



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN
Vienna University of Technology

MASTERARBEIT

Bestimmung des Oxidationsgrades von Eisenerzen mittels Mössbauerspektroskopie

durchgeführt am Institut für Festkörperphysik der TU Wien

betreut von

Ao.Univ.-Prof.i.R. Dipl.-Ing. Dr.techn. Michael REISSNER

eingereicht von

Fabian Spies, BSc

Matrikelnummer 01636299

zur Erlangung des akademischen Grades

Diplomingenieur

Wien, 15. März 2024

(Unterschrift Autor)

(Unterschrift Betreuer)

Kurzfassung

Thema der Arbeit ist sowohl eine methodische als auch eine analytische Fragestellung.

Die methodische bezieht sich darauf, Interpolationsfehler im Faltprozess von Mössbauerspektren aufzuspüren. Motivation war, die Genauigkeit der Ergebnisse aus dem analytischen Teil zu bestimmen. Dafür wurde eine Probe mit schwachem Signal und damit langer Messzeit ausgewählt, da hier die größten Fehler zu erwarten sind. Diese wurde mittels einseitiger Flankenbewertung und der herkömmlichen Methode der Spektrenfaltung gefittet und die Ergebnisse wurden miteinander verglichen.

Die Analyse ergab, dass sich die gefundenen Unterschiede in den erhaltenen Mössbauerparametern innerhalb der erwarteten Fehlergrenzen bewegen.

Im analytischen Teil der Arbeit werden mithilfe von Fe^{57} - Mössbauerspektroskopie fünf verschiedene Mineralproben aus südamerikanischen Minen auf die Valenz der beinhalteten Eisenatome untersucht. Eine Analyse der einzelnen Subspektren gibt Aufschluss über das Fe^{2+}/Fe^{3+} Verhältnis in den Proben, den Oxidationsgrad des Magnetiten und die Kristallinität des Hämatiten.

Es konnte gezeigt werden, dass vier von den fünf unterschiedlichen Proben zu über 90 % aus Magnetit bestehen, welcher kaum oxidiert ist. Maximale Abweichungen der Stöchiometrie von 13 % wurden gefunden. Als zweites Eisenoxid wurde Hämatit identifiziert, welches in einer Probe zu über 98 %, in den anderen zu weniger als 3 % vorkommt. Unterschiede im Kristallinitätsgrad des Hämatiten wurden nachgewiesen.

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Masterarbeit selbstständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und die den verwendeten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche erkenntlich gemacht habe.

Wien, 15. März 2024

(Unterschrift)

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	5
2	Proben	7
2.1	Huber - 4	7
2.2	Eisenerze	9
2.2.1	Magnetit (Fe_3O_4)	9
2.2.2	Hämatit ($\alpha - Fe_2O_3$)	10
2.2.3	Amphibole, Schichtsilikate und Hydroxide	10
3	Theorie	12
3.1	Der Mössbauer - Effekt	12
3.2	Mössbauerspektroskopie	14
3.2.1	Isomerieverschiebung	16
3.2.2	Quadrupolaufspaltung	16
3.2.3	Magnetische Aufspaltung	18
3.2.4	Der f - Faktor	20
3.3	Die Quelle	23
4	Experimenteller Aufbau	24
4.1	Elektronik	26
4.2	Temperatursteuerung (Oxford ITC4, Abbildung 11)	28
4.3	Software	29
4.3.1	Wissoft2010, ITC4 und Messung mit Wissel	30
4.3.2	<i>EichRei</i> (Eichung) und <i>Faltvga</i> (Faltung)	30
4.3.3	MGUI	31
5	FileEditor_Spi	33
6	Durchführung der Messung	36
6.1	Huber - 4	37
6.2	Eisenerze	37
7	Ergebnisse	39
7.1	Huber - 4	39
7.1.1	Vergleich der Auswertungsmethoden	42
7.2	Eisenerze	46

8	Analyse	77
8.1	Huber - 4	77
8.1.1	Vergleich der Auswertungsmethoden	77
8.2	Eisenerze	78
9	Zusammenfassung	84
A	Fehlerfortpflanzung	89
B	FileEditor Code (Main Program)	92
B.1	FileEditor Code (Parser)	94
B.2	FileEditor Code (Serializer)	95
B.3	FileEditor Code (Channel)	100
B.4	FileEditor Code (Dat)	101
C	Reports & Bilder von Huber4 Probe	102
D	Reports & Bilder von 22070 Probe	126

1 Einleitung

Im Verlauf der Geschichte haben sich diverse Verfahrenswege zur Herstellung von metallischem Eisen entwickelt. Eine in jüngerer Zeit entwickelte Methode befasst sich mit dem Einsatz von sogenannten Feinerzen, welche in auf Wirbelschichttechnik basierenden Aggregaten zu Roheisenvorprodukten und Roheisen reduziert werden. Der Reduktionsprozess soll jedoch statt der traditionellen CO_2 - intensiven Methode mittels Kokskohle durch eine kohlenstoffarme Alternative ersetzt werden.

Die Eisenerzreduktion in der Stahlindustrie mittels Wasserstoff, auch als "Wasserstoffreduktion" oder "direkte Reduktion mit Wasserstoff" bezeichnet, ist ein innovativer Ansatz, der aufgrund der wachsenden Bedenken hinsichtlich des Klimawandels und der Notwendigkeit einer nachhaltigeren Stahlproduktion immer mehr an Bedeutung gewinnt.[1]

So wie die Herkunft der Eisenerze ist auch die Entstehungsgeschichte und morphologische Struktur jedes einzelnen Erzes äußerst vielfältig. Um aber einen industriellen Prozess optimal betreiben zu können, ist die genaue Kenntnis des Ausgangsmaterials unumgänglich. Zur Berechnung des Reduktions- und Metallisierungsgrades ist eine möglichst genaue Bestimmung der Eisenoxidanteile, insbesondere des Oxidationsgrades des Eisens, nötig.

Während die Identifizierung der im Erz enthaltenen Phasen durch Röntgenanalysen gut funktioniert, wird die Bestimmung des Oxidationsgrades üblicherweise nasschemisch durchgeführt. Eine äußerst präzise Alternativmethode um den Oxidationsgrad des Eisens zu bestimmen, bietet die Mössbauerspektroskopie.

Leider ist die Mössbauerspektroskopie nicht in der Lage, Aussagen bezüglich detaillierter Phasenanalysen zu treffen, da sie ausschließlich eisenhaltige Phasen nachweisen kann und die Trennung sehr ähnlicher Phasen selten gelingt. Daher wurden, als Ausgangspunkt für den Fit der Mössbauerspektren, die Ergebnisse von Röntgenanalysen herangezogen.

Ein Vorteil der Erz - Proben ist, dass die Hauptkomponenten der untersuchten Erze Magnetit und Hämatit sind, welche sich durch die Ausbildung eines Sextetts im Mössbauerspektrum von den anderen Phasen, welche nur Dubletts ausbilden, unterscheiden.

Ziel dieser Arbeit ist die Bestimmung des Oxidationsgrades von Eisen mittels

Fe⁵⁷ Mössbauerspektroskopie in fünf Eisenerzproben, um vor der geplanten Reduktion im Wirbelschichtreaktor das Fe²⁺/Fe³⁺ - Verhältnis zu kennen.

Neben dem Problem der sauberen Trennung verschiedener, sich im Messspektrum überlagernder Teilspektren der verschiedenen kristallographischen Phasen, welche zu Unsicherheiten in der Bestimmung des Oxidationszustandes führen, gibt es auch methodische Fehlerquellen. Eine davon ergibt sich aus der Faltung der Flanken des gemessenen Spektrums. Daher wurde im Weiteren eine Gegenüberstellung zweier verschiedener Auswertungsmethoden eines Mössbauerspektrums diskutiert, um zu untersuchen ob es, insbesondere bei längeren Messungen, zu Diskrepanzen bei der Analyse des Transmissionsspektrums kommt. Dabei soll die gängige Variante der Spektrenfaltung mit der alternativen Methode der getrennten Flankenauswertung verglichen werden, für deren Datenaufbereitung im Zuge dieser Arbeit das Programm **File-Editor_Spi** geschrieben wurde. Bei dieser Vorgehensweise werden die beiden Flanken seperat voneinander betrachtet und ausgewertet. Es soll untersucht werden, ob es dabei zu signifikanten Unterschieden im Mössbauerspektrum kommt.

2 Proben

2.1 Huber - 4

Für die Abschätzung des Fehlers, der durch das Falten der beiden Flanken des Messspektrums auftreten kann, wurde eine Probe mit langer Messzeit gewählt, da in diesem Fall der größte Fehler zu erwarten ist. Ausgewählt wurde die Probe Huber - 4, ein sogenanntes "Spin - Crossover" - Material mit äußerst komplexer Atomstruktur, aber nur einem Eisenplatz (siehe Abbildung 1).



Struktur:

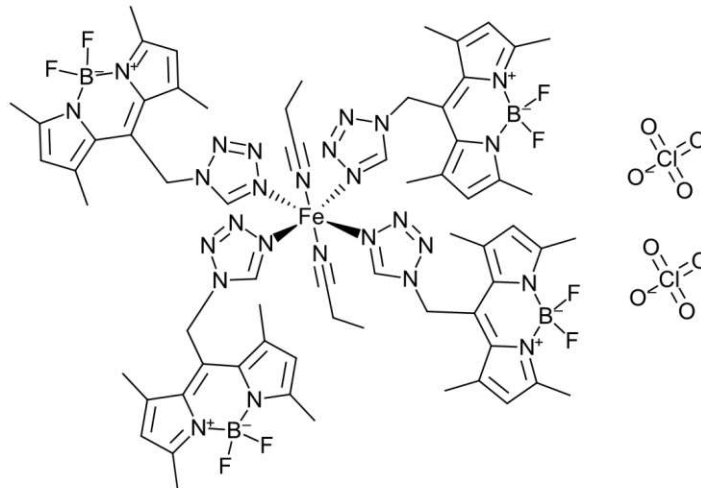


Abbildung 1: Huber - 4 Strukturformel [2]

Die Probe wurde am Institut für Angewandte Synthesechemie der TU Wien hergestellt.

SCO Proben wechseln zwischen diamagnetischem Verhalten bei tiefen und paramagnetischem Verhalten bei hohen Temperaturen. Dabei wechseln sie die Farbe von Dunkelviolett zu Weiß bis Durchsichtig, was sie für viele Anwendungen interessant macht.

Der Übergang von High Spin zu Low Spin ist stark temperaturabhängig. Bei welcher Temperatur die Probe vom Low Spin - in den High Spin - Zustand schaltet, lässt sich durch eine magnetische Messung feststellen (Abbildung 2). Diese soll später mit den Ergebnissen der Mössbauer Messungen verglichen werden.

VSM Messung:

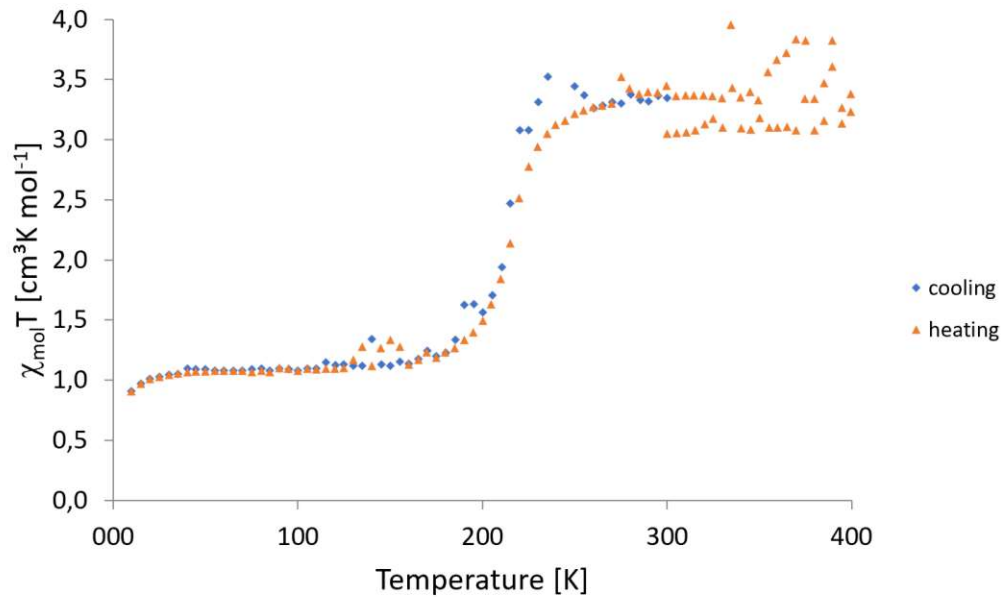


Abbildung 2: Huber - 4 VSM Messung [2]. Zwischen 200 und 250 Kelvin schaltet die Probe vom Low Spin - in den High Spin - Zustand.

Die Spektren der Huber - 4 SCO Probe wurden daher bei verschiedenen Temperaturen gemessen. Da zur Kühlung Helium verwendet wurde, konnte die Probe in 50 Kelvin - Schritten von Raumtemperatur bis zu 4.2 Kelvin untersucht werden. Die Ergebnisse sind in Kapitel 7.1 zusammengefasst.

2.2 Eisenerze

Die zu analysierenden Erze wurden an verschiedenen Stellen einer chilenischen Mine abgebaut und sind mit Probe 22070/01 bis Probe 22070/05 benannt. Mössbauerspektren wurden bei 294 K, 80 K und 4 K gemessen.

Eine Röntgenanalyse (Tabelle 1) gibt einen ersten Überblick über die unterschiedliche Zusammensetzung der Erze.

Tabelle 1: Massenprozent der Proben laut Röntgen - Analyse [3]

Probe: 22070	/01	/02a	/03	/04	/05
Magnetit	49.30%	92.80%	98.00%	89.80%	
Kaolinit	6.70%			3.20%	
Richterit	17.30%				
Vermiculit	3.00%			2.30%	
Aluminium Phosphor Oxid	0.90%		0.80%	3.20%	
Kalium Magnesium Vanadium Oxid Hydrat	22.80%				
Eisen Oxid (Hämatit)		5.40%	1.20%	1.50%	94.30%
Proto-Ferro-Anthophyllit		1.80%			
Natrium Aluminium Silikat					0.50%
Gibbsit					5.20%

Die in der Röntgenanalyse identifizierten Hauptphasen werden im Folgenden kurz charakterisiert.

2.2.1 Magnetit (Fe_3O_4)

Magnetit ist ein ferromagnetischer Spinell, dessen Anwesenheit in Mössbauerspektren leicht erkennbar ist. Seine Strukturformel bei Raumtemperatur $(Fe^{3+})_A[Fe_2^{2.5+}]_B$ zeigt, dass es zwei verschiedene Eisenplätze gibt, einen tetraedischen A Platz und einen oktaedrischen B Platz. Bei reinem Spinell befindet sich auf dem A - Platz nur 3 - wertiges Fe, auf dem B - Platz zu gleichen Teilen 2 - und 3 - wertiges Fe. Dies führt zu drei unterschiedlichen Subspektren, wie sie bei tiefen Temperaturen auch gefunden werden. Bei höheren Temperaturen wechselt ein Elektron so rasch von Fe^{3+} zu Fe^{2+} , dass während der charakteristischen Messzeit die beiden Subspektren zu einem mit scheinbarer Valenz von 2.5 verschmelzen. Bei niedrigen Temperaturen friert dieser Mechanismus ein und die Spektren separieren. Diesen Übergang nennt man Verwey - Übergang. Er findet bei ca. 125 K statt.[4]

In Tabelle 2 sind die zu erwarteten Mössbauerparameter (Hyperfeinfeld B und Centershift δ) für reinen und oxidierten Magnetit angegeben.[4]

Tabelle 2: Hyperfeinfeld B und Centershift δ für reinen und oxidierten Magnetit [4]

Magnetit	T (K)	Spektrum	B(T)	δ^* (mm/s)
Reiner Fe_3O_4	RT	Fe^{3+} A	49.0	0.28
	RT	$Fe^{2.5+}$ B	45.9	0.66
	130	Fe^{3+}	50.4	0.36
Oxidierter Fe_3O_4	130	$Fe^{2.5+}$ B	48.0	0.76
	RT	Fe^{3+} A	49.0	0.28
	RT	Fe^{3+} B	≈ 50.0	0.36
	RT	$Fe^{2.5+}$ B	45.9	0.66

* rel. zu α - Fe

2.2.2 Hämatit ($\alpha - Fe_2O_3$)

Hämatit ist das am häufigsten vorkommende Eisenoxid in Böden und Sedimenten. Im Vergleich zu anderen Eisenoxiden und Eisenhydroxiden weist Hämatit ein eher ungewöhnliches magnetisches Verhalten auf. Zusätzlich zum normalen ferromagnetischen - paramagnetischen Übergang kann er von einem Tieftemperatur antiferromagnetischen Zustand (AF) zu einem Hochtemperatur schwach ferromagnetischen Zustand (WF) übergehen. Zu diesem sogenannten Morin - Übergang kommt es bei ca. 265 K, allerdings nur bei entsprechend hoher Kristallinität des Minerals. In Tabelle 3 sind die zu erwarteten Mössbauerparameter von Hämatit bei unterschiedlicher Kristallinität angegeben. [4] [5]

2.2.3 Amphibole, Schichtsilikate und Hydroxide

In den folgenden Mineralien ist Eisen nicht unbedingt enthalten, vielmehr kann es ein Ion gleicher Wertigkeit substituieren. Beim Anthophyllit kann beispielsweise das zweiwertige Magnesium durch zweiwertiges Eisen substituiert werden, während dreiwertiges Aluminium durch dreiwertiges Eisen ersetzt wird. Die Mössbauerparameter der diversen Minerale sind in Tabelle 4 angegeben. Die Strukturformeln dieser Erze sind deutlich komplexer:

- Anthophyllit: $(Mg, Fe^{2+})_7Si_8O_{22}(OH)_2$
- Richterit: $Na[CaNa](Mg, Fe^{2+})_5[(OH)_2^-]Si_8O_{22}$

- Kaolinit: $Al_4[(OH)_8|Si_4O_{10}]$
- Vermiculit $Mg_{0.7}(Mg, Fe, Al)_6(Si, Al)_8O_{20}(OH)_4 \cdot 8H_2O$
- Gibbsit: $\gamma - (Al, Fe^{3+})(OH)_3$

Tabelle 3: Hyperfeinfeld B, Quadrupolshift 2ϵ und Centershift δ bei unterschiedlicher Kristallinität des Hämatiten [4]

Kristallinität	T (K)	Spektrum	B (T)	2ϵ (mm/s)	δ^* (mm/s)
Hoch	RT	S(WF)	51.7	-0.19	0.36
	80	S(AF)	54.1	0.38	0.47
	4	S(AF)	54.2	0.39	0.48
Mittel	RT	S(WF)	50.0 - 51.0	-0.2	0.37
	80	S(WF)	52.5 - 53.0	-0.19	0.47
	80	S(AF)	53.5 - 54.0	> 0.1	0.47
	4	S(AF)	54.2	0.38	0.48
	4	S(WF)	53.3	-0.2	0.48
Niedrig	RT	S(WF)	37.0 - 48.5	-0.2	0.37
	80	S(WF)	52.0 - 53.0	-0.2	0.47
	4	S(WF)	53.2	-0.2	0.48

* rel. zu α - Fe

Tabelle 4: Centershift δ und Quadrupolaufspaltung Δ für Anthophyllit [4], Richterit [6], Kaolinit [4], Vermiculit [4] und Gibbsit [7]

Mineralklasse	Mineral	Fe Seite	Δ (mm/s)	δ^* (mm/s)
Amphibole	Anthophyllit	Fe^{2+} M1-M3	2.6	1.12
		Fe^{2+} M4	1.8	1.10
	Richterit	Fe^{3+}	0.65	0.38
		Fe^{2+} M2	1.99	1.11
		Fe^{2+} M1,M3	2.70	1.15
Schichtsilikate	Kaolinit	Fe^{3+}	0.52	0.48
		Fe^{2+}	2.4-2.9	1.1-1.3
	Vermiculit	Fe^{3+} M2	0.57	0.29
		Fe^{3+} M1	1.10	0.37
Oxide/Hydroxide	Gibbsit	Fe^{2+} M2	2.58	1.11
			0.66	0.37

* rel. zu α - Fe

3 Theorie

3.1 Der Mössbauer - Effekt

Das vom deutschen Physiker Rudolf Mössbauer entdeckte Resonanzphänomen, für welches er wenige Jahre später den Nobelpreis erhielt, entsteht durch die Wechselwirkung von zwei Atomkernen (Sender und Empfänger) und einem rückstoßfrei emittierten und absorbierten Gamma-Quant.

Der messtechnisch interessante Aspekt dieses Vorgangs liegt in der extrem hohen Resonanzgüte ($Q_{MB} \approx 10^{15}$). Die Messmethode ist derart genau, dass man durch sie die Energieänderung von Gammastrahlen beim Durchlaufen einer kurzen Strecke im Gravitationsfeld bestimmen konnte. Auch Quantenmechanische Phänomene, wie die Energieniveaufspaltung in magnetischen (Zeeman-Effekt) sowie in elektrischen (Stark-Effekt) Feldern, konnte man nachweisen. [8, 9]

In Atomkernen kann es, wie man es von der Elektronenhülle kennt, zu Energieniveauübergängen kommen, welche meist mit der Emission oder Absorption eines Gamma Quants verbunden sind. Durch Wechselwirkungen mit elektrischen und magnetischen Feldern kann es dabei zu Verschiebungen oder Aufspaltungen von Energieniveaus kommen. Die Veränderungen der Energieniveaus geben wiederum Aufschluss über die unmittelbare Umgebung des Kerns.

So ließe sich ein System einfach und problemlos durch Resonanz - Fluoreszenz untersuchen, gäbe es nicht ein Hindernis, das dies erschwert. Die Hyperfeinwechselwirkung zwischen einem Atomkern und seiner Umgebung ist extrem klein und der Rückstoß des Kerns bei der Emission (bzw. Absorption) eines Photons verhindert eine Anregung. [10]

Der Rückstoß eines freien Kerns ist ein Resultat der Impulserhaltung. Die Rückstoßenergie wird im Folgenden mit E_R bezeichnet, die Energiedifferenz zwischen Angeregtem - und Grundzustand des Kerns mit E_0 .

Aus der Impulserhaltung folgt:

$$\hbar k = mv \rightarrow v = \frac{h}{\lambda m} \quad (1)$$

mit

$$E_0 = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (2)$$

Daraus folgt

$$v = \frac{E_0}{mc} \quad (3)$$

und somit

$$E_R = \frac{mv^2}{2} = \frac{m}{2} \left(\frac{E_0}{mc} \right)^2 = \frac{E_0^2}{2mc^2} \quad (4)$$

Damit ergibt sich die Energie des emittierten Gamma Quants zu:

$$E_{\gamma;e} = E_0 - E_R \quad (5)$$

Da der Impuls des Photons ebenso auf den absorbierenden Kern übertragen wird, gilt für diesen:

$$E_{\gamma;a} = E_0 + E_R \quad (6)$$

Die Energien der emittierten Quanten und die Absorptionsenergie unterscheiden sich aufgrund des Rückstoßes somit um

$$\Delta E = E_{\gamma;a} - E_{\gamma;e} = 2 \cdot E_R = \frac{E_0^2}{mc^2} \quad (7)$$

Natürlich unterliegen die angeregten Energieniveaus der Heisenberg'schen Unschärferelation und sind aufgrund ihrer endlichen Lebensdauer τ etwas verschmiert mit der Halbwertsbreite (natürliche Linienbreite):

$$\Gamma = \frac{\hbar}{\tau} \quad (8)$$

Für $\Gamma \geq \Delta E$ würden sich Emissions- und Absorptionslinie überlappen und es somit im Überlappungsgebiet zu Anregung kommen.

Dass Mössbauerspektroskopie mit freien Teilchen unmöglich praktizierbar wäre, lässt sich leicht zeigen:

Die ^{57}Fe - Mössbauerlinie hat folgende Eigenschaften

$$\begin{aligned} - E_\gamma &= 14.4 \text{ keV} &\Rightarrow & \Delta E = 4 \cdot 10^{-3} \text{ eV} \\ - \tau &= 10^{-7} \text{ s} &\Rightarrow & \Gamma = 6.6 \cdot 10^{-9} \text{ eV} \\ & &\Rightarrow & \Gamma \approx 0.000002 \cdot \Delta E \end{aligned}$$

Die Energieverschiebung durch den Rückstoß ist um 6 Größenordnungen größer als die Linienbreite. Es gibt quasi kein Überlappungsgebiet von Emissions- und Absorptionslinie mehr und die Wahrscheinlichkeit der Anregung geht somit gegen null.

Um Resonanz zu erzielen, muss der Energieverlust durch den Rückstoß kompensiert werden. Rudolf Mössbauer entdeckte 1958, dass Atome, welche in einem Festkörpergitter platziert sind, eine deutlich größere effektive Masse bezüglich des Rückstoßes haben. Wenn die Energie der Gammastrahlen klein genug ist, werden durch den Rückstoß keine Phononen angeregt und der Rückstoß wird vom gesamten System abgefedert, wodurch ΔE quasi null wird: Ein rückstoßfreier Mechanismus!

[10, 11]

$$E_{\gamma;e} = E_{\gamma;a} = E_0 \quad (9)$$

Die Stärke des Mössbauer Effekts lässt sich durch den f -Faktor abschätzen. Dieser beschreibt den Anteil an rückstoßfreien Quanten von der Gesamtintensität an Gammaquanten. Als Bedingung für die rückstoßfreie Emission und Absorption gilt die Ungleichung:

$$\frac{E_0^2}{2mc^2} < k \cdot \theta \quad (10)$$

mit $k =$ Boltzmannkonstante und $\theta =$ Debye-Temperatur [11]

Der Ausdruck $k \cdot \theta$ beschreibt die kleinste anzuregende Vibrationsenergie des Festkörpers. Die Herleitung des f - Faktors wird in Kapitel 3.2.4 gezeigt.

3.2 Mössbauerspektroskopie

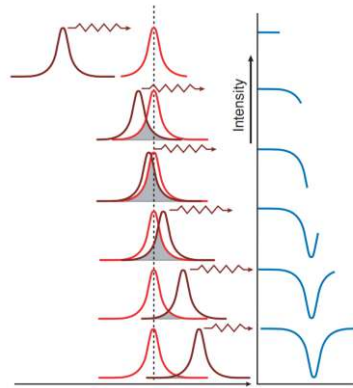


Abbildung 3: Entstehung eines Mössbauerspektrums [12]

Wird Energie in Form eines Gammaquants von der Quelle ausgesendet, so kann es sein, dass ein Kern des gleichen Isotops diese Energie aufnimmt und angeregt wird. Absorption tritt auf, wenn Spektrallinien von Absorption und Emission überlappen. Die Wahrscheinlichkeit der Resonanz des emittierenden Atoms und des absorbierenden wird durch die Fläche der Überlappung bestimmt. Das lorentzförmige Absorptionssignal (Abbildung 3) wird durch die Breit - Wigner - Formel beschrieben.

$$I(E) = const \frac{\Gamma}{2\pi} \frac{1}{(E - E_0)^2 + \left(\frac{\Gamma}{2}\right)^2} \quad (11)$$

In der Mössbauerspektroskopie möchte man aber die schwachen Hyperfeinwechselwirkungen der Atomkerne mit ihrer Umgebung untersuchen. Diese umgebungsbedingten Änderungen der Energieniveaus können im Wesentlichen auf drei Effekte zurückgeführt werden, welche im Laufe dieses Kapitels behandelt werden.

Die durch die Hyperfein-Wechselwirkung verursachte Änderung der Niveaus ist extrem klein, Milliardstel von Elektronenvolt. Um diese Änderungen messen zu können, nutzt man den optischen Dopplereffekt. Die Mössbauerquelle wird dabei auf einen Antrieb montiert, der mit einer Geschwindigkeit von wenigen Millimetern pro Sekunde periodisch zur Quelle hin- und von der Quelle wegoszilliert. Das Verhältnis von wenigen mm/s zur Lichtgeschwindigkeit ist ausreichend, um die Hyperfeinwechselwirkungen messen zu können. Aus praktischen Gründen werden daher Mössbauerspektren typischerweise gegen die Geschwindigkeit der Quelle aufgetragen. Wie genau ein einfaches Linienspektrum entsteht, ist in Abbildung 3 schrittweise dargestellt. [9, 10]

Der Energiebereich, in dem man die Kernniveaus abtastet, ist aufgrund der Hyperfeinwechselwirkung bedingten Energieverschiebung extrem klein, wie folgende Rechnung zeigt.

Für den optischer Dopplereffekt gilt:

$$\nu'_Q = \frac{\nu_Q}{1 - \frac{v}{c}} \quad (12)$$

wobei ν_Q die Photonfrequenz in Ruhe und ν'_Q die Photonfrequenz bei der Quellgeschwindigkeit v bezeichnet. Und da $E = h\nu$, folgt für eine angenommene Quellgeschwindigkeit von 5 mm/s:

$$E'_Q = \frac{E_Q}{1 - \frac{v}{c}} = \frac{14.4 \cdot 10^3}{1 - \frac{0.005}{3 \cdot 10^8}} = 0,999999999983 \text{ eV} \quad (13)$$

$$\Rightarrow \Delta E = E_Q - E'_Q = 1.7 \cdot 10^{-11} \text{ eV} = 0.017 \text{ neV}$$

Mithilfe der oszillierenden Quelle ist es nun möglich, ein Transmissionsspektrum des Absorbers zu erhalten, natürlich nur in unmittelbarer Nähe der Resonanzfrequenz. Dort, wo die modulierte Gammastrahlung auf einen möglichen Kernübergang trifft, wird sie absorbiert und danach isotrop emittiert, was zu einer Reduktion der Counts im Detektor führt. Um ein sinnvolles Transmissionsspektrum sehen zu können, muss die Probe sehr dünn sein und vor der Messung entsprechend präpariert werden.

