur eine Anpassung für ein Sextett vorgenommen. Die Parameter für die Anpassung sind im Folgenden zu finden.

Tabelle 14: Parameter der Anpassung aus der Messung von α -Eisen.
Die Daten wurden mit dem Programm *Recoil* angepasst.

Parameter	Wert
Isomerieverschiebung δ	-0,118 mm·s ⁻¹
Quadrupolaufspaltung ΔE_q	0,007 mm·s ⁻¹
Magnetische Aufspaltung ΔE_M	33,622 T

Die Parameter der Anpassung entsprechen den Erwartungswerten [83][84]. Für die Isomerieverschiebung ist ein Wert von 0,1209 mm·s⁻¹ zu erwarten. Für die magnetische Aufspaltung ist ein Wert von 33 T für α -Eisen zu erwarten [3]. Entsprechend dieser Ergebnisse kann rückgeschlossen werden, dass die eingesetzte Folie für die weiteren Versuche verwendet werden kann.

4.5.2. Referenzmessung mit V2A-Stahl

Es wurde eine Referenzmessung der V2A-Folie wie in Kapitel 3.9.4 beschrieben angefertigt. Als Detektor diente erneut der Si-PIN-Detektor des *MIMOS II*. Als Quelle wurde ⁵⁷Co in einer Rhodiummatrix verwendet. Tabelle 15 zeigt die Statistiken der Messung, die mit den Formeln aus Kapitel 3.7.1 berechnet wurden:

Tabelle 15: Statistiken zur Messung der V2A-Stahlfolie.
Die Statistiken wurden aus den gespeicherten Werten nach den Formen aus Kapitel 3.7.1 berechnet.

Parameter	Wert
Messzeit	8534 s
Photonenereignisse (roh)	1,285·10 ⁸
Photonenereignisse (verarbeitet)	1,282 ·10 ⁸
Zählrate	17992,88 s ⁻¹
Totzeit pro Photonenergebnis	10,82 μ s
Fehlerrate	0,2 %

Die Statistiken für Totzeit, und Fehlerrate liegen im Bereich dessen, was für die Messung zu erwarten ist.

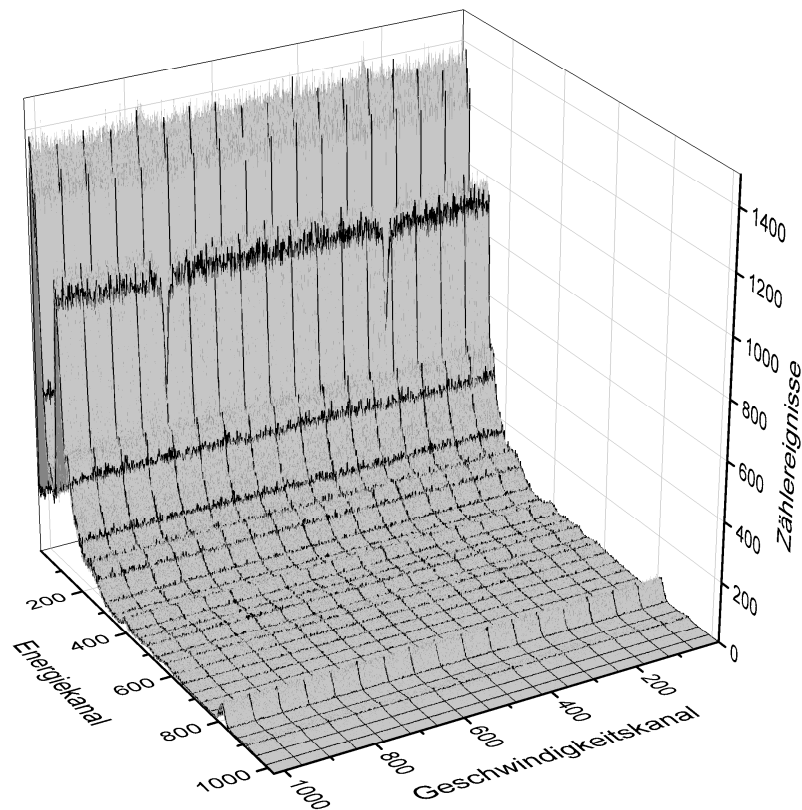


Abbildung 56: Pseudodreidimensionale Auftragung der Messung von V2A-Stahl.

Die Messung wurde mit dem Si-PIN-Detektor, welcher auch im *MIMOS II* Anwendung findet angefertigt.

Abbildung 56 zeigt die Rohdaten der zweidimensionalen Messung der V2A-Stahlfolie. Die Daten wurden nicht auf Geschwindigkeit und Energie kalibriert. Es wurden der Energiekanal auf der X-Achse, der Geschwindigkeitskanal auf der Y-Achse und die entsprechenden Zählerwerte auf der Z-Achse aufgetragen. Im zweidimensionalen Spektrum lässt sich bereits das bekannte Spektrum des V2A-Stahls ausmachen. Dieser Bereich befindet sich erneut um den Energiekanal 100.

Zur präzisen Energieauswahl wurde das Energiespektrum analog zu den vorherigen Kapiteln durch Summierung gebildet.

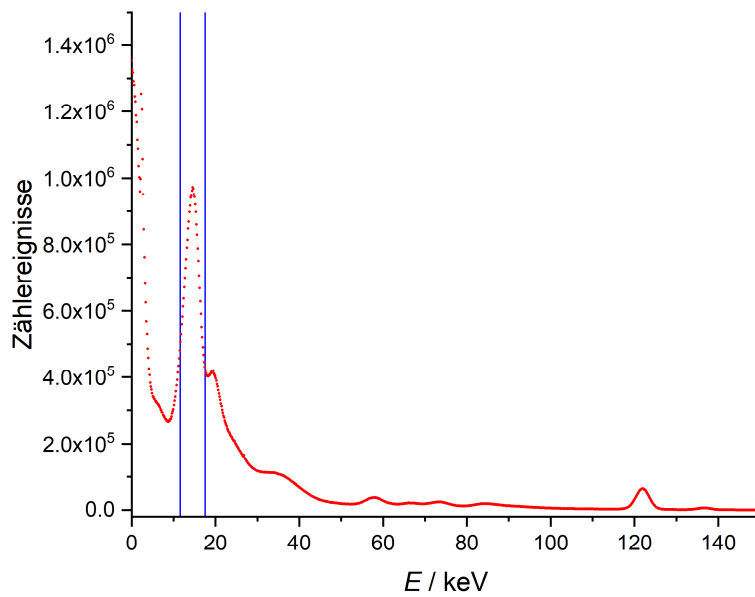


Abbildung 57: Energiespektrum der Messung von V2A-Stahl intern kalibriert.

Es wurde mittels der in Kapitel 3.8 erläuterten Methode kalibriert. Zusätzlich wurde der Bereich von 11,4 keV bis 17,5 keV markiert, in dem das Mößbauerspektrum summiert wurde.

Abbildung 57 zeigt das summierte Energiespektrum. Es wurden erneut die Zählerwerte gegen die Energie in keV aufgetragen. Zusätzlich wurde der Bereich markiert, welcher für die Berechnung des Mößbauerspektrums genutzt wurde. Hier war eine Resonanz zu erkennen. Dieser Bereich befindet sich zwischen 11,4 keV und 17,5 keV und entspricht den Energiekanälen 92 – 130.

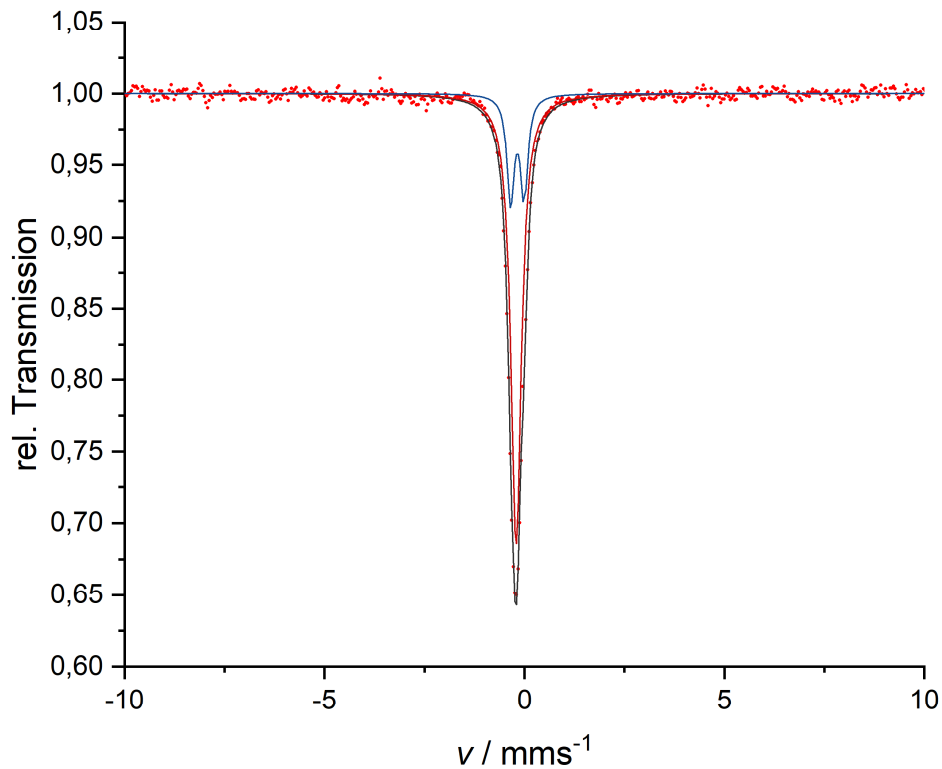


Abbildung 58: Mößbauer-Spektrum der Referenzmessung V2A-Stahl (11,6 – 17,5 keV).

Es ist das gegen einen Hintergrund von 56.582 Ct normierte, geschwindigkeitskalibrierte Spektrum gezeichnet. Es wurden mit Hilfe des Programms *Recoil* der Hintergrund bestimmt und mit der LORENTZ-Funktion angepasst. Die einzelnen Anpassungen und deren Addition wurden eingezeichnet: rot: Singulett, blau: Dublett, schwarz: Addition.

Tabelle 16: Mößbauerparameter der Referenzmessung V2A-Stahl.

Es wurden mit dem Programm *Recoil* Anpassungen mit der LORENTZ-Funktion vorgenommen. Die entsprechenden Parameter sind in der Tabelle angegeben.

Anpassung	δ / mm·s ⁻¹	ΔE_Q / mm·s ⁻¹	Linienbreite / mm·s ⁻¹	Anteil / %
Singulett	-0,209	-	0,159	75,9
Dublett	-0,178	0,341	0,108	24,1

Abbildung 58 zeigt das kalibrierte und normierte Mößbauerspektrum des V2A-Stahls, welches aus $2,86 \cdot 10^7$ Photonenergebnissen generiert wurde. Es wurde die relative Transmission gegen die Geschwindigkeit in mm·s⁻¹ aufgetragen. Für die Kalibrierung der Geschwindigkeit wurde die Messung von α -Eisen aus Kapitel 4.5.1 erneut genutzt, da keine Veränderungen an den Geräteeinstellungen vorgenommen wurden. Die Normierung der Transmission wurde gegen den Hintergrund vorgenommen welcher durch das Programm *Recoil* mit 56.582 Ct berechnet. Es sind zwei Eisenspezies in der

Stahlfolie zu finden. Daher wurden beide mit Hilfe der LORENTZ-Funktion angepasst. Die Parameter sind in Tabelle 16 zu finden. Es wird davon ausgegangen, dass das zusätzliche Dublett durch Legierungsbestandteile im Stahl verursacht wird. Die Parameter für das Singulett von Stahl liegen im Bereich der Erwartung, welche $-0,212 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ für die Isomerieverschiebung beträgt [85].

Der Grafik wurde die Anpassungskurve hinzugefügt, welche mit Hilfe des Programms *Recoil* nach der LORENTZ-Funktion erstellt wurde. Die Flächenanteile betragen für das Singulett 75,9 % und für das Dublett 24,1. Dies entspricht einem Flächenverhältnis von 3,1:1.

4.5.3. Messung von V2A-Stahl und α -Eisen in Schichten

Um etwaige Schichteffekte sichtbar zu machen wurden Folien aus α -Eisen und V2A-Stahl übereinandergelegt und gemessen. Die Messung wurde in Kapitel 3.9.5 erläutert. Die entsprechenden Proben sollen in Anlehnung des Strahlengangs durch die Probe: D-V2A-Fe-Q und D-Fe-V2A-Q genannt werden. Hierbei steht D-V2A-Fe-Q für denjenigen Teil des Experimentes, bei dem die Strahlung zunächst auf das Eisen und dann auf den V2A Stahl trifft, wohingegen bei der Bezeichnung D-Fe-V2A-Q das Umgekehrte der Fall ist.

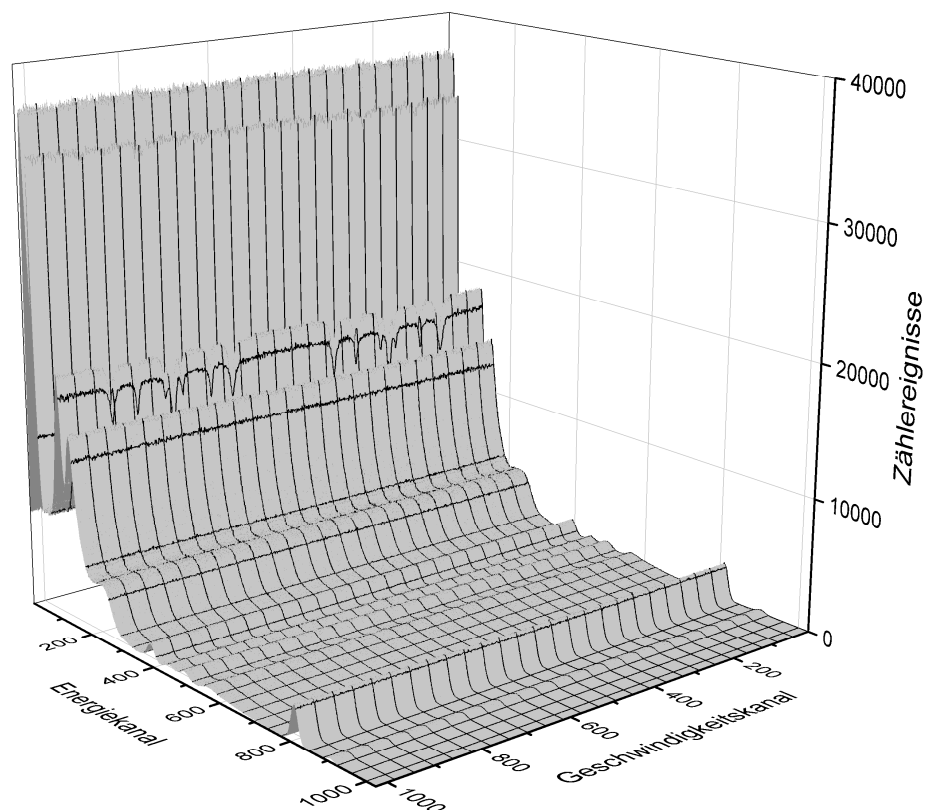


Abbildung 59: Pseudoreidimensionale Auftragung der Messung der Schichtenfolge D-V2A-Fe-Q.