Wie bereits erwähnt, verändern sich die Energieniveaus des absorbierenden Kerns aufgrund seiner atomaren Nachbarschaft. Die drei Hauptgründe, aus

denen es zu Verschiebungen und Aufspaltungen kommt, werden im Folgenden thematisiert.

3.2.1 Isomerieverschiebung

Die Isomerieverschiebung resultiert aus der Coulombwechselwirkung der Kernladung mit Elektronenladungen am Kernort. Die s-Elektronen haben am Kernort eine nicht verschwindende Aufenthaltswahrscheinlichkeit $\Psi(0)$. Veränderungen der s-Orbitale können daher die Kernniveaus beeinflussen. Diese Monopol-(Coulomb) Wechselwirkung verursacht eine Verschiebung der Resonanzenergie, sowohl im Absorber wie auch in der Quelle, und wird durch Gleichung (14) berechnet. ΔR beschreibt den Unterschied der Kernradien zwischen dem angeregten Kernradius R_a und dem Kernradius im Grundzustand R_g .

$$\delta = const. \cdot \left(|\Psi(0)_{Ab}|^2 - |\Psi(0)_Q|^2 \right) \cdot \left[\left(\frac{\Delta R}{R_a} \right)^2 - \left(\frac{\Delta R}{R_g} \right)^2 \right] \quad (14)$$

Eine Zunahme der Besetzung des äußersten s-Orbitals bewirkt somit eine Erhöhung der s-Elektronendichte am Kernort und somit eine Isomerieverschiebung.

Die s-Elektronen reagieren allerdings auch auf Änderungen in der Elektronenhülle. Die p -, d - und f - Elektronen beeinflussen den Kern zwar nicht direkt, aber indirekt durch ihre abschirmende Wirkung von äußeren s - Elektronen gegen die Kernanziehungskraft. Eine Reduktion der Zahl der p -, d - oder f - Elektronen verursacht eine Reduktion der Abschirmung, wodurch die s - Orbitale näher zum Kern rutschen und die dortige Aufenthaltswahrscheinlichkeit erhöhen. Der gegenteilige Effekt durch Erhöhung der p -, d - oder f - Elektronen ist ebenso möglich.

Ganz besonders empfindlich reagiert δ auf die Valenzschale. Daher kann man mittels Mössbauerspektroskopie in einfacher Weise Oxidationszahlen feststellen. Oxidierte Fe^{3+} Ionen haben eine kleinere Isomerieverschiebung als Fe^{2+} Ionen, da bei Fe^{3+} Ionen die s - Elektronendichte am Kernort aufgrund des geringeren Abschirmungseffekts durch d - Elektronen größer ist. [8]

3.2.2 Quadrupolaufspaltung

Atomkerne mit Kernspin - Quantenzahl $I > \frac{1}{2}$ haben eine nicht - sphärische Ladungsverteilung. Dies induziert ein nukleares Quadrupolmoment, welches, in Anwesenheit eines elektrischen asymmetrischen Feldes am Kernort zu einer Aufspaltung der Kernniveaus führt. Die Ladungsverteilung der Umgebung wird über den elektrischen Feldgradienten $V_{ij} = \partial_i \vec{E}_j$ charakterisiert.

Als Folge spalten Kernenergieniveaus mit halbzahligem Kernspin in $(I + \frac{1}{2})$ Zustände auf, jene mit ganzzahligem Kernspin in $(I + 1)$ - Zustände. In Anwesenheit eines z - axialsymmetrischen Feldgradienten kommt es zu folgender Aufspaltung:

$$\Delta E_Q = \frac{e \cdot Q \cdot V_{zz}}{4} \cdot \frac{3n^2 - I(I + 1)}{I(2I - 1)} \quad (15)$$

Q.....Kern - Quadrupolmoment

e.....Elementarladung

$V_{zz} \dots \partial_z \vec{E}_z$

n.....Laufparameter (0,1,2,...)

Im Falle eines Isotops mit angeregtem Kernspin $I = \frac{3}{2}$ (wie z.B. Fe^{57}) spaltet das angeregte Niveau I_a in die zwei Unterniveaus ($m_I = \pm \frac{1}{2}$ und $m_I = \pm \frac{3}{2}$) auf. Man hat somit einen unaufgespaltenen Grundzustand ($I_G = \frac{1}{2}$) und ein Doublett vom angeregten Zustand, wie in Abbildung 4 zu sehen ist.

Der elektrische Feldgradient tritt in Gittern auf, in denen die kubische Symmetrie der Ladungsverteilung gestört ist und kann zur Bestimmung von eben jenen Asymmetrien, Oxidationszahlen und Kernspin - Zuständen herangezogen werden. [10] [11]

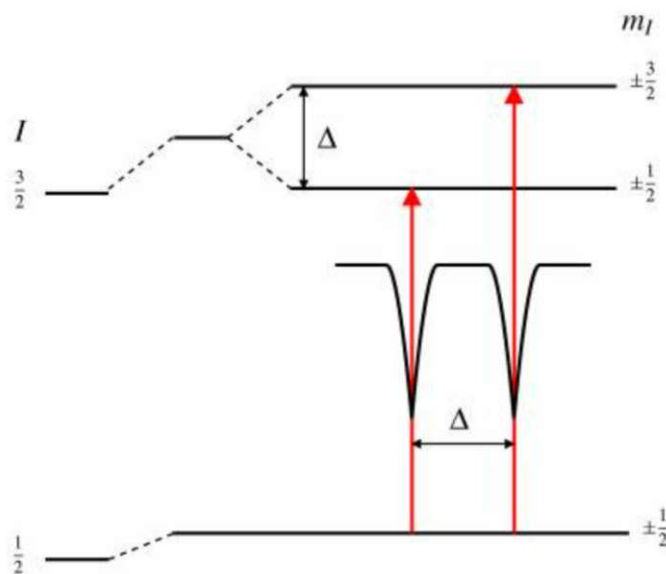


Abbildung 4: Quadrupolaufspaltung von Fe^{57} [9]

Für Spektren, welche sowohl eine magnetische - als auch eine Quadrupolaufspaltung haben, muss eine alternative Methode zur Bemessung der Quadrupolaufspaltung herangezogen werden, da diese nicht mehr direkt abmessbar ist. Die Peakpositionen p des asymmetrischen Sextetts werden dann zur Bestimmung des sogenannten Quadrupolshifts (2ϵ) verwendet:

$$2\epsilon = \frac{1}{2}[(p_6 - p_5) - (p_2 - p_1)] \quad (16)$$

3.2.3 Magnetische Aufspaltung

Zu einer magnetischen Aufspaltung kommt es, wenn der Atomkern ein magnetisches Dipolmoment μ besitzt und ein effektives Magnetfeld am Kernort wirkt. Es gibt viele Gründe, aus denen ein Magnetfeld am Kernort auftreten kann, unter anderem ungepaarte Elektronenpaare, Gitterelektronen und äußere Magnetfelder.

Die dadurch entstehende Zeemann - Aufspaltung splittet ein Kernspinniveau I in $(2I + 1)$ Unterniveaus. Als Folge dieser Wechselwirkung ergeben sich die Energien der Unterniveaus zu:

$$E_m = E_I - \frac{\mu_I \cdot m \cdot B}{I}$$

E_IEnergie der Kernniveaus mit Kernspin I

μ_Imagnetisches Kernmoment für das entsprechende Niveau

mmagnetische Spinquantenzahl

Bmagnetische Flussdichte

Quantenmechanisch erlaubte Übergänge zwischen dem Grundzustand und dem angeregten Zustand unterliegen der Auswahlregel $\Delta m_I = 0, \pm 1$. Im Falle von Fe^{57} ergibt dies sechs mögliche Übergänge vom $I = \frac{1}{2}$ ins $I = \frac{3}{2}$ - Niveau und führt zur Ausbildung eines Sextetts im Mössbauerspektrum wie Abbildung 5 zeigt.

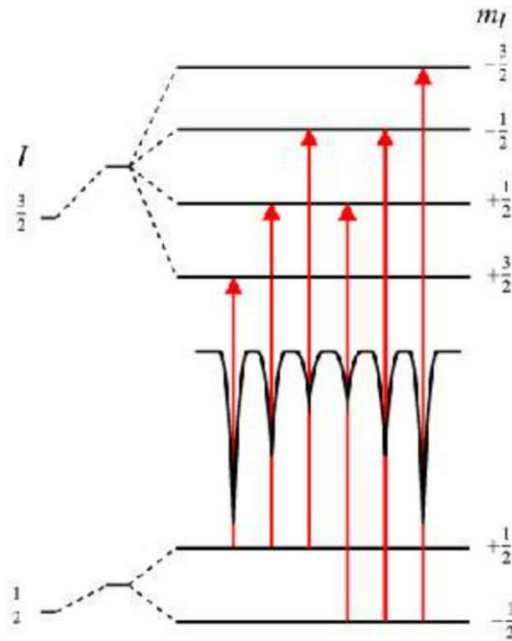


Abbildung 5: Magnetische Aufspaltung von Fe^{57} [9]

Die einzelnen Intensitäten eines magnetisch aufgespaltenen Mössbauerspektrums hängen vom Winkel zwischen dem Gammastrahl und dem magnetischen Moment des Kerns ab. Für das Intensitätsverhältnis des Sechs - Linien - Spektrums des Fe^{57} - Mössbauernuklids gilt:

$$I_{1,6} : I_{2,5} : I_{3,4} = 3 : \frac{4\sin^2\theta}{1 + \cos^2\theta} : 1$$

Die Linien (1,6), (2,5) und (3,4) sind paarweise betragsmäßig gleich weit vom Ausgangsenergieniveau entfernt (eines positiv, das andere negativ). Das Linienpaar (1,6) repräsentiert dabei die äußersten Linien, (3,4) die innersten.

In polykristallinen Proben oder Proben, die entsprechend präpariert wurden (Proben in Pulverform), gibt es keine magnetische Vorzugsrichtung mehr. Eine Mittelung über alle Winkel ergibt:

$$\frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} \frac{4\sin^2(x)}{1 + \cos^2(x)} \approx 1.66 \quad (17)$$

Darum gilt für die Linien im Sextett folgendes Intensitätsverhältnis: [9] [11]

$$I_{1,6} : I_{2,5} : I_{3,4} = 3 : 1.66 : 1$$

3.2.4 Der f - Faktor

Der f - Faktor (auch Lamb - Mössbauer - Faktor) ist ein Maß für die Häufigkeit einer rückstoßfreien Gammaquant - Emission. Für dessen Berechnung geht man von einem quantenmechanischen System aus, welches aus einem radioaktiven Kern, dessen Atom und dem gesamten Festkörper, in dem das Atom sitzt, besteht. Dieses System kann als Produkt angeschrieben werden:

$$\psi_{total} = \psi_{nucleus} \cdot \psi_{solid} \quad (18)$$

Der Festkörper sei zunächst im stationären Zustand ψ_i . Die Emission eines γ - Strahls mit Impuls \vec{p}_0 bringt den Atomkern und den Festkörper in den Zustand ψ_f . Es existiert jedoch eine Wahrscheinlichkeit f , dass für den Fall einer rückstoßfreien Emission der Festkörper seinen Zustand beibehält ($\psi_i = \psi_f$).

Die stationären Zustände des Festkörpers sind durch die Schrödingergleichung gegeben:

$$\mathcal{H}u_n = \epsilon_n u_n \quad (19)$$

\mathcal{H}Hamiltonoperator

u_nkompletter orthogonaler Funktionensatz

ϵ_nEnergieeigenwerte von \mathcal{H}

Vor der Emission ist der Festkörper in einem stationären Zustand mit der Energie ϵ_i und es gilt $\psi_i = u_i$. Außerdem ruht der Festkörper und ist somit ein Eigenzustand des Impulsoperators $-i\hbar\vec{\nabla}$ mit dem Eigenwert 0.

$$\mathcal{H}u_i = \epsilon_i u_i, \quad -i\hbar\vec{\nabla}u_i = 0 \quad (20)$$

Nach der Emission eines Photons mit dem Impuls $\vec{p}_0 = \hbar\vec{k}_0$ wechselt der Festkörper in den Zustand ψ_f . Da die Rückstoßenergie zu schwach ist, um ein Atom aus dem Festkörper zu lösen, wird der Impuls auf den gesamten Festkörper übertragen. ψ_f muss daher ein Eigenzustand des Impulsoperators mit Eigenwert $-\vec{p}_0$ sein.

$$-i\hbar\vec{\nabla}\psi_f = -\vec{p}_0\psi_f \quad (21)$$

Um ψ_f zu finden, ist es notwendig, die Wellenfunktion des Anfangszustandes in ebene Wellen zu entwickeln:

$$u_i = \sum_k c_{ki} e^{i\vec{k}\cdot\vec{x}} \quad (22)$$

Die Impulsänderung von \vec{k} auf $\vec{k} - \vec{k}_0$ durch den Rückstoß liefert:

$$\psi_f = \sum_k c_{ki} e^{i(\vec{k} - \vec{k}_0) \cdot \vec{x}} \quad (23)$$

und mit Gleichung 22:

$$\psi_f = e^{-i\vec{k}_0 \cdot \vec{x}} u_i \quad (24)$$

Die Wellenfunktion genügt Gleichung 21 und repräsentiert eine Wellenfunktion des Festkörpers, der einen Rückstoß $-\vec{k}_0$ erleidet.

Um eine Wahrscheinlichkeit zu errechnen, den Festkörper in einem bestimmten Energiezustand zu finden, muss ψ_f nach den Energieeigenfunktionen u_n entwickelt werden:

$$\psi_f = \sum_n c_n u_n \quad (25)$$

Die Wahrscheinlichkeit, den Festkörper in einem Zustand mit der Energie ϵ_r zu finden, ist gegeben durch $|c_r|^2$ bzw.:

$$|c_r|^2 = \left| \int d^3x u_r^* \psi_f \right|^2 = \left| \int d^3x u_r^* e^{-i\vec{k}_0 \cdot \vec{x}} u_i \right|^2 \quad (26)$$

Für $r=i$ hat der Festkörper die gleiche Energie vor und nach der Emission. Das bedeutet, für die Wahrscheinlichkeit f einer rückstoßfreien Emission ohne Dopplerverbreitung gilt:

$$f = \left| \int d^3x u_i^* e^{-i\vec{k}_0 \cdot \vec{x}} u_i \right|^2 \quad (27)$$

mit $u^*(\vec{x})u(\vec{x}) = \rho(\vec{x})$ folgt:

$$f = \left| \int d^3x \rho(\vec{x}) e^{-i\vec{k}_0 \cdot \vec{x}} \right|^2 \quad (28)$$

Wenn ρ über großen Raumbereich verteilt $\Rightarrow f$ ist klein

Wenn ρ in kleinem Raumbereich konzentriert $\Rightarrow f$ ist groß

Für mehr Details ist ein Modell nötig. Die zwei bekanntesten Vertreter sind das Einstein - und das Debye - Modell. Das Einstein - Modell ist mit seiner Annahme einer einheitlichen Frequenz aller harmonischen Oszillatoren zwar einfach, jedoch unrealistisch. Nichtsdestotrotz genügt das Modell, um eine qualitative Aussage über das Verhalten von f bei Temperaturänderungen vorherzusagen.

Der Hamiltonoperator eines Kerns mit Masse M und kinetischer Energie $\frac{p^2}{2M}$, gebunden in einem eindimensionalen harmonischen Potential mit potentieller Energie $\frac{M\omega^2}{2}x^2$, sieht folgendermaßen aus:

$$\mathcal{H} = \frac{p^2}{2M} + \frac{M\omega^2}{2}x^2 \quad (29)$$

Mit den Energieeigenwerten:

$$\epsilon_n = \hbar\omega\left(\frac{1}{2} + n\right) \quad (30)$$

und der Grundzustandswellenfunktion:

$$u_0(x) = \left(\frac{M\omega}{\pi\hbar}\right)^{\frac{1}{2}} \cdot e^{-\frac{M\omega}{2\hbar}x^2}, \quad \epsilon_0 = \frac{1}{2}\hbar\omega \quad (31)$$

Setzt man u_0 in Gleichung 27 mit $k_0 = \frac{E_0}{\hbar c}$ ein, erhält man:

$$f = e^{-\frac{E_R}{\hbar\omega}} = e^{-\frac{E_R}{E_E}} \quad (32)$$

E_RRückstoßenergie

E_EEmissionsenergie

$$E_R \ll E_E \Rightarrow \text{kein Rückstoß} \Rightarrow \text{keine Dopplerverbreiterung}$$

Unter der Annahme, dass der Mittelwert der potentiellen Energie gleich der Hälfte der Gesamtenergie entspricht,

$$\frac{1}{2}M\omega^2\langle x^2 \rangle = \frac{1}{2}\hbar\omega \quad (33)$$

folgt,

$$\langle x^2 \rangle = \frac{\epsilon}{M\omega^2} \quad (34)$$

wodurch sich f auch folgendermaßen beschreiben lässt:

$$f = e^{-k_0^2 \langle x^2 \rangle} \quad (35)$$

Aus der statistischen Mechanik ist die mittlere Energie $\langle \epsilon(\omega) \rangle_T$ eines harmonischen Oszillators bei der Temperatur T bekannt:

$$\langle \epsilon(\omega) \rangle_T = \frac{\hbar\omega}{2} + \frac{\hbar\omega}{e^{\frac{\hbar\omega}{kT}} - 1} \quad (36)$$

Somit lässt sich voraussagen, dass bei höheren Temperaturen der f - Faktor kleiner wird (im Limes gegen 0) und bei niedrigeren Temperaturen die Wahrscheinlichkeit für eine rückstoßfreie Resonanz steigt (im Limes gegen 1).

f ist somit der Anteil der rückstoßfrei emittierten Photonen und $(1-f)$ der Anteil an Photonen, die "normale" Absorption (Comptonstreuung, Photoeffekt) erleiden.

3.3 Die Quelle

Grundsätzlich existiert der Mössbauer - Effekt für alle Nuklide, aber in der Praxis sind bestimmte ideale Eigenschaften wünschenswert. Am wichtigsten ist, wie in Gleichung 32 zu sehen, dass die Energie des nuklearen Übergangs klein genug sein muss, um einen großen rückstoßfreien Anteil, f , zu gewährleisten. Mit anderen Worten, ein großer Anteil der nuklearen Übergänge müssen sogenannte "Zero - Phonon Transitions" sein.

Die Lebensdauer des angeregten nuklearen Zustands, die die Linienbreite bestimmt, darf weder zu lang sein (übermäßige Empfindlichkeit gegenüber Vibrationen) noch zu kurz (Auflösungsverluste). Es muss ein Elternnuklid mit ausreichend langer Halbwertszeit vorhanden sein, das die angeregten nuklearen Zustände in einem ausgewählten Nuklid besiedeln kann.

Im Falle der Fe^{57} - Mössbauerquelle dient als Ausgangsnuklid Co^{57} , welches eine Halbwertszeit von 270 Tagen hat und hauptsächlich in das 136.3 keV Niveau von Fe^{57} zerfällt (Abbildung 6), nachdem es ein Elektron eingefangen hat. Etwa 9% der Zeit erfolgt ein Zerfall in den Grundzustand unter Emission eines 136.3 keV Gamma-Photons. Meistens erfolgt der Zerfall jedoch in den 14.4 keV Zustand und dann in den Grundzustand. Von den 14.4 keV Übergängen führen etwa 11% zur Emission eines Gammastrahls, während die verbleibenden 89% zur Übertragung der Übergangsenergie auf ein Elektron führen (Elektronenkonversion).

Nach der Elektronenkonversion können verschiedenste Ereignisse auftreten, welche ebenso in Abbildung 6 dargestellt sind. [12]

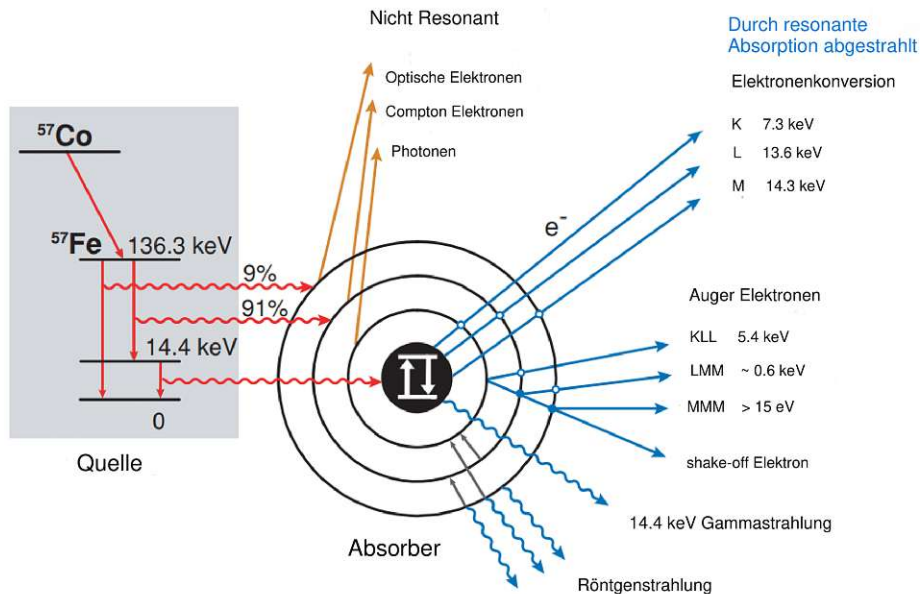


Abbildung 6: Kernzerfallsschema von Co^{57} zu Fe^{57} und deren Rückstreu- prozesse [12]

4 Experimenteller Aufbau

Abbildung 7 zeigt ein Bild des in der Arbeit verwendeten Tieftemperatur - Mössbauerspektrometers. Auf der linken Seite des Tisches ist das bleierne Gehäuse des Antriebs zu sehen, auf welchem die radioaktive Quelle sitzt. Rechts davon der Kryostat, in welchem die Probenhalterung inklusive Probe verbaut ist. Ganz rechts steht das Proportionalzählrohr inklusive Bleigehäuse. Der Aufbau für Mössbauerspektroskopie besteht aus verschiedenen Komponenten. Diese umfassen die Elektronik, die Temperaturregelung (ITC4), einen Kryostaten und einen PC. Die von der "Mössbauer Drive Unit" mit eingestelltem Geschwindigkeitsbereich bewegte Quelle sendet Gammaquanten aus, die zum Teil von der Probe absorbiert werden. Die nicht absorbierten Gammaquanten werden im hinter der Probe befindlichen Zählrohr in Spannungsimpulse umgewandelt, welche zunächst durch den "Pre-Amplifier" vorverstärkt und anschließend durch den "Main Amplifier" (Hauptverstärker) weiter verstärkt werden. Ein nachgeschalteter Einkanal-Analysator filtert die 14,4 keV Linie aus dem von der Quelle kommenden Energiespektrum heraus.

An der Vorderseite des Antriebs ist die radioaktive Co^{57} - Quelle befestigt,



Abbildung 7: Foto des verwendeten Mössbauerspektrometers

welche zu angeregtem Fe^{57m} und weiter zu Fe^{57} im Grundzustand zerfällt (Kapitel 3.3). Sie ist in einer Rhodium - Matrix eingebettet.

Die Bewegung der Quelle wird mit dem Vielkanal synchronisiert, sodass Impulse einer gewissen Energie in jeweils gleiche Kanäle gespeichert werden. Wie in Abbildung 8 gezeigt, bewegt sich die Quelle einmal von positiver zu negativer Maximalgeschwindigkeit und dann wieder zurück, so entstehen im Vielkanal zwei Spektren - genannt Flanke 1 und Flanke 2 - von Kanal 1 bis 512 und von Kanal 513 bis 1024.

Je nach Richtung der Bewegung der Quelle beim Start ist entweder Flanke 1 oder Flanke 2 zu spiegeln. Die Counts werden der entsprechenden Flanke zugeordnet. Die Zuordnung der Kanäle zur entsprechenden Geschwindigkeit erfolgt mittels Messung einer bekannten Probe, in diesem Fall α - Eisen. Nach getrennter Eichung beider Flanken wird die entsprechende Flanke gespiegelt und mit der anderen überlagert. Das erhaltene Spektrum wird dann mit dem Auswerteprogramm MGUI (Kapitel 4.3.3) gefittet.

Um die Temperatur während des Experiments zu kontrollieren, wird ein Temperaturregelgerät (ITC4 von der Firma Oxford) sowohl mit dem Kryostaten als auch mit dem PC verbunden. Die Temperaturkontrolle und die Messungen erfolgen über separate LabView-Programme auf dem PC. Im Folgenden werden die einzelnen Komponenten kurz beschrieben.

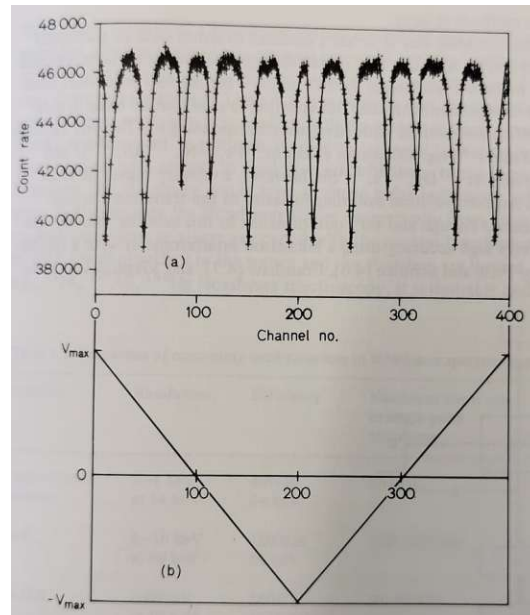


Abbildung 8: Mössbauerspektrum von metallischem Eisen mit einer Co^{57}/Rh Quelle. Die Counts werden gegen die Kanalzahl geplottet. Der Antrieb läuft im *triangle* - Modus [13]

4.1 Elektronik

Proportionalzählrohr und Pre - Amplifier (Abbildung 9)

Gammastrahlen verursachen eine Ionisationsspur im Zählrohr entlang ihrer Bahn. Die geladenen Teilchen werden von den Elektroden abgesaugt und erzeugen einen Impuls, dessen Höhe proportional zur Energie des Gammaquants ist.

Durch den Pre - Amplifier werden die eingehenden Signale verstärkt und an den Hauptverstärker weitergeleitet. Dort werden sie weiter verstärkt und formiert, bevor sie vom "Single Channel Analyser" im Vielkanal selektiert und gespeichert werden.

Vielkanal: Wissel Data Acquisition Module (CMCA-550)

Die eingehenden Signale werden in einem von 1024 verschiedenen Kanälen aufgenommen, die während der Messung, abhängig von der jeweiligen Geschwindigkeit des Antriebs, durchgeschaltet werden. Somit wird jedem Kanal ein kleines Geschwindigkeitsintervall zugewiesen.



Abbildung 9: Proportionalzählrohr und Vorverstärker

Antrieb und Frequenzsteuerung

Der Antrieb (Mössbauer Drive Unit, Abbildung 10) kann in zwei verschiedenen Moden betrieben werden. In einer davon schwingt der Antrieb sinusförmig, in der anderen in einer Dreiecksform. Die Sinusform hat den Nachteil, dass es in verschiedenen Geschwindigkeitsbereichen zu unterschiedlich hohen Auflösungen kommt. Der Antriebsmodus wird am Funktionsgenerator eingestellt. Ein verstellbarer Geschwindigkeitsbereich ermöglicht die Wahl zwischen einer sehr genauen Messung in einem kleinen Geschwindigkeitsbereich oder einer etwas größeren Messung in einem größeren Bereich.

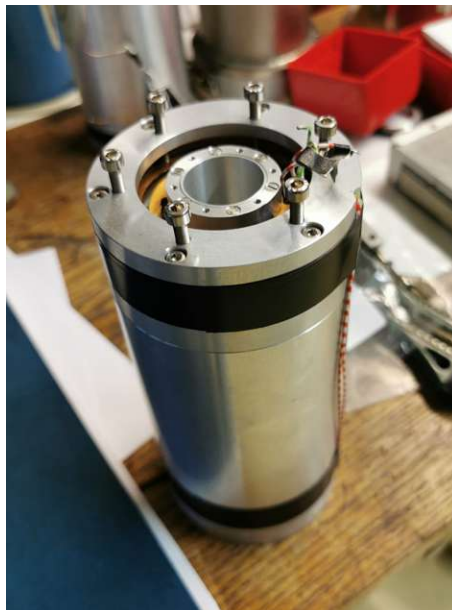


Abbildung 10: Antrieb für die Mössbauerquelle

4.2 Temperatursteuerung (Oxford ITC4, Abbildung 11)

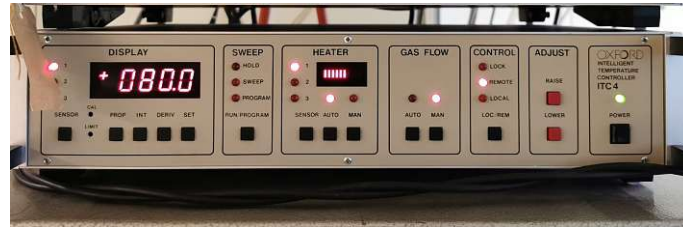


Abbildung 11: ITC4 - Temperaturregler

Der "Intelligent Temperature Controller" von Oxford überwacht die Temperatur im Kryostaten. Die Regelung der Temperatur kann mit dem ITC4 bis auf zehntel Grad Genauigkeit eingestellt werden und im Falle einer zu großen Abweichung der Solltemperatur eine weitere Speicherung verhindern. Das Gerät kann manuell oder mittels Computer auf Wunschtemperatur geschaltet werden.