Tabelle 17: Statistiken zur Messung der Schichtenfolge D-V2A-Fe-Q.

Die Statistiken wurden aus den gespeicherten Werten nach den Formen aus Kapitel 3.7.1 berechnet.

Parameter	Wert
Messzeit	347004 s
Photonenereignisse (roh)	$3,392 \cdot 10^9$
Photonenereignisse (verarbeitet)	$3,385 \cdot 10^9$
Zählrate	$10932,15 \text{ s}^{-1}$
Totzeit pro Photonenergebnis	$10,81 \mu\text{s}$
Fehlerrate	0,2 %

Aus der Tabelle geht hervor, dass die Werte für die Fehlerrate und Totzeit im Erwartungsbereich liegt. Die Zählrate ist grob um die Hälfte reduziert gegenüber den einzelnen Referenzmessungen. Dies ist zu erwarten, da zwei Schichten übereinandergelegt wurden und daher die doppelte Dicke und ergeben. Dies entspricht bedingt den Aussagen die aus dem LAMBERT-BEER'schen Gesetz abgeleitet werden können. Zu erwarten ist ein logarithmischer Zusammenhang, der jedoch mit zwei Punkten nicht verifiziert werden kann [86][87].

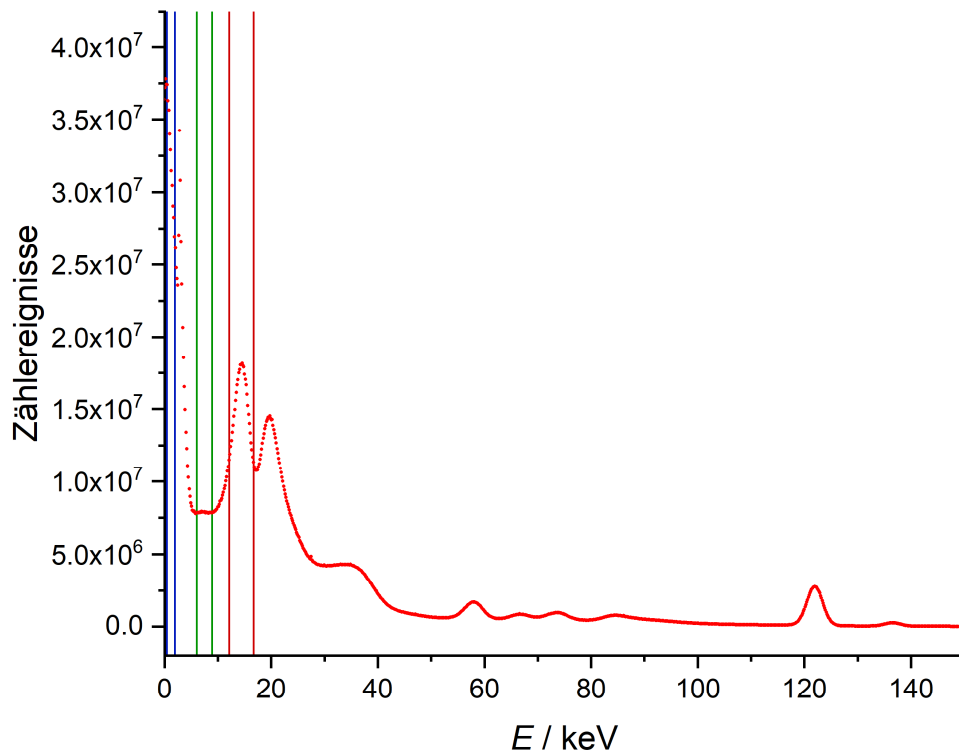


Abbildung 60: Energiespektrum der Messung D-V2A-Fe-Q.

Es wurden die Energiekanäle auf die Energien entsprechend der in Kapitel 3.8 vorgestellten Methode kalibriert. Zusätzlich wurden die Bereiche markiert, in welchen aus den Rohdaten MÖßBAUER-Spektren berechnet wurden: blau 0,4 – 1,9 keV, grün 6,0 – 8,9 keV, rot: 12,1 – 16,7 keV.

Aus den zweidimensional aufgenommenen Daten wurde das Energiespektrum bestimmt. Abbildung 60 zeigt das Energiespektrum. Auf der X-Achse wurde die Energie aufgetragen, welche anhand der in den vorherigen Kapiteln erläuterten Methode kalibriert wurde. Auf der Y-Achse sind die Zählereignisse für jede Energie aufgetragen. Zusätzlich wurden farbige Markierungen eingefügt, in denen jeweils Mößbauerspektren aus den aufgenommenen Daten berechnet wurden. Das Signal, welches im Energiebereich 12,1 – 16,7 keV liegt, wurde markiert (rot). Hier wurde die Resonanz des 14,4 keV Signals gefunden. Zusätzlich wurde der Bereich um die 6,4 keV Linie markiert, in dem sich die Konversionsröntgenstrahlung befinden (grün) [88][89][90][91]. Zum Abschluss wurde der Energiebereich zwischen 0,4 und 1,6 keV markiert (blau). Hier wird Strahlung durch Niedrigenergieelektronen erwartet [92][93][94]. Mößbauerspektren in diesen drei Energiebereichen sollen im Folgenden gezeigt und ausgewertet werden.

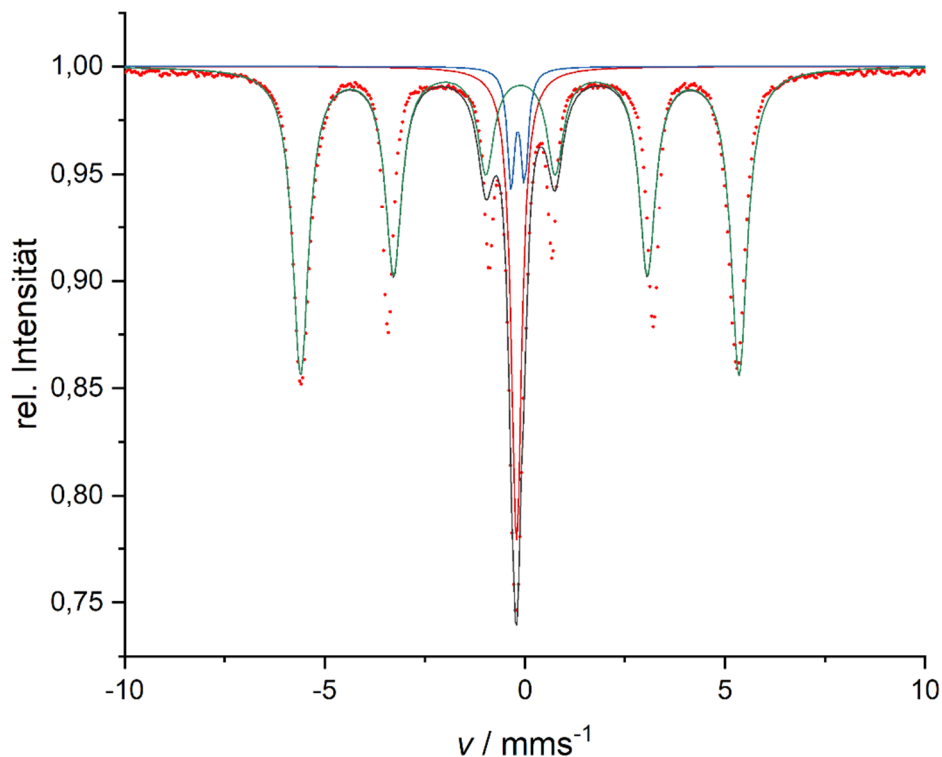


Abbildung 61: MÖßBAUER-Spektrum der Messung D-V2A-Fe-Q (12,1 – 16,7 keV).

Dargestellt ist das gegen einen Hintergrund von 940.394 Ct normierte, geschwindigkeitskalibrierte Spektrum. Es wurden mit Hilfe des Programms *Recoil* der Hintergrund bestimmt und mit der LORENTZ-Funktion angepasst. Die einzelnen Anpassungen und deren Addition wurde eingezeichnet: grün: Sextett, rot: Singulett, blau: Dublett, schwarz: Addition.

Abbildung 61 zeigt das Spektrum, welches im Energiebereich zwischen 12,1 – 16,7 keV zu finden ist. Auf der X-Achse ist die Quellengeschwindigkeit aufgetragen. Für die Kalibrierung der Geschwindigkeit wurde dabei die Messung aus Kapitel 4.5.1 genutzt. Auf der Y-Achse wurde die normierte Transmission aufgetragen. Die Normierung wurde anhand des Hintergrundes mit einem Wert von 940394 Ct vorgenommen. Der Grafik wurden die Anpassungskurven mit den Parametern der Referenzsubstanzen hinzugefügt.

Zu erkennen ist zum einen das Sextett, welches durch das α -Eisen verursacht wird. Als zweites Signal ist das Singulett zu finden, welches durch den V2A Stahl verursacht wird. Zusätzlich ist ein Dublett zu finden, welches als Verunreinigung des V2A Stahls identifiziert wurde. Tabelle 18 zeigt die Verhältnisse der Flächen der Anpassungen.

Tabelle 18: Flächenverhältnisse im Energiebereich 12,1 – 16,7 keV der Messung D-V2A-Fe-Q.

	12,1 – 16,7 keV (92-122)
Singulett (V2A)	18.87 %
Dublett (V2A)	6,08 %
Sextett (α -Eisen)	75.04 %

Zu erkennen ist, dass der Flächenanteil des Sextetts, welches durch das α -Eisen verursacht wird mit 75,04 % den Hauptteil der Absorption ausmacht. Die Absorption des V2A-Stahls nimmt entsprechend mit 24,95 % den Rest ein. Dieser Rest Teilt sich erneut im Verhältnis 3,1:1 auf das Singulett und das Dublett auf.

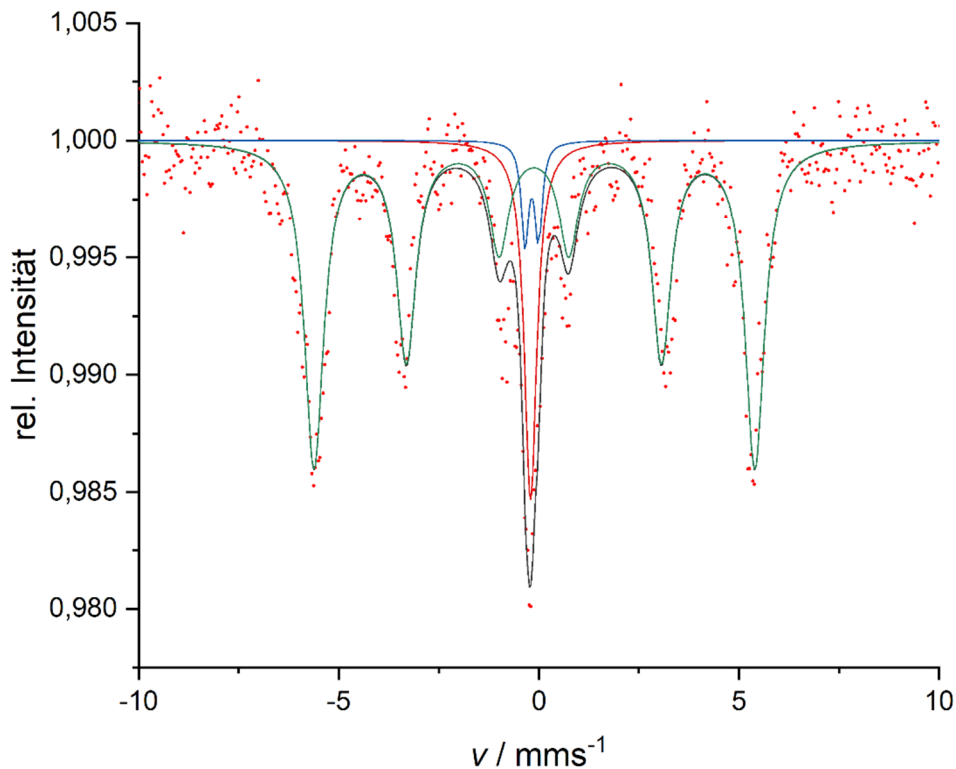


Abbildung 62: Mößbauer-Spektrum der Messung D-V2A-Fe-Q (4,3 – 7,5 keV).

Es ist das gegen einen Hintergrund von 366.460 Ct normierte, geschwindigkeitskalibrierte Spektrum gezeichnet. Es wurden mit Hilfe des Programms *Recoil* der Hintergrund bestimmt und Messungen mit der LORENTZ-Funktion angepasst. Die einzelnen Anpassungen und deren Addition wurden eingezeichnet: grün: Sextett, rot: Singulett, blau: Dublett, schwarz: Addition.

Abbildung 62 zeigt das Mößbauerspektrum im Energiebereich 4,3 bis 7,5 keV. Es wurde die relative Transmission aufgetragen welche auf den Hintergrund von 366.460 Ct normiert wurde. Auf der X-Achse wurde die Relativgeschwindigkeit der Quelle aufgetragen. Die Geschwindigkeit wurde dabei anhand der Daten aus der Referenzmessung von α -Eisen aus Kapitel 4.5.1 kalibriert. Es wurden

Anpassungskurven eingezeichnet. Die Anpassungen wurden anhand der Parameter vorgenommen, die in den Referenzmessungen bestimmt wurden.

Zu erkennen ist erneut das Sextett welches durch das α -Eisen verursacht wird. Zusätzlich ist das Singulett zu erkennen, welches durch den V2A-Stahl verursacht wird. Als letztes ist erneut das Dublett vorhanden, welches in der Referenzmessung des V2A-Stahls gefunden wurde. Die Flächen sind in Tabelle 19 angegeben.

Tabelle 19: Flächenverhältnisse im Energiebereich 4,3 – 7,4 keV der Messung D-V2A-Fe-Q.

	4,3 – 7,5 keV (39-60)
Singulett (V2A)	14.49 %
Dublett (V2A)	4.63 %
Sextett (α -Eisen)	80.87%

Zu erkennen ist, dass die mit 80,87 % der Gesamtfläche das α -Eisen mit dem Sextett den Hauptteil der Absorption ausmacht. Die Absorption des Singulettes des V2A-Stahls beträgt 14,49 %, die des Dubletts 4,63 %. Das Verhältnis der beiden Flächen beträgt erneut 3,1:1.

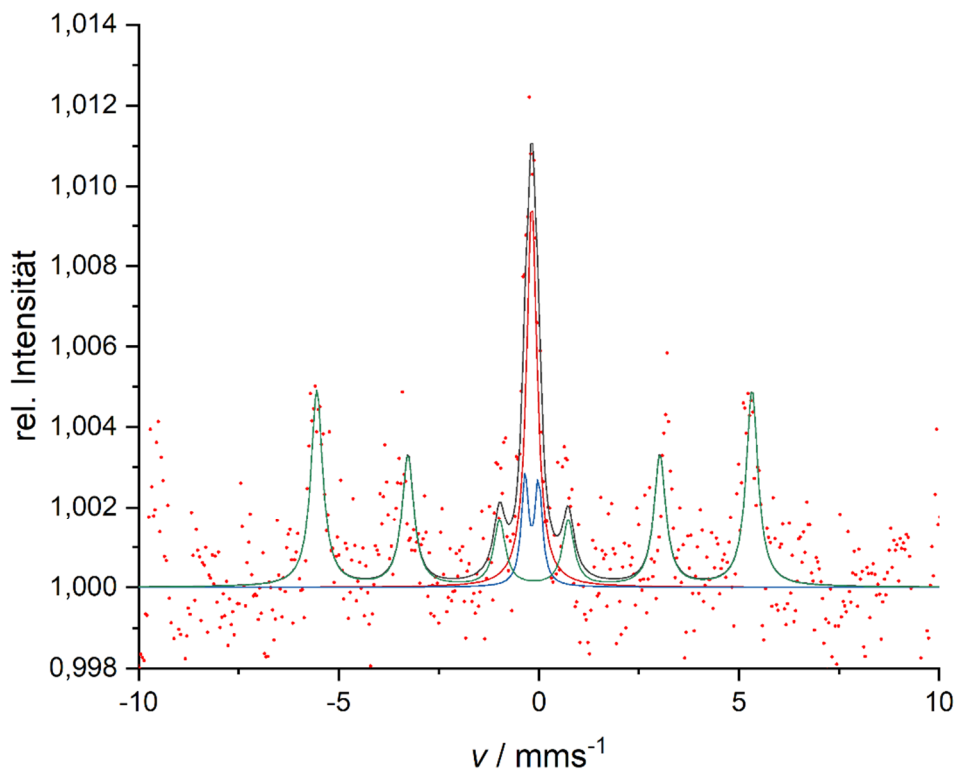


Abbildung 63: MößBAUER-Spektrum der Messung D-V2A-Fe-Q (0,4 – 1,9 keV).

Es ist das gegen einen Hintergrund von 723.374 Ct normierte, geschwindigkeitskalibrierte Spektrum gezeichnet. Es wurden mit Hilfe des Programms *Recoil* der Hintergrund bestimmt und mit der LORENTZ-Funktion angepasst. Die einzelnen Anpassungen und deren Addition wurden eingezeichnet: grün: Sextett, rot: Singulett, blau: Dublett, schwarz: Addition.

In Abbildung 63 ist das Spektrum gezeigt, welches im Energiebereich von 0,4 – 1,9 keV zu finden ist. Auf der X-Achse wurde erneut die Quellengeschwindigkeit aufgetragen und auf der Y-Achse die relative Transmission, welche auf einen Hintergrund von 723.374 Ct normiert wurde. Die Kalibrierung der Geschwindigkeit wurde dabei wie für die vorherigen Spektren aus der Referenzmessung des α -Eisens genommen (vgl. Kapitel 4.5.1). Der Grafik wurden die Anpassungskurven mit den Parametern der Referenzsubstanzen hinzugefügt.

Zu erkennen ist, dass es sich hierbei nicht um eine Absorption, sondern um eine Emission handelt. Diese Röntgenstrahlung ergibt sich durch innere Konversion, welche in diesem Energiebereich auch Augerelektronen verursacht, Augerelektronen können ihrerseits zur Mößbauerspektroskopie genutzt werden können [95][96]. Der Wert für die Energie der Augerelektronen beträgt für ^{57}Fe 0,6 keV. Die Methode über Augerelektronen Mößbauerspektren aufzunehmen wird dabei LEEMS (*Low Energy Electron Mössbauer Spectroscopy*) genannt [92][93][94][97].

Erneut ist sowohl das Sextett, welches das Eisen verursacht zu erkennen, als auch das Singulett und das Dublett welches im V2A-Stahl gefunden wurden. Tabelle 20 zeigt die Flächenanteile. Zusätzlich wurden die Flächenverhältnisse der vorhergegangenen Messungen eingefügt.

Tabelle 20: Flächenverhältnisse verschiedenen Energien der Messung D-V2A-Fe-Q.

Es wurden sowohl die Energien als auch die Kanäle, in denen die Spektren zu finden waren angegeben.

	Emission 0,4 – 1,9 keV (13-23)	Absorption 4,3 – 7,5 keV (39-60)	Absorption 12,1 – 16,7 keV (92-122)
Singulett (V2A)	27,19 %	14.49 %	18.87 %
Dublett (V2A)	10,22 %	4.63 %	6,08 %
Sextett (α -Eisen)	62,59 %	80.87%	75.04 %

Im Bereich von 0,4 – 1,9 keV zeigt sich das mit 62,59 % auch hier die Emission des Sextettes, welches durch das α -Eisen verursacht wird, auch den Hauptteil ausmacht. Die Emission des Singulett beträgt hier 27,19 % und die des Dubletts 10,22 %. Das Verhältnis von 3,1:1 wird in diesem Fall 2,7:1 nicht erreicht.

Zum Vergleich wurden erneut die Flächen der Absorptionen aufgetragen. Zu erkennen ist, dass gegenüber der 14,41 keV Linie im Bereich der 6,41 keV Linie die Absorption des α -Eisens erhöht ist. Hingegen ist im Bereich 0,4 – 1,9 keV der Anteil des α -Eisens von der Gesamtemission mit 62,59 % geringer als es die Absorption in den höheren Energiebereichen erwarten lässt. Dieses Phänomen wird mit der Reihenfolge der Schichten im Strahlengang erklärt. Es kann davon ausgegangen werden, dass Photonen im Bereich um die 14,41 keV genügend Energie besitzen beide Schichten gleichförmig zu durchdringen. Die Strahlung im Bereich der 6,4 keV Linie besitzt hingegen eine geringere Eindringtiefe [98][99]. Dies hat zur Folge, dass die Schicht, die im Strahlengang näher an der Quelle positioniert wurde, einen höheren Anteil an der Absorption besitzt. Die Messung im Bereich der 6,41 keV bestätigt diese Annahme. Bei diesem Teil der Messung war das α -Eisen der Quelle näher und es zeigte sich, dass die Absorption des entsprechenden Sextettes bei 6,4 keV gegenüber dem Bereich bei 14,41 keV erhöht ist. Im Bereich der 0,4 – 1,7 keV ist eine Emission zu finden. Aufgrund der geringen Energien wird erwartet, dass etwaige Emissionen der Schicht, welche weiter vom Detektor entfernt ist, erneut absorbiert werden. Daraus, dass diese Emissionen nur verringert am Detektor gemessen werden können. Es sollte also die Schicht, die näher am Detektor ist einen höheren Anteil an der Gesamtemission haben. Auch hier wird diese Annahme durch die Messung bestätigt. Das α -Eisen, welches weiter vom Detektor entfernt ist, weist einem deutlich geringeren Anteil an der Gesamtemission auf, als es die Absorption bei 14,41 keV erwarten lassen würde. Es zeigt sich eine verstärkte Emission des V2A-Stahls.

Zur Kontrolle wurde eine zweite Messung erstellt, in welcher die Schichtenfolge umgekehrt wurde. Es wird erwartet, dass sich die entsprechenden Verhältnisse umkehren. Diese Messung soll in den folgenden Seiten erläutert werden.

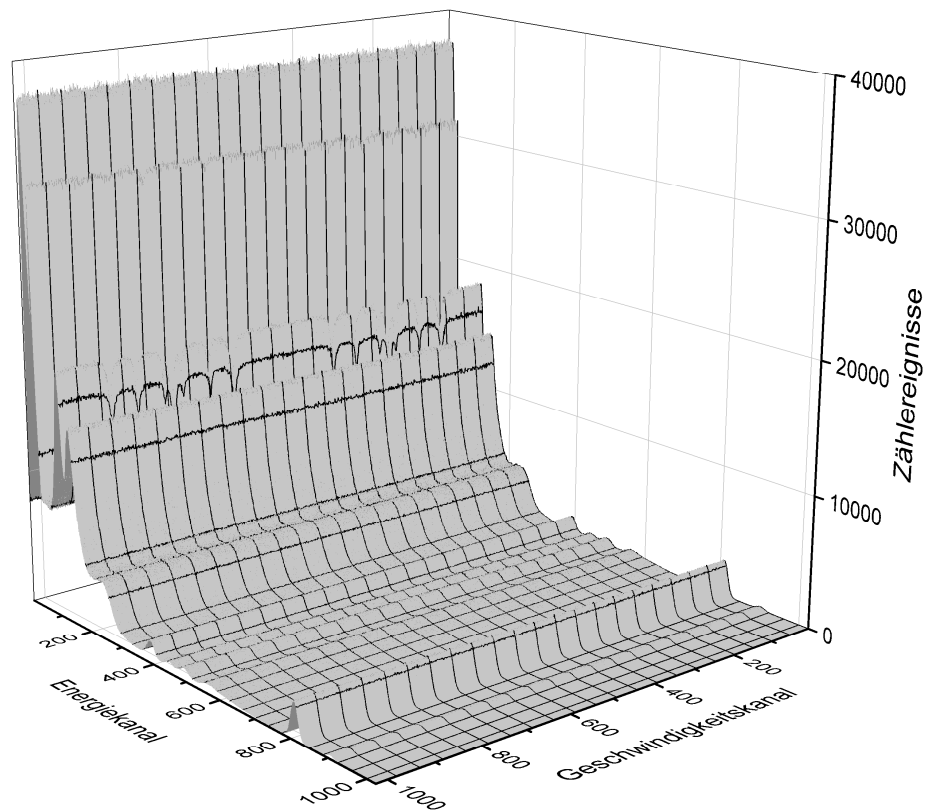


Abbildung 64: Pseudodreidimensionale Auftragung der Messung der Schichtenfolge D-Fe-V2A-Q.

Abbildung 64 zeigt die dreidimensionale Auftragung der Daten aus der Messung mit der oben benannten Schichtenfolge D-Fe-V2A-Q. Aufgetragen sind auf der X-Achse der Energiekanal auf der Y-Achse der Geschwindigkeitskanal und auf der Z-Achse die Zählerwerte. Das Spektrum wurde als Rohdaten aufgetragen.

Tabelle 21: Statistiken zur Messung der Schichtenfolge D-Fe-V2A-Q.

Die Statistiken wurden aus den gespeicherten Werten nach den Formen aus Kapitel 3.7.1 berechnet.

Parameter	Wert
Messzeit	353566 s
Photonenereignisse (roh)	$3,413 \cdot 10^9$
Photonenereignisse (verarbeitet)	$3,406 \cdot 10^9$
Zählrate	$10777,43 \text{ s}^{-1}$
Totzeit pro Photonenereignis	$10,81 \text{ } \mu\text{s}$
Fehlerrate	0,2 %

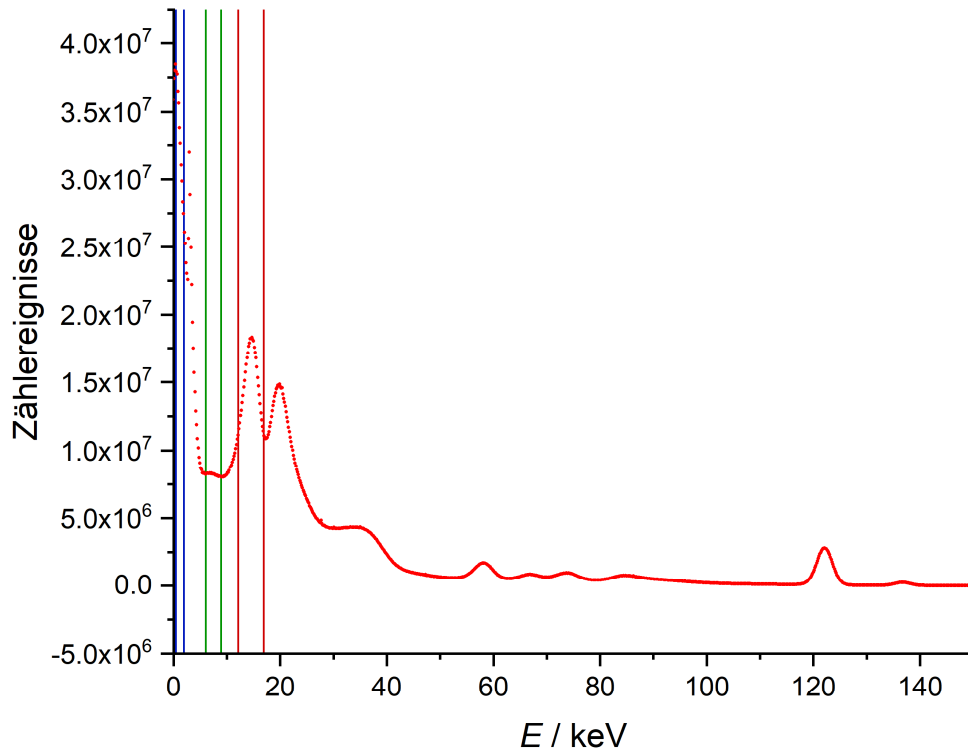


Abbildung 65: Energiespektrum der Messung D-Fe-V2A-Q.