Der Kryostat (Oxford Continuous Flow Cryostat CF 506)

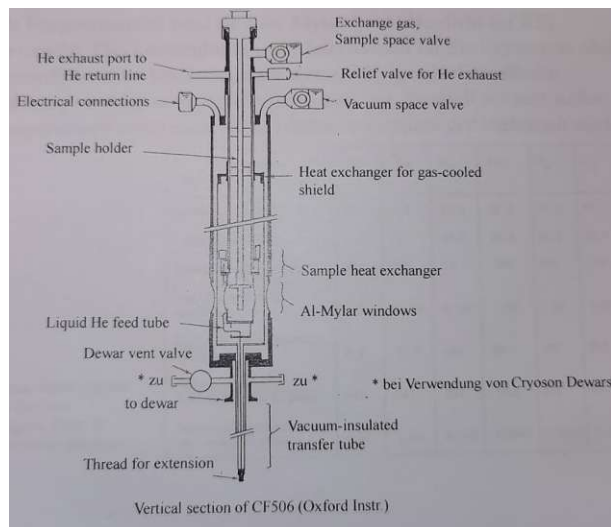


Abbildung 12: Vertikaler Schnitt des Kryostaten CF506 (Oxford Instr.)

Wie in Kapitel 3.2.4 bereits gezeigt, lässt sich der f - Faktor erhöhen, indem die Temperatur der Probe gesenkt wird. Dadurch wird die Statistik der Messung deutlich verbessert.

Der im Mössbauerlabor verwendete Kryostat (Abbildung 7) ist ein Helium - Durchflusskryostat. Mit diesem können Proben auf bis zu 4.2 K gekühlt werden. Da Helium sehr teuer ist, muss der Kryostat an ein Rückgewinnungssystem angeschlossen sein. Dies erfordert ein geschlossenes System mit allen Konsequenzen, wie unter anderem Sicherheitsventile und Heliumgas - dichte Pumpen.

Der Kryostat besteht im Wesentlichen aus drei Kammern. Die innerste Kammer ist der Probenraum, in welchem sich die Probe und die Probenhalterung befinden. Die zweite Kammer ist die Helium - Durchflusskammer, in welche das flüssige oder gasförmige Helium vom Dewar fließt und die Probe kühlt. Diese Kammer wird an der Rückgewinnung angeschlossen, damit das "verbrauchte" Helium nicht verloren geht. Die äußerste Kammer ist evakuiert, um möglichst wärmedicht zu sein. Eine Skizze des inneren Aufbaus ist in Abbildung 12 zu sehen.



Abbildung 13: Im Kryostat verbauter Probenhalter

Vor der Verwendung des Kryostaten ist es notwendig, den Vakuumraum mit einer Vakuumpumpe zu evakuieren, da Verunreinigungen gefrieren und die Messung stören können. Beim Aufbau wird die Probe an einem Probenhalter (Abbildung 13) befestigt, welcher im Kryostaten verbaut ist. Der Kryostat wird dann direkt auf das Helium - Dewar aufgesetzt. Da die Probe durchstrahlbar sein muss, sind kleine Fenster aus einer Beryllium - Folie eingebaut. Ein Heizer im Probenraum sorgt für ein stufenloses und stabiles Einstellen der Temperatur.

4.3 Software

Zur Aufbereitung und Auswertung der Mössbauerspektren sind einige Programme notwendig, welche im Folgenden vorgestellt werden.

4.3.1 Wissoft2010, ITC4 und Messung mit Wissel

Wissoft2010 ist eine vorgefertigte Software von der Firma Wissel, die zusammen mit dem Vielkanal-System verkauft wird. Diese Software ist dafür konzipiert, Pulse aus dem Proportionalzählrohr zu erfassen und sie anschließend in den Computer einzulesen. Der gesamte Prozess kann nur durch eine boolesche Schnittstelle beeinflusst werden, die in der Lage ist, die Datenaufzeichnung zu unterdrücken.

Während das Programm läuft, werden dem Benutzer Informationen, wie das Datum und die Uhrzeit, der letzten Sicherung angezeigt. Ebenso wird angezeigt, ob das Programm eine Kommunikation mit dem ITC4 Programm durchführt oder nicht.

ITC4 und "Messung mit Wissel" sind in LabVIEW10 entwickelte Programme. ITC4 überwacht und steuert den Temperaturregler und stoppt die Messung, falls die gewählte Temperatur nicht mehr im vorgegebenen Bereich liegt. Die Anwendung "Messung mit Wissel" erfüllt zwei Hauptaufgaben. Erstens ermöglicht es das Speichern der Daten, die von WISSOFT2010 generiert werden, in einem vom Benutzer festgelegten Zeitintervall, um Sicherungskopien anzulegen. Zweitens, am Ende der Messung, wird die erzeugte Datei in ein spezifisches Format konvertiert. Dies erfordert die Ausführung verschiedener Unterprogramme. Diese Schritte sind notwendig, damit die Auswertungssoftware effektiv mit den gelieferten Daten arbeiten kann.[11]

Dabei kann es jedoch zu Komplikationen kommen. Die Zählung der Counts funktioniert nur bis zu 7 - stelligen Zahlen (9999999), danach wird der Kanal zurückgesetzt und die Zählung beginnt wieder bei null (0000000). Dieser Fehler verfälscht die relativen Peakhöhen im Spektrum, führt zu falsch abgeschätzten f - Faktoren und muss daher korrigiert werden. Da dies bei 1024 Kanälen händisch äußerst mühselig ist, wurde im Zuge dieser Arbeit das Programm **FileEditor_Spi** entwickelt (Appendix A), welches diesen Überlauf berichtigen kann. Dieses wird in Kapitel 5 genauer erklärt.

Auch bei der Faltung (Kapitel 4.3.2) muss dieser Fehler berücksichtigt werden. Da die Counts der Kanäle dabei in etwa verdoppelt werden, ist ein Countlimit (4999999) vor der Faltung vonnöten. Eine Reduktion der Kanalzahlen per einzugebenden Divisor wurde ebenfalls im Programm **FileEditor_Spi** implementiert.

4.3.2 *EichRei* (Eichung) und *Faltvga* (Faltung)

Um Mössbauerspektren sinnvoll auswerten zu können, muss man sie eichen. Hierfür dient eine Referenzmessung, welche den Kanalzahlen eine Geschwindigkeitsskala zuordnet. Das gelingt durch die Aufnahme des Spektrums einer

Eichsubstanz (in diesem Fall α - Fe), dessen Peak - Positionen bereits bekannt sind.

Die Eichung muss in jenem Antriebsmodus und mit jenen Geschwindigkeiten erfolgen, mit welcher die Probenmessung letztlich durchgeführt werden soll. Das Programm, welches jeder Kanalzahl eine Geschwindigkeit zuordnet, heißt "EichRei".

Das Ergebnis der Messungen beinhaltet immer zwei Flanken mit jeweils 512 Messpunkten (Abbildung 8), welche die Werte von Kanalzahl und Zählrate enthalten. Das Spektrum mit insgesamt 1024 Messpunkten wird danach gefaltet. Das bedeutet, dass es ca. in der Hälfte geteilt wird, eine Flanke gespiegelt und dann je nach Komplexität der Faltmethode einfach pro Kanal die Zählrate addiert oder interpoliert wird. Hier gibt es unterschiedliche Methoden, die zu unterschiedlichen Ergebnissen führen können. Der Vorteil des *triangle* - Modus zum *sinus* - Modus des Antriebs wird hier auch deutlich, da sich gerade Linien wesentlich einfacher interpolieren lassen als eine Sinuskurve. Außerdem tritt bei sinusförmigen Antrieben generell das Problem auf, dass gewisse Bereiche des Spektrums eine geringere Geschwindigkeitsauflösung haben als andere, da je nach Steigung der Sinuskurve ein gewisser Bereich an Kanälen einen verschieden großen Geschwindigkeitsbereich abdeckt.

Eine Diskussion, beziehungsweise ein Vergleich zwischen Ergebnissen von Mössbauer - Experimenten, sollte also immer auch eine Diskussion über die Methodik der Eichung / Faltung beinhalten, da etwaige Unterschiede in gefitteten Spektren möglicherweise schon alleine von unterschiedlichen Falt- oder Eichmethoden herrühren können.

Das Programm, welches die beiden Flanken überlagert, nennt sich "Faltvga".

4.3.3 MGUI

MGUI (Mössbauer Graphical User Interface) ist ein Tool zum Analysieren und Fitten eines Mössbauerspektrums, welches den kompletten Hamiltonoperator löst.

Der komplette Hamilton - Operator lautet:

$$\begin{aligned}
 \mathcal{H} = & -g_N \mu_N B_a I_Z + \frac{eQV_{ZZ}}{4I(2I-1)} \left(\frac{1}{2}(3 \cos(2\beta) - 1)(3I_Z^2 - I^2) \right. & (37) \\
 & + \frac{3}{2} \sin(2\beta) [(I_Z I_X + I_X I_Z) \cos(\phi) + (I_Z I_Y + I_Y I_Z) \sin(\phi)] \\
 & \left. + \frac{3}{2} \sin^2(\beta) [(I_X^2 - I_Y^2) \cos(2\phi) + (I_X I_Y + I_Y I_X) \sin(2\phi)] \right)
 \end{aligned}$$

- B_aÄußere magnetische Flussdichte
 βWinkel zwischen dem Magnetfeld und V_{ZZ}
 ϕWinkel zwischen x-Achse und der Projektion von V_{ZZ} auf die x-y-Ebene
 g_NLandé - Faktor
 μ_NNukleares Dipolmoment
 IKernspin
 I_jProjektion des Kernspins auf entsprechende Achse

MGUI verfügt über die Möglichkeit, ein Modell zu definieren und darin enthaltene Subspektren dem Modell hinzuzufügen. Das Programm kann zwar eine erste Approximation der Basislinie und der Peakhöhe generieren, das Hinzufügen mehrerer Subspektren und eine gute Abschätzung, deren Mössbauerparameter (Intensität, Hyperfeinfeld, Quadrupolaufspaltung, Isomerieschift und Halbwertsbreite) gilt es selbst zu finden. Sobald die Werte grob zum Spektrum passen, kann eine "Fitroutine", die den Simplex Algorithmus verwendet, den maximalen Korrelationskoeffizienten je nach eingegebener maximaler absoluter oder relativer Toleranz finden, sprich den bestmöglichen Fit. Dabei variiert es die Mössbauerparameter, um das Fehlerquadrat immer weiter zu reduzieren. Die Iterationsschritte sowie die Variation der Parameter können dabei beschränkt werden.

Der Fehler der Mössbauerparameter wurde daher derart abgeschätzt, dass sich bei einer Variation des Wertes um den abgeschätzten Fehler der jeweilige Korrelationskoeffizient nicht signifikant ändert.

Weiters ist anzumerken, dass entweder "Mørup-Both-Näherung" [14] als Näherung des Transmissionsintegrals auszuwählen ist oder mit der Einstellung "Dünner Absorber" jenes einfach ignoriert wird. Diese Option wird automatisch ausgewählt, sobald im Probenreiter für "Eisen pro Fläche (k-Wert) [mg/cm²]" ein entsprechender Wert eingegeben wird. Weiters verwendet MGUI $\frac{\Gamma}{2}$ für die Linienbreite und $\frac{eQV_{ZZ}}{4}$ zur Berechnung der Quadrupolaufspaltung. Diese Berechnungsmethode wird auch bei den Ergebnissen verwendet!

Für polykristalline Proben kann ein Winkel von $\theta = 54,735^\circ$ eingegeben werden.

5 FileEditor_Spi

FileEditor_Spi ist ein in *C#* geschriebenes Kommandozeilenprogramm. Um dieses ausführen zu können, muss .NET 6 Runtime für das entsprechende Betriebssystem am PC installiert sein und die zu bearbeitende Datei im gleichen Ordner liegen wie das Programm. Es beinhaltet folgende Funktionen:

- Die Korrektur von Überläufen:
Aufgrund der siebenstelligen Begrenzung der Counts pro Kanal wird ab einem Zählwert von (9999999) der Kanal resettet und startet wieder bei null (0000000). Dieser Fehler verfälscht die relativen Peakhöhen und führt somit zu falsch abgeschätzten *f* - Faktoren. Das Programm korrigiert diesen Fehler durch die Addition von $n \cdot 10^7$ Counts, mit *n* = Anzahl der Überläufe.
- Die Prävention eines Überlaufes vor der Faltung:
Im zweiten Schritt des Programmes wird ein möglicher Überlauf durch die Faltung der beiden Flanken des Mössbauerspektrums präventiv verhindert. Da die Counts der Kanäle bei der Faltung ca. verdoppelt werden, müssen die Kanalzahlen auf unter (5000000) reduziert werden, idealerweise mit einem kleinen Puffer. Die relativen Peakhöhen dürfen sich bei der Reduktion nicht verändern, daher verkleinert das Programm die Counts per einzugebenden Divisor.
- Die Formatierung der .dat Dateien ins Faltformat:
Das Programm MGUI (Kapitel 4.3.3) benötigt Dateien in einem speziellen Format, um diese auszuwerten zu können. Dieses wird im Folgenden als "Faltformat" bezeichnet. Dabei handelt es sich genau genommen um .dat Dateien, deren Aufbau exakt so aussehen muss, damit sie mit MGUI ausgewertet werden können. Die Formatierung der .dat Dateien übernimmt normalerweise das Faltprogramm *Faltvga* (Kapitel 4.3.2). Da in dieser Arbeit jedoch ein Vergleich zwischen gefalteten und nicht gefalteten Daten vorgenommen wird, wurde im Programm ein Tool zur Formatierung eingebaut. Die eingelesene und bearbeitete .dat Datei kann sowohl als .dat Datei als auch im Faltformat ausgegeben werden. Für die Ausgabe im Faltformat sind anschließend die vier, in *EichRei* bestimmten, charakteristischen Geschwindigkeiten, die Kanalanzahl, das Matrix - Element, in welchem die Quelle eingebettet ist und der Antriebsmodus (*sinus/triangle*) einzugeben.
- Spiegelung der Kanäle: Wie im vorherigen Punkt durchgeführt, soll ein Vergleich zwischen gefalteten und nicht gefalteten Daten hergestellt wer-

den. Dazu ist es notwendig, die zweite Flanke (Kanäle 513 - 1024) zu spiegeln, sprich eine Umsortierung von Kanal 1024 auf Position 1, Kanal 1023 auf Position 2, bis Kanal 513 auf Position 512 liegt. Dies geschieht automatisch, wenn man sich für eine Ausgabe im Faltformat entscheidet und Flanke 2 eines Mössbauerspektrums einliest, welches mit dem Buchstaben "a" gekennzeichnet ist.

Es gibt somit vier verschiedene Ausgabemöglichkeiten, welche alle durch einen spezifischen Buchstaben gekennzeichnet werden (Tabelle 5).

Tabelle 5: Kennzeichnungen der Ausgabemöglichkeiten. MW123.dat beinhaltet Flanke 1 eines Spektrums, MW123a.dat beinhaltet Flanke 2, welche gespiegelt wird. Faltformat und .dat Format sind die Formatierungsmöglichkeiten für den Output.

	MW123.dat	MW123a.dat
.dat Format	MW123x.dat	MW123y.dat
Faltformat	MW123U.dat	MW123V.dat

Als Beispiel soll die übergelaufene Messung MW420 dienen, deren Counts es zu korrigieren und zu verkleinern gilt. In Abbildung 14 sind die ersten 119 Kanäle eines Messdatenfiles zu sehen. Die Kopfzeile beinhaltet den Probennamen, das Aufnahmedatum, die Messdauer, die Temperatur der Probe, die Temperatur der Quelle, den Antriebsmodus, die Matrix der Quelle und den Namen der Messung. Pro Zeile sind 10 Kanäle mit ihren jeweiligen Counts aufgelistet. Die ersten drei Stellen von links sind für die Kanalzahl des jeweils ersten Kanals der Zeile reserviert und dienen der Orientierung. Ein vollständiges .dat File beinhaltet 512 Kanäle. Die ersten drei Kanäle wurden abgeschnitten.

```
MW 0 12 0 Rei/FCA02/05.12.2022/0h/Ta294K/Tq294K/0.0T/v=3.0t/Rh/MW420
00000001000000100000014363658436300543644744363677436347843662634364666
104363395436794843652024364855436081743639434361458436374443634024361529
204363233436510943641734363128436556343617344361106436176743655374363667
304364000436668943635184366561436248443641484361852436394943633224366250
404362430436421143644914363722436273843641574365099436345443625634363670
504363914436303443627094364605436135743599944364008436298243607844365305
604364796436259343638464363844436335443636414363173436504643625804367569
704361229436459043658734365532436359743655844364207436591243645684364280
804363526436475743631734364206436364543628614364161436574443657374368308
904365052436368343677484364417436591843642174365223436377843633654365611
1004363646436405243630434362849436282343648844361549436373543650914363124
1104362580436320943617414362850436185043636674363559436237143665674365383
```

Abbildung 14: Beginn eines Messdatenfiles.

Korrigiert man bei dieser Messung einen einmaligen Überlauf durch Addition von 10 000 000 Counts, kommt man auf ca. 14 500 000 Counts pro Kanal. Möchte man bei der Faltung nicht in den nächsten Überlauf geraten, muss man die Counts dritteln. Die Bedienung des **FileEditor_Spi** - Programms ist für dieses Beispiel in Abbildung 15 veranschaulicht.

Eingelesen wird Flanke 1 der überlaufenen Messung MW420. Nach der Überlaufkorrektur, durch die Addition von 10 000 000 Counts, werden die Counts gedrittelt, um unter (5000000) zu kommen. Die Ausgabe soll im .dat Format erfolgen.

Das von **FileEditor_Spi** generierte File ist in Abbildung 16 gezeigt. Die Kopfzeile bleibt gleich. Der Überlauf wurde durch die Addition von 10 000 000 Counts pro Kanal korrigiert. Um die Counts auf unter (5000000) pro Kanal zu bringen, wurden sie gedrittelt. Diese Reduktion ist für die nachfolgende Faltung nötig.

```
Hello!
This Program was written to edit '.dat' files.
First you have to make sure, that the .dat file is in the same folder as the program.
Then you can enter the file name (for example: <MW123.dat> or <MW123a.dat>)

Enter file name: MW420.dat

Now you can add some counts in case of an overflow.
This usually happens when the counts of a channel surpass 10 million.
If there was no overflow just press return <0>.

Channels added by (default <0>): 10000000

If you want to convolute your data afterwards you have to make sure,
that the channel values are not bigger than 5 million.
For this purpose you can now divide your counts by an integer number.
Mind an previously added overflow!

Channels divided by (default <1>): 3

Last you can choose if the output file format shall be the normal .dat file
or the convolute (falt) file.
Mind that the channels in files with an 'a' in their name are mirrored in falt format!

Do you want your output file in <dat> format or in <falt> format? dat
```

Abbildung 15: Navigation durch das FileEditor_Spi - Programm.

6.1 Huber - 4

Die Huber - 4 Probe wurde bei Temperaturen von: 4.3 K, 50 K, 100 K, 150 K, 200 K, 230 K, 250 K und 294 K gemessen, um den Übergang von Low Spin zu High Spin festlegen zu können.

Die pro Messung erzeugten zwei Dateien, wurden mit dem Programm *faltvga* (Kapitel 4.3.2) gefaltet und mittels MGUI (Kapitel 4.3.3) ausgewertet.

Zusätzlich wurden die beiden Flanken getrennt ausgewertet, um zu überprüfen, ob es im Zuge der Faltung zu merkbaren Änderungen im Spektrum kommt. Um die Flanken einzeln auszuwerten, wurden sie vorher mit **FileEditor_Spi** für MGUI aufbereitet. Gefittet wurden jeweils zwei Dubletts, eines für den High Spin und eines für den Low Spin. Eine magnetische Aufspaltung wurde ausgeschlossen. Die jeweiligen Flächen der beiden Subspektren beschreiben den Anteil des jeweiligen Spin - Zustandes.

6.2 Eisenerze

Da die Eisenerze einige Tage lang liefen, bis man eine neue Temperatur am ITC4 eingestellt werden konnte, führte dies öfters zu Überläufen, die durch das Programm **FileEditor_Spi** korrigiert werden mussten. Die Eisenerze wurden sowohl bei RT als auch bei tiefen Temperaturen (80 K und 4 K) gemessen, da bei tiefen Temperaturen eine bessere Statistik zu erwarten ist.

Für die Fits mit MGUI wurden zur ersten Orientierung die Röntgenmessungen von Frau Diplomingenieur Sandra Jezernik (Tabelle 1) herangezogen. Durch die im Röntgen gefundene Häufigkeit der jeweiligen Phasen, wurden die Flächen für die der jeweiligen Phase entsprechenden "Subspektren", unter Berücksichtigung, dass im Mössbauerspektrum nur die eisenhaltigen Phasen sichtbar sind, bestimmt. Als Ausgangswert für die Zahl der Subspektren für die jeweilige Phase und deren Mössbauerparameter (Hyperfeinfeld, Quadrupol, Centershift) wurden Literaturwerte verwendet. Diese sind zusammen mit den Ergebnissen in den Tabellen 8 - 12 angeführt.

Da sich die meisten zugänglichen Literaturwerte von Mössbauerparametern auf Raumtemperatur beziehen, wurde der Fit der Messung bei 4.2 K und 80 K mit den Literaturwerten für RT begonnen. Nur positive Änderungen der Parameter Quadrupolaufspaltung und Centershift wurden bei den Tieftemperaturmessungen zugelassen, da sich diese bei niedrigen Temperaturen nur vergrößern können.

Generell erfolgte der Fitprozess der Mössbauerspektren folgendermaßen: Zuerst

wurde die Hauptkomponente (meistens Magnetit) gefittet. Erst dann wurden die verbleibenden Abweichungen zwischen gerechneten und gemessenen Spektrum, durch Hinzufügen weiterer Subspektren versucht zu erklären. Während die RT Spektren für Magnetit mit zwei Subspektren, eines für Fe^{3+} auf dem A - Platz und eines für $\text{Fe}^{2.5+}$ auf dem B - Platz, gefittet wurden, erwies sich ein angemessenes Set an Subspektren für den Magnetiten unter der Verwey - Temperatur (Kapitel 2.2.1) zu finden aufgrund mehrerer Ansatzmöglichkeiten als schwierig. Im Zuge der hier betriebenen Auswertungen hat es sich als am sinnvollsten erwiesen, mit 3 Subspektren zu fitten.

7 Ergebnisse

7.1 Huber - 4

Wie eingangs bereits erwähnt wurde, soll anhand einer Probe schwacher Intensität untersucht werden, inwieweit der verwendete Faltprozess Einfluss auf die Transmissionsspektren nimmt. Dazu wurde Probe Huber - 4 ausgewählt und zunächst nach der Standardmethode analysiert. Die Spektren bei hohen Temperaturen zeigen eine deutlich schlechtere Statistik trotz viel längerer Messzeit (4.3 K: 48 h; 250 K: 259 h). Gefittet wurden zwei Subspektren entsprechend dem High Spin - und Low Spin - Zustand. Die gefitteten Spektren sind in Abbildung 17 gezeigt. In Abbildung 18 sind die Temperaturverläufe der wesentlichen Parameter dargestellt. Tabelle 6 beinhaltet die numerischen Werte der temperaturabhängigen Parameter und deren abgeschätzte Fehler. Die Quadrupolaufspaltung wurde nach Gleichung 15 bestimmt.

Wie in Abbildung 17 und 18 gezeigt, kommt es zwischen 200 K und 230 K zu einem starken Anstieg des Anteils des High Spin Subspektrums. Bei den Temperaturen 230 K und 250 K ist eine deutliche Verschlechterung der Statistik zu erkennen.

Centershift und die Quadrupolaufspaltung nehmen mit steigender Temperatur ab. Trotz schlechter Statistik bei höheren Temperaturen konnte der Korrelationskoeffizient stets über 0.93 gehalten werden.

Tabelle 6: Temperaturabhängige Mössbauerparameter der Huber - 4 Probe. Centershift*, Relative Area, Quadrupolaufspaltung und Gamma Halbe sind für die zwei Subspektren, gekennzeichnet mit Index 1 (Low Spin) und Index 2 (High Spin), aufgelistet.

Temp K	Centershift 1 mm/s	Centershift 2 mm/s	Rel Area 1	Rel Area 2	Quadrupol 1 mm/s	Quadrupol 2 mm/s	GammaHalbe 1 mm/s	GammaHalbe 2 mm/s	Korr. Koef.
4.3	0.37 ± 0.01	1.15 ± 0.02	0.706 ± 0.01	0.294 ± 0.01	0	1.60 ± 0.04	0.19 ± 0.02	0.21 ± 0.02	0.984
50	0.37 ± 0.01	1.15 ± 0.02	0.706 ± 0.01	0.294 ± 0.01	0	1.60 ± 0.04	0.19 ± 0.02	0.21 ± 0.02	0.975
100	0.365 ± 0.01	1.19 ± 0.02	0.715 ± 0.01	0.285 ± 0.01	0	1.61 ± 0.04	0.19 ± 0.02	0.21 ± 0.02	0.975
150	0.343 ± 0.01	1.20 ± 0.02	0.645 ± 0.01	0.355 ± 0.01	0	1.56 ± 0.04	0.16 ± 0.02	0.24 ± 0.02	0.978
200	0.352 ± 0.01	1.11 ± 0.02	0.611 ± 0.01	0.389 ± 0.01	0	1.53 ± 0.04	0.18 ± 0.02	0.25 ± 0.02	0.956
230	0.27 ± 0.02	1.05 ± 0.02	0.31 ± 0.015	0.69 ± 0.015	0	1.45 ± 0.04	0.20 ± 0.02	0.26 ± 0.02	0.9
250	0.18 ± 0.02	0.93 ± 0.02	0.17 ± 0.015	0.83 ± 0.015	0	1.26 ± 0.04	0.21 ± 0.02	0.27 ± 0.02	0.933
294	0.14 ± 0.02	0.92 ± 0.02	0.22 ± 0.015	0.83 ± 0.015	0	1.11 ± 0.04	0.30 ± 0.02	0.27 ± 0.02	0.947

* rel. zu $FeRh$

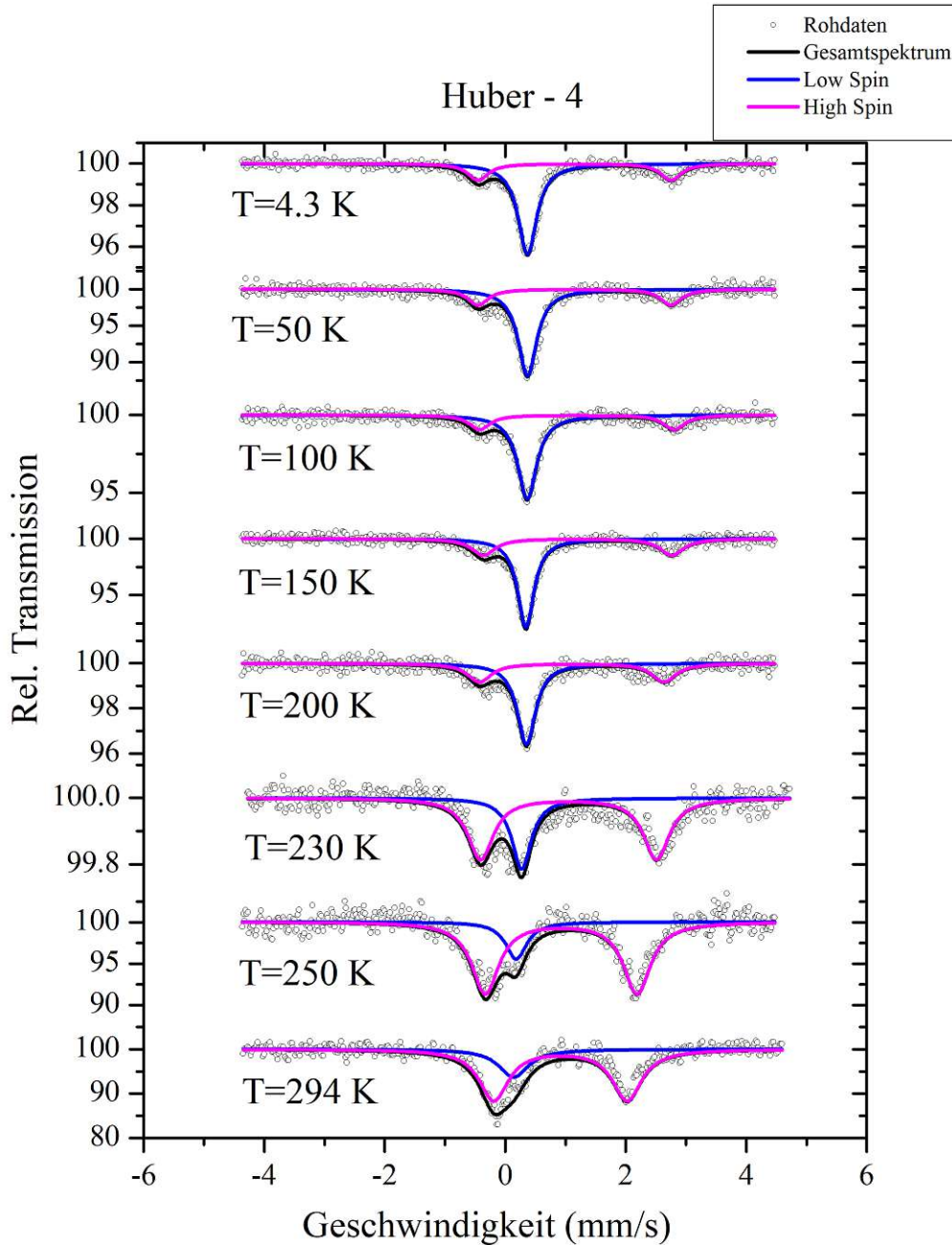


Abbildung 17: Mössbauerspektren der Huber - 4 Probe bei Temperaturen von 4.3K bis Raumtemperatur. Das Gesamtspektrum wird durch die Überlagerung der beiden Subspektren (Low Spin und High Spin) gebildet. Zwischen 200 K und 230 K kommt es zu einem starken Anstieg des High Spin Subspektrums. Bei den Temperaturen 230 K und 250 K ist eine deutliche Verschlechterung der Statistik zu erkennen.

Huber - 4

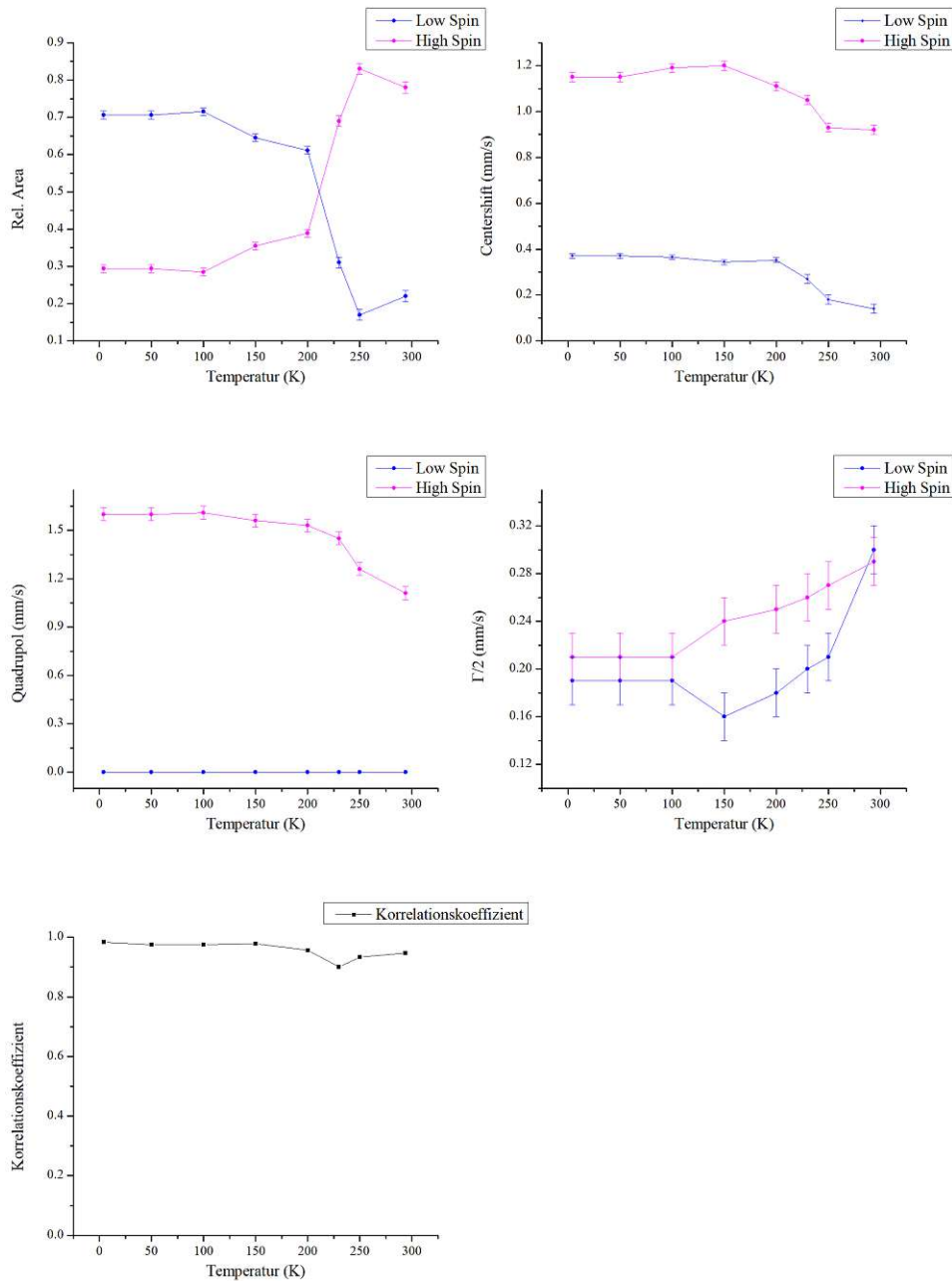


Abbildung 18: Temperaturverläufe der Mössbauerparameter für die Huber - 4 Probe. Der starke Anstieg der High Spin - Zustände zwischen 200 K und 230 K ist im Graphen der relativen Area deutlich zu erkennen.

7.1.1 Vergleich der Auswertungsmethoden

Die gängige Methode der Flankenfaltung soll nun mit der alternativen einseitigen Flankenauswertung verglichen werden. Dafür wurden die zwei Flanken eines Spektrums separat gefittet und ausgewertet. Anschließend wurden Flanke 1 (U), Flanke 2 (V) und die gefalteten Flanken (F) miteinander verglichen. Eine graphische Gegenüberstellung (Abbildungen 19 - 27) und ein numerischer Vergleich (Tabelle 7) zeigen die Diskrepanz zwischen den Spektren.

Tabelle 7: Vergleich der relativen Area, der Quadrupolaufspaltung und der Centershift der Huber - 4 Probenmessung bei 4 Kelvin für verschiedene Auswertungsmethoden. High Spin und Low Spin sind die zwei Subspektren einer jeden Messung. U steht für Flanke 1, V steht für die gespiegelte Flanke 2 und F für das gefaltete Spektrum. Δ symbolisiert hier den Differenzenoperator.

Subspektrum	Rel. Area	Quadrupol mm/s	Centershift* mm/s	Gamma Halbe mm/s
Low Spin U	0.708	0	0.361	0.18
High Spin U	0.292	1.615	1.137	0.21
Low Spin V	0.687	0	0.381	0.181
High Spin V	0.313	1.6	1.153	0.234
Δ UV Low	0.021	0	-0.02	-0.001
Δ UV High	-0.021	0.015	-0.016	-0.024
Low Spin V	0.687	0	0.381	0.181
High Spin V	0.313	1.6	1.153	0.234
Low Spin F	0.706	0	0.37	0.186
High Spin F	0.294	1.6	1.153	0.207
Δ VF Low	-0.019	0	0.011	-0.005
Δ VF High	0.019	0	0	0.027
Low Spin U	0.708	0	0.361	0.18
High Spin U	0.292	1.615	1.137	0.21
Low Spin F	0.706	0	0.37	0.186
High Spin F	0.294	1.6	1.153	0.207
Δ UF Low	0.002	0	-0.009	-0.006
Δ UF High	-0.002	0.015	-0.016	0.003
MW419 U Low	0.153	0	0.17	0.205
MW419 U High	0.847	1.219	0.941	0.248
MW419 V Low	0.191	0	0.176	0.172
MW419 V High	0.809	1.217	0.968	0.165
MW419 F Low	0.167	0	0.183	0.211
MW419 F High	0.833	1.258	0.93	0.274

* rel. zu $FeRh$

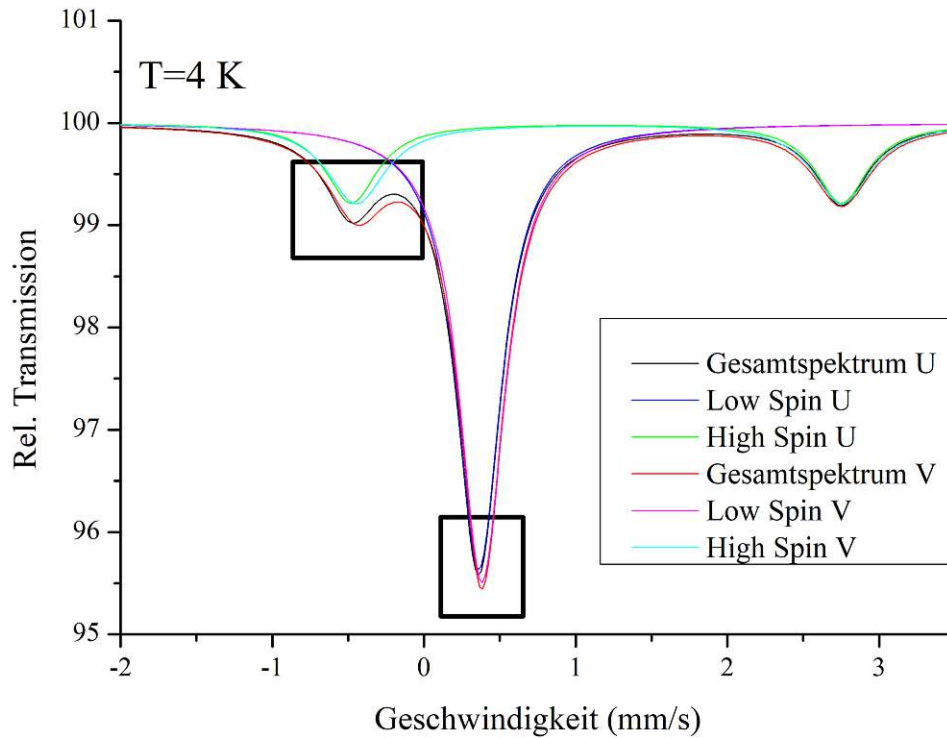


Abbildung 19: Huber - 4 Spektren bei 4 Kelvin. Flanke 1 (U) wird mit der gespiegelten Flanke 2 (V) verglichen. Die gekennzeichneten Flächen sind in Abbildung 20 und Abbildung 21 vergrößert dargestellt.

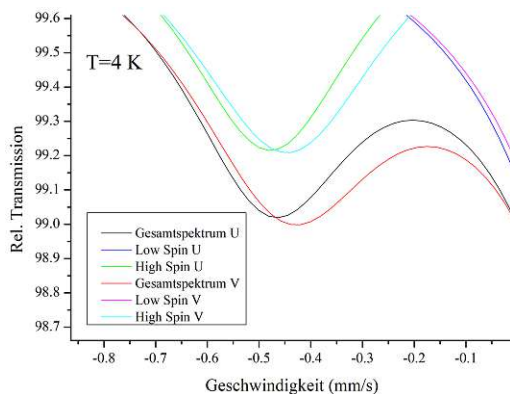


Abbildung 20: Huber - 4 Spektren bei 4 Kelvin. Flanke 1 (U) wird mit der gespiegelten Flanke 2 (V) verglichen.

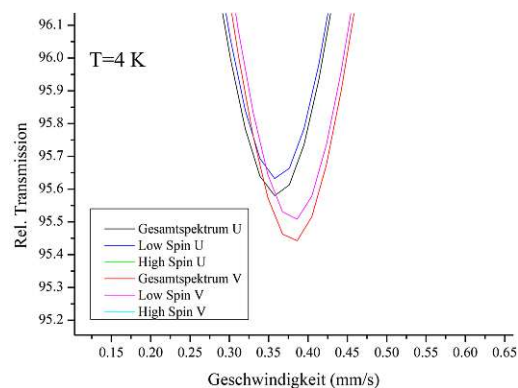


Abbildung 21: Huber - 4 Spektren bei 4 Kelvin. Flanke 1 (U) wird mit der gespiegelten Flanke 2 (V) verglichen.

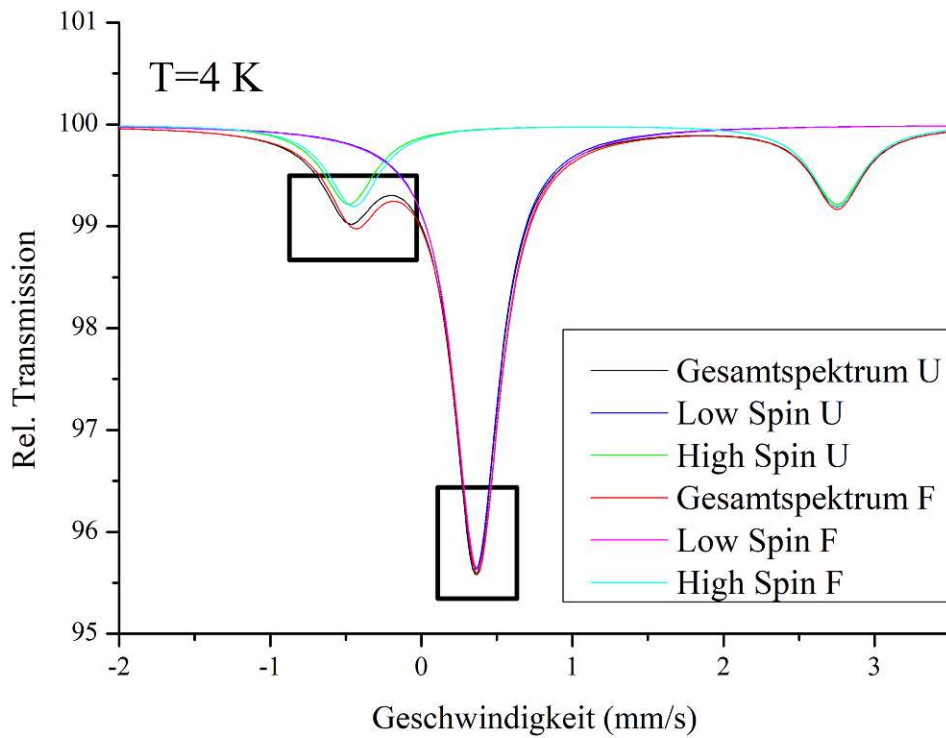


Abbildung 22: Huber - 4 Spektren bei 4 Kelvin. Flanke 1 (U) wird mit den gefalteten Flanken (F) verglichen. Die gekennzeichneten Flächen sind in Abbildung 23 und Abbildung 24 vergrößert dargestellt.

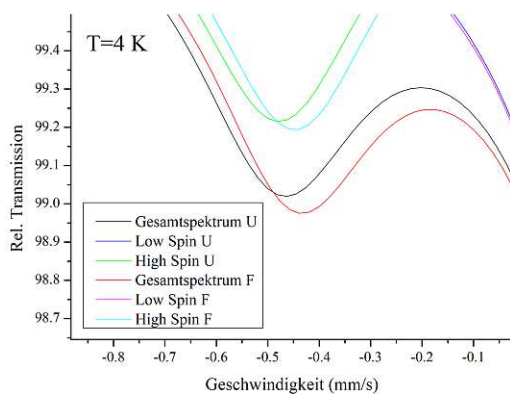


Abbildung 23: Huber - 4 Spektren bei 4 Kelvin. Flanke 1 (U) wird mit den gefalteten Flanken (F) verglichen.

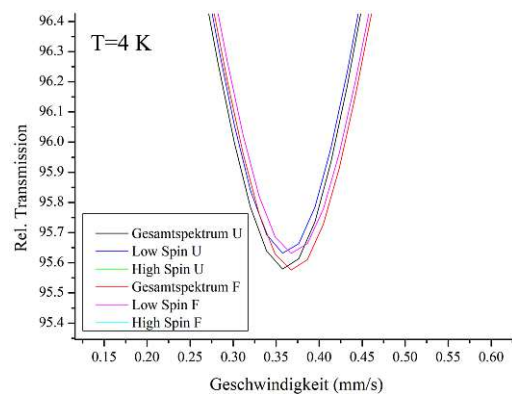


Abbildung 24: Huber - 4 Spektren bei 4 Kelvin. Flanke 1 (U) wird mit den gefalteten Flanken (F) verglichen.

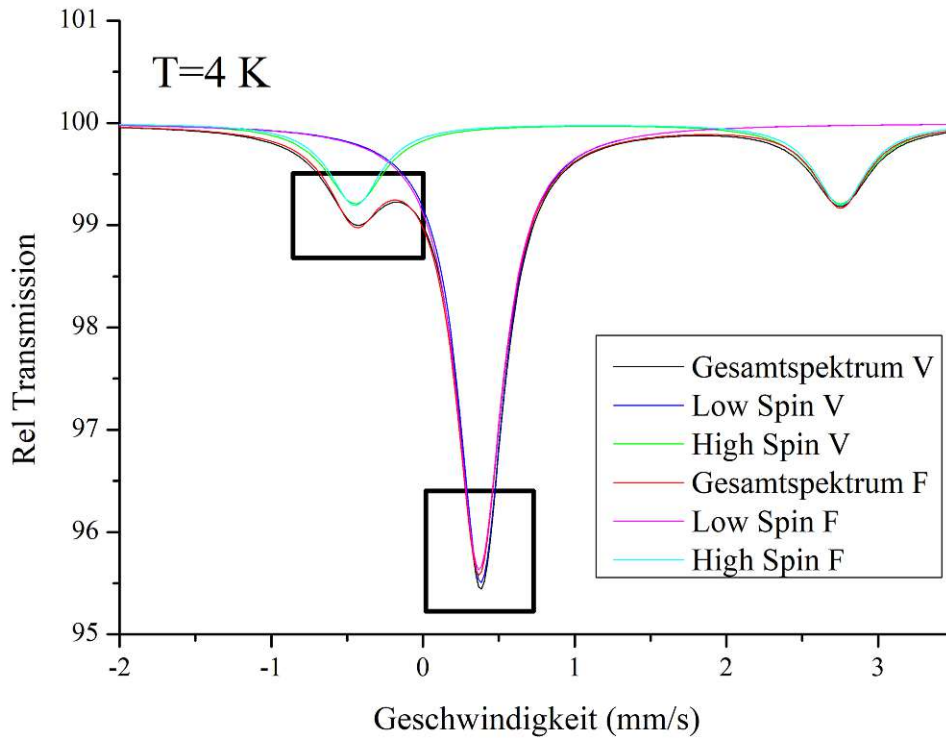


Abbildung 25: Huber - 4 Spektren bei 4 Kelvin. Die gespiegelte Flanke 2 (V) wird mit den gefalteten Flanken (F) verglichen. Die gekennzeichneten Flächen sind in Abbildung 26 und Abbildung 27 vergrößert dargestellt.

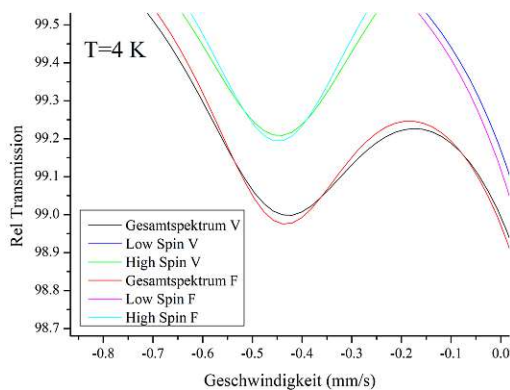


Abbildung 26: Huber - 4 Spektren bei 4 Kelvin. Die gespiegelte Flanke 2 (V) wird mit den gefalteten Flanken (F) verglichen.

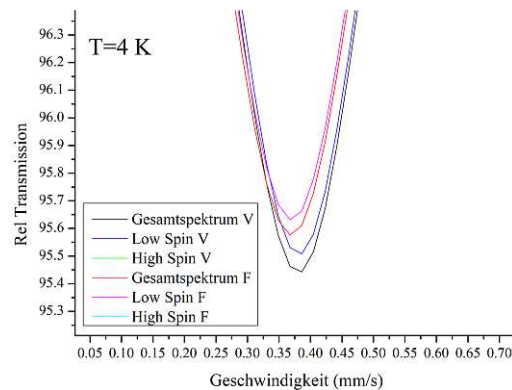


Abbildung 27: Huber - 4 Spektren bei 4 Kelvin. Die gespiegelte Flanke 2 (V) wird mit den gefalteten Flanken (F) verglichen.

7.2 Eisenerze

Im Folgenden sollen die in Kapitel 2.2 vorgestellten Proben, genannt 22070/01, 22070/02a, 22070/03, 22070/04 und 22070/05, auf ihren Fe^{2+} und Fe^{3+} Gehalt untersucht werden. Um bessere Statistiken zu bekommen, wurden alle Proben bei 4 K, 80 K und 294 K gemessen. Da diese Proben aus einem Gemisch mehrerer Mineralien bestehen und es bei Magnetit bei circa 125 K zu einem Phasenübergang (siehe Kapitel 2.2.1) kommt, ist mit einem komplexen Gesamtspektrum zu rechnen, da sich mehrere Sextette überlagern.

Es gibt verschiedenste Ansätze, das Magnetit - Spektrum unterhalb des Verwey - Übergangs zu modellieren. Die gängigsten Varianten sind die mit 3, 4 oder 5 Subspektren, wobei bei letzterem Ansatz die zwei bereits separierten Subspektren für den B Platz nochmals unterteilt werden. [15] [16] [5]

Im Zuge der hier durchgeführten Auswertungen hat es sich als am sinnvollsten erwiesen, mit 3 Subspektren zu arbeiten, da diese, im Vergleich zum 4 und 5 Subspektren Ansatz, den höchsten Korrelationskoeffizienten erreichten.

Der Oxidationsgrad des Magnetiten kann sich auf dessen Gesamtspektrum auswirken. Dieser soll im Anschluss, basierend auf den Ergebnissen der Messung, berechnet werden. Die Mössbauerspektren bei 4 K, 80 K und Raumtemperatur sind in Abbildung 28, 32, 36, 40 und 44 zu sehen. Die Quadrupolaufspaltung (Quadrupol, Δ) wurde stets nach Gleichung 15 bestimmt.

Den Temperaturverlauf der erhaltenen Mössbauerparameter für Magnetit und Hämatit kann man für die Probe 22070/01 in den Abbildungen 29, 30, 31, für die Probe 22070/02a in den Abbildungen 33, 34, 35, für die Probe 22070/03 in den Abbildungen 37, 38, 39, für die Probe 22070/04 in den Abbildungen 41, 42, 43 und für die Probe 22070/05 in den Abbildungen 45, 46 und 47 verfolgen.

Aufgrund der sehr geringen Intensitäten der sonstigen Phasen und der Unkenntnis der jeweiligen Struktur (wo und wie viel Eisen in der Probe vorhanden ist) sind die erhaltenen Parameter für diese Phasen nicht belastbar, was sich in entsprechend groben Fehlern niederschlägt. Daher beschränken sich die Parameterverläufe und die daraus folgenden Analysen auf den Magnetiten und den Hämatiten.

Die numerischen Werte der Mössbauerparameter wurden in den Tabellen 8 - 12 festgehalten.

Das Gesamtspektrum der Probe 22070/01 wird hauptsächlich vom Magnetiten bestimmt, mit Ausnahme einiger Dubletts, welche sich im Zentrum des Spektrums bemerkbar machen und den in den Röntgenanalysen gefundenen Fremdphasen zugeschrieben werden. Die jeweiligen Fitparameter wurden der Literatur entnommen. Bei Temperaturen unterhalb des Verwey - Übergangs separiert das Magnetit 2.5+ Spektrum in ein Magnetit 2+ und Magnetit 3+ Spektrum.

In Abbildung 29 - 31 sind die Temperaturverläufe der Mössbauerparameter gezeigt.

Die gestrichelten Linien deuten auf die Separation des $\text{Fe}^{2.5+}$ - Subspektrums in ein Fe^{3+} - und ein Fe^{2+} - Subspektrum unterhalb der Verwey - Temperatur hin. Die Area für den A - und den B - Platz bleibt über den gesamten Temperaturverlauf konstant (Abbildung 29). Der Fit ist qualitativ gut, allerdings zeigt sich die Centershift des Fe^{2+} - Spektrums bei tiefen Temperaturen als unphysikalisch groß.

Bei RT zeigt Magnetit keine Quadrupolaufspaltung, erst unter der Verwey - Temperatur bildet sich eine schwache Aufspaltung im Fe^{2+} - Spektrum aus. Die Hyperfeinfelder werden bei tiefen Temperaturen etwas größer (Abbildung 30).

Die Halbwertsbreite nimmt mit sinkender Temperatur etwas zu. Sie wurde mit einem großzügigen Fehler bedacht, da der Fit der restlichen Parameter oft auf Kosten der Halbwertsbreite geht. Der Korrelationskoeffizient bleibt über dem gesamten Temperaturspektrum über 0.98 (Abbildung 31).

22070/01

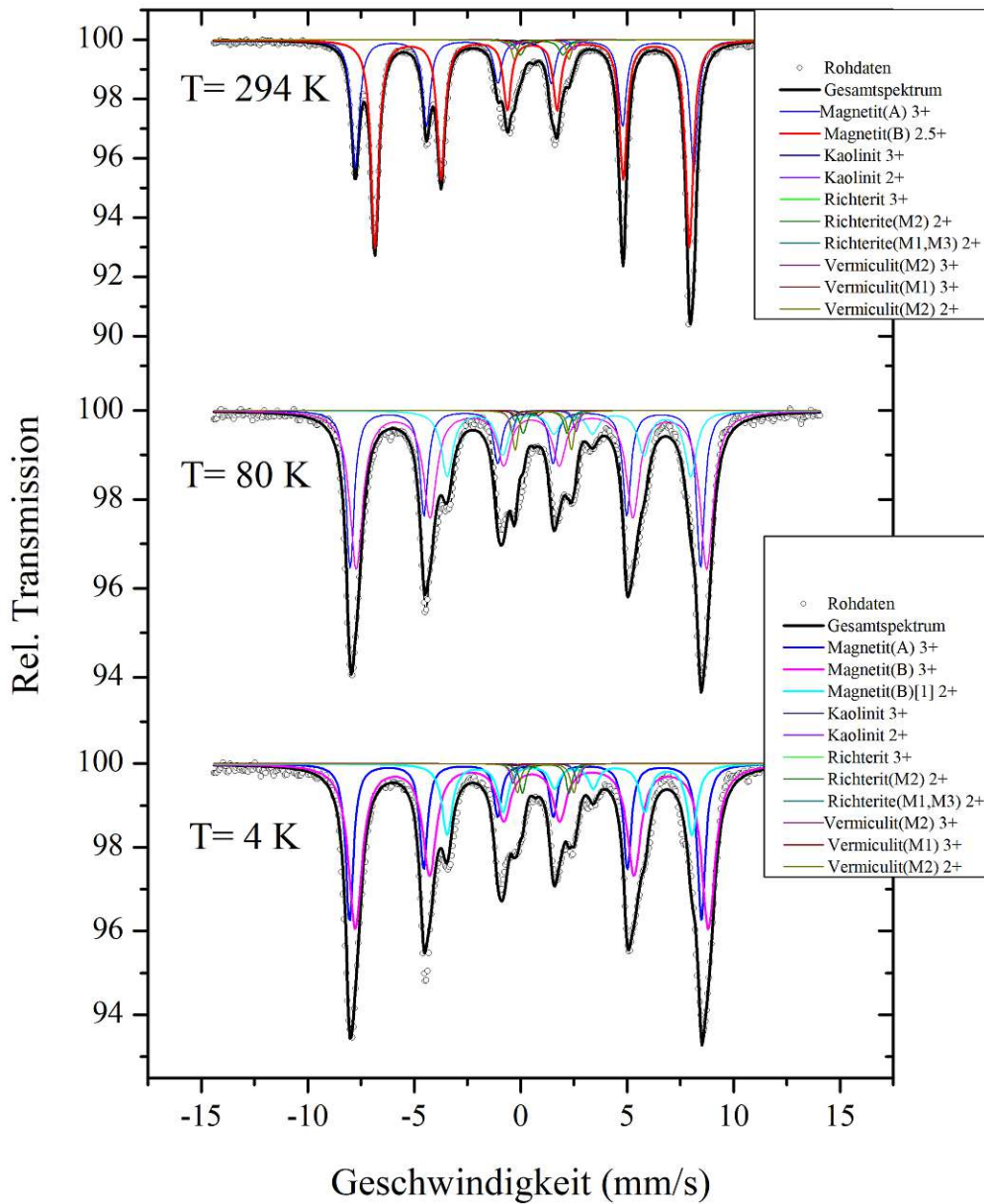


Abbildung 28: Mössbauerspektrum der 22070/01 Probe bei den Temperaturen 4 K, 80 K und 294 K.