Es wurden die Energiekanäle auf die Energien entsprechend der in Kapitel 3.8 vorgestellten Methode kalibriert. Zusätzlich wurden die Bereiche markiert, in welchen aus den Rohdaten MÖßBAUER-Spektren berechnet wurden: blau 0,1 – 1,6 keV, grün 4,6 – 7,5 keV, rot: 12,1 – 16,7 keV.

In Abbildung 65 ist das Energiespektrum der Messung der Schichtenfolge De-Fe-V2A-Q dargestellt. Die X-Achse wurde auf die Energie kalibriert, wie in den vorherigen Kapiteln erläutert. Auf der Y-Achse wurden die Photonenergebnisse aufgetragen. Zusätzlich wurden die Energiebereiche markiert, in welchen Mößbauerspektren aus den zweidimensionalen Daten berechnet wurden. Dabei wurden erneut die Energiebereiche gewählt, in denen bereits Mößbauerspektren in der Schichtenfolge D-V2A-Fe-Q aufgenommen wurden. Es wurden die Energiebereiche 12,1 – 16,7 keV ausgewählt (rot). Hier ist die Resonanz der 14.41 keV Linie zu finden. Zusätzlich wurde ein Spektrum im Energiebereich 4,6 – 7,5 keV (grün) berechnet, in dem die Resonanz der Konversionsröntgenstrahlung im Bereich der 6,4 keV zu finden ist [88][89][90][91]. Als letzter Bereich wurde zwischen 0,1 – 1,6 keV (blau) die Emission betrachtet [92][93][94][97].

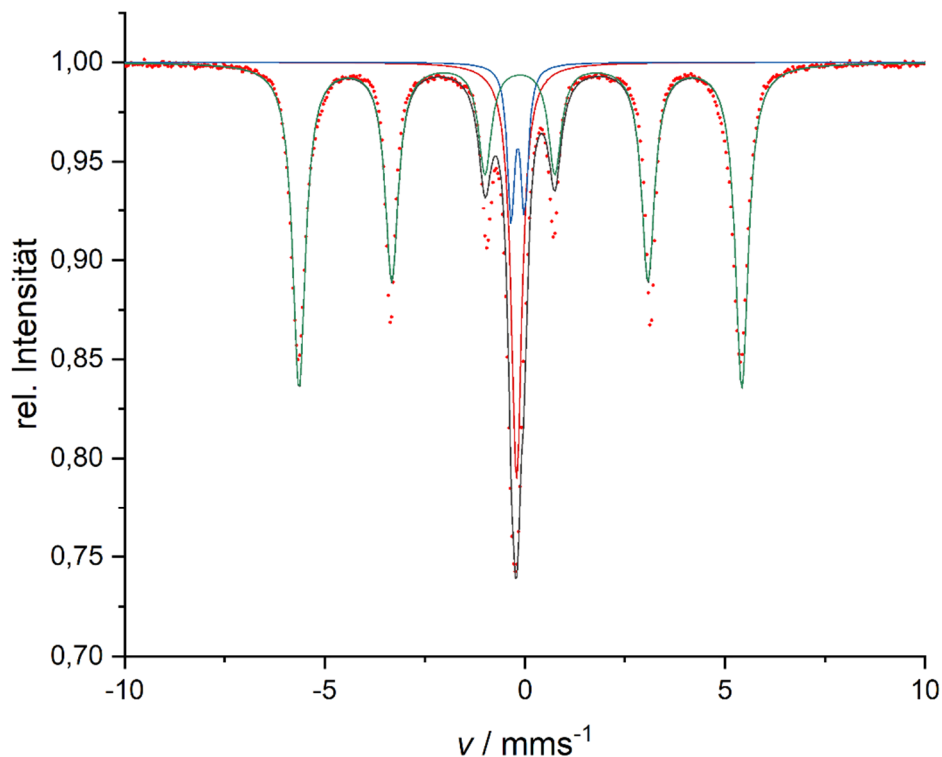


Abbildung 66: MÖßBAUER-Spektrum der Messung D-Fe-V2A-Q (12,1 – 16,7 keV).

Es ist das gegen einen Hintergrund von 947.465 Ct normierte, geschwindigkeitskalibrierte Spektrum gezeichnet. Es wurden mit Hilfe des Programms *Recoil* der Hintergrund bestimmt und mit der LORENTZ-Funktion angepasst. Die einzelnen Anpassungen und deren Addition wurden eingezeichnet: grün: Sextett, rot: Singulett, blau: Dublett, schwarz: Addition.

Abbildung 66 zeigt das kalibrierte und normierte Spektrum welches im Bereich 12,1 – 16,7 keV zu finden war. Auf der X-Achse wurde die kalibrierte Relativgeschwindigkeit aufgetragen. Hierzu wurde die Kalibrierung aus der Referenzmessung des α -Eisens genutzt (Vgl. Kapitel 4.5.1.). Auf der Y-Achse wurde die relative Intensität der Aufgetragen. Dabei wurde auf einen Hintergrund von 947465 normiert. Dieser Wert wurde mit dem Programm *Recoil* ermittelt. Es wurden die Anpassungen mit der LORENTZ-Funktion eingefügt. Die Anpassung wurde dabei Anhand der Parameter vorgenommen, welche in den Referenzmessungen aus Kapitel 4.5.1 und 4.5.2 gefunden wurden. Zu erkennen ist ein Sextett (grün) wie es erwartungsgemäß vom α -Eisen verursacht wird. Zusätzlich zu erkennen ist ein Singulett, welches durch den V2A-Stahl verursacht wird. Als letztes ist das Dublett zu erkennen, das auch bereits in der Referenzmessung zu finden war. Die Flächenverhältnisse unter den Anpassungskurven sind in Tabelle 22 zu finden.

Tabelle 22: Flächenverhältnisse im Energiebereich 12,1 – 16,7 keV der Messung D-Fe-V2A-Q.

	12,1 – 16,7 keV (90-120)
Singulett (V2A)	19,19 %
Dublett (V2A)	9,08 %
Sextett (α -Eisen)	71,73 %

Zu erkennen ist, dass das Sextett des α -Eisens mit 71,73 % den Hauptteil der Absorption ausmacht. Das Singulett, welches durch die Folie aus V2A-Stahl verursacht wird macht 19,19 % der Gesamtabsorption aus. Mit 9,08 % der Fläche wurde das Dublett welches im V2A-Stahl zu finden war gemessen. Es wurde dabei ein Verhältnis von 2,1:1 gemessen, welches nicht dem zu erwarteten Wert, Vergleich aus der Referenzmessung, entspricht.

Es wird davon ausgegangen, dass die Strahlung mit der Energie 14,41 keV die Probe vollständig durchdringt. Daher wird dieses Spektrum als Referenz für die folgenden Spektren bei geringeren Energien genutzt.

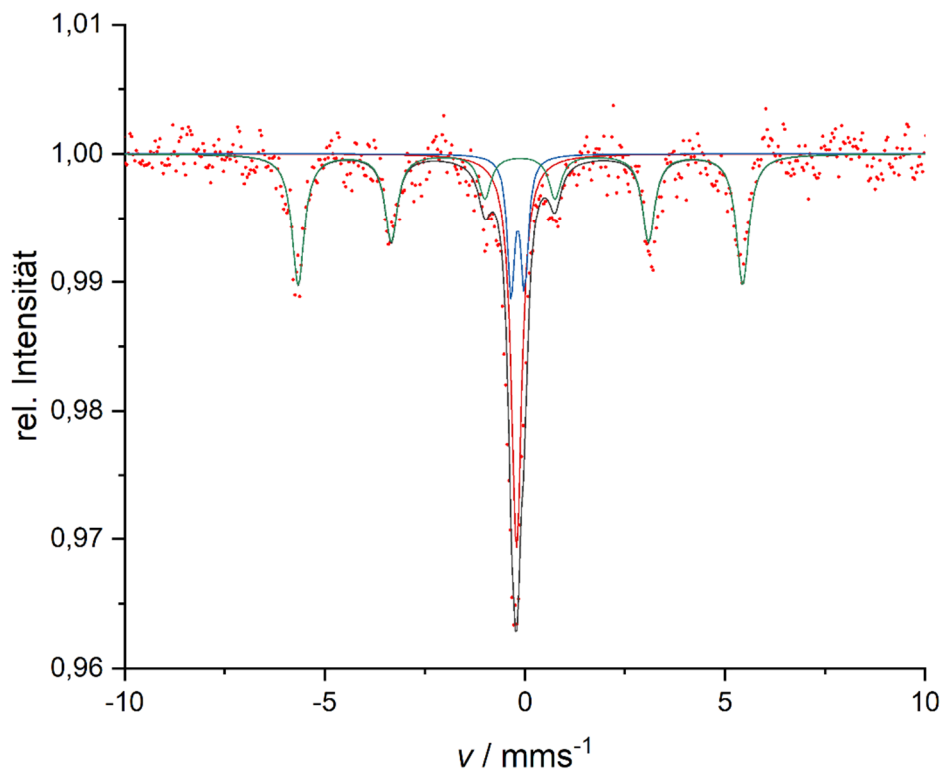


Abbildung 67: MößBAUER-Spektrum der Messung D-Fe-V2A-Q (4,6 – 7,5 keV).

Es ist das gegen einen Hintergrund von 334.194 Ct normierte, geschwindigkeitskalibrierte Spektrum gezeichnet. Es wurden mit Hilfe des Programms *Recoil* der Hintergrund bestimmt und mit der LORENTZ-Funktion angepasst. Die einzelnen Anpassungen und deren Addition wurde eingezeichnet: rot: grün: Sextett, Singulett, blau: Dublett, schwarz: Addition.

Der Energiebereich 4,6 – 7,5 keV zeigt das Mößbauerspektrum, welches in Abbildung 67 dargestellt ist. Auf der X-Achse wurde die Relativgeschwindigkeit aufgetragen. Für die Kalibrierung der Geschwindigkeit wurden die Daten aus der Referenzmessung von α -Eisen genutzt (Vgl. Kapitel 4.5.1). Auf der Y-Achse wurde die relative Intensität aufgetragen, welche gegen den Hintergrund von 334.194 Ct. Normiert wurde. Der Grafik wurden die Anpassungskurven anhand der LORENTZ-Funktion hinzugefügt. Zu erkennen ist, erneut das Sextett des α -Eisens welches mit der grünen Anpassungskurve markiert wurde. Als weitere Resonanz ist die des V2A-Stahls zu finden. Hier wurde erneut sowohl das Singulett als auch das Dublett gefunden.

Tabelle 23: Flächenverhältnisse im Energiebereich 4,6 – 7,5 keV der Messung D-Fe-V2A-Q.

	12,1 – 16,7 keV (90-120)
Singulett (V2A)	33,16 %
Dublett (V2A)	15,29 %
Sextett (α -Eisen)	51.56 %

Zu erkennen ist in Tabelle 23 das erneut, das Sextett, welches durch das α -Eisen verursacht wird, den größten Anteil an der Absorption ausmacht. Das Singulett des V2A-Stahls liegt in diesem Energiebereich bei 33,16 % und das Dublett bei 15,29 %. Es konnte ein Flächenverhältnis von 2,1:1 ermittelt werden.

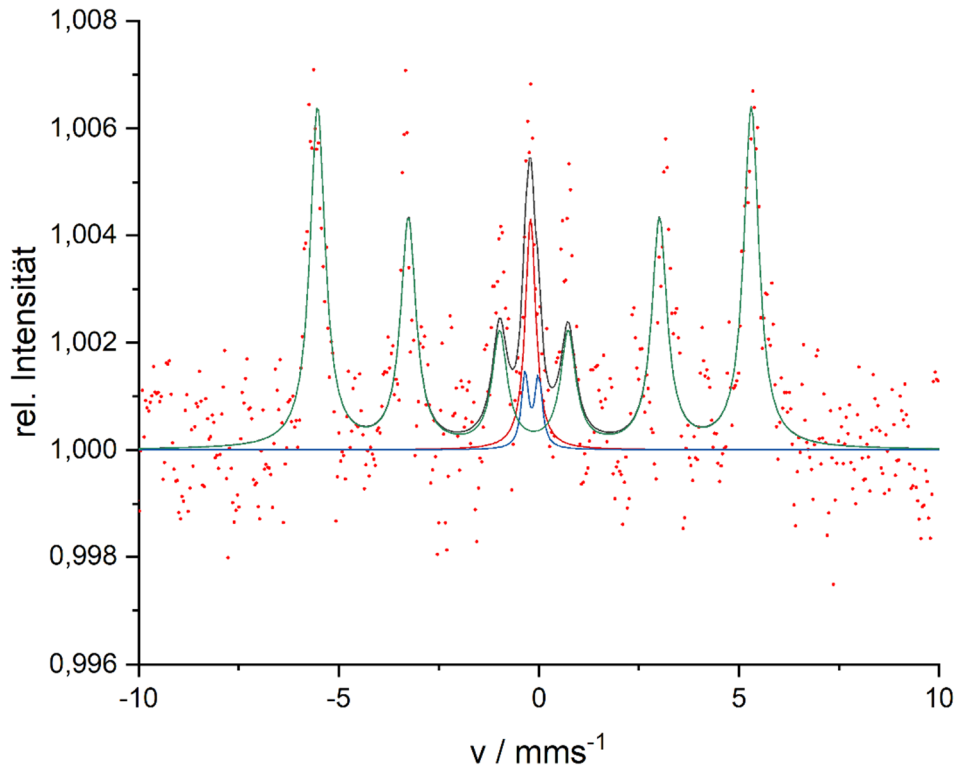


Abbildung 68: Mössbauerspektrum der Messung D-Fe-V2A-Q (0,1 – 1,6 keV).