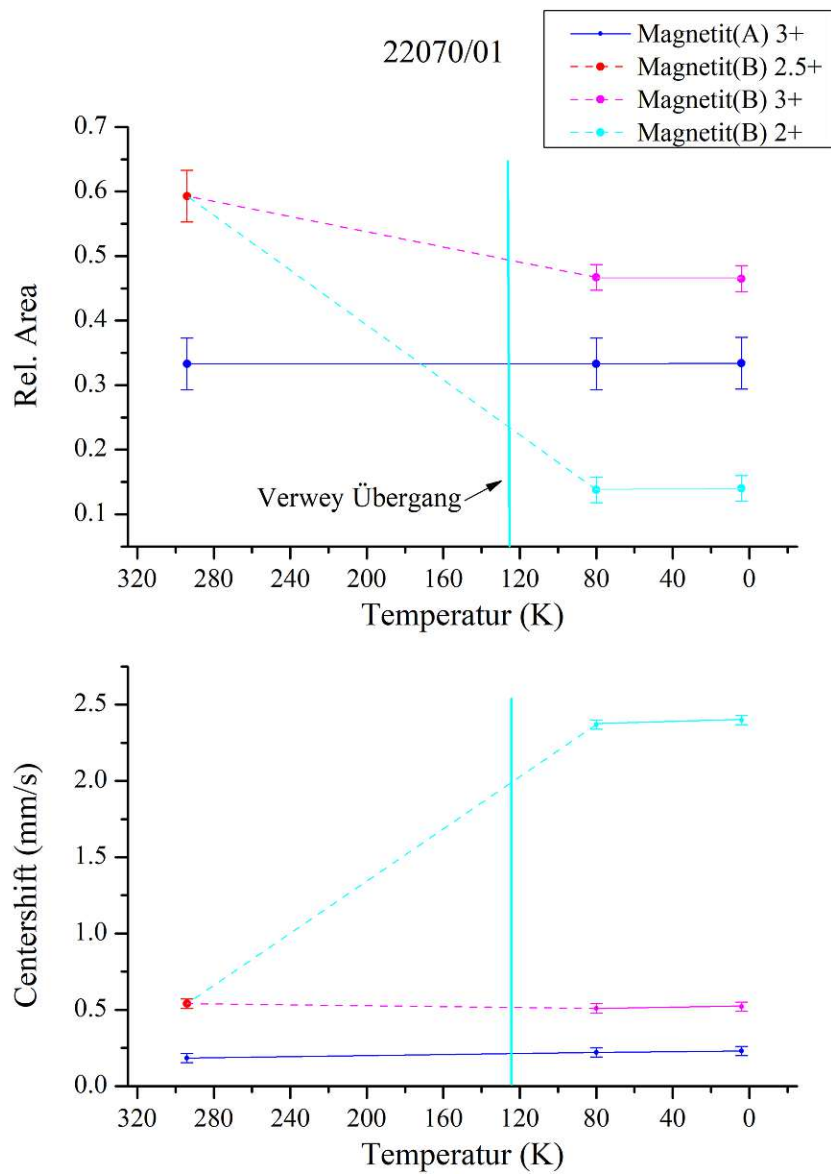


Abbildung 29: Temperaturabhängiger Verlauf der relativen Area und der Centershift (rel. $FeRh$) für die 22070/01 Probe.

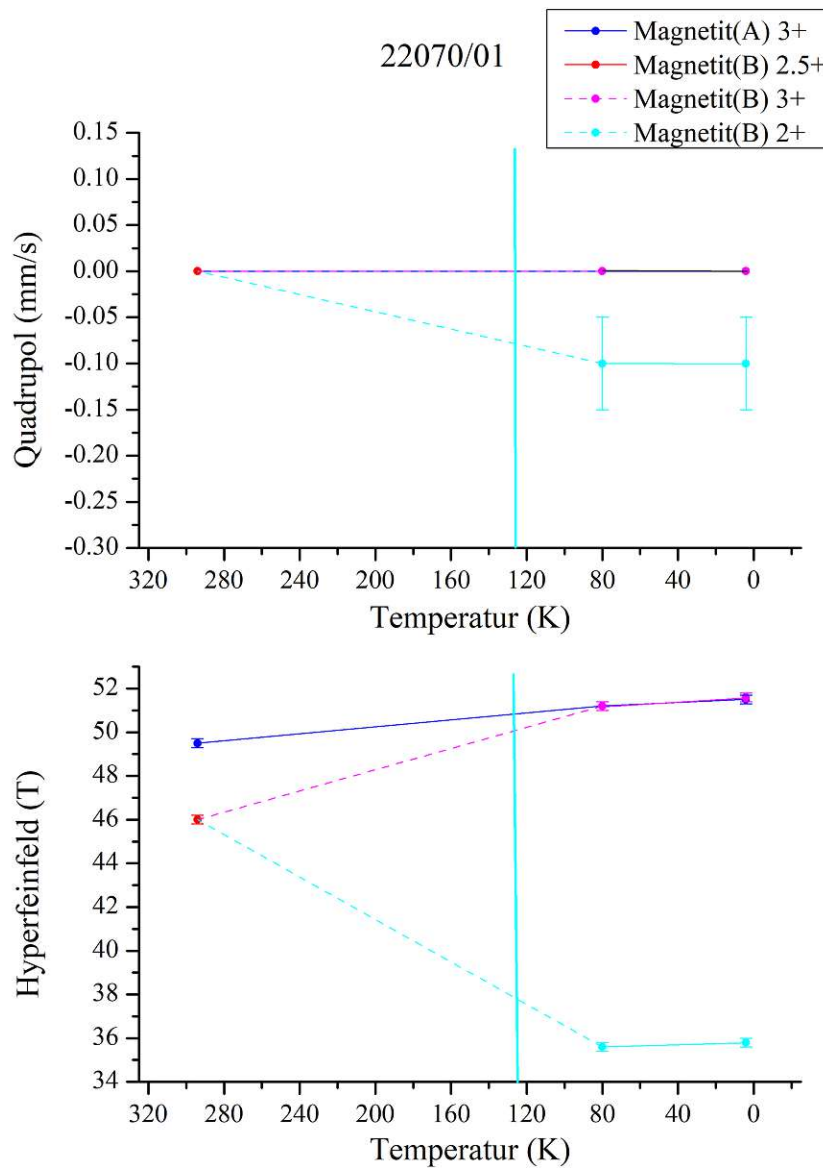


Abbildung 30: Temperaturabhängiger Verlauf der Quadrupolaufspaltung und des Hyperfeinfeldes für die 22070/01 Probe.

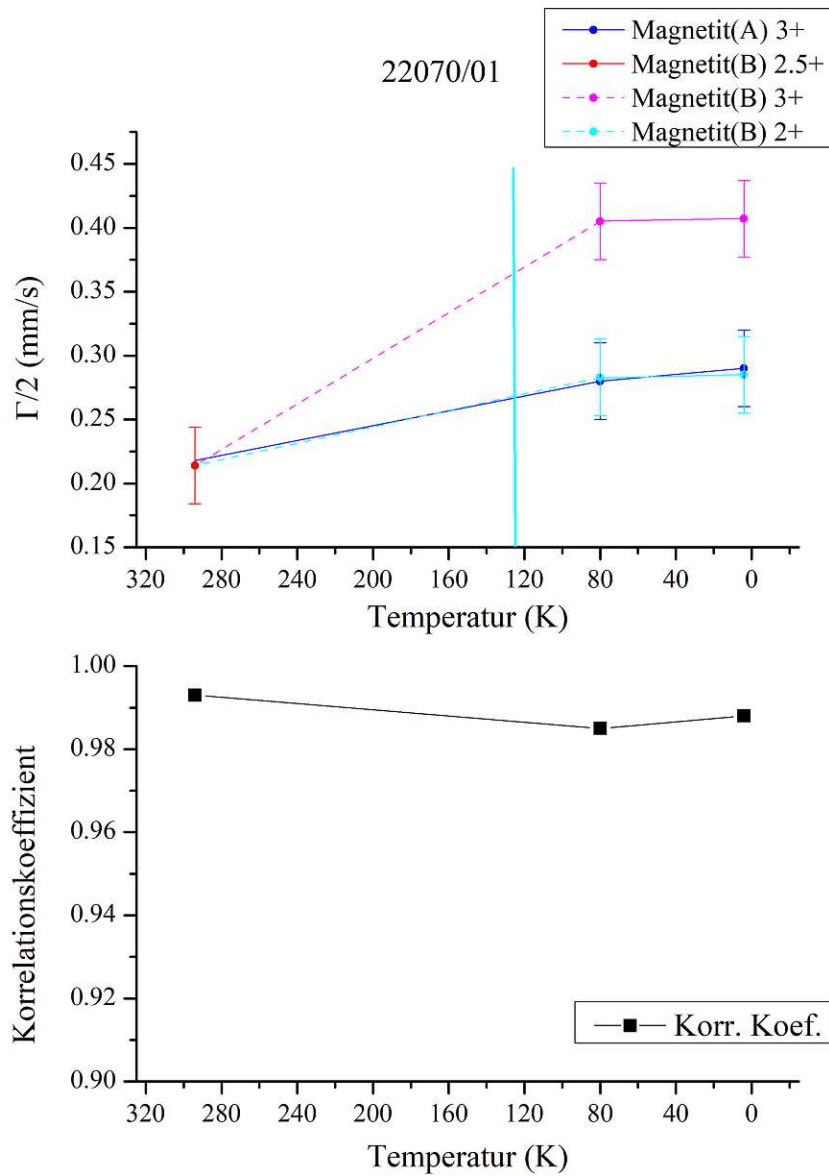


Abbildung 31: Temperaturabhängiger Verlauf der Halbwertsbreite und des Korrelationskoeffizienten für die 22070/01 Probe.

Tabelle 8: Mössbauerparameter für Probe 22070/01. Die farblich markierten Werte sind Literaturwerte, welche als Ausgangswerte für den jeweiligen Fit herangezogen wurden. [4], [6]. Mit "*" markiert, bedeutet aus Graphiken der entsprechenden Literatur abgeschätzt.

Subspektrum	Temp K	Rel Area	Hyperfeinfeld T	Quadrupol mm/s	Centershift* mm/s	GammaHalbe mm/s	Korr. Koef.
Magnetit(A) 3+	294		49		0.16		
	294	0.36 +- 0.04	49.5 +- 0.2		0.18 +- 0.03	0.22 +- 0.03	0.995
	80	0.29 +- 0.04	51.2 +- 0.2		0.22 +- 0.03	0.23 +- 0.03	0.989
Magnetit(B) 2.5+	294		45.9		0.54		
	294	0.57 +- 0.04	46 +- 0.2		0.54 +- 0.03	0.22 +- 0.03	
	4	0.28 +- 0.04	51.5 +- 0.2		0.23 +- 0.03	0.22 +- 0.03	0.991
Magnetit(B) 3+	100		51 - 52*		0.49 - 0.53*		
	80	0.47 +- 0.02	51.2 +- 0.2		0.51 +- 0.03	0.37 +- 0.03	
	4	0.5 +- 0.02	51.6 +- 0.2		0.52 +- 0.03	0.38 +- 0.03	
Magnetit(B) 2+	100		35 - 36*	0.05 - 0.2*	2.3 - 2.5*		
	80	0.17 +- 0.02	35.6 +- 0.2	0.1 +- 0.05	2.37 +- 0.03	0.33 +- 0.03	
	4	0.16 +- 0.02	35.8 +- 0.2	0.1 +- 0.05	2.4 +- 0.03	0.29 +- 0.03	
Kaolinit 3+	294			0.26	0.36		
	294	0.004 +- 0.003		0.26 +- 0.05	0.36 +- 0.03	0.14 +- 0.03	
	80	0.002 +- 0.003		0.27 +- 0.05	0.38 +- 0.03	0.13 +- 0.03	
	4	0.002 +- 0.003		0.27 +- 0.05	0.4 +- 0.03	0.14 +- 0.03	
Kaolinit 2+	294			1.3 - 1.45	0.98 - 1.18		
	294	0.014 +- 0.003		1.45 +- 0.05	1.04 +- 0.03	0.22 +- 0.03	
	80	0.012 +- 0.003		1.49 +- 0.05	1.1 +- 0.03	0.15 +- 0.03	
Richterit 3+	294			0.325	0.26		
	294	0.003 +- 0.003		0.33 +- 0.05	0.26 +- 0.03	0.19 +- 0.03	
	80	0.002 +- 0.003		0.34 +- 0.05	0.28 +- 0.03	0.13 +- 0.03	
	4	0.002 +- 0.003		0.4 +- 0.05	0.32 +- 0.03	0.12 +- 0.03	
Richterit(M2) 2+	294			0.995	0.99		
	294	0.024 +- 0.005		1 +- 0.05	0.99 +- 0.03	0.24 +- 0.03	
	80	0.015 +- 0.005		1.03 +- 0.05	1.15 +- 0.03	0.18 +- 0.03	
	4	0.019 +- 0.005		1.09 +- 0.05	1.18 +- 0.03	0.16 +- 0.03	
Richterit(M1,M3) 2+	294			1.35	1.03		
	294	0.003 +- 0.003		1.35 +- 0.05	1.03 +- 0.03	0.19 +- 0.03	
	80	0.005 +- 0.003		1.38 +- 0.05	1.12 +- 0.03	0.13 +- 0.03	
	4	0.004 +- 0.003		1.39 +- 0.05	1.13 +- 0.03	0.13 +- 0.03	
Vermiculit(M2) 3+	294			0.285	0.17		
	294	0.003 +- 0.003		0.28 +- 0.05	0.17 +- 0.03	0.19 +- 0.03	
	80	1E-3 +- 0.003		0.29 +- 0.05	0.19 +- 0.03	0.13 +- 0.03	
	4	1E-3 +- 0.003		0.33 +- 0.05	0.2 +- 0.03	0.16 +- 0.03	
Vermiculit(M1) 3+	294			0.55	0.25		
	294	0.003 +- 0.003		0.55 +- 0.05	0.25 +- 0.03	0.19 +- 0.03	
	80	0.003 +- 0.003		0.57 +- 0.05	0.27 +- 0.03	0.16 +- 0.03	
	4	1E-3 +- 0.003		0.6 +- 0.05	0.29 +- 0.03	0.17 +- 0.03	
Vermiculit(M2) 2+	294			1.29	0.99		
	294	0.019 +- 0.005		1.28 +- 0.05	0.99 +- 0.03	0.15 +- 0.03	
	80	0.023 +- 0.005		1.31 +- 0.05	1.06 +- 0.03	0.16 +- 0.03	
	4	0.019 +- 0.005		1.32 +- 0.05	1.16 +- 0.03	0.17 +- 0.03	

* rel. zu $FeRh$

Das Gesamtspektrum der Probe 22070/02a wird ebenfalls hauptsächlich vom Magnetiten bestimmt, mit Ausnahme der Dubletts des Anthophylliten, welche sich im Zentrum des Spektrums bemerkbar machen. Die jeweiligen Fitparameter wurden der Literatur entnommen. Bei Temperaturen unterhalb des Verwey - Übergangs separiert das Magnetit 2.5+ Spektrum in ein Magnetit 2+ und Magnetit 3+ Spektrum.

In Abbildung 33 - 35 sind die Temperaturverläufe der Mössbauerparameter gezeigt.

Die gestrichelten Linien deuten auf die Separation des $\text{Fe}^{2.5+}$ - Subspektrums in ein Fe^{3+} - und ein Fe^{2+} - Subspektrum unterhalb der Verwey -Temperatur hin. Die Area für den A - und B - Platz bleibt über den gesamten Temperaturverlauf konstant (Abbildung 33). Der Fit ist qualitativ gut, doch wie schon bei Probe 22070/01 zeigt sich die Centershift des Fe^{2+} - Spektrums bei tiefen Temperaturen als unphysikalisch groß.

Bei RT zeigt Magnetit keine Quadrupolaufspaltung, erst unter der Verwey - Temperatur bildet sich eine schwache Aufspaltung im Fe^{2+} - Spektrum aus. Die Hyperfeinfelder werden zwischen 80 K und 4 K kleiner, was für einen ungeeigneten Fit der 4 K Messung spricht. (Abbildung 34).

Die Halbwertsbreite vergrößert sich bis 80 K und verringert sich dann wieder ein wenig. Sie wurde mit einem großzügigen Fehler bedacht, da der Fit der restlichen Parameter oft auf Kosten der Halbwertsbreite geht. Der Verlauf des Korrelationskoeffizienten zeigt, dass der Fit für die 80 K Messung am besten funktioniert hat (Abbildung 35).

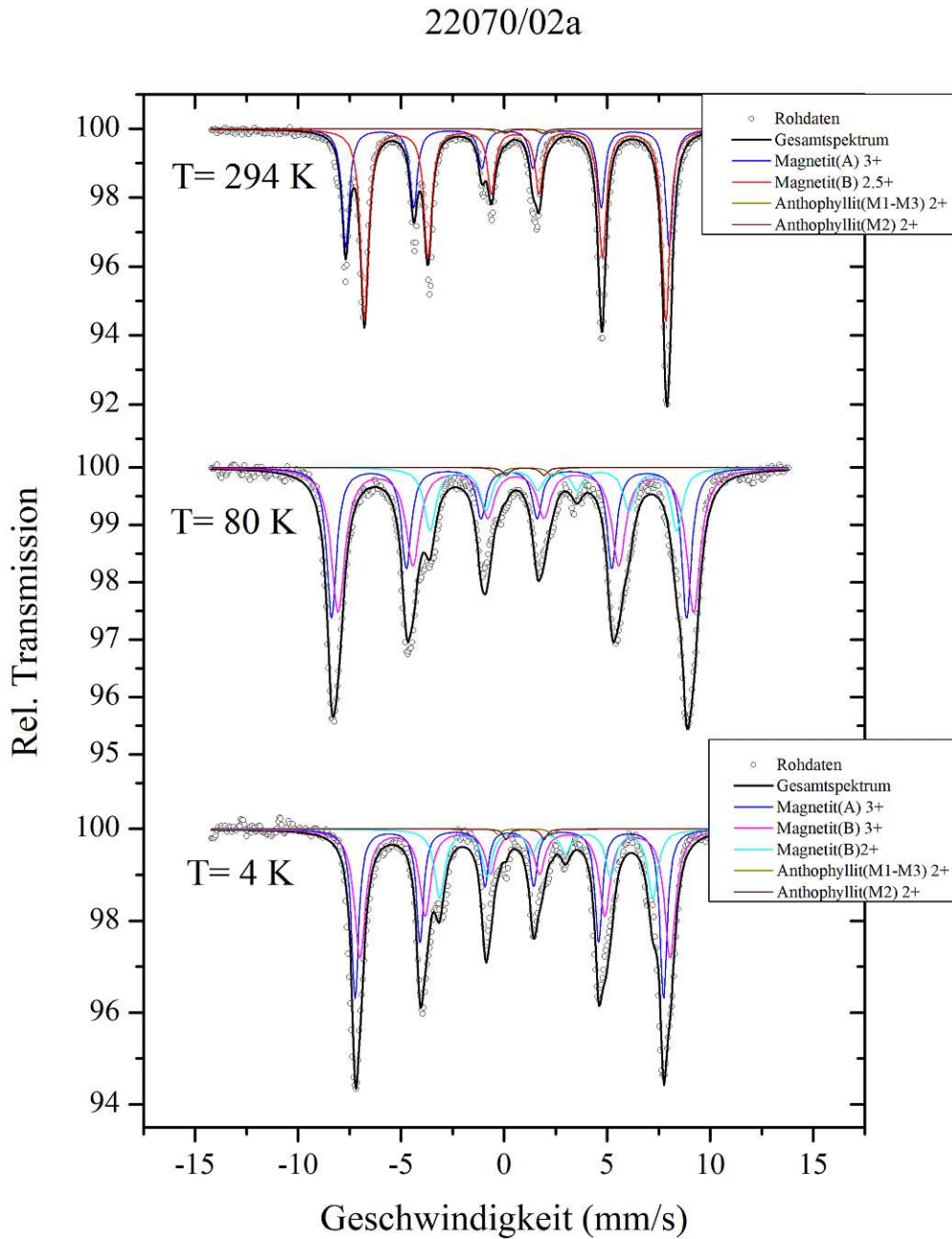


Abbildung 32: Mössbauerspektrum der 22070/02a Probe bei den Temperaturen 4 K, 80 K und 294 K.

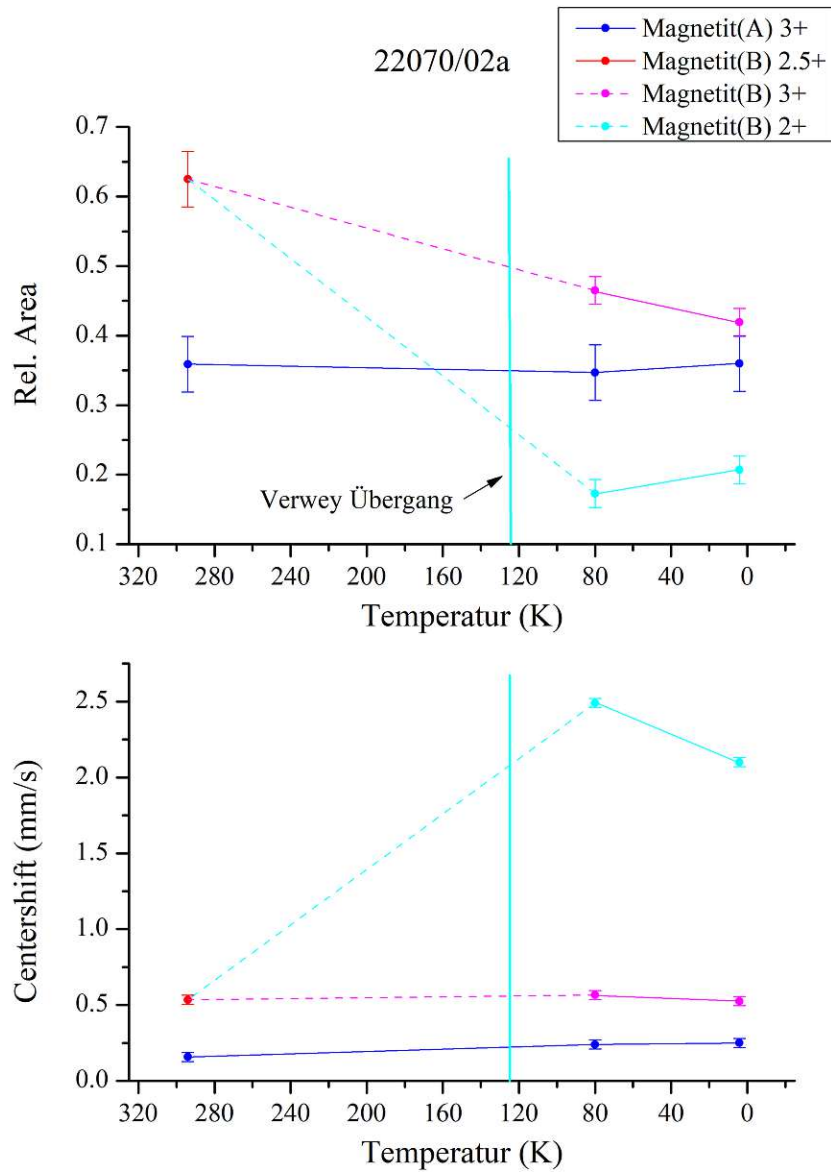


Abbildung 33: Temperaturabhängiger Verlauf der relativen Area und der Centershift (rel. $FeRh$) für die 22070/02a Probe.

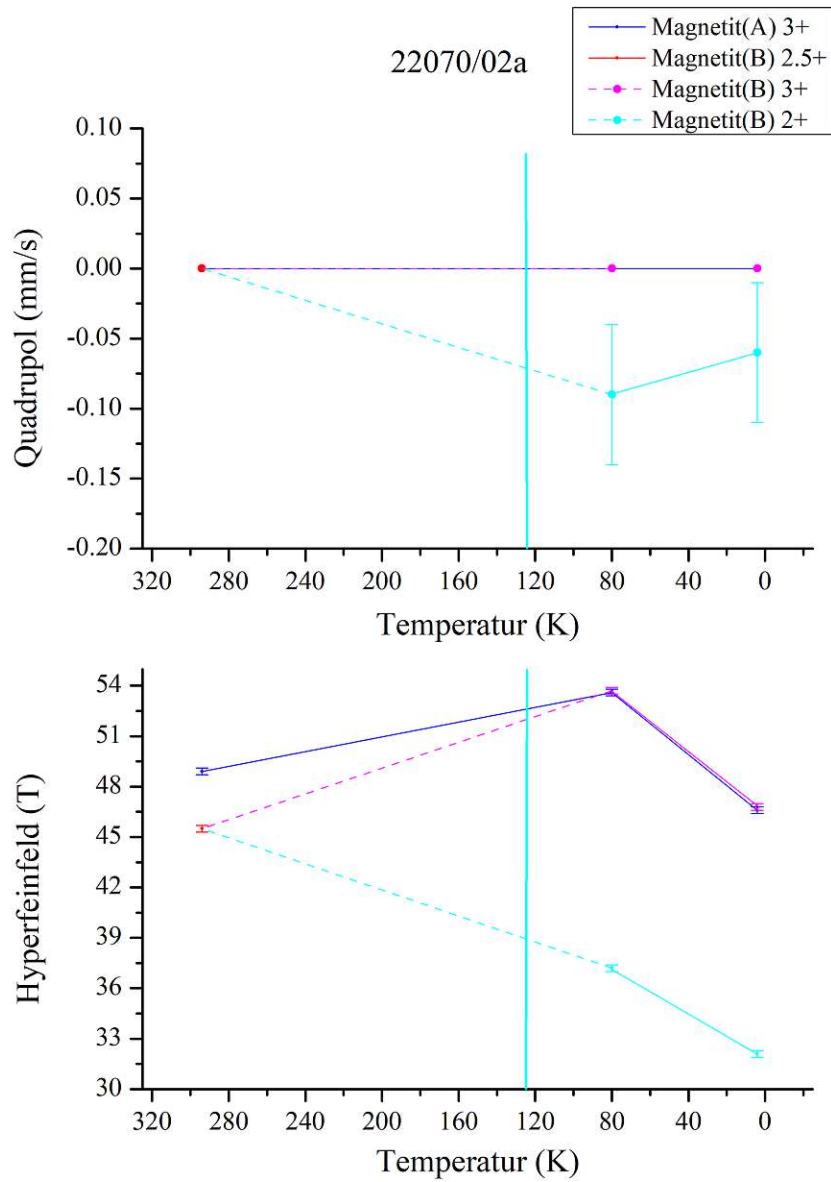


Abbildung 34: Temperaturabhängiger Verlauf der Quadrupolaufspaltung und des Hyperfeinfeldes für die 22070/02a Probe.

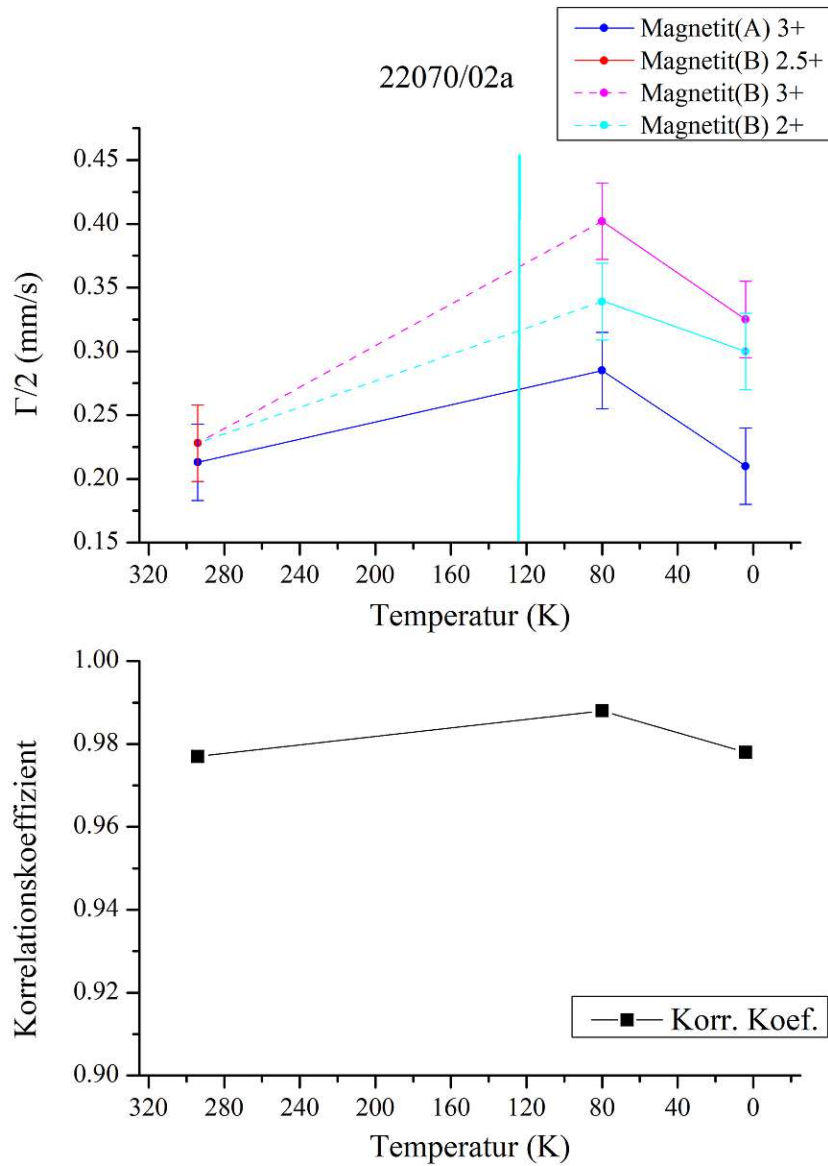


Abbildung 35: Temperaturabhängiger Verlauf der Halbwertsbreite und des Korrelationskoeffizienten für die 22070/02a Probe.

Tabelle 9: Mössbauerparameter für Probe 22070/02a. Die farblich markierten Werte sind Literaturwerte, welche als Ausgangswerte für den jeweiligen Fit herangezogen wurden. [4]. Mit "*" markiert, bedeutet aus Graphiken der entsprechenden Literatur abgeschätzt.