Es ist das, gegen einen Hintergrund von 758.975 Ct normierte, geschwindigkeitskalibrierte Spektrum dargestellt. Es wurden mit Hilfe des Programms *Recoil* der Hintergrund bestimmt mit der LORENTZ-Funktion angepasst. Die einzelnen Anpassungen und deren Addition wurden eingezeichnet: grün: Sextett, rot: Singulett, blau: Dublett, schwarz: Addition.

Dargestellt ist in Abbildung 68 das Mössbauerspektrum im Bereich 0,1 – 1,6 keV. Das Spektrum wurde gegen einen Hintergrund von 758.975 Ct normiert. Auf der X-Achse wurde die Relativgeschwindigkeit aufgetragen. Hierbei wurde die Geschwindigkeitskalibrierung aus Kapitel 4.5.1 genutzt. Der Grafik wurden zusätzlich die Kurven, welche durch eine Anpassung mittels LORENTZ-Funktion ermittelt wurden hinzugefügt. Zu erkennen ist dabei das Sextett welches durch das α -Eisen verursacht wird. Des Weiteren ist das Singulett welches dem V2A Stahl zuzuordnen ist zu sehen. Zuletzt ist auch das Dublett, welches den Verunreinigungen im V2A-Stahl zugeordnet wurde zu vorhanden. Erneut ist zu erwähnen, dass im Bereich zwischen 0,1 – 1,6 keV um eine Emission handelt [92][93][94][97].

Tabelle 24 zeigt die Verhältnisse der Flächen unter den Kurven. Zusätzlich werden die Flächenverhältnisse der vorherigen Energiebereiche angegeben.

Tabelle 24: Flächenverhältnisse bei verschiedenen Energien der Messung D-Fe-V2A-Q.
 Es wurden sowohl die Energien als auch die Kanäle, in denen die Spektren zu finden waren angegeben.

	Emission 0,1 – 1,6 keV (11-21)	Absorption 4,6 – 7,5 keV (41-60)	Absorption 12,1 – 16,7 keV (90-120)
Singulett (V2A)	10,07 %	33,16 %	19.19 %
Dublett (V2A)	4,31 %	15,29 %	9.08 %
Sextett (α -Eisen)	85,61 %	51.56 %	71.73 %

Tabelle 24 zeigt, dass das Sextett, das von α -Eisen verursacht wird, die meiste Emission zeigt. Das Singulett, das durch den V2A-Stahl verursacht wird hat eine Emission von 10,07 % der Gesamtemission. Das Dublett besitzt eine Emission von 4,31 %. Das Verhältnis der beiden im V2A-Stahl enthaltenen Peaks beträgt 2,48:1.

Werden die Ergebnisse der verschiedenen Energiebereiche verglichen, so ist zu erkennen, dass gegenüber der Referenzmessung im Energiebereich 4,6 – 7,5 keV die Absorption des α -Eisens verringert ist. Das Singulett und auch das Dublett welche im V2A-Stahl gemessen werden kann, sind entsprechend erhöht. Photonen im Energiebereich von 6,4 keV besitzen mit ca. 200 μ eine geringere Eindringtiefe als im Bereich von 14,41 keV mit ca. 500 μ m [98][91]. Dadurch ist zu erwarten, dass die Schicht, die sich näher an der Photonenquelle befindet, mehr Absorption hervorruft als diejenige, die weiter von der Quelle entfernt ist. Dies wird auch durch die Messung bestätigt. Zusätzlich ist im Vergleich zur umgekehrten Schichtfolge D-V2A-Fe-Q eine Umkehrung der Flächenverhältnisse zu erkennen ist (Vgl. Tabelle 20). War die Emission des α -Eisens in der Schichtenfolge D-V2A-Fe-Q im Energiebereich der 6,4 keV noch gegenüber der Referenzmessung noch erhöht, so ist sie in dieser Messung geringer gegenüber der Referenz.

Wird die Emission im Energiebereich 0,1 – 1,6 keV betrachtet, so ist zu erkennen, dass das Sextett, das durch das α -Eisen hervorgerufen wird gegenüber der Referenzmessung, mit 85.61 % Anteil an der Gesamtemission, um ca. 14 % erhöht ist. Dies lässt sich auf Basis der Emission, die von der Oberfläche der beiden Sichten ausgeht erklären [100]. Es ist zu erwarten, dass diejenige Schicht, welche näher am Detektor ist, bei der Emission von der Oberfläche eine größere Intensität hat. In der Schichtenfolge D-Fe-V2A-Q ist dies der Fall. Auch im Fall der Emission zeigt ein Vergleich mit der Schichtenfolge D-V2A-Fe-Q, dass sich die umgekehrten Effekte zeigen. War die Intensität des α -Eisens in im Emissionsbereich gegenüber der Referenz bei 14,41 keV in der Schichtenfolge D-V2A-Fe-Q noch erniedrigt, so ist sie in der Schichtenfolge Fe-V2A erhöht. Es kann gefolgert werden, dass verschiedene Schichten aufgelöst werden können. Dabei ist jedoch zu beachten, dass dies sinnvoll nur im Vergleich zu einer internen Referenz geschehen kann, oder der Eisengehalt bekannt sein muss, da dieser auch die Absorption bzw. Emission beeinflusst.

5. Fazit

Das Ziel dieser Arbeit war es, eine deutliche Verbesserung der im Arbeitskreis vorhandenen Messgeräte der Firma WissEl zu erzielen. Dies sollte vor allem in der Auswertung detektierter Photonenergebnisse geschehen.

Der herkömmliche Ansatz besteht bei einem Mößbauerspektrometer darum, das verstärkte und nach Signalformung gewonnene Photonensignal in einen Einkanalanalysator zu speisen, der dann überprüft ob sich das Signal in einem vorher eingestellten Energiebereich befindet [101][102]. Ein solcher Ansatz wurde auch bei dem Mößbauerinstrument *MIMOS II* gewählt, das im Zuge von Marsmissionen an Board der Marsrover Spirit und Opportunity zum Einsatz kam [103]. Der Nachteil dieses Ansatzes ist, dass unzureichend gewählte Grenzen dazu führen, dass die aufgenommenen Mößbauerspektren ein schlechtes Signal zu Rausch Verhältnis besitzen.

In dieser Arbeit wurde hierzu der Prototyp einer *Sample- and Hold*-Stufe entwickelt. Es wurde dabei der Ansatz von Maltsev *et al.* weiterentwickelt [15]. Diese elektronische Schaltung arbeitet nicht mit einem Einkanalanalysator zur Diskriminierung der zu untersuchenden Linien. Bei diesem Ansatz werden die Maxima und damit die Energie jedes Spannungsimpulses, welcher durch ein Photon generiert wurde, digitalisiert. Das bedeutet, dass alle Kanäle offen für eine Messung sind. Dieses Verhalten entspricht dem eines Vielkanalanalysators [104][105]. Es konnte gezeigt werden, dass die *Sample-* und *Hold*-Stufe in der Lage ist, den Maximalwert des eingespeisten Signals lange genug für eine Auswertung bereitzustellen. Die Auswertzeit für ein Photon beträgt dabei knapp unter 11 μs .

Für die Aufnahme der Spektren ist die Korrelation der eintreffenden Photonenergebnisse mit der Momentangeschwindigkeit der Quelle nötig. Da die Mößbauerspektroskopie eine hochempfindliche Methode ist, ist die präzise Zuordnung der Momentangeschwindigkeit zu jedem Referenzkanal von großer Bedeutung. Es wurde ein einfacher Dreiecksgenerator verwirklicht, welcher, mit einem Hochpassfilter ausgestattet, das Referenzsignal für die Geschwindigkeit liefert. Der Dreiecksgenerator erhöht die Spannung eines D/A-Umsetzer und senkt sie anschließend wieder ab, so dass sich ein Spannungsverlauf in Form eines Dreiecks ergibt. Es konnte statistisch belegt werden, dass die Güte des Dreieckssignals ausreichend ist, um Mößbauerspektren aufzunehmen. Spektren, die mit Hilfe des Dreiecksgenerators aufgenommen wurden, bestätigten die ausreichende Qualität der Referenz. Die Entwicklung eines eigenen Funktionsgenerators wurde benötigt, da intern der Geschwindigkeitskanal anderweitig nicht bekannt war und somit eine Auswertung der Koinzidenzen nicht möglich ist.

Die Koinzidenzen aus Energie und Geschwindigkeit der Quelle können so intern gepuffert werden und anschließend an einen Computer zur Speicherung weitergeleitet werden. Die entsprechenden Werte werden dabei in einer Zählertabelle, bei welcher die Spalten die Energiekanäle und die Zeilen die Geschwindigkeitskanäle repräsentieren, gespeichert. Dafür wird der Wert des Zählers an der Stelle für das Paar Energie und Geschwindigkeit um eins erhöht. Es ergibt sich so ein zweidimensionales Spektrum, in welchem die Zählerwerte dreidimensional aufgetragen werden können. Der

Vorteil dieser Methode wurde bereits von Maltsev *et al.*, in der Weise beschrieben, dass eine Auswahl der zur untersuchenden Linie nach Aufnahme des Spektrums möglich ist [15]. In dieser Arbeit konnte die Aussage bestätigt werden, indem gezeigt wurde, dass die Absorption über die Auswahl der Kanäle optimiert werden kann. Auch wird die Auswahl der Kanäle dadurch vereinfacht, dass das Spektrum aus mehr Photonenergebnissen generiert werden kann. Es wurde deutlich, dass das Energiespektrum, im Vergleich zu der bisher eingesetzten Technik, ein verbessertes Signal zu Rausch Verhältnis aufzeigt.

Zur weiteren Optimierung der Aufnahme von Mößbauerspektren wurde der Silizium-PIN-Detektor des Spektrometers *MIMOS II* mit der entwickelten *Sample- and Hold*-Schaltung kombiniert. Dies war möglich, da die Ausgabespannung die erlaubte Eingangsspannung des auswertenden Mikrocontrollers nicht überstiegen hat. Es war bei dieser Kombination nötig eine Vorspannung von 100 V zu generieren. Diese Spannung musste von der Steuereinheit des *MIMOS II* abgezweigt werden [5]. Si-PIN-Detektoren besitzen eine höhere Auflösung als Proportionalitätszählrohre und können höhere Zählraten verarbeiten [5]. Es konnte gezeigt werden, dass auf Basis der besseren Auflösung und der zweidimensionalen Datenaufnahme gleichzeitig Spektren im 14,41 keV Bereich und im Bereich der Konversionsröntgenstrahlung von 6,41 keV aufgenommen werden konnten [88][89][90]. Zusätzlich war es möglich, Emissionsspektren in niedrigen Energiebereichen aufzunehmen und auszuwerten. [92][93][94][97].

Auf Basis des Rückkopplungssignals der Antriebskontrolleinheit wurde eine Geschwindigkeitskalibrierung entwickelt. Hierzu wurde die Spannung von einem Maximum zu einem Minimum gemessen und mit Hilfe aufgenommenen Mößbauerspektren von Referenzsubstanzen kalibriert. Dieses Signal erleichtert die Einstellung der benötigten Geschwindigkeit. Dabei sollte jedoch weiterhin mit Hilfe der α -Eisenreferenzfolie zusätzlich die Geschwindigkeit präzise bestimmt werden, um verlässlich kalibrierte Spektren zu erhalten.

6. Ausblick

Im Zuge dieser Arbeit wurde ein voll funktionsfähiger Prototyp zur Mößbauer-Datenaufnahme entwickelt. Es konnte erfolgreich gezeigt werden, dass eine Datenaufnahme mittels *Sample- and Hold*-Stufe möglich ist. Auch wurde eine zweidimensionale Datenaufnahme vorgestellt, mit der die Festlegung der Analysengrenze erst nach der eigentlichen Messung erfolgen kann.

Als weiteren Schritt sollte die Platine, welche in Zusammenarbeit mit der Hochschule Hannover mittels *CNC*-Fräse gefertigt wurde, in einer professionellen Fertigung produziert werden. Dies würde auch den Vorteil bieten, dass etwaige Leiterbahnen vor Oxidation besser geschützt werden können. Auch bietet eine professionelle Fertigung die Möglichkeit einer Verkleinerung der Leiterbahnen und Komponenten. Somit können auf gleicher oder kleinerer Fläche mehr *Sample- and Hold*-Einheiten für mehr Detektoren untergebracht werden, sodass zusätzliche Eingangskanäle zur Verfügung stehen. Dieser Schritt ist im Hinblick auf etwaigen Weltraummissionen essentiell um Nutzlast und Volumen einzusparen [5].

Für die Aufnahme eines Mößbauerspektrums ist die Synchronisation der Photonensignale mit der Bewegung der Quelle nötig. Der in dieser Arbeit beschriebene Ansatz besteht darin, den internen Digital-Analog-Umsetzer zu nutzen und mit einem Hochpassfilter den Gleichstromanteil in dem so generierten Signal herauszufiltern. Dieser Ansatz ist, wie durch die aufgenommenen Mößbauerspektren bewiesen ist, funktionsfähig. Es wird jedoch ein Verstärker benötigt, welcher eine Leistungselektronik einschließt, da das generierte Referenzsignal unter Belastung die Dreiecksform verliert und eine Aufnahme von Mößbauerspektren so unmöglich wird. An diesem Verstärker wird auch die Maximalgeschwindigkeit eingestellt. Hier gibt es zwei Möglichkeiten zur Optimierung. Die erste Möglichkeit besteht darin, einen aktiven Hochpassfilter zu nutzen [44]. Ein solcher Hochpassfilter besitzt nach dem eigentlichen *RC*-Glied zur Filterung des Gleichstromanteils noch einen Operationsverstärker, welcher als Impedanzwandler fungiert. Durch den Impedanzwandler kann, im Rahmen der Möglichkeiten des gewählten Operationsverstärkers, Leistung zum Betrieb der Antriebseinheit zu bezogen werden. Somit ist der Betrieb in Kombination mit dem MIMOS II möglich. Ein weiterer Vorteil des Betriebes eines Impedanzwandlers ist die Möglichkeit, mit Hilfe eines Spannungsteilers die Verstärkung und damit die Maximalgeschwindigkeit einzustellen. Ein Potentiometer, welches auch in digitaler Form zur Verfügung steht, realisiert einen solchen Spannungsteiler [106]. Digitale Potentiometer können softwareseitig gesteuert werden, sodass die Maximalgeschwindigkeit mit Hilfe einer Erweiterung der in dieser Arbeit vorgestellten Software möglich ist.

Alternativ zum aktiven Hochpassfilter bietet sich ein I2S Soundchip an. I2S steht dabei für Inter-IC Sound. Diese Chips sind Audioverstärker, welche digital über einen Mikrocontroller betrieben werden können und im Fall des MAX98357A bereits eine Ausgangsleistung von 3 W bieten. Damit ist der Betrieb einer Antriebseinheit direkt möglich. Sie bieten des Weiteren eine interne Einstellung der Verstärkung, sodass auch hier die Einstellung der Geschwindigkeit direkt softwareseitig möglich wäre [107]. Um das I2S Protokoll nutzen zu können, muss es durch den Mikrocontroller unterstützt werden. Der *SAMD21* Mikrocontroller des Arduino Zeros unterstützt dieses Protokoll [108]. Dies stellt

auch gegenüber dem *SAM3X* Mikrocontrollers des Arduino Due eine Verbesserung dar, welcher I2S nicht unterstützt.

Als weiterer Punkt bietet sich an, eine interne *Pile-Up Rejection* vorzunehmen, so dass überlagernde Photonensignale, herausgefiltert werden können. Diese Funktion würde mit Hilfe einer Zeitnahme fungieren, welche die über den Hardwarekomparator gemessene Zeit, in der das Photonensignal über dem Rauschsignal liegt, analysiert. Das erhaltene Photonensignal kann dann bei Überschreiten einer kritischen Zeit verworfen werden [109][110].

Aufgrund der beschriebenen Funktion, dass mehrere Energien parallel beobachtet werden können, ergibt sich die Möglichkeit, auch eine Elementanalyse zu betreiben. Diese Elementanalyse findet dabei über Alphapartikel statt und wird daher auch *Alphapartikel Röntgenspektroskopie* genannt (APXS). Um diese Funktion zu gewährleisten, müsste zusätzlich zur ^{57}Co Strahlungsquelle eine ^{244}Cm Strahlungsquelle verbaut werden. Die ^{244}Cm Strahlungsquelle muss dabei nicht beweglich sein. Sie regt über ihre Alphastrahlung die Elemente in der Probe an. Durch das sich aus der *Partikel induzierten Röntgenemission* (PIXE) ergebene Spektrum kann dann die Elementzusammensetzung ermittelt werden [111][112][113].

7. Verzeichnisse

7.1. Literaturverzeichnis

- [1] K. Levsen, "Physikalische Methoden in der Chemie: ESCA," *Chemie unserer Zeit*, vol. 10, no. 2, pp. 48–53, Apr. 1976.
- [2] R. L. Mößbauer, "Recoilless nuclear resonance absorption of gamma radiatio," *Nobel Lect.*, 1961.
- [3] P. Gütllich, E. Bill, and A. X. Trautwein, *Mössbauer Spectroscopy and Transition Metal Chemistry*, 1st ed. Heidelberg, Germany: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2011.
- [4] E. Tunstel, M. Maimone, A. Trebi-Ollennu, Jeng Yen, R. Petras, and R. Willson, "Mars Exploration Rover Mobility and Robotic Arm Operational Performance," *2005 IEEE Int. Conf. Syst. Man Cybern.*, 2005.
- [5] G. Klingelhöfer, R. V. Morris, P. A. de Souza, and B. Bernhardt, "The miniaturized Mössbauer spectrometer MIMOS II of the athena payload for the 2003 MER missions," *Sixth Int. Conf. Mars*, pp. 3–5, 2003.
- [6] G. Klingelhöfer *et al.*, "Athena MIMOS II Mössbauer spectrometer investigation," *J. Geophys. Res. Planets*, vol. 108, no. E12, p. 8067, 2003.
- [7] L. A. Haskin *et al.*, "Water alteration of rocks and soils on Mars at the Spirit rover site in Gusev crater," *Nature*, vol. 436, 2005.
- [8] I. Fleischer, G. Klingelhöfer, R. V. Morris, C. Schröder, D. Rodionov, and P. A. de Souza, "In-situ Mössbauer spectroscopy with MIMOS II," *Hyperfine Interact.*, vol. 207, pp. 97–105, 2012.
- [9] C. Thompson, "Build It. Share It. Profit. Can Open Source Hardware Work?," *Wired Mag.*, no. 16.11, 2008.
- [10] N. A. A. Rahman, L. Lombigit, N. A. Abdullah, A. Azman, and T. et al. Dolah, "Arduino based radiation survey meter," *AIP Conf. Proc.*, vol. 1704, 2016.
- [11] N. Rahman, M. F. B. A. Rashid, A. B. A. Rahman, and A. Ramlan, "Arduino based radioactive tracking system," *AIP Conf. Proc.*, vol. 1799, 2017.
- [12] I. S. Susila, Istofa, G. Kusuma, Sukandar, and I. Isnaini, "Development of IoT based meteorological and environmental gamma radiation monitoring system," *AIP Conf. Proc.*, vol. 1977, 2018.
- [13] C. M. Lavelle, "Gamma ray spectroscopy with Arduino UNO," *Am. J. Phys.*, vol. 86, no. 384, 2018.
- [14] J. Taylor, Ed., *Deep Space Communications*. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, 2016.
- [15] Y. Maltsev, S. Maltsev, M. Menzel, B. Rogozev, and A. Silvestrov, "Two-Dimensional Mossbauer Spectra," *Hyperfine Interact.*, vol. 156, no. 1–4, pp. 27–30, 2004.
- [16] P. H. Smit and R. P. van Stapele, "Depth-selective ^{57}Fe mössbauer spectroscopy: An alternative," *Appl. Phys. A*, vol. 28, no. 2, pp. 113–117, 1982.
- [17] R. L. Mößbauer, "Kernresonanzfluoreszenz von Gammastrahlung in Ir191," *Zeitschrift für Phys.*, vol. 151, pp. 124–143, 1958.
- [18] P. W. Atkins and J. de Paula, *Physikalische Chemie*, 4th ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2006.
- [19] W. Heisenberg, "Über den anschaulichen Inhalt der quantentheoretischen Kinematik und Mechanik," *Zeitschrift für Phys.*, vol. 43, no. 3–4, pp. 172–198, 1927.
- [20] G. Breit and E. Wigner, "Capture of Slow Neutrons," *Phys. Rev.*, vol. 49, no. 519, 1936.
- [21] G. Vandegrift, B. Fultz, G. Vandegrift, and B. Fultz, "The Mössbauer effect explained," *Am. J. Phys.*, vol. 66, no. 593, 1998.
- [22] G. J. Long, *Basic Concepts of Mössbauer Spectroscopy*, 1st ed. New York: Springer Science+Business Media, 1984.

- [23] S. N. K. Kuzmann, E. Homonnay, Z. Nagy, *Mössbauer Spectroscopy*. Boston, MA: Springer, Boston, MA, 2011.
- [24] L. Eyges, "Physics of the Mössbauer Effect," *Am. J. Phys.*, vol. 33, no. 790.
- [25] F. Ninio, "The Forced Harmonic Oscillator and the Zero-Phonon Transition of the Mössbauer Effect," *Am. J. Phys.*, vol. 41, no. 648.
- [26] D. A. Shirley, "Application and Interpretation of Isomer Shifts," *Rev. Mod. Phys.*, vol. 36, no. 339, 1964.
- [27] R. F. Wallis and D. C. Gazis, "Surface Effects in the Second-Order Doppler Shift of the Mossbauer Resonance," *Phys. Rev.*, vol. 128, no. 1, 1962.
- [28] J. Fock, L. K. Bogart, O. Posth, M. F. Hansen, Q. A. Pankenhurst, and C. Frandsen, "Uncertainty budget for determinations of mean isomer shift from Mössbauer spectra," *Hyperfine Interact.*, vol. 237, no. 23, 2016.
- [29] S. DeBenedetti, G. Lang, and R. Ingalls, "Electric Quadrupole Splitting and the Nuclear Volume Effect in the Ions of Fe57," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 6, no. 2, 1961.
- [30] C. J. Erwin Riedel, *Anorganische Chemie*. Berlin: De Gruyter, 2011.
- [31] H. Haase, H. Garbe, and H. Gerth, *Grundlagen der Elektrotechnik*. Hannover: Schöneworth, 2004.
- [32] G. R. Gilmore, *Practical Gamma-ray Spectrometry*, 2nd ed. Chichester: John Wiley & Sons Ltd, 2008.
- [33] M. Miglierini and D. Petridis, Eds., *Mossbauer Spectroscopy in Materials Science*. Nato Science Partnership Subseries: 3, 1998.
- [34] G. F. Knoll, *Radiation detection and measurement*, 4th ed. New York: John Wiley & Sons, 2010.
- [35] K. Kleinknecht, *Detektoren für Teilchenstrahlung*, 4th ed. Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 2005.
- [36] S. Korff, "Das Geiger-Müller-Zählrohr," vol. 20, no. 4, pp. 271–308, 2012.
- [37] G. Kesel, J. Hammerschmitt, and L. E., *Signalverarbeitende Dioden*, 8th ed. Heidelberg, Berlin: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- [38] J. Specovius, *Grundkurs Leistungselektronik*, 4th ed. Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 2010.
- [39] L. Stiny, *Handbuch aktiver elektronischer Bauelemente*, 1st ed. München: Franzis Verlag GmbH.
- [40] M. Verdun *et al.*, "Dark current investigation in thin P-i-N InGaAs photodiodes for nano-resonators," *J. Appl. Phys.*, vol. 120, no. 8, 2016.
- [41] M. Jeong, W. J. Jo, H. S. Kim, and J. H. Ha, "Radiation hardness characteristics of Si-PIN radiation detectors," *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.*, vol. 784, pp. 119–123, 2015.
- [42] M. Blumers *et al.*, "The miniaturised Mössbauer spectrometer MIMOS IIA: Increased sensitivity and new capability for elemental analysis," *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.*, vol. 624, no. 2, pp. 277–281, Dec. 2010.
- [43] M. N. Islam *et al.*, "Design and Development of a Single Channel Analyzer with Microcontroller Based Controlled Output," *Int. J. Adv. Eng. Manag. Sci.*, vol. 3, no. 6, pp. 638–641, 2017.
- [44] U. Tietze, C. Schenk, and E. Gamm, *Halbleiter-Schaltungstechnik*, 15th ed. Berlin: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2016.
- [45] J. Pechousek, M. Mashlan, and J. Frydrych, *Improving detector signal processing with pulse height analysis in Mössbauer spectrometers*. Springer, Berlin, Heidelberg, 2006.
- [46] M. Unser, "Sampling — 50 Years After Shannon," *Proc. IEEE*, vol. 88, no. 4, 2000.
- [47] Z. Guzik and T. Krakowski, "Algorithms for digital gamma-ray spectroscopy," *Nukleonika*, vol. 58, no. 2, pp. 333–338, 2013.
- [48] G. Müller and B. Ponick, *Grundlagen elektrischer Maschinen*, 9th ed. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co KGaA, 2006.