Subspektrum	Temp K	Rel Area	Hyperfeinfeld T	Quadrupol mm/s	Centershift* mm/s	GammaHalbe mm/s	Korr. Koef.
Magnetit(A) 3+	294		49		0.16		
	294	0.36 ± 0.04	48.9 ± 0.2		0.16 ± 0.03	0.21 ± 0.03	0.982
	80	0.35 ± 0.04	53.6 ± 0.2		0.24 ± 0.03	0.29 ± 0.03	0.989
	4	0.36 ± 0.04	46.6 ± 0.2		0.25 ± 0.03	0.21 ± 0.03	0.981
Magnetit(B) 2.5+	294		45.9		0.54		
	294	0.63 ± 0.04	45.5 ± 0.2		0.54 ± 0.03	0.23 ± 0.03	
Magnetit(B) 3+	100		51 - 52*		0.49 - 0.53*		
	80	0.47 ± 0.02	53.7 ± 0.2		0.57 ± 0.03	0.4 ± 0.03	
	4	0.42 ± 0.02	46.9 ± 0.2		0.53 ± 0.03	0.33 ± 0.03	
Magnetit(B) 2+	100		35 - 36*	0.05 - 0.2*	2.3 - 2.5*		
	80	0.18 ± 0.02	37.2 ± 0.2	-0.1 ± 0.05	2.49 ± 0.03	0.34 ± 0.03	
	4	0.21 ± 0.02	32.2 ± 0.2	-0.06 ± 0.05	2.1 ± 0.03	0.3 ± 0.03	
Anthophyllit(M1-M3) 2+	294			1.3	1		
	294	0.007 ± 0.003		1.3 ± 0.05	1 ± 0.03	0.25 ± 0.03	
	80	0.008 ± 0.003		1.3 ± 0.05	1.03 ± 0.03	0.23 ± 0.03	
	4	0.005 ± 0.003		1.3 ± 0.05	1.03 ± 0.03	0.16 ± 0.03	
Anthophyllit(M4) 2+	294			0.9	0.98		
	294	0.008 ± 0.003		0.9 ± 0.05	0.98 ± 0.03	0.25 ± 0.03	
	80	0.007 ± 0.003		0.92 ± 0.05	1.01 ± 0.03	0.22 ± 0.03	
	4	0.009 ± 0.003		0.92 ± 0.05	1.01 ± 0.03	0.17 ± 0.03	

* rel. zu $FeRh$

Das Gesamtspektrum wird auch bei der 22070/03 Probe hauptsächlich vom Magnetiten bestimmt, mit Ausnahme des zusätzlichen Sextetts des Hämatiten und den Dubletts des Anthophylliten. Die jeweiligen Fitparameter wurden der Literatur entnommen. Bei Temperaturen unterhalb des Verwey - Übergangs separiert das Magnetit 2.5+ Spektrum in ein Magnetit 2+ und Magnetit 3+ Spektrum.

In Abbildung 37 - 39 sind die Temperaturverläufe der Mössbauerparameter gezeigt.

Die gestrichelten Linien deuten auf die Separation des $\text{Fe}^{2.5+}$ - Subspektrums in ein B - seitiges Fe^{3+} - und Fe^{2+} - Subspektrums unterhalb der Verwey - Temperatur hin. Die Area für den A - Platz und den B - Platz des Magnetiten und die Area des Hämatiten bleiben über den gesamten Temperaturverlauf konstant. Die Centershift des Fe^{2+} - Spektrums ist bei tiefen Temperaturen erneut unphysikalisch groß.

Bei RT hat der Magnetit keine Quadrupolaufspaltung, erst unter der Verwey - Temperatur kommt es zu einer schwachen Aufspaltung im Fe^{2+} - Spektrum. Die Hyperfeinfelder vergrößern sich bis 80 K und bleiben dann in etwa konstant (Abbildung 38).

Die B - seitigen Halbwertsbreiten nehmen mit sinkender Temperatur etwas zu, die A - seitige wird ein bisschen kleiner. Die Halbwertsbreite wurde mit einem großzügigen Fehler bedacht, da der Fit der restlichen Parameter oft auf Kosten der Halbwertsbreite geht. Der Korrelationskoeffizient bleibt über dem gesamten Temperaturspektrum konstant über 0.98.

22070/03

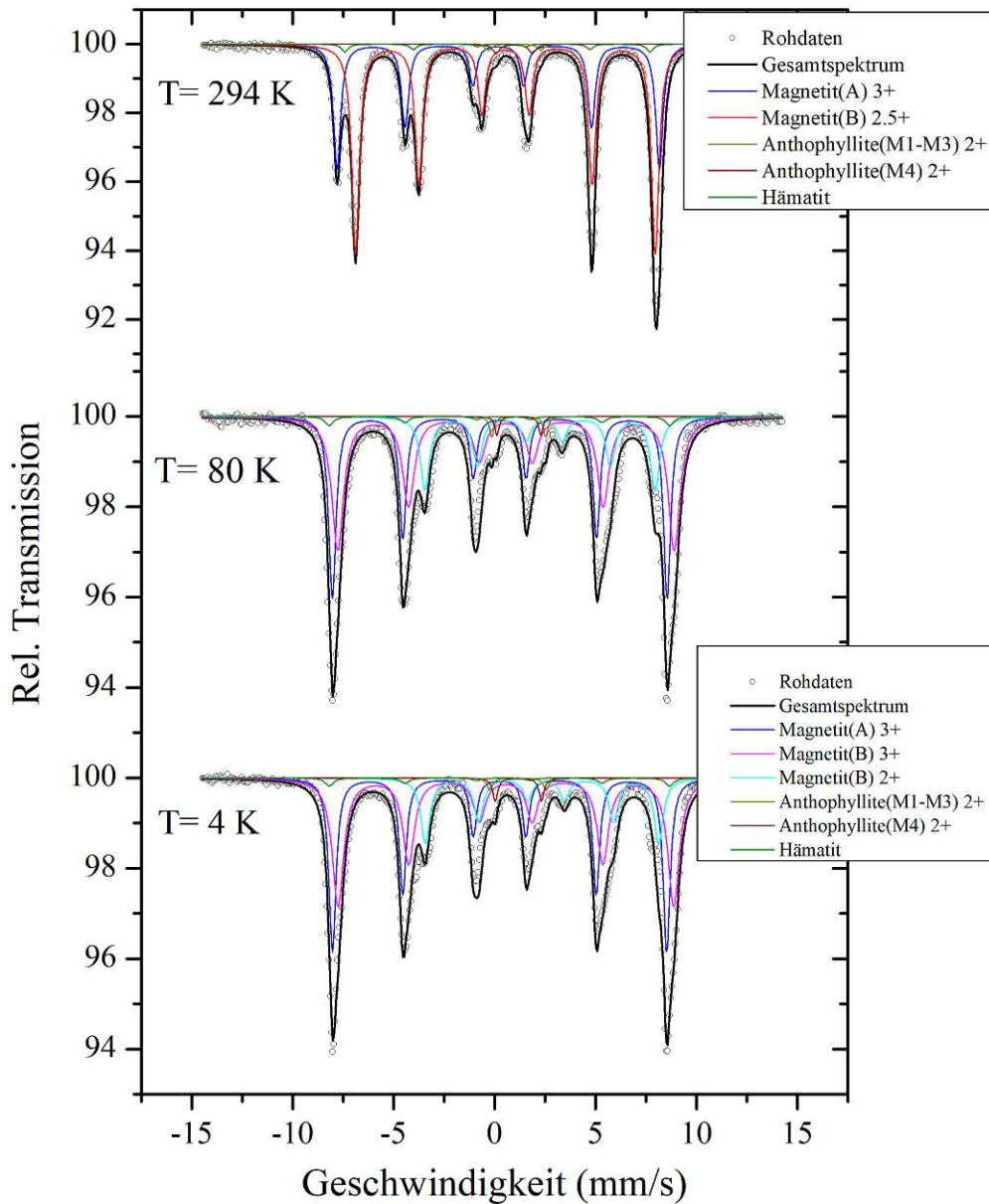


Abbildung 36: Mössbauerspektrum der 22070/03 Probe bei den Temperaturen 4 K, 80 K und 294 K.

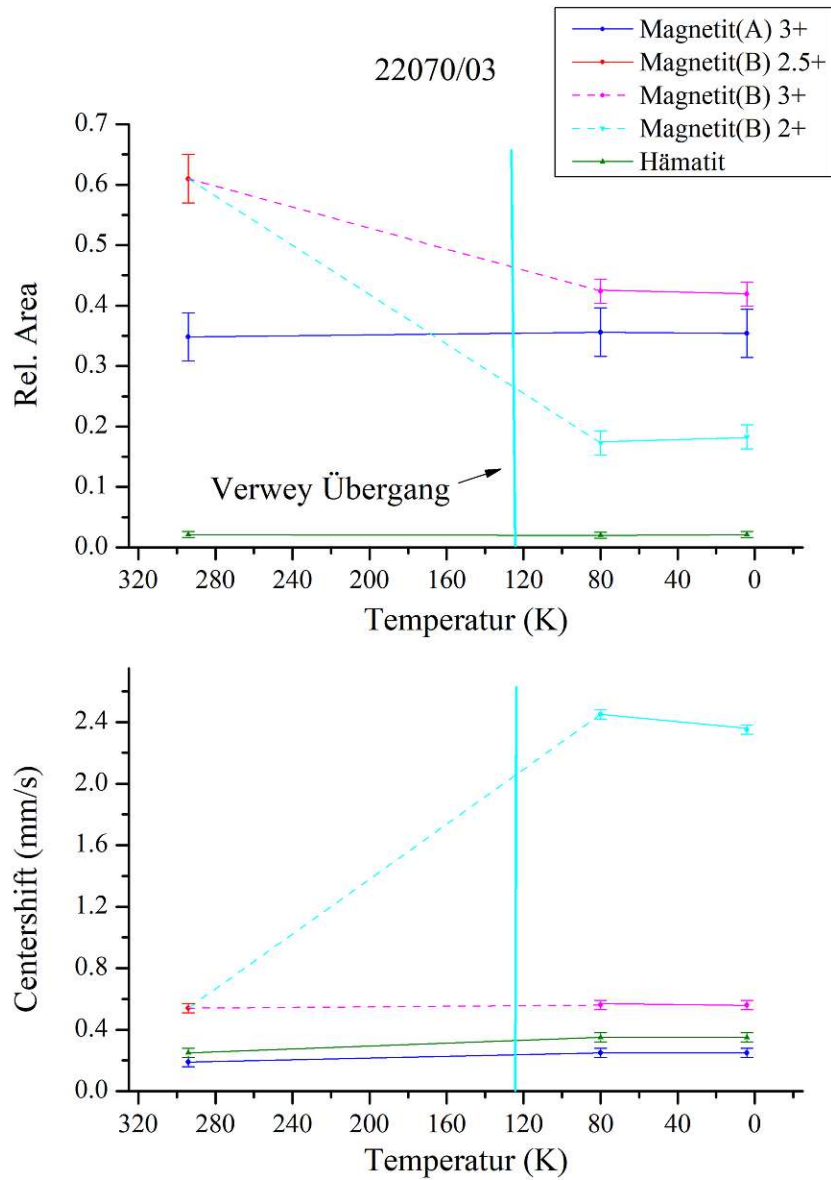


Abbildung 37: Temperaturabhängiger Verlauf der relativen Area und des Centershifts (rel. $FeRh$) für die 22070/03 Probe.

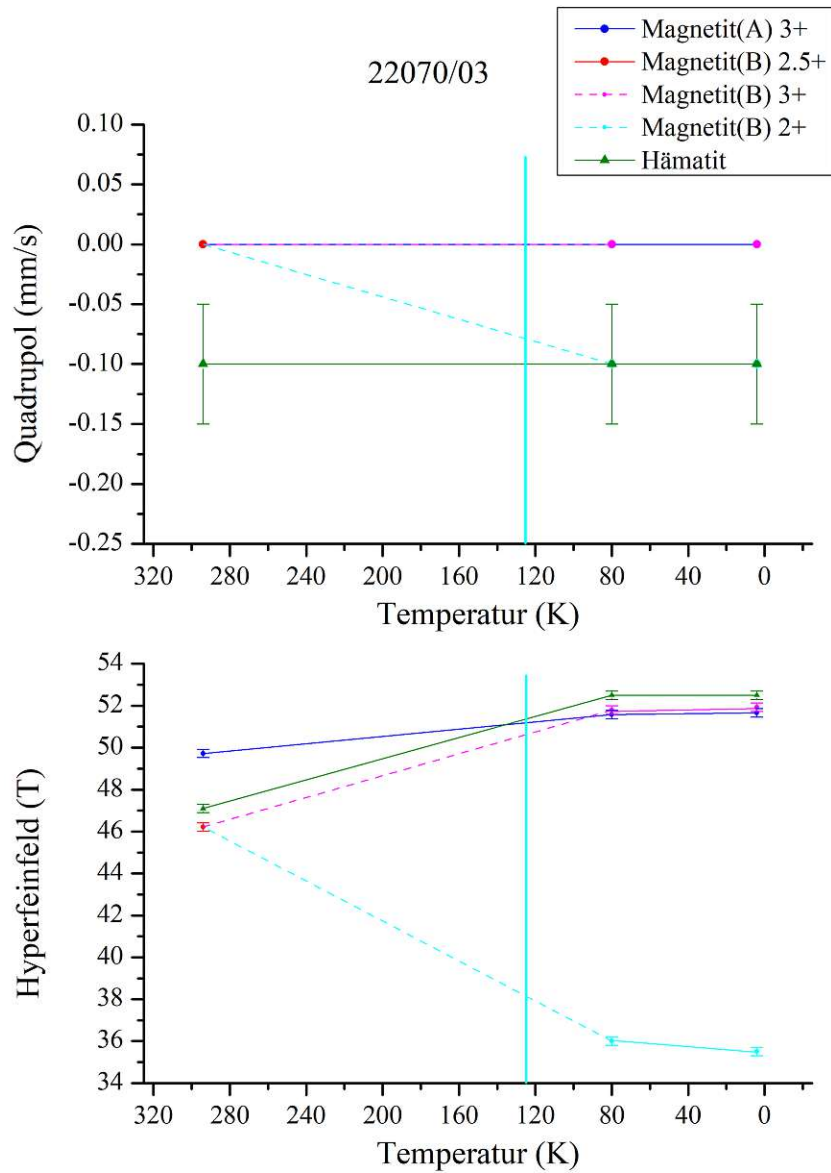


Abbildung 38: Temperaturabhängiger Verlauf der Quadrupolaufspaltung und des Hyperfeinfeldes für die 22070/03 Probe.

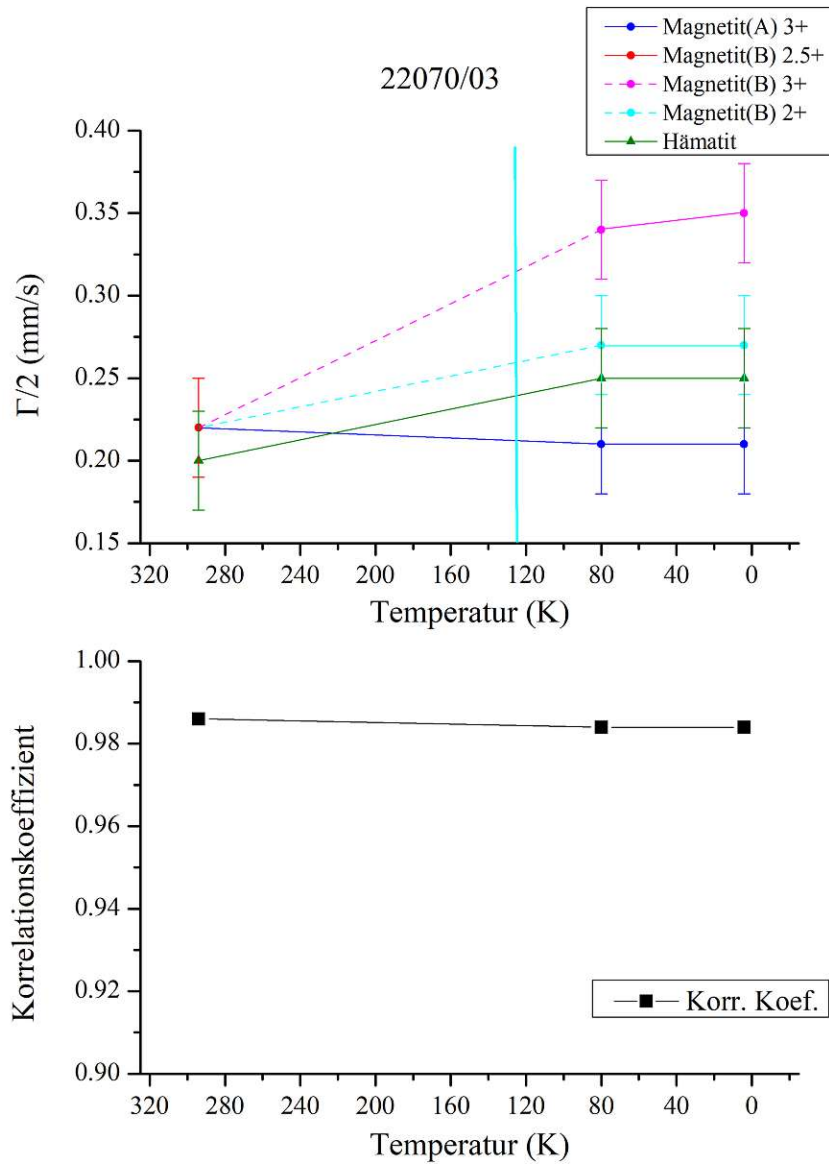


Abbildung 39: Temperaturabhängiger Verlauf der Halbwertsbreite und des Korrelationskoeffizienten für die 22070/03 Probe.

Tabelle 10: Mössbauerparameter für Probe 22070/03. Die farblich markierten Werte sind Literaturwerte, welche als Ausgangswerte für den jeweiligen Fit herangezogen wurden. [4]. Mit "*" markiert, bedeutet aus Graphiken der entsprechenden Literatur abgeschätzt.

Subspektrum	Temp K	Rel Area	Hyperfeinfeld T	Quadrupol mm/s	Centershift* mm/s	GammaHalbe mm/s	Korr. Koef.
Magnetit(A) 3+	294		49		0.16		
	294	0.35 +- 0.04	49.7 +- 0.2		0.19 +- 0.03	0.22 +- 0.03	0.989
	80	0.36 +- 0.04	51.6 +- 0.2		0.25 +- 0.03	0.21 +- 0.03	0.987
	4	0.35 +- 0.04	51.7 +- 0.2		0.26 +- 0.03	0.21 +- 0.03	0.986
Magnetit(B) 2.5+	294		45.9		0.54		
	294	0.61 +- 0.04	46.2 +- 0.2		0.54 +- 0.03	0.22 +- 0.03	
Magnetit(B) 3+	100		51 - 52*		0.49 - 0.53*		
	80	0.42 +- 0.02	51.8 +- 0.2		0.56 +- 0.03	0.34 +- 0.03	
	4	0.42 +- 0.02	51.9 +- 0.2		0.56 +- 0.03	0.35 +- 0.03	
Magnetit(B) 2+	100		35 - 36*	0.05 - 0.2*	2.3 - 2.5*		
	80	0.17 +- 0.02	36 +- 0.2	-0.1 +- 0.05	2.45 +- 0.03	0.27 +- 0.03	
	4	0.18 +- 0.02	35.5 +- 0.2	-0.1 +- 0.05	2.35 +- 0.03	0.28 +- 0.03	
	294			1.3	1		
Anthophyllit(M1-M3) 2+	294	0.008 +- 0.003		1.3 +- 0.05	1 +- 0.03	0.2 +- 0.03	
	80	0.01 +- 0.003		1.4 +- 0.05	1.16 +- 0.03	0.16 +- 0.03	
	4	0.012 +- 0.003		1.34 +- 0.05	1.2 +- 0.03	0.13 +- 0.03	
	294			0.9	0.98		
Anthophyllit(M4) 2+	294	0.013 +- 0.003		0.9 +- 0.05	0.98 +- 0.03	0.22 +- 0.03	
	80	0.017 +- 0.003		1.15 +- 0.05	1.18 +- 0.03	0.15 +- 0.03	
	4	0.011 +- 0.003		1.09 +- 0.05	1.21 +- 0.03	0.12 +- 0.03	
	294		37 - 48.5	-0.1	0.25		
Hämatit (Poor) 3+	294	0.021 +- 0.005	47.1 +- 0.2	-0.1 +- 0.05	0.25 +- 0.03	0.2 +- 0.03	
	80		53 - 52	-0.1	0.35		
	80	0.02 +- 0.005	52.2 +- 0.2	-0.1 +- 0.05	0.35 +- 0.03	0.25 +- 0.03	
	4		~ 53.2	-0.1	0.36		
	4	0.021 +- 0.005	52.5 +- 0.2	-0.1 +- 0.05	0.35 +- 0.03	0.25 +- 0.03	
	294						

* rel. zu $FeRh$

Das Gesamtspektrum der 22070/04 Probe wird, wie schon bei den vorherigen Proben, hauptsächlich vom Magnetiten bestimmt, mit Ausnahme des zusätzlichen Sextetts des Hämatiten und den Kaolinit und Vermiculit Dubletts. Die jeweiligen Fitparameter wurden der Literatur entnommen. Bei Temperaturen unterhalb des Verwey - Übergangs separiert das Magnetit 2.5+ Spektrum in ein Magnetit 2+ und Magnetit 3+ Spektrum.

In Abbildung 41 - 43 sind die Temperaturverläufe der Mössbauerparameter gezeigt.

Die gestrichelten Linien deuten auf die Separation des $\text{Fe}^{2.5+}$ - Subspektrums in ein Fe^{3+} - und ein Fe^{2+} - Subspektrum unterhalb der Verwey - Temperatur hin. Die Area für den A - und den B - Platz bleibt über den gesamten Temperaturverlauf konstant (Abbildung 41). Der Fit ist trotz einiger Fremdphasen qualitativ gut, allerdings ist, wie bei allen Proben mit Magnetit als Hauptphase, die Centershift des Fe^{2+} - Spektrums bei tiefen Temperaturen viel zu groß.

Bei RT hat der Magnetit keine Quadrupolaufspaltung, erst unter der Verwey - Temperatur bildet sich eine schwache Aufspaltung im Fe^{2+} - Spektrum aus. Die Quadrupolaufspaltung des Hämatiten bleibt konstant über alle gemessenen Temperaturen. Die Hyperfeinfelder werden bei tieferen Temperaturen tendenziell größer mit Ausnahme beim Fe^{2+} - Spektrum (Abbildung 42).

Die B - seitigen Halbwertsbreiten nehmen mit sinkender Temperatur etwas zu, die A - seitige wird ein bisschen kleiner. Die Halbwertsbreite wurde mit einem großzügigen Fehler bedacht, da der Fit der restlichen Parameter oft auf Kosten der Halbwertsbreite geht. Der Korrelationskoeffizient bleibt über dem gesamten Temperaturspektrum konstant über 0.98.

22070/04

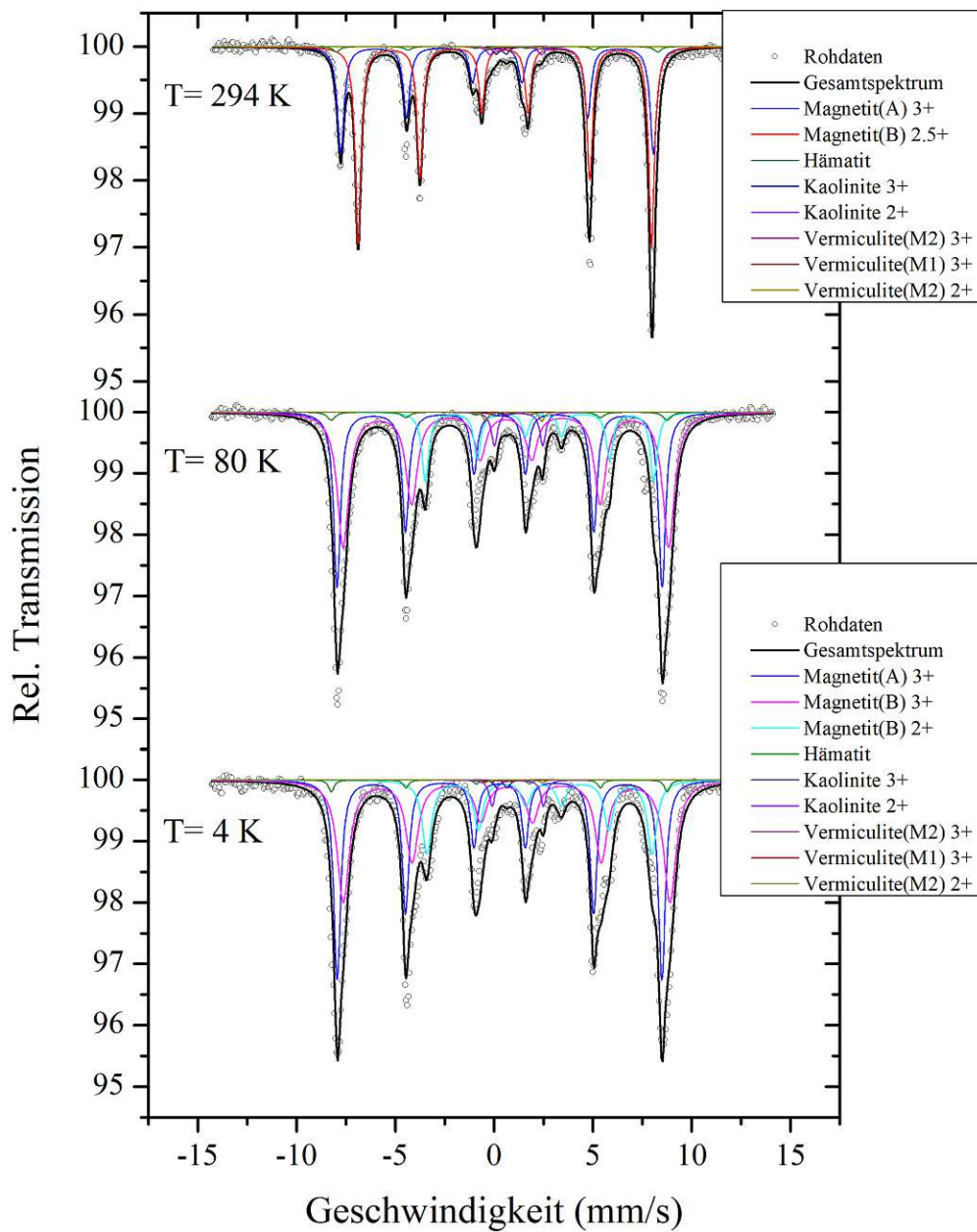


Abbildung 40: Mössbauerspektrum der 22070/04 Probe bei den Temperaturen 4 K, 80 K und 294 K.

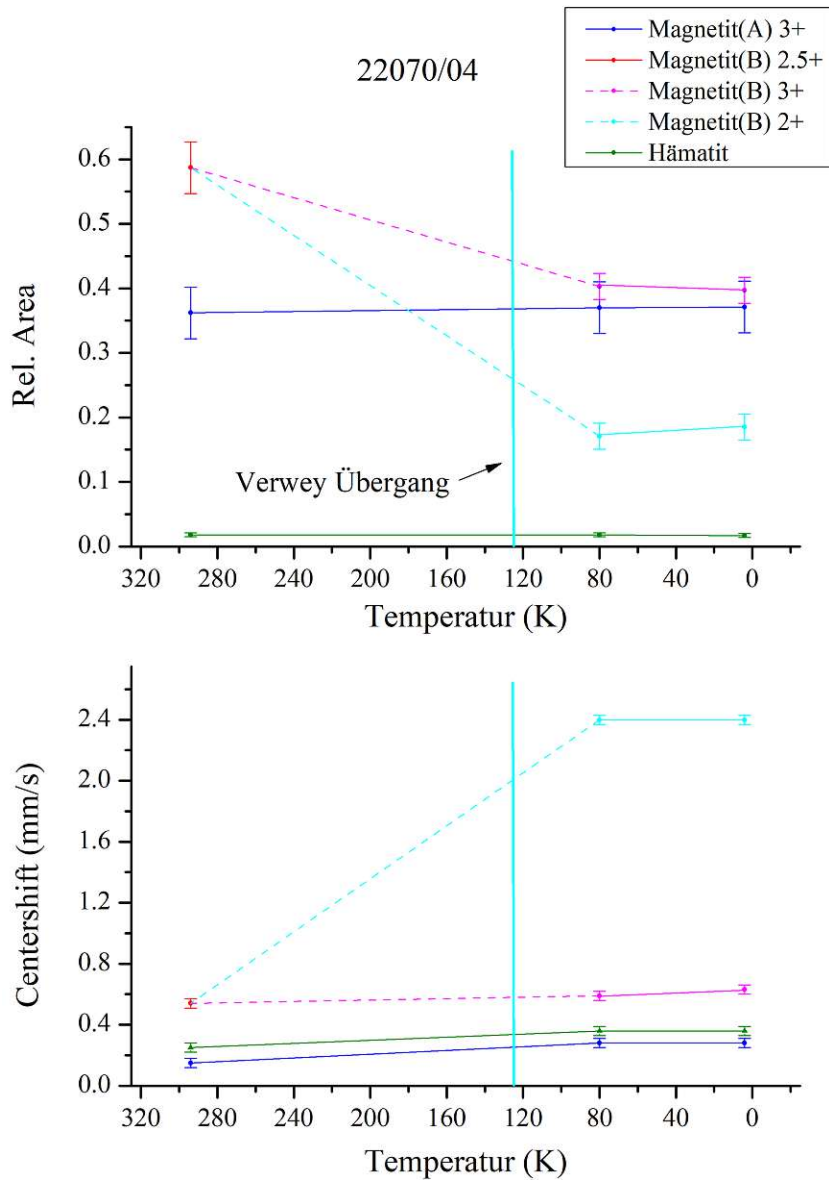


Abbildung 41: Temperaturabhängiger Verlauf der relativen Area und der Centershift (rel. $FeRh$) für die 22070/04 Probe.

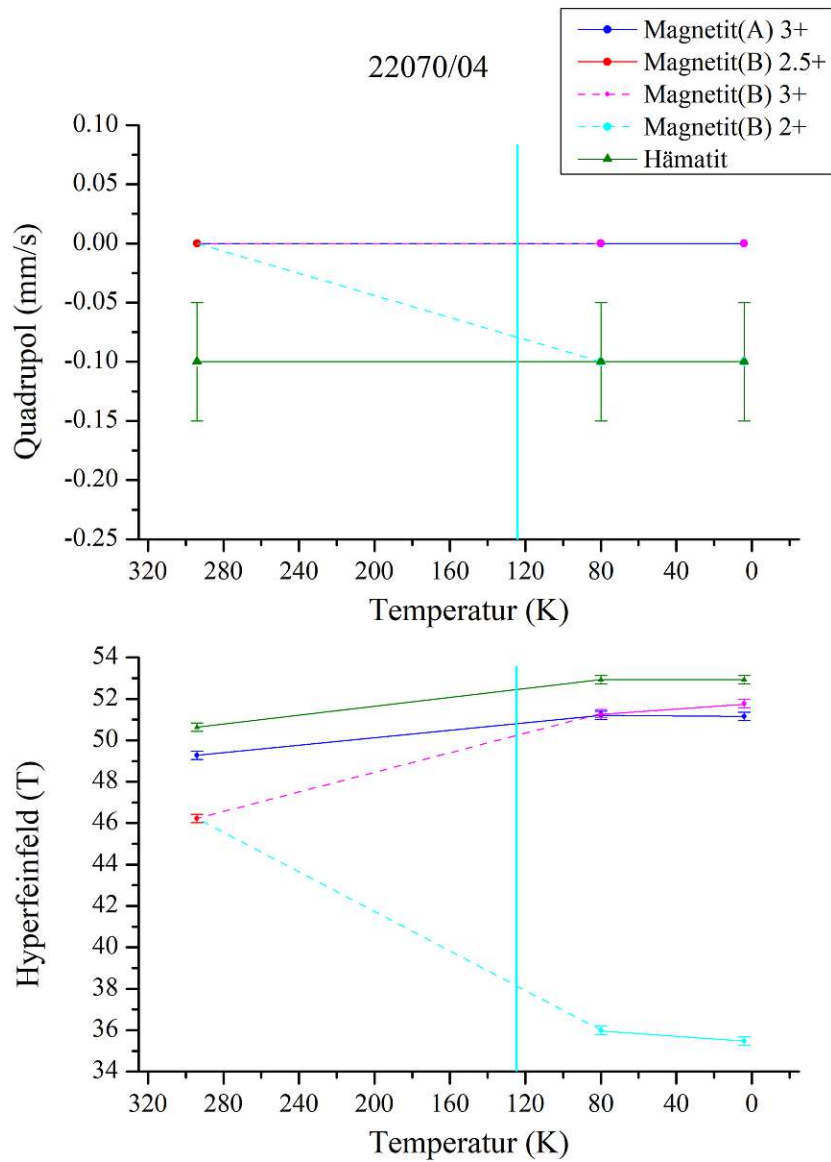


Abbildung 42: Temperaturabhängiger Verlauf der Quadrupolaufspaltung und des Hyperfeinfeldes für die 22070/04 Probe.

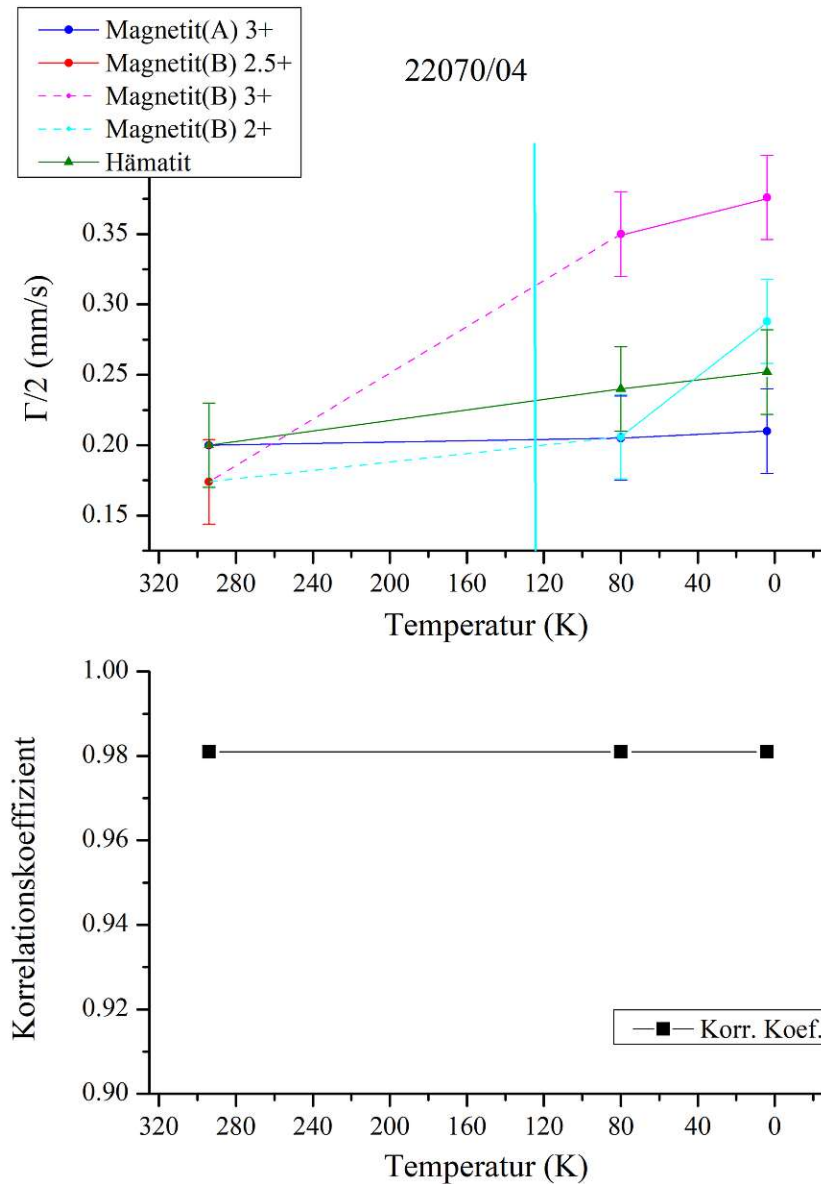


Abbildung 43: Temperaturabhängiger Verlauf der Halbwertsbreite und des Korrelationskoeffizienten für die 22070/04 Probe.

Tabelle 11: Mössbauerparameter für Probe 22070/04. Die farblich markierten Werte sind Literaturwerte, welche als Ausgangswerte für den jeweiligen Fit herangezogen wurden. [4]. Mit "*" markiert, bedeutet aus Graphiken der entsprechenden Literatur abgeschätzt.

Subspektrum	Temp K	Rel Area	Hyperfeinfeld T	Quadrupol mm/s	Centershift* mm/s	GammaHalbe mm/s	Korr. Koef.
Magnetit(A) 3+	294		49		0.16		
	294	0.36 +- 0.04	49.3 +- 0.2		0.15 +- 0.03	0.2 +- 0.03	0.983
	80	0.37 +- 0.04	51.2 +- 0.2		0.28 +- 0.03	0.2 +- 0.03	0.98
	4	0.37 +- 0.04	51.2 +- 0.2		0.28 +- 0.03	0.21 +- 0.03	0.982
Magnetit(B) 2.5+	294		45.9		0.54		
	294	0.59 +- 0.04	46.2 +- 0.2		0.54 +- 0.03	0.17 +- 0.03	
Magnetit(B) 3+	100		51 - 52*		0.49 - 0.53*		
	80	0.4 +- 0.02	51.3 +- 0.2		0.59 +- 0.03	0.33 +- 0.03	
	4	0.4 +- 0.02	51.5 +- 0.2		0.63 +- 0.03	0.38 +- 0.03	
Magnetit(B) 2+	100		35 - 36*	0.05 - 0.2*	2.3 - 2.5*		
	80	0.17 +- 0.02	36 +- 0.2	-0.1 +- 0.05	2.4 +- 0.03	0.25 +- 0.03	
	4	0.18 +- 0.02	35.5 +- 0.2	-0.1 +- 0.05	2.4 +- 0.03	0.29 +- 0.03	
Hämatit (Medium) 3+	294		50 - 51	-0.1	0.25		
	294	0.018 +- 0.003	50.6 +- 0.2	-0.1 +- 0.05	0.25 +- 0.03	0.2 +- 0.03	
	80		52.5 - 53	-0.1	0.35		
	80	0.018 +- 0.003	52.9 +- 0.2	-0.1 +- 0.05	0.36 +- 0.03	0.24 +- 0.03	
	4		53.3	-0.1	0.36		
Kaolinit 3+	294			0.26	0.36		
	294	0.01 +- 0.003		0.26 +- 0.05	0.36 +- 0.03	0.18 +- 0.03	
	80	0.002 +- 0.003		0.28 +- 0.05	0.38 +- 0.03	0.12 +- 0.03	
	4	0.005 +- 0.003		0.27 +- 0.05	0.39 +- 0.03	0.17 +- 0.03	
Kaolinit 2+	294			1.3 - 1.45	0.98 - 1.18		
	294	0.014 +- 0.005		1.3 +- 0.05	1.1 +- 0.03	0.2 +- 0.03	
	80	0.027 +- 0.005		1.22 +- 0.05	1.24 +- 0.03	0.18 +- 0.03	
Vermiculit(M2) 3+	4	0.02 +- 0.005		1.3 +- 0.05	1.2 +- 0.03	0.17 +- 0.03	
	294			0.28	0.17		
	294	0.003 +- 0.003		0.28 +- 0.05	0.17 +- 0.03	0.16 +- 0.03	
	80	0.002 +- 0.003		0.31 +- 0.05	0.17 +- 0.03	0.13 +- 0.03	
Vermiculit(M1) 3+	4	1E-3 +- 0.003		0.31 +- 0.05	0.18 +- 0.03	0.14 +- 0.03	
	294			0.55	0.25		
	294	0.003 +- 0.003		0.55 +- 0.05	0.25 +- 0.03	0.17 +- 0.03	
	80	1E-3 +- 0.003		0.65 +- 0.05	0.26 +- 0.03	0.13 +- 0.03	
Vermiculit(M2) 2+	4	1E-3 +- 0.003		0.66 +- 0.05	0.27 +- 0.03	0.14 +- 0.03	
	294			1.29	0.99		
	294	0.003 +- 0.003		1.3 +- 0.05	0.99 +- 0.03	0.17 +- 0.03	
	80	0.006 +- 0.003		1.43 +- 0.05	0.99 +- 0.03	0.14 +- 0.03	
	4	0.002 +- 0.003		1.45 +- 0.05	1 +- 0.03	0.15 +- 0.03	

* rel. zu $FeRh$

Das Gesamtspektrum der 22070/05 Probe wird fast gänzlich vom Hämatiten bestimmt, mit Ausnahme eines sehr kleinen Dubletts, welches sich im Zentrum des Spektrums befindet. Dieses Dublett wird dem, in der Röntgenanalyse gefundenen, Gibbsit zugeordnet. Die Fitparameter wurden der angegebenen Literatur entnommen.

In Abbildung 45 - 47 sind die Temperaturverläufe der Mössbauerparameter gezeigt.

Während die Area des Hämatiten einigermaßen konstant bleibt (zwischen 98.9% und 99.2%), vergrößert sich die Centershift des Hämatiten bei niedrigen Temperaturen deutlich (Abbildung 45).

Schon bei 80 K ist die Quadrupolaufspaltung auf ca. +0.2 mm/s angestiegen, was auf eine antiferromagnetische Kristallstruktur hinweist. Ein Hyperfeinfeld von über 54 Tesla bei tiefen Temperaturen deutet stark auf einen Hämatiten mit hohem Kristallinitätsgrad hin (Abbildung 46).

Die Halbwertsbreite wurde mit einem großzügigen Fehler bedacht, da der Fit der restlichen Parameter oft auf Kosten der Halbwertsbreite geht. Das Auffinden passender Mössbauerparameter gestaltete sich bei tiefen Temperaturen als schwierig, was sich auch am Verlauf des Korrelationskoeffizienten widerspiegelt (Abbildung 47).

22070/05

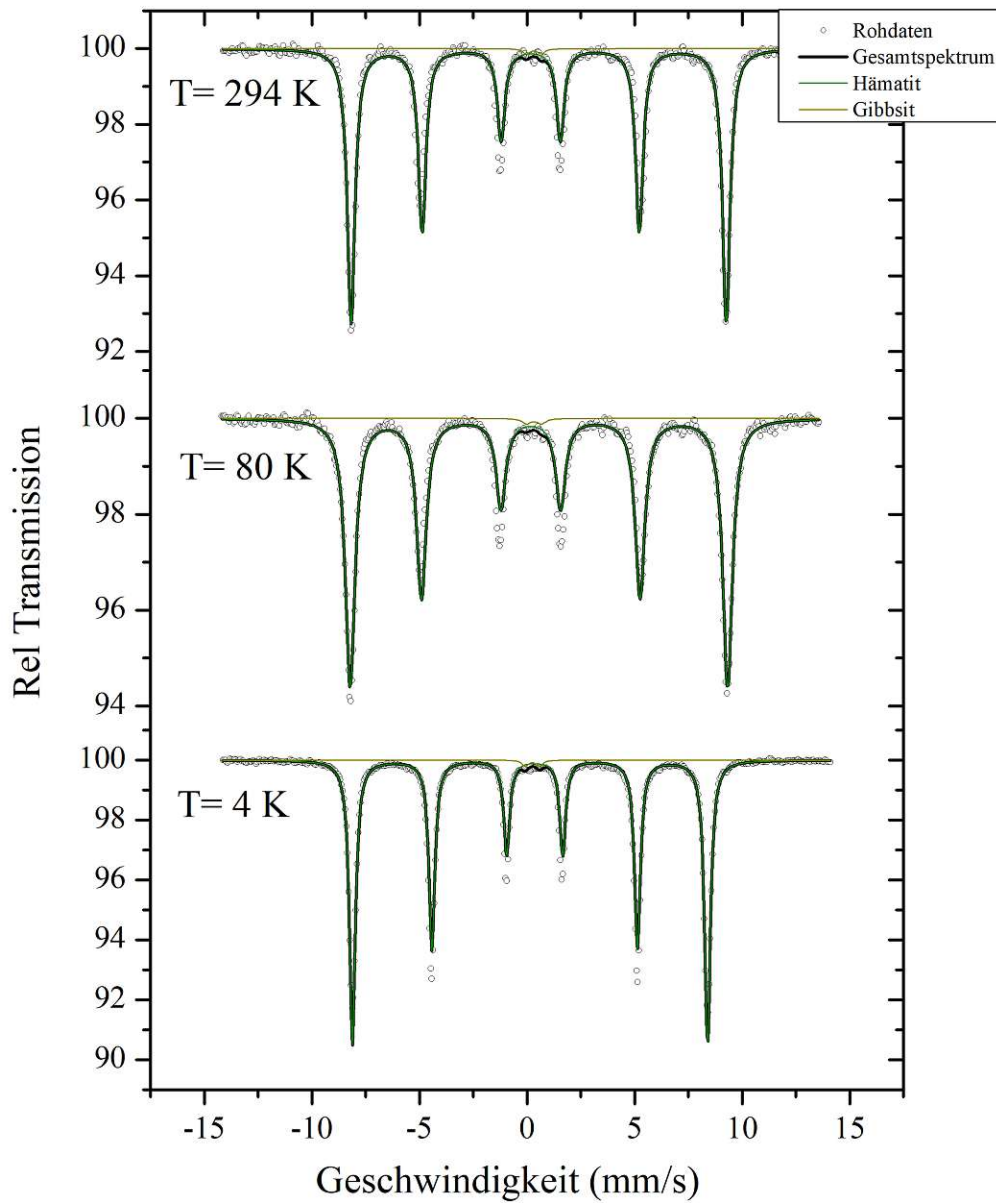


Abbildung 44: Mössbauerspektrum der 22070/05 Probe bei den Temperaturen 4 K, 80 K und 294 K.

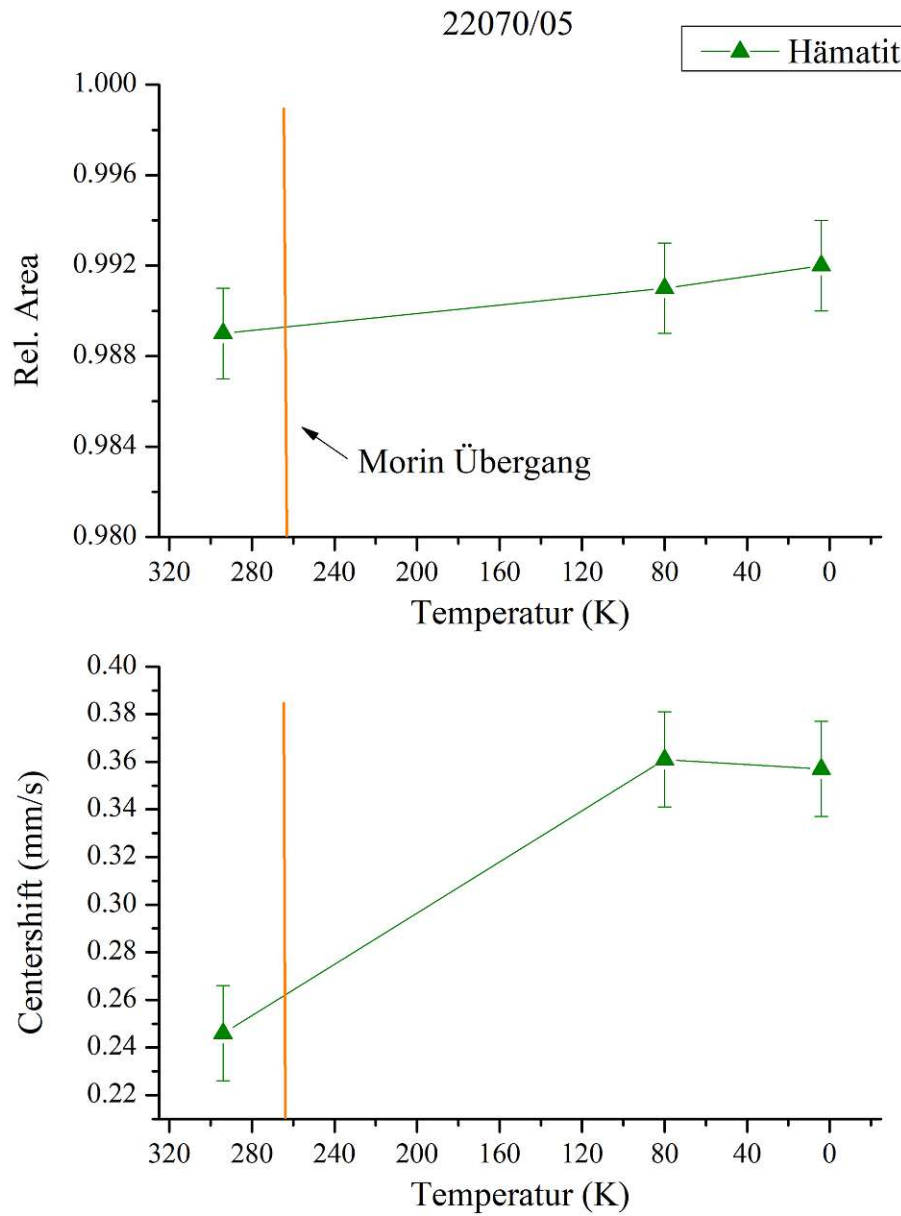


Abbildung 45: Temperaturabhängiger Verlauf der relativen Area und der Centershift (rel. $FeRh$) für die 22070/05 Probe.

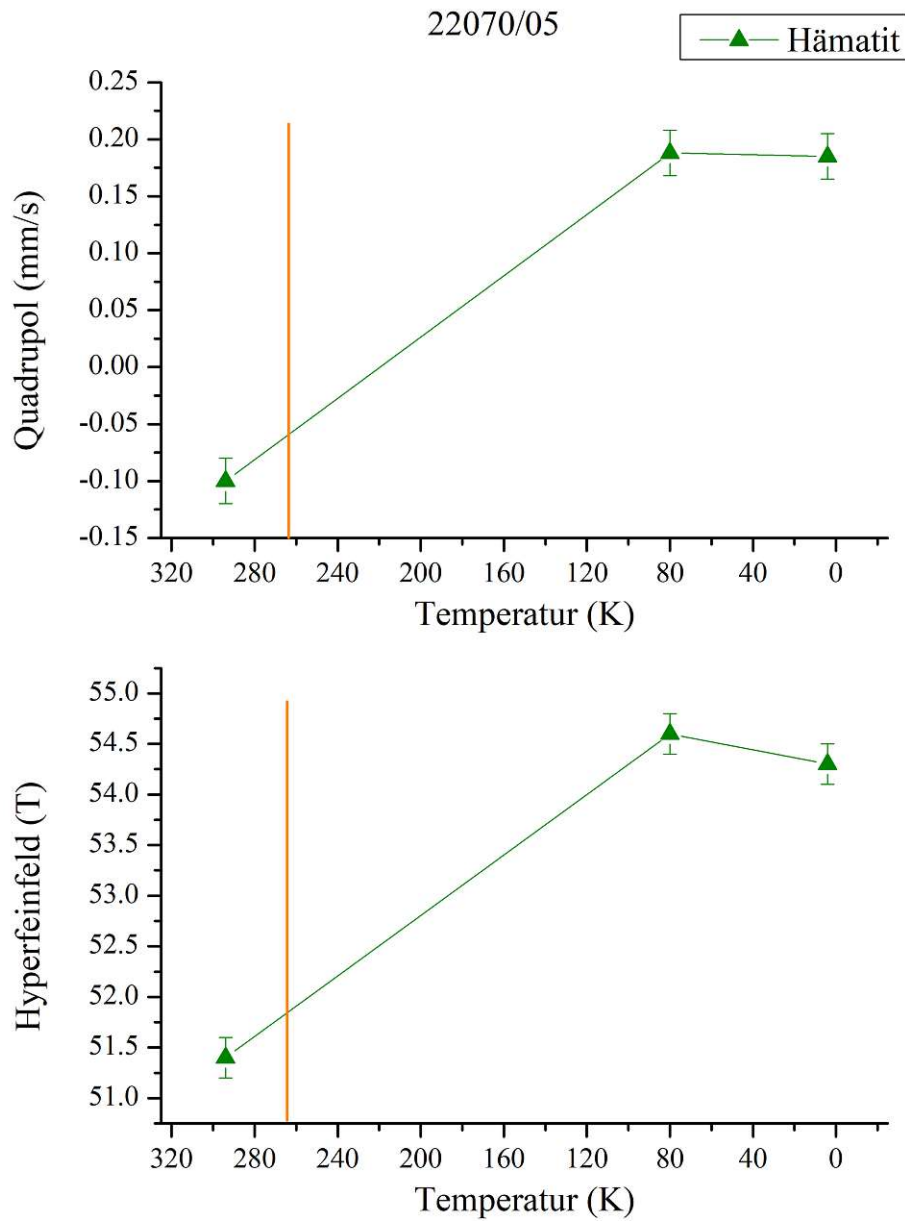


Abbildung 46: Temperaturabhängiger Verlauf der Quadrupolaufspaltung und des Hyperfeinfeldes für die 22070/05 Probe.

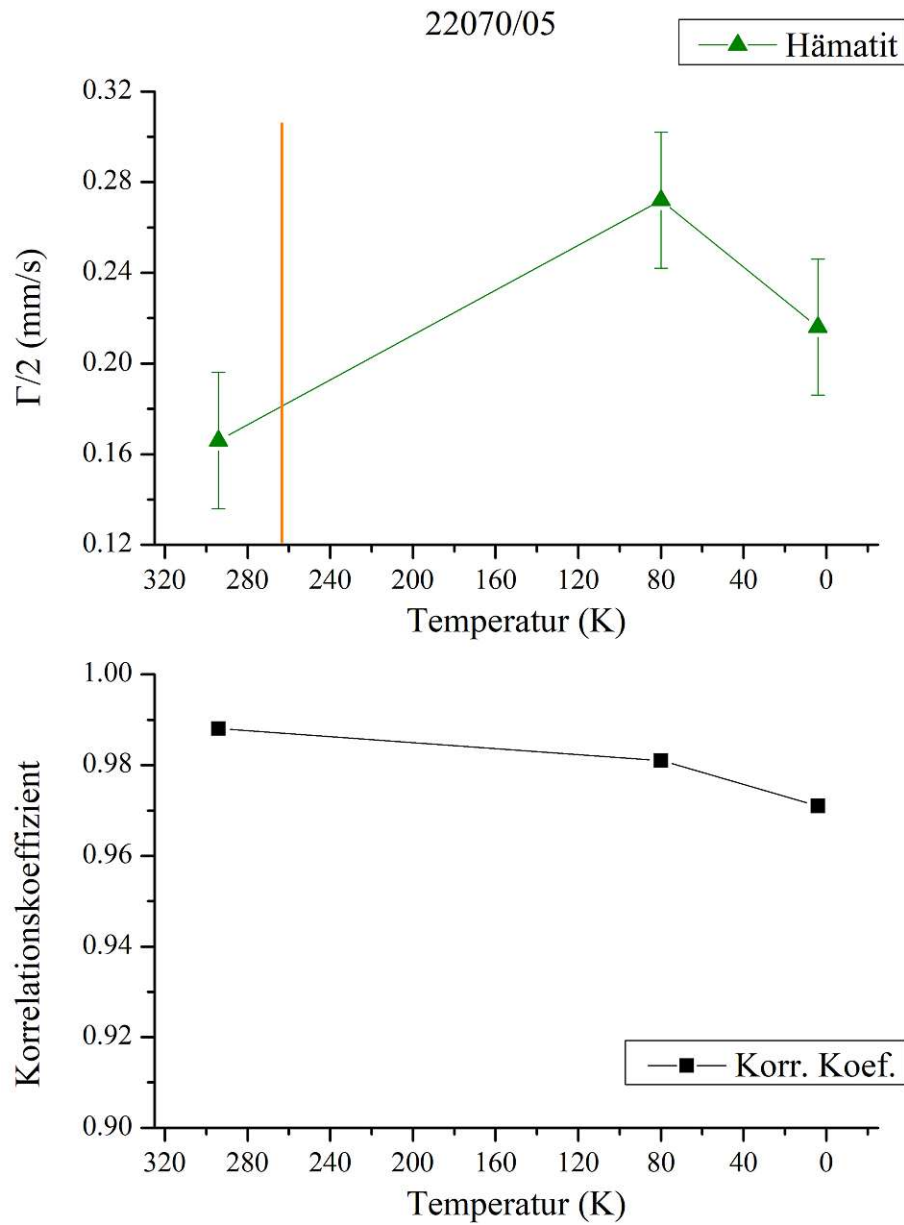


Abbildung 47: Temperaturabhängiger Verlauf der Halbwertsbreite und des Korrelationskoeffizienten für die 22070/05 Probe.

Tabelle 12: Mössbauerparameter für Probe 22070/05. Die farblich markierten Werte sind Literaturwerte, welche als Ausgangswerte für den jeweiligen Fit herangezogen wurden. [4], [7].

Subspektrum	Temp K	Rel Area	Hyperfeinfeld T	Quadrupol mm/s	Centershift* mm/s	GammaHalbe mm/s	Korr. Koef.
Hämatit (High) 3+	294		51.7	-0.1	0.24		
	294	0.989 ± 0.002	51.4 ± 0.2	-0.11 ± 0.02	0.25 ± 0.02	0.17 ± 0.03	0.99
	80		54.1	0.19	0.35		
	80	0.991 ± 0.002	54.6 ± 0.2	0.19 ± 0.02	0.36 ± 0.02	0.27 ± 0.03	0.983
	4		54.2	0.2	0.36		
Gibbsit	4	0.992 ± 0.002	54.3 ± 0.2	0.19 ± 0.02	0.36 ± 0.02	0.22 ± 0.03	0.974
	294			0.33	0.25		
	294	0.011 ± 0.002		0.33 ± 0.02	0.25 ± 0.02	0.18 ± 0.03	
	80	0.009 ± 0.002		0.35 ± 0.02	0.33 ± 0.02	0.25 ± 0.03	
	4	0.008 ± 0.002		0.35 ± 0.02	0.32 ± 0.02	0.2 ± 0.03	

* rel. zu $FeRh$

8 Analyse

8.1 Huber - 4

Für den Fit der Huber - 4 Probe werden, obwohl die Probe nur einen Eisenplatz aufweist, zwei Subspektren benötigt. Dies liegt an den zwei verschiedenen Möglichkeiten, die 3d Schale des zweiwertigen Eisenatoms aufzufüllen. Aufgrund der Elektronenkonfiguration von Eisen: $[Ar]3d^64s^2$ und seiner Wertigkeit wird die 3d Schale von 6 Elektronen besetzt:

- Low Spin:

↑↓	↑↓	↑↓	—	—
----	----	----	---	---
- High Spin:

↑↓	↑	↑	↑	↑
----	---	---	---	---

Der Low Spin - Zustand hat drei vollständig aufgefüllte Schalen und einen Gesamtspin von null, was zu einem diamagnetischen Verhalten führt. Im High Spin - Zustand hingegen gibt es vier unvollständig aufgefüllte Schalen, was zu einem Gesamtspin von 2 und somit zum Paramagnetismus führt. Diese unangesättigten Spins erzeugen einen Feldgradienten am Kernort und verursachen eine Quadrupolaufspaltung im Mössbauerspektrum.