- [49] F. Moeller, H. Frohne, K.-H. Löcherer, and H. Müller, *Grundlagen der Elektrotechnik*, 18th ed. Stuttgart: B. G. Teubner, 1996.
- [50] S. Weinzierl, Ed., *Handbuch der Audiotechnik*. Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2008.
- [51] Y. Maltseyl, H. Mehner, M. Menzel, and B. Rogozey, "Precision in Mossbauer Spectroscopy," *Hyperfine Interact.*, vol. 139, no. 140, pp. 679–684, 2002.
- [52] H. Shechter, M. Ron, S. Niedzwiedz, and R. H. Herber, "Mössbauer spectrometer calibration using ^{57}Fe enriched metallic iron," *Nucl. Instruments Methods*, vol. 44, no. 2, pp. 1–5, 1966.
- [53] J. G. Cosgrove and R. L. Collins, "Mössbauer velocity calibration via interferometry," *Nucl. Instruments Methods*, vol. 95, no. 2, pp. 269–274, 1971.
- [54] P. Kohout, T. Frank, J. Pechousek, and L. Kouril, "Mössbauer spectra linearity improvement by sine velocity waveform followed by linearization process," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 29, 2018.
- [55] R. van de Plassche, *CMOS Integrated Analog-to-Digital and Digital-to-Analog Converters*, 2nd ed. Boston: Springer, Boston, MA, 2003.
- [56] Atmel Corporation, *SAM3X / SAM3A Series (Datenblatt)*. 2015.
- [57] H. Shechter, M. Ron, S. Niedzwiedz, and R. H. Herber, "Mössbauer spectrometer calibration using ^{57}Fe enriched metallic iron," *Nucl. Instruments Methods*, vol. 44, 1966.
- [58] T. I. Inc., Ed., *LF298, LFX98x Monolithic Sample-and-Hold Circuits (datasheet)*. 2015.
- [59] *ATmega328/P (Datenblatt)*. Atmel Corporation, 2016.
- [60] *UM10204 I2C-bus specification and user manual*, 6th ed. NXP Semiconductors, 2014.
- [61] D. G. Agresti, M. D. Dyar, and M. W. Schaefer, "Velocity calibration for in-situ Mössbauer data from Mars," pp. 845–850, 2006.
- [62] C. E. Violet, D. N. Pipkorn, and C. E. Violet, "Mössbauer Line Positions and Hyperfine Interactions in α Iron Mossbauer Line Positions and Hyperfine Interactions in alpha Iron," vol. 4339, no. 1971, 2014.
- [63] "DIN 38402-51: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Allgemeine Angaben (Gruppe A) - Teil 51: Kalibrierung von Analysenverfahren - Lineare Kalibrierfunktion (A 51)." 1986.
- [64] S. Kromidas, Ed., *Handbuch Validierung in der Analytik*, 2nd ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2011.
- [65] *TLE207x, TLE207xA Excalibur low-noise high-speed JFET-input operational amplifiers (Datasheet)*. Dallas: Texas Instruments Incorporated, 2009.
- [66] P. Seibt, *Algorithmic Information Theory*. Heidelberg, Germany: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2006.
- [67] *BC337-40 Amplifier Transistors (Datasheet)*. Denver: ON Semiconductor, 2013.
- [68] "MCP4725 (Datasheet)," 2007.
- [69] *ICL7660, ICL7660A CMOS Voltage Converters (Datenblatt)*. Intersil Americas LLC, 2010.
- [70] *$\mu\text{A}7800$ SERIES POSITIVE-VOLTAGE REGULATORS*. Dallas: Texas Instruments Incorporated, 2003.
- [71] "Tennelec TC246 (Manual)." Tennelec Inc., Oak Ridge, TN, 1989.
- [72] W. R. Leo, *Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments*, 2nd ed. Heidelberg, Germany: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1994.
- [73] I. Fleischer, G. Klinelhöfer, R. V. Morris, C. Schröder, D. Rodinov, and P. De Souza, "Analysis of 6.4 keV Mössbauer Spectra Obtained with MIMOS II on MER on Cobbles at Meridiani Planum, Mars and Considerations on Penetration Depths," *Lunar Planet. Sci.*, vol. XXXIX, no. May 2014, 2008.
- [74] D. Louis and P. Müller, *Das Java 6-Codebook*. München/Germany: Pearson Education, 2007.
- [75] M. Bé *et al.*, *Table of Radionuclides*, vol. 1. Sèvres: Internationales Büro für Maß und Gewicht, 2004.

- [76] G. Klingelhöfer, P. Held, R. Teucher, F. Schlichting, J. Foh, and E. Kankeleit, "Mössbauer spectroscopy in space," *Hyperfine Interact.*, vol. 95, no. 1, pp. 305–339, 1995.
- [77] T. J. Wdowiak, M. L. Wade, and J. I. Nun, "Extracting science from Mo⁵⁷ ssbauer spectroscopy on Mars," vol. 108, pp. 1–17, 2003.
- [78] O. Zinke and H. Seither, *Widerstände, Kondensatoren, Spulen und ihre Werkstoffe*, 2nd ed. Berlin, Heidelberg: Springer, Berlin, Heidelberg, 1982.
- [79] S. L. Ruby and J. M. Hicks, "Line Shape in Mössbauer Spectroscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 33, no. 1, pp. 27–30, 1962.
- [80] V. Rusanov, S. Stankov, V. Angelov, and V. Schünemann, "Line width of single-crystal Moessbauer absorption," *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, vol. 170, no. 3, pp. 443–453, 2000.
- [81] F. J. R. Jiménez, "X-Ray Spectroscopy with PIN diodes," *AIP Conf. Proc.*, no. September 2006, pp. 121–133, 2006.
- [82] M. Jeong, W. J. Jo, H. S. Kim, and J. H. Ha, "Radiation hardness characteristics of Si-PIN radiation detectors," *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.*, vol. 784, pp. 119–123, 2015.
- [83] Y. Yoshida and G. Langouche, Eds., *Mössbauer Spectroscopy - Tutorial Book*, 1st ed. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2013.
- [84] E. Murad. and J. Cashion, *Mössbauer Spectroscopy of Environmental Materials and Their Industrial Utilization*, 1st ed. Boston, MA: Springer, Boston, MA, 2004.
- [85] B. Boubeker, J. P. Eymery, P. Auric, and M. Rahmoune, "A Mössbauer study of bcc stainless steel films," *Nucl. Inst. Methods Phys. Res. B*, vol. 101, 1995.
- [86] U.-R. Kunze and G. Schwedt, *Grundlagen der quantitativen Analyse*, 6th ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2009.
- [87] G. Wedler, *Lehrbuch der physikalischen Chemie*, 5th ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2004.
- [88] I. Bibicu, M. S. Rogalski, and G. Nicolescu, "Toroidal proportional detector for conversion X-ray and transmission Mössbauer spectroscopy," *Nucl. Inst. Methods Phys. Res. B*, vol. 94, no. 3, pp. 330–332, 1994.
- [89] I. Bibicu and M. Rogalski, "Proportional counter for simultaneous conversion X-ray and transmission Mössbauer spectroscopy," *J. Phys. III*, vol. 4, no. 12, 1994.
- [90] I. Bibicu, M. S. Rogalski, and G. Nicolescu, "A detector assembly for simultaneous conversion electron, conversion x-ray and transmission Mössbauer spectroscopy," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 7, no. 1, pp. 113–115, 1996.
- [91] S. C. Pancholi, H. De Waard, W. J. L. Petersen, A. Van Der Wijk, and J. Van Klinken, "A new system for depth-selective conversion electron mössbauer spectroscopy," *Nucl. Instruments Methods Phys. Res.*, vol. 221, no. 3, pp. 1–7, 1984.
- [92] G. Klingelhöfer, U. Imkeller, E. Kankeleit, and B. Stahl, "Surface sensitivity of low energy electron Mössbauer spectroscopy (LEEMS) using⁵⁷Fe," *Hyperfine Interact.*, vol. 69, no. 1, pp. 819–822, 1991.
- [93] J. A. Sawicki and T. Tyliszczak, "Resonant emission of secondary electrons associated with recoilless nuclear absorption of gamma rays in solids," *Nucl. Instruments Methods Phys. Res.*, vol. 216, no. 3, pp. 501–504, 1983.
- [94] F. Moutinho, C. Rojas, and L. D'Onofrio, "Design of an Auger Electron Mössbauer Spectrometer (AEMS) using a modified cylindrical mirror analyzer," *Hyperfine Interact.*, vol. 224, no. 1–3, pp. 43–50, 2014.
- [95] H. Krieger, *Grundlagen der Strahlungsphysik und des Strahlenschutzes*, vol. 4. Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 2012.
- [96] L. Meitner, "Über die Beta-Strahl-Spektren und ihren Zusammenhang mit der Gamma-Strahlung," *Zeitschrift für Phys.*, vol. 11, no. 1, pp. 35–54, 1922.
- [97] V. K. Sharma, G. Klingelhöfer, and T. Nishida, Eds., *Mössbauer Spectroscopy: Applications in Chemistry, Biology, and Nanotechnology*. John Wiley & Sons, 2013.
- [98] I. Fleischer *et al.*, "Depth selective Mössbauer spectroscopy: Analysis and simulation of 6.4

- keV and 14.4 keV spectra obtained from rocks at Gusev Crater, Mars, and layered laboratory samples," *J. Geophys. Res.*, vol. 113, no. E6, 2008.
- [99] J. S. Zabinski and B. J. Tatarchuk, "Resonant low energy electrons and their impact on non-destructive depth profiling of thin film samples," *Thin Solid Films*, vol. 166, pp. 213–224, 1988.
- [100] M. Miglierini, M. Hasiak, and M. Bukdos, "Subsurface structure and magnetic parameters of Fe-Mo-Cu-B metallic glass," *Nukleonika*, vol. 60, no. 1, pp. 115–119, 2015.
- [101] S. I. Nagy and E. Szilágyi, "SCA window optimization in Mössbauer spectroscopy: The case of constant background," *J. Radioanal. Nucl. Chem. Lett.*, vol. 137, no. 1, 1989.
- [102] A. A. Velásquez, J. R. Gancedo, J. M. Trujillo, A. L. Morales, J. E. Tobón, and L. Reyes, "Design and Construction of an Autonomous Low-Cost Pulse Height Analyzer and a Single Channel Analyzer for Mössbauer Spectroscopy," *AIP Conf. Proc.*, vol. 765, no. 2005, pp. 389–394, 2005.
- [103] C. Van Cromphaut, V. G. De Resende, E. De Grave, and R. E. Vandenberghe, "Mössbauer study of Meridiani Planum, the first iron-nickel meteorite found on the surface of Mars by the MER Opportunity," *Meteorit. Planet. Sci.*, vol. 42, no. 12, pp. 2119–2123, 2007.
- [104] H. P. Lima, G. P. Guedes, A. F. Barbosa, and J. M. Seixas, "A Fast Multichannel-Analyzer for Radiation Detection Applications," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 53, no. 2, pp. 378–383, 2004.
- [105] P. Schaaf, T. Wenzel, K. Schemmerling, and K. P. Lieb, "A Simple 6-Input Multichannel System for Mossbauer-Spectroscopy," *Hyperfine Interact.*, vol. 92, pp. 1189–1193, 1994.
- [106] *AD5171 - 64-Position OTP Digital Potentiometer (Datenblatt)*. Analog Devices, Inc, 2005.
- [107] *MAX98357A/MAX98357B - Tiny, Low-Cost, PCM Class D Amplifier with Class AB Performance (Datenblatt)*. Maxim Integrated Products, Inc, 2018.
- [108] *Atmel SAM D21E / SAM D21G / SAM D21J (Datenblatt)*. Atmel Corporation, 2015.
- [109] J. Pechousek *et al.*, "Software emulator of nuclear pulse generation with different pulse shapes and pile-up Jiri," *Nucl. Inst. Methods Phys. Res. A*, vol. 828, pp. 81–85, 2016.
- [110] S. J. B. Reed, "Pulse pile-up rejection in Si(Li) x-ray detection systems," *J. Phys. E.*, vol. 5, no. 10, 1972.
- [111] R. Rieder *et al.*, "The new Athena alpha particle X-ray spectrometer for the Mars Exploration Rovers," *J. Geophys. Res. Planets*, vol. 108, no. E12, 2003.
- [112] T. E. Economou, A. L. Turkevich, K. P. Sowinski, J. H. Patterson, and E. J. Franzgrote, "The alpha-scattering technique of chemical analysis," *J. Geophys. Res.*, vol. 75, no. 32, pp. 6514–6523, 1970.
- [113] E. F. Garman and G. W. Grime, "Elemental analysis of proteins by microPIXE," *Prog. Biophys. Mol. Biol.*, vol. 89, pp. 173–205, 2005.

7.2. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Mößbauer-Spektrometer MIMOS II am Roboterarm des Rovers Opportunity.	8
Abbildung 2: Zerfallsschema von ^{57}Co zu ^{57}Fe	11
Abbildung 3: Verschiebung der Emissions- und Absorptionslinie aufgrund des Rückstoßes.	12
Abbildung 4: Isomerieverschiebung.	14
Abbildung 5: Quadrupolaufspaltung.	16
Abbildung 6: Magnetische Aufspaltung.	17
Abbildung 7: Aufbau eines Mößbauerspektrometers.	19
Abbildung 8: Schematischer Aufbau eines Proportionalitätszählrohrs.	22
Abbildung 9: Betriebsmodi eines Gaszählrohrs.	23
Abbildung 10: Aufbau einer Si-PIN-Diode [38].	25
Abbildung 11: Schematischer Aufbau einer Si-PIN-Diode.	26
Abbildung 12: Si-PIN-Diode im vorgespannten Zustand mit eingestrahnten Photonen.	26
Abbildung 13: Funktionsweise eines Fensterdiskriminators.	27
Abbildung 14: Schematischer Aufbau eines Fensterdiskriminators [44].	28
Abbildung 15: Schematische Darstellung der Puls-Höhen-Analyse.	29
Abbildung 16: Spektren einer Quelle aufgenommen mit verschiedener Anzahl von Kanälen.	30
Abbildung 17: Dreiecksspannung.	32
Abbildung 18: Spannungsverlauf der Dreiecksspannung und Fehlersignal.	33
Abbildung 19: Hochpassfilter.	35
Abbildung 20: Schaltung Geschwindigkeitsmessung.	40
Abbildung 21: Schematisches Sextett, wie es bei α -Eisen vorkommt.	41
Abbildung 22: Schaltplan der Mößbauer Auswerteeinheit.	43
Abbildung 23: Dreidimensionale Darstellung eines zweidimensionalen Mößbauerspektrums.	51
Abbildung 24: Einstellungsfenster Parameter.	54
Abbildung 25: Geschwindigkeitsregelung <i>MDU 1200</i>	55
Abbildung 26: Steuerung zweidimensionale Aufnahme.	56
Abbildung 27: Visualisierung der zweidimensional aufgenommenen Daten.	58
Abbildung 28: Dialogfenster Spektrum und Falten.	60
Abbildung 29: Skizze eines Singulett.	62
Abbildung 30: α -Eisen Referenzprobe.	65
Abbildung 31: Si-PIN-Detektor.	66
Abbildung 32: Schematische Zeichnung eines 15 poligen Steckers.	67
Abbildung 33: α -Eisen Folie.	68
Abbildung 34: Folie aus V2A-Stahl.	69
Abbildung 35: Probenhalter für Schichtmessung mit V2A-Stahl oben.	70
Abbildung 36: Probenhalter für Schichtmessung mit α -Eisen oben.	70
Abbildung 37: Aufbau: Messung von Schichten Teil 1: D-V2A-Fe-Q.	70
Abbildung 38: Aufbau: Messung von Schichten Teil 2: D-Fe-V2A-Q.	71
Abbildung 39: Spannungsabfall 1.	72

Abbildung 40: Spannungsabfall 2.	73
Abbildung 41: Spannungsabfall 3.	74
Abbildung 42: Kalibrierungsgerade für die Geschwindigkeit.	76
Abbildung 43: Spannungsverlauf eines Photonenpulses und Verstärktes Signal.	78
Abbildung 44: Spannungsverläufe eines Photonensignals und Auswertelogenen.	79
Abbildung 45: Pseudodreidimensionale Auftragung einer zweidimensionalen Messung von α -Eisen.	82
Abbildung 46: Energiespektrum generiert aus der zweidimensionalen Messung von α -Eisen.	83
Abbildung 47: Energiespektrum der zweidimensionalen Messung von α -Eisen (energiekalibriert).	85
Abbildung 48: Mößbauerspektrum generiert aus der zweidimensionalen Messung von α -Eisen... ..	86
Abbildung 49: Gefaltetes Mößbauerspektrum der Messung von α -Eisen.	87
Abbildung 50: Gefaltetes Spektrum der Messung von α -Eisen mit kalibrierter Geschwindigkeit.	89
Abbildung 51: Spektren von α -Eisen in verschiedenen Energiebereichen.	90
Abbildung 52: Pseudodreidimensionale Auftragung der Messung von α -Fe mit dem Si-PIN-Detektor.	93
Abbildung 53: Energiespektrum der zweidimensionalen Messung von α -Eisen.	94
Abbildung 54: Energiespektrum der Messung von α -Eisen intern kalibriert.	95
Abbildung 55: MÖßBAUER-Spektrum der Referenzmessung α -Eisen.	97
Abbildung 56: Pseudodreidimensionale Auftragung der Messung von V2A-Stahl.	99
Abbildung 57: Energiespektrum der Messung von V2A-Stahl intern kalibriert.	100
Abbildung 58: MÖßBAUER-Spektrum der Referenzmessung V2A-Stahl (11,6 – 17,5 keV).	101
Abbildung 59: Pseudoreidimensionale Auftragung der Messung der Schichtenfolge D-V2A-Fe-Q.	102
Abbildung 60: Energiespektrum der Messung D-V2A-Fe-Q.	104
Abbildung 61: MÖßBAUER-Spektrum der Messung D-V2A-Fe-Q (12,1 – 16,7 keV).	105
Abbildung 62: MÖßBAUER-Spektrum der Messung D-V2A-Fe-Q (4,3 – 7,5 keV).	106
Abbildung 63: MÖßBAUER-Spektrum der Messung D-V2A-Fe-Q (0,4 – 1,9 keV).	108
Abbildung 64: Pseudodreidimensionale Auftragung der Messung der Schichtenfolge D-Fe-V2A-Q.	110
Abbildung 65: Energiespektrum der Messung D-Fe-V2A-Q.	111
Abbildung 66: MÖßBAUER-Spektrum der Messung D-Fe-V2A-Q (12,1 – 16,7 keV).	112
Abbildung 67: MÖßBAUER-Spektrum der Messung D-Fe-V2A-Q (4,6 – 7,5 keV).	114
Abbildung 68: Mößbauerspektrum der Messung D-Fe-V2A-Q (0,1 – 1,6 keV).	115

7.3. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Eigenschaften verschiedener Detektoren in der Mößbauerspektroskopie.	21
Tabelle 2: Geschwindigkeitsparameter für α -Eisen im Mößbauerspektrum.	41
Tabelle 3: Energien und Wahrscheinlichkeiten der Übergänge von ^{57}Co	64
Tabelle 4: Anschlussbelegung des Mikro-Steckers des Si-PIN-Transmissionsdetektors.	67
Tabelle 5: Messwerte der Kalibrierung.	77
Tabelle 6: Parameter der linearen Regression der Kalibrierung der Geschwindigkeit.	77
Tabelle 7: Statistiken zur Messung der α -Eisenfolie mit dem Proportionalitätsrohr.	81
Tabelle 8: Maximalstellen der Anpassungen für das Energiespektrum von α -Eisen.	84
Tabelle 9: Minimalstellen der Peaks der Messung von α -Eisen.	87
Tabelle 10: Parameter für die Anpassung und Kalibrierung der Geschwindigkeit.	88
Tabelle 11: Statistiken zur Messung der α -Eisenfolie.	92
Tabelle 12: Zuordnung der Peaks zu Energien.	95
Tabelle 13: Parameter für die Anpassung und Kalibrierung der Geschwindigkeit.	96
Tabelle 14: Parameter der Anpassung aus der Messung von α -Eisen.	98
Tabelle 15: Statistiken zur Messung der V2A-Stahlfolie.	98
Tabelle 16: Mößbauerparameter der Referenzmessung V2A-Stahl.	101
Tabelle 17: Statistiken zur Messung der Schichtenfolge D-V2A-Fe-Q.	103
Tabelle 18: Flächenverhältnisse im Energiebereich 12,1 – 16,7 keV der Messung D-V2A-Fe-Q.	106
Tabelle 19: Flächenverhältnisse im Energiebereich 4,3 – 7,4 keV der Messung D-V2A-Fe-Q.	107
Tabelle 20: Flächenverhältnisse verschiedenen Energien der Messung D-V2A-Fe-Q.	109
Tabelle 21: Statistiken zur Messung der Schichtenfolge D-Fe-V2A-Q.	110
Tabelle 22: Flächenverhältnisse im Energiebereich 12,1 – 16,7 keV der Messung D-Fe-V2A-Q.	113
Tabelle 23: Flächenverhältnisse im Energiebereich 4,6 – 7,5 keV der Messung D-Fe-V2A-Q.	114
Tabelle 24: Flächenverhältnisse bei verschiedenen Energien der Messung D-Fe-V2A-Q.	116

7.4. Codeverzeichnis

Code 1: Einstellung der DAU Spannung.....	36
Code 2: Einstellung der Schaltfrequenz.....	36
Code 3: Definitionen der Eingänge und Ausgänge.....	46
Code 4: Initialisierung des Interrupts für die Photonenregistrierung.....	47
Code 5: Unterbrechungsroutine für die Photonenregistrierung.....	47
Code 6: Definition des Analogeingangs.....	48
Code 7: Initialisierung des Analog-Digital-Umsetzers.....	48
Code 8: Definition der Zähler für das Energiespektrum.....	49
Code 9: Realisierung der Aufnahme des Energiespektrums.....	49
Code 10: Definition des Zählers für das Mößbauerspektrum.....	50
Code 11: Realisierung der Aufnahme des Mößbauerspektrums.....	50
Code 12: Definition des Puffers für die Photoneninformationen.....	52
Code 13: Realisierung der zweidimensionalen Datenaufnahme.....	52
Code 14: Zwischenspeicherung der Daten auf dem Computer.....	53
Code 15: Datenverarbeitung am Computer.....	53
Code 16: Schematische Darstellung des Dateiformats „*.moe2d“.....	57
Code 17: Algorithmus zur Berechnung des Mößbauerspektrums.....	59
Code 18: Berechnung des gefalteten Spektrums.....	61
Code 19: Funktion zur Berechnung der Interpolation zwischen zwei Kanälen.....	61
Code 20: Berechnung der absoluten Geschwindigkeit für die Geschwindigkeitskanäle.....	62

7.5. Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung
A	Ampere
ADU	Analog-Digital-Umsetzer
ASCII	American Standard Code for Information Interchange
B	Byte
Bzw	Beziehungsweise
BNC	Bayonet Neill Concelman
Ca	Circa
CEMS	conversion electron Mössbauer spectroscopy
Ch	Kanal (Channel)
Ct	Count
CXMS	conversion x-ray Mössbauer spectroscopy
DAU	Digital-Analog-Umsetzer
F	Farrad
FHWM	Full width at half Maximum
Hz	Hertz
I2S	Inter-IC Sound
IC	Integrated Circuit
MCA	Multichannel Analyzer, Vielkanalanalysator
S	Sekunde
SCA	Singlechannel Analyser, Einkanalanalysator
SODS	Second order doppler shift
TTL	Transistor-Transistor-Logik
USB	Universal Serial Bus
V	Volt
Vgl	Vergleiche
APXS	Alphapartikel Röntgenspektroskopie
PIXE	Partikelinduzierte Röntgenemission

7.6. Vorsätze für Maßeinheiten

Vorsatz	Wert	Name
G	10^9	Giga
M	10^6	Mega
k	10^3	Kilo
m	10^{-3}	Milli
μ	10^{-6}	Mikro
n	10^{-9}	Nano
p	10^{-12}	Pico
f	10^{-15}	Femto

7.7. Benutzte Geräte

Gerät	Hersteller
ADS1115	Texas Instruments, Dallas, Texas, USA
ATMEGA 328P (Arduino Nano)	Atmel Corporation, San José, USA
BC337	ON Semiconductor, Phoenix, Arizona, USA
EC 2002	Weller Tools, Besigheim, Baden-Württemberg, Deutschland
ICL7660	Maxim Integrated, San José, Kalifornien, USA
LF398N	Texas Instruments, Dallas, Texas, USA
LPKF ProtoMat S63	LPKF Laser & Electronics AG, Garbsen, Niedersachsen, Deutschland
MDU-1200	Wissenschaftliche Elektronik, Ortenberg, Hessen, Deutschland
MIMOS II Steuereinheit	Johannes Gutenberg-Universität Mainz, Mainz, Rheinland-Pfalz, Deutschland
SAM3X (Arduino Due)	Atmel Corporation, San José, USA
Si-Pin-Detektor MIMOS II	Johannes Gutenberg-Universität Mainz, Mainz, Rheinland-Pfalz, Deutschland
TC246	Tennelec, Oak Ridge, Tennessee, USA
TDS2024C	Tektronix, Beaverton, Oregon, USA
TLE2072	Texas Instruments, Dallas, Texas, USA

7.8. Benutzte Programme

Software	Hersteller / Entwickler
Adobe Photoshop CS 5	Adobe Systems, San José, Kalifornien, USA
Arduino IDE 1.8.8	Arduino LLC
CircuitPro PM	LPKF Laser & Electronics AG, Garbsen Niedersachsen, Deutschland
Eagle	Autodesk, San Rafael, Kalifornien, USA
Irfanview 4.51	Irfan Škiljan
LTspice	Linear Technology, Milpitas, Kalifornien, USA
Microsoft Excel 2016	Redmond, Washington, USA
Microsoft Word 2016	Redmond, Washington, USA
Origin 2018b	OriginLab, Northampton, Massachusetts, USA
Recoil	Department of Physics, University of Ottawa, Ottawa, Ontario, Kanda

8. Anhang

8.1. Lebenslauf

Persönliche Daten

Name: Moritz Jahns
Geburtsdatum: 16.08.1985
Geburtsort: Hannover
Nationalität: deutsch

Ausbildung:

07/2005: Abitur am Kurz-Schwitters-Gymnasium Misburg in Hannover
10/2006 – 11/2011: Bachelor of Science in den Studiengängen Biologie und Chemie
11/2011 – 01/2014: Master of Education in den Studiengängen Biologie und Chemie
07/2014 – heute: Promotion an der Leibniz Universität Hannover

8.2. Publikationen und Tagungsbeiträge

Publikationen (peer-reviewed)

„An Arduino based Mössbauer spectrometer“,

Moritz Jahns, Stephen Klimke, Dominik Natke, Ralf Sindelar, Ulrich Schrewe, Göstar Klingelhöfer (†), Robert Patzke, Franz Renz, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res.*, **2019**.
(submitted)

„Effect of the Degree of Inversion on Optical Properties of Spinel ZnFe₂O₄“,

L. Granone, A. C. Ulpe, L. Robben, S. Klimke, M. Jahns, F. Renz, T. M. Gesing, T. Bredow, R. Dillert, D. W. Bahnemann, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **2018**, 20:28267.

„Tuning spin transitions of iron(II)-dpp systems“,

D. Natke, D. Unruh, B. Dreyer, S. Klimke, M. Jahns, A. Preiss, R. Sindelar, G. Klingelhöfer, F. Renz, *Hyperfine Interactions*, **2018**, 239:12.

„Mössbauer investigation of novel pentadentate schiff base complexes“,

L. Heyer, B. Dreyer, A. Preiss, M. Menze, S. Klimke, M. Jahns, R. Sindelar, G. Klingelhöfer, B.F. O. Costa, F. Renz, *Hyperfine Interactions*, **2016**, 237:1.

„Chemie der Forensik – Blutnachweise im Schülerexperiment“,

M. Jahns, B. Sieve, *Chemkon*, **2011**, 18:2.

Beiträge zu wissenschaftlichen Konferenzen und Symposien

„Low cost modernization of Mössbauer spectrometer with modern microcontroller technology“,

M. Jahns, S. Klimke, M. Menze, R. Patzke, U. Schrewe, R. Sindelar, G. Klingelhöfer, F. Renz, Erstes Eisensymposium, Hannover, Deutschland, 21.06.-22.06. (2016).

„Improvements of Mössbauer spectrometer through cheap microcontroller technology“,

M. Jahns, S. Klimke, M. Menze, R. Patzke, U. Schrewe, R. Sindelar, G. Klingelhöfer, F. Renz, LNQE Nano Day 2016, Hannover, Deutschland, 29.09 (2016).

„Optimization of spectroscopy by peak height analysis and pile-up rejection“,

M. Jahns, Stephen Klimke, Matthias Menze, Dominik Natke, Annika Preiss, Ralf Sindelar, Ulrich Schrewe, Göstar Klingelhöfer, Robert Patzke, Franz Renz, LNQE Nano Day, Hannover, Deutschland, 28.09 (2017).

„Measurement of Magnetite Nanoparticles magnetoresistive sensors“,

M. Jahns, S. Klimke, N. Vellguth, and F. Renz, LNQE Nano Day 2015, Hannover, Deutschland, 01.10 (2015).

„Performance of Mössbauer spectrometers increased by implementing intrinsic peak height and pulse length determination “,

Moritz Jahns, Stephen Klimke, Matthias Menze, Dominik Natke, Annika Preiss, Ralf Sindelar, Ulrich Schrewe, Göstar Klingelhöfer, Robert Patzke, Franz Renz, ICAME 2017, Sankt Petersburg, Russland, 03.09.-08.09. (2017).

„Optimization of Mössbauer spectroscopy by two dimensional data acquisition“,

Moritz Jahns, Stephen Klimke, Ralf Sindelar, Ulrich Schrewe, Göstar Klingelhöfer, Robert Patzke, Franz Renz, LNQE Nano Day, Hannover, Deutschland, 28.09 (2017).