Bei welcher Temperatur die Probe vom Low Spin - in den High Spin - Zustand schaltet, lässt sich sowohl aus Abbildung 17 als auch aus dem in Abbildung 18 gezeigten Parameterverlauf der relativen Area auf einen Bereich zwischen 200 K und 230 K eingrenzen. Dieses Ergebnis deckt sich gut mit jenem aus der magnetischen Messung erhaltenem (Abbildung 2).

8.1.1 Vergleich der Auswertungsmethoden

Aus den Abbildungen 22 - 27 geht eindeutig hervor, dass der Faltprozess Einfluss auf das Fitergebnis hat. Die Unterschiede sind bei Vergrößerung deutlich sichtbar. Auch zwischen Flanke 1 und der gespiegelten Flanke 2 finden sich leichte Diskrepanzen. Da diese Flanken nach der Eichung und eventueller Spiegelung theoretisch ident sein sollten, resultieren diese Abweichungen aus leicht unterschiedlichen Fits.

Vergleicht man die Differenzen ΔUF und ΔVF in Tabelle 7 mit den Differenzen der nicht gefalteten Flanken ΔUV , erkennt man, dass die Fehler in derselben Größenordnung liegen wie die Fehler, welche für die Parameter in den Fits der Eisenerze (Tabelle 8 - 12) erhalten wurden.

Die in der Einleitung angesprochene Vermutung, der Faltprozess könnte das Ergebnis länger dauernder Messungen signifikant beeinträchtigen, hat sich somit nicht bestätigt.

8.2 Eisenerze

Wie bereits aus der Röntgenmessung hervorgegangen ist, zeigt auch die Mössbauerspektroskopie, dass der Magnetit in den Proben 22070/01 - 04 den größten Anteil am Gesamtspektrum hat. Die restlichen Phasen in den Röntgenergebnissen können zwar in das Spektrum hineingerechnet werden, deren tatsächliche Existenz in der Probe konnte jedoch nicht zweifelsfrei bestätigt werden. Hier hat sich gezeigt, dass Mössbauerspektroskopie keine geeignete Methode für Phasenanalysen ist.

Allerdings war es nicht ausreichend, mit einem reinen Magnetitspektrum zu fitten. Im Zentrum der Spektren mussten stets ein paar Dubletts hinzugefügt werden, um einen akkuraten Fit der Messung zu erhalten. Diese Dublett - Spektren wurden den aus der Röntgenmessung bekannten sonstigen Phasen zugeordnet.

Die meisten Nebenphasen aus der Röntgenanalyse konnten in die entsprechenden Mössbauerspektren integriert werden. Es gibt allerdings auch Phasen, die im Spektrum nicht auffindbar waren.

In Probe 01 konnte kein Kalium - Magnesium - Vanadium - Oxid - Hydrat festgestellt werden, was höchstwahrscheinlich am sehr geringen Substitutionsgrad von Fe liegt. Das Mineral ist somit trotz beachtlichem Massenanteil in Mössbauerspektren unsichtbar.

Selbiges gilt für Aluminium - Phosphor - Oxid und Natrium - Aluminium - Silikat, welche noch dazu deutlich geringere Massenanteile haben.

In Probe 02a konnte kein Hämatit festgestellt werden, da dessen Hyperfeinfeld zu groß ist, um das gemessene Spektrum zu erklären.

In Probe 03 musste ein zusätzliches Spektrum hineingerechnet werden, um ein passendes Gesamtspektrum zu erhalten. Dafür eignete sich der, bereits aus Probe 02a bekannte, Anthophyllit.

Die Analyse der 22070/05 Probe gestaltet sich deutlich einfacher. Aufgrund der Mössbauerparameter lässt sich zweifelsfrei feststellen, dass es sich hierbei um fast reinen Hämatit handelt. Ausnahme bildet ein sehr schwaches Dublett, welches sich in der Spektrumsmitte befindet und laut Röntgenanalyse dem Gibbsit zugeordnet wird. Dieser konnte zwar erfolgreich ins Spektrum integriert werden, mit Sicherheit kann dessen Existenz in der Probe aber nicht bestätigt werden.

Im Folgenden soll nur der Magnetit thematisiert werden.

Im Falle einer Oxidation des Magnetiten wird die chemische Formel von Magnetit Fe_3O_4 ergänzt zu $Fe_{3-x}O_4$ und die detaillierte Strukturformel zu $(Fe^{3+})_A [Fe_{2(1-3x)}^{2.5+} Fe_{5x}^{3+} \square_x]_B O_4$, wobei \square die Leerstellen symbolisiert. Diese treten auf, um Ladungsneutralität zu gewährleisten.

Der Oxidationsgrad x des Magnetiten hat Auswirkungen auf dessen Gesamtspektrum. Die Oxidation bewirkt eine Verminderung der $Fe^{2.5+}$ - Komponente und das Auftreten eines Fe^{3+} - Sextetts am B - Platz. Da sich die Mössbauer Parameter des Fe^{3+} - Sextetts am B - Platz kaum von jenen am A - Platz unterscheiden, empfiehlt es sich, den Oxidationsgrad durch das Verhältnis der Subspektrintensitäten $R = S(Fe^{2.5+})/S(Fe^{3+})$ zu berechnen, da A - und B - Platz kaum noch trennbar sind.

Die Diskrepanz zwischen dem idealen $S(Fe^{2.5+})/S(Fe^{3+})$ Verhältnis (2:1) zum real gefundenen $S(Fe^{2.5+})/S(Fe^{3+})$ Verhältnis (1.8:1) wird durch den unterschiedlichen f - Faktor für den A - und den B - Platz der Subspektr begründet. [4]

Damit ergibt sich für den Oxidationsgrad x : [4]

$$x = \frac{1.8 - R}{5.4 + 5R} \quad (38)$$

Alternativ kann die Oxidation direkt über die Stoichiometrie $y = S(Fe^{2+})/S(Fe^{3+})$ gerechnet werden. Diese Methode funktioniert allerdings nur bei tiefen Temperaturen, wo das "electron hopping" keine Rolle mehr spielen sollte und es hier möglich sein sollte Fe^{2+} und Fe^{3+} am B - Platz zu trennen. In diesem Fall ergibt sich für den Oxidationsgrad:

$$x' = \frac{1.8 - 3.8y}{5.4 + 4.6y} \quad (39)$$

Da die Hyperfeinparameter von Fe^{3+} am B-Platz fast gleich jenen am A - Platz sind und man wegen des bei RT auftretenden "electron hoppings" am B - Platz nicht mehr zwischen Spektrum am A - und B - Platz, sondern nur zwischen Fe^{3+} und $Fe^{2.5+}$ Spektren unterscheiden kann, wird oft bei tiefen Temperaturen ebenfalls nur mit 2 Spektren gefittet: einem Fe^{3+} - Spektrum, welches aus Anteilen von A - und B - Platz besteht und einem reduzierten $Fe^{2.5+}$ - Spektrum auf dem B-Platz.

Nichtsdestotrotz wurde in dieser Arbeit versucht, die Fe^{3+} Spektren am A - und B - Platz zu trennen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 13 angegeben, wobei für die Stoichiometrie $y = S(Fe^{2+})/S(Fe^{3+})$ bei Raumtemperatur das $Fe^{2.5+}$ - Spektrum aufgespalten und mit $y_{RT} = [0.5 S(Fe^{2.5+})]/[0.5 S(Fe^{2.5+}) + S(Fe^{3+})]$

berechnet wurde.

Der Oxidationsgrad (x bzw. x') des Magnetiten liegt zwischen $0 \leq x \leq 0.33$ und ist in Tabelle 13 aufgelistet. [5]

Prozentuell liegt der Oxidationsanteil des Magnetiten in den verschiedenen Proben zwischen 1% und 5.2% und ist somit sehr niedrig. Aufgrund dieser geringen Oxidation und des großzügig geschätzten Fehlers in den Spektren ergeben sich verhältnismäßig große Fehler.

Die Fehlerrechnung ist in Appendix A durchgeführt.

Tabelle 13: Analyse des Magnetiten in den Eisenerz - Proben.

Probe 22070	T [K]	Stoichiometrie y	R	Oxidation x	Oxidation x'
/01	294	0.442 ± 0.045	1.58 ± 0.287	0.017 ± 0.023	0.016 ± 0.023
/02a	294	0.467 ± 0.043	1.75 ± 0.306	0.004 ± 0.022	0.003 ± 0.022
/03	294	0.466 ± 0.045	1.74 ± 0.304	0.004 ± 0.022	0.004 ± 0.023
/04	294	0.45 ± 0.044	1.64 ± 0.293	0.012 ± 0.023	0.012 ± 0.023
/01	80	0.224 ± 0.032			0.148 ± 0.022
/02a	80	0.22 ± 0.032			0.15 ± 0.022
/03	80	0.218 ± 0.032			0.157 ± 0.022
/04	80	0.221 ± 0.032			0.15 ± 0.022
/01	4	0.205 ± 0.031			0.161 ± 0.022
/02a	4	0.269 ± 0.033			0.117 ± 0.022
/03	4	0.234 ± 0.032			0.141 ± 0.022
/04	4	0.234 ± 0.032			0.141 ± 0.022

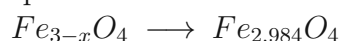
Ein Vergleich der Ergebnisse für die drei Temperaturen zeigt viel stärkere Unterschiede als zwischen den Proben. Da die Stöchiometrie und die Oxidation keine Temperaturabhängigkeit zeigen sollten, deutet das auf unrealistische Fits bei 80 K und 4 K hin.

Eine Verzehnfachung des Oxidationsgrades zwischen Raumtemperatur und 80 K ist unphysikalisch und selbst im Rahmen der großzügig gewählten Fehler nicht erklärbar. Die Fits bei 80 K und 4 K und deren Ergebnisse können somit nicht belastet werden!

Der Grund dafür liegt höchstwahrscheinlich an den komplexen Subspektren des Magnetiten unterhalb des Verwey - Übergangs. Das Hauptproblem beim Fitten verursachte das $(Fe^{2+})_B$ - Spektrum. Während sich die Flächenverhältnisse für die A - und B - Plätze wie erwartet mit der Temperatur kaum ändern, sind die Hyperfeinparameter stärker schwankend. Hier ist das Hyperfeinfeld unglaublich niedrig und die Centershift mit etwa 2.4 mm/s viel zu groß. Außerdem wäre wegen des Einbaus der Leerstellen eine Quadrupolaufspaltung zu erwarten.

Da es kaum Literatur zu Magnetitspektren von pulverförmigen Proben unterhalb des Verwey - Übergangs gibt, konnte kein besserer Fit gefunden werden.

Aus der Analyse der RT Spektren lassen sich folgende Aussagen über die Spektren treffen. Der in den Proben /02a und /03 enthaltene Magnetit liegt in sehr reiner Form vor, während der in Probe 01 und 04 enthaltene Magnetit leichte Oxidationsspuren aufweist. Diese sind allerdings sehr gering, wie man am Beispiel der modifizierten chemischen Formel für Probe 01 sehen kann:



Selbst im Rahmen des maximalen Fehlers bleibt die Oxidation unter 13 %.

Als zweites Eisenoxid, neben dem Magnetit, wurde in den drei Proben 22070/03, 22070/04 und 22070/05 Hämatit ($\alpha - Fe_2O_3$) nachgewiesen. In Tabelle 14 sind die erhaltenen Hyperfeinparameter nochmals zusammengefasst.

Um den Hämatiten in den jeweiligen Proben eine hohe, mittlere oder niedrige Kristallinität zuzuordnen, müssen die temperaturabhängigen Mössbauerparameter aus Tabelle 14 mit den Literaturwerten aus Tabelle 15 (\equiv Tabelle 3) verglichen werden.

Tabelle 14: Hyperfeinfeld, Quadrupolshift (2ϵ) und Centershift (δ) des Hämatiten für verschiedene Temperaturen aus den Proben 22070/03, 04 und 05. Um einen Vergleich mit Tabelle 15 zu erleichtern, wurden die Ergebnisse der Messungen an die Eichungen der Literaturwerte angepasst. Das bedeutet eine Verdoppelung des Quadrupolshifts und eine Verschiebung der Centershift um $+0.12$ mm/s!

Probe 22070	T (K)	Hyperfeinfeld (T)	2ϵ (mm/s)	δ^* (mm/s)
/03	RT	47.1 ± 0.2	-0.20 ± 0.1	0.37 ± 0.03
/03	80	52.2 ± 0.2	-0.20 ± 0.1	0.47 ± 0.03
/03	4	52.5 ± 0.2	-0.20 ± 0.1	0.47 ± 0.03
/04	RT	50.6 ± 0.2	-0.20 ± 0.1	0.37 ± 0.03
/04	80	52.9 ± 0.2	-0.20 ± 0.1	0.48 ± 0.03
/04	4	52.9 ± 0.2	-0.20 ± 0.1	0.48 ± 0.03
/05	RT	51.4 ± 0.2	-0.22 ± 0.1	0.37 ± 0.04
/05	80	54.6 ± 0.2	0.38 ± 0.2	0.48 ± 0.04
/05	4	54.3 ± 0.2	0.38 ± 0.2	0.48 ± 0.04

* rel. zu α - Fe

Tabelle 15: Literaturwerte für das Hyperfeinfeld, die Quadrupolshift (2ϵ) und der Centershift (δ) des Hämatiten bei unterschiedlicher Kristallinität und verschiedenen Temperaturen. Bei ca. 265 K schaltet der Hämatit von einem Tieftemperatur antiferromagnetischen Zustand (AF) zu einem Hochtemperatur schwach ferromagnetischen Zustand (WF). [4]

Kristallinität	T (K)	Spektrum	Hyperfeinfeld (T)	2ϵ (mm/s)	δ^* (mm/s)
Hoch	RT	S(WF)	51.7	-0.19	0.36
	80	S(AF)	54.1	0.38	0.47
	4	S(AF)	54.2	0.39	0.48
Mittel	RT	S(WF)	50.0 - 51.0	-0.2	0.37
	80	S(WF)	52.5 - 53.0	-0.19	0.47
	80	S(AF)	53.5 - 54.0	> 0.1	0.47
	4	S(AF)	54.2	0.38	0.48
	4	S(WF)	53.3	-0.2	0.48
Niedrig	RT	S(WF)	37.0 - 48.5	-0.2	0.37
	80	S(WF)	52.0 - 53.0	-0.2	0.47
	4	S(WF)	53.2	-0.2	0.48

* rel. zu α - Fe

Beim Vergleich der Tabellen stellt sich heraus, dass sich der Hämatit in den Proben /03, /04 und /05, abgesehen von seiner Dominanz in Probe /05, auch in seiner Kristallinität unterscheidet.

Für den Vergleich ist zu beachten, dass der Hämatit in Probe /03 und /04 nur eine Nebenphase in einem komplexen Spektrum einnimmt. Die Ergebnisse können somit durchaus etwas von den Literaturwerten abweichen.

Der Hämatit in Probe /03 muss aufgrund seines kleinen Hyperfeinfeldes bei Raumtemperatur einen niedrigen Kristallinitätsgrad haben. Die Quadrupolaufspaltung ist zwar um 0.1 mm/s verschoben, sie bleibt aber in beiden Tabellen über das gesamte Temperaturspektrum konstant. Die Centershifts passen exakt zusammen.

Probe /04 einzuordnen erweist sich als etwas schwieriger. Die Quadrupolshift hat über die Temperaturen einen konstanten negativen Wert, was entweder auf einen niedrigen oder auf einen mittleren Kristallinitätsgrad im schwach ferromagnetischen Zustand S(WF) hindeutet. Das Hyperfeinfeld bei Raumtemperatur ist jedoch zu hoch für eine niedrige Kristallinität. Der Hämatit in Probe /04 muss somit einen mittleren Kristallinitätsgrad im schwach ferromagnetischen Zustand haben.

Der hohe Kristallinitätsgrad in Probe /05 ist schon beim ersten Blick auf die Quadrupolwerte erkennbar. Aufgrund der hohen Kristallinität schaltet der Hämatit bei unter 265 K vom schwach ferromagnetischen Zustand in den anti-ferromagnetischen Zustand und ändert dabei seine Quadrupolshift signifikant. Theoretisch könnte es sich auch um einen mittleren Kristallinitätsgrad handeln, die Werte des Hyperfeinfeldes deuten allerdings auch stark auf eine hohe Kristallinität hin.

9 Zusammenfassung

Die Vermutung, der Faltprozess könnte das Ergebnis bei langen Messzeiten signifikant beeinträchtigen, hat sich nicht bestätigt. Die erhaltenen Diskrepanzen zwischen den Fits der gefalteten und den nicht gefalteten Spektren liegen für die untersuchten Eisenerze innerhalb des abgeschätzten Fehlerintervalls vor. Proben mit schlechter Statistik können also ebenfalls mit der herkömmlichen Methode der Spektrenfaltung ausgewertet werden.

Die gewählte Analyse der Eisenerzproben bei tiefen Temperaturen erwies sich als nicht sinnvoll. Aufgrund der komplexen Subspektren des Magnetiten unterhalb des Verwey - Übergangs und der vielen nicht wirklich festlegbaren sonstigen Fe - haltigen Phasen, lässt sich keine glaubwürdige Aussage bezüglich des Oxidationsgrades treffen. Die folgenden Analysen stützen sich ausschließlich auf die Raumtemperaturmessungen.

Der in den Proben 02a und 03 enthaltene Magnetit liegt in sehr reiner Form vor, während der in Probe 01 und 04 enthaltene Magnetit leichte Oxidationsspuren aufweist. Diese sind allerdings sehr klein.

Der Hämatit in den Proben 03, 04 und 05 unterscheidet sich, abgesehen von seiner Dominanz in Probe 05, auch in seiner Kristallinität. Aufgrund der Mössbauer - Parameter ist anzunehmen, dass der Hämatit in Probe 03 einen schwachen, in Probe 04 einen mittelmäßigen und in Probe 05 einen hohen Kristallinitätsgrad aufweist.

Abbildungsverzeichnis

1	Huber - 4 Strukturformel	7
2	Huber - 4 VSM Messung	8
3	Entstehung eines Mössbauerspektrums	14
4	Quadrupolaufspaltung von Fe^{57}	17
5	Magnetische Aufspaltung von Fe^{57}	19
6	Kernzerfallsschema von Co^{57} zu Fe^{57}	24
7	Foto des verwendeten Mössbauerspektrometers	25
8	Bewegungsmuster des Antriebs	26
9	Proportionalzählrohr und Vorverstärker	27
10	Antrieb für die Mössbauerquelle	27
11	ITC4 - Temperaturregler	28
12	Vertikaler Schnitt des Kryostaten CF506 (Oxford Instr.)	28
13	Im Kryostat verbauter Probenhalter	29
14	Beginn eines Messdatenfiles.	34
15	Navigation durch das FileEditor_Spi - Programm	35
16	Mit FileEditor_Spi bearbeitetes .dat File	36
17	Mössbauerspektren der Huber - 4 Probe bei Temperaturen von 4.3 K bis Raumtemperatur	40
18	Temperaturverläufe der Mössbauerparameter für die Huber - 4 Probe	41
19	Vergleich Flanke 1 / Flanke 2	43
20	Vergleich Flanke 1 / Flanke 2 herangezoomt	43
21	Vergleich Flanke 1 / Flanke 2 herangezoomt	43
22	Vergleich Flanke 1 / gefaltete Flanken	44
23	Vergleich Flanke 1 / gefaltete Flanken herangezoomt	44
24	Vergleich Flanke 1 / gefaltete Flanken herangezoomt	44
25	Vergleich Flanke 2 / gefaltete Flanken	45
26	Vergleich Flanke 2 / gefaltete Flanken herangezoomt	45
27	Vergleich Flanke 2 / gefaltete Flanken herangezoomt	45
28	Mössbauerspektren der 22070/01 Probe	48
29	Temperaturabhängiger Verlauf der relativen Area und der Cen- tershift für die 22070/01 Probe	49
30	Temperaturabhängiger Verlauf der Quadrupolaufspaltung und des Hyperfeinfeldes für die 22070/01 Probe	50
31	Temperaturabhängiger Verlauf der Halbwertsbreite und des Kor- relationkoeffizienten für die 22070/01 Probe	51
32	Mössbauerspektren der 22070/02a Probe	54

33	Temperaturabhängiger Verlauf der relativen Area und der Centershift für die 22070/02a Probe	55
34	Temperaturabhängiger Verlauf der Quadrupolaufspaltung und des Hyperfeinfeldes für die 22070/02a Probe	56
35	Temperaturabhängiger Verlauf der Halbwertsbreite und des Korrelationskoeffizienten für die 22070/02a Probe	57
36	Mössbauerspektren der 22070/03 Probe	60
37	Temperaturabhängiger Verlauf der relativen Area und der Centershift für die 22070/03 Probe	61
38	Temperaturabhängiger Verlauf der Quadrupolaufspaltung und des Hyperfeinfeldes für die 22070/03 Probe	62
39	Temperaturabhängiger Verlauf der Halbwertsbreite und des Korrelationskoeffizienten für die 22070/03 Probe	63
40	Mössbauerspektren der 22070/04 Probe	66
41	Temperaturabhängiger Verlauf der relativen Area und der Centershift für die 22070/04 Probe	67
42	Temperaturabhängiger Verlauf der Quadrupolaufspaltung und des Hyperfeinfeldes für die 22070/04 Probe	68
43	Temperaturabhängiger Verlauf der Halbwertsbreite und des Korrelationskoeffizienten für die 22070/04 Probe	69
44	Mössbauerspektren der 22070/05 Probe	72
45	Temperaturabhängiger Verlauf der relativen Area und der Centershift für die 22070/05 Probe	73
46	Temperaturabhängiger Verlauf der Quadrupolaufspaltung und des Hyperfeinfeldes für die 22070/05 Probe	74
47	Temperaturabhängiger Verlauf der Halbwertsbreite und des Korrelationskoeffizienten für die 22070/05 Probe	75

Literatur

- [1] Anton Pichler. „Entwicklung einer Methodik zur Bewertung der morphologischen Veränderung von Feineisenerzen während der Reduktion im Wirbelschichtprozess“. Masterarbeit. MU Leoben, 2012.
- [2] Martin Huber. persönliche Mitteilung. 22. Sep. 2023.
- [3] Diplomingenieurin Jezernik Sandra. persönliche Mitteilung. 22. Sep. 2023.
- [4] Robert E. Vandenberghe und Eddy De Grave. „Application of Mössbauer Spectroscopy in Earth Sciences“. In: Mössbauer Spectroscopy: Tutorial Book. Hrsg. von Yutaka Yoshida und Guido Langouche. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2013, S. 91–185. ISBN: 978-3-642-32220-4. DOI: 10.1007/978-3-642-32220-4_3.
- [5] R. E. Vandenberghe, C. A. Barrero, G. M. da Costa, E. Van San und E. De Grave. „Mossbauer characterization of iron oxides and (oxy)hydroxides: the present state of the art“. In: Hyperfine Interactions 126 (2000), S. 247–259. DOI: 10.1023/A:1012603603203.
- [6] A.R. Biedermann, C. Bender Koch, T. Pettke und A.M. Hirt. „Magnetic anisotropy in natural amphibole crystals“. In: American Mineralogist 100 (2015), S. 1940–1951. DOI: 10.1038/144327b0.
- [7] M. Ristic, S. Krehula und S. Music. „Microstructural Properties of Natural Allophane/Gibbsite from a White Bauxite Deposit in Montenegro“. In: Croatica Chemica acta 91 (2018), S. 65–70. DOI: 10.5562/cca3276.
- [8] Philipp Gütlich. „Physikalische Methoden in der Chemie: Mößbauer-Spektroskopie 1“. In: Wiley online library (1970). URL: <https://doi.org/10.1002/ciuz.19700040502>.
- [9] „Introduction to Mössbauer Spectroscopy“. In: Royal Society of Chemistry (2014). URL: <https://www.rsc.org/membership-and-community/connect-with-others/through-interests/interest-groups/mossbauer/>.
- [10] Leopold May. „An Introduction in Mössbauer Spectroscopy“. In: Plenum Press, New York, 1971.
- [11] Manuel Mörth. „Temperaturabhängige Mössbauer Spektroskopie“. Bachelorarbeit. TU Wien, 2017.
- [12] M. Dyar, D. Agresti, M. Schaefer, C. Grant und E. Sklute. „Mossbauer Spectroscopy of Earth and Planetary Materials“. In: Annual Reviews (2006), S. 83–125.
- [13] P. Gütlich, R. Link und A. Trautwein. „Mössbauer Spectroscopy and Transition Metal Chemistry“. In: Springer Verlag, 1978.

- [14] S. Mørup und E. Both. „Interpretation of Mössbauer spectra with broadened lines“. In: Nucl. Instrum. Methods (1975), S. 445–448.
- [15] R.S. Hargrove und W. Kündig. „Mössbauer measurements of magnetite below the Verwey transition“. In: Solid State Communications 8.5 (1970), S. 303–308. DOI: [https://doi.org/10.1016/0038-1098\(70\)90455-2](https://doi.org/10.1016/0038-1098(70)90455-2).
- [16] R. Rezníček, V. Chan, H. Stepankova, P. Novak, J. Zukrowski, A.Kozłowski, Z.Kakol, Z. Tarnawski und J. M. Honig. „Understanding the Mössbauer spectrum of magnetite below the Verwey transition: Ab initio calculations, simulation, and experiment“. In: PHYSICAL REVIEW B 96 (2017). DOI: 10.1103/PhysRevB.96.195124.

A Fehlerfortpflanzung

Zur Fehlerberechnung der Stoichiometrie y ($\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ - Verhältnis) des Magnetiten wird das Modell der voneinander abhängigen fehlerbehafteten Messgrößen laut DIN 1319-3 verwendet. Zu erwähnen sei hier, dass das $\text{Fe}_B^{2,5+}$ - Spektrum sowie dessen Fehler zu gleichen Teilen in ein Fe_B^{2+} - und Fe_B^{3+} - Spektrum aufgeteilt wird und $\text{Fe}_B^{2,5+}$ mit Fe_A^{3+} ein (konstantes) Gesamtspektrum bildet. Daher kommt es zu folgenden Korrelationen ρ_{ik} :

Tabelle 16: Korrelationstabelle

	Fe_A^{3+}	Fe_B^{3+}	Fe_B^{2+}
Fe_A^{3+}	/	-1	-1
Fe_B^{3+}	-1	/	1
Fe_B^{2+}	-1	1	/

Diese werden in Gleichung 40 durch die Kovarianz u berücksichtigt.

$$\Delta y = \sqrt{\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial y}{\partial x_i} \cdot \Delta y_i \right)^2 + 2 \sum_{i=1}^{m-1} \sum_{k=i+1}^m \frac{\partial y}{\partial x_i} \frac{\partial y}{\partial x_k} \cdot u(x_i, x_k)} \quad (40)$$

Zwecks Übersicht werden im Folgenden simple Variablen verwendet und die Rechnung aufgeteilt:

$$y = \frac{S_{(B)}^{2+}}{S_{(A)}^{3+} + S_{(B)}^{3+}} \equiv \frac{a}{b+c} \quad (41)$$

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial y}{\partial x_i} \cdot \Delta y_i \right)^2 &= \left(\frac{\Delta a}{b+c} \right)^2 + \left(-\frac{a\Delta b}{(b+c)^2} \right)^2 + \left(-\frac{a\Delta c}{(b+c)^2} \right)^2 \\ &= \left(\frac{\Delta a}{b+c} \right)^2 + \left(\frac{a}{(b+c)^2} \right)^2 (\Delta b^2 + \Delta c^2) \end{aligned}$$

Mit $\Delta a = \Delta c = \frac{\Delta b}{2}$ folgt:

$$\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial y}{\partial x_i} \cdot \Delta y_i \right)^2 = \left(\frac{\Delta b}{2(b+c)} \right)^2 \left[1 + 5 \left(\frac{a}{b+c} \right)^2 \right] \quad (42)$$

$$u(x_i, x_k) = \rho_{ik} \Delta x_i \Delta x_k \quad (43)$$

$$2 \sum_{i=1}^{m-1} \sum_{k=i+1}^m \frac{\partial y}{\partial x_i} \frac{\partial y}{\partial x_k} \cdot u(x_i, x_k) = \quad (44)$$

$$\begin{aligned} &= 2 \cdot \left(\frac{\partial y}{\partial a} \frac{\partial y}{\partial b} u(a, b) + \frac{\partial y}{\partial a} \frac{\partial y}{\partial c} u(a, c) + \frac{\partial y}{\partial b} \frac{\partial y}{\partial c} u(b, c) \right) \\ &= 2 \cdot \left(\frac{a}{(b+c)^3} \Delta a \Delta b - \frac{a}{(b+c)^3} \Delta a \Delta c - \frac{a^2}{(b+c)^4} \Delta b \Delta c \right) \\ &= 2 \cdot \left[\frac{a}{(b+c)^3} \left(\Delta a \Delta b - \Delta a \Delta c - \frac{a}{b+c} \Delta b \Delta c \right) \right] \end{aligned}$$

Mit $\Delta a = \Delta c = \frac{\Delta b}{2}$ folgt:

$$2 \sum_{i=1}^{m-1} \sum_{k=i+1}^m \frac{\partial y}{\partial x_i} \frac{\partial y}{\partial x_k} \cdot u(x_i, x_k) = \frac{a \Delta b^2}{(b+c)^3} \left(\frac{1}{2} - \frac{a}{b+c} \right) \quad (45)$$

In Summe ergibt sich daher:

$$\Delta y = \sqrt{\left(\frac{\Delta b}{2(b+c)} \right)^2 \left[1 + 5 \left(\frac{a}{b+c} \right)^2 \right] + \frac{a \Delta b^2}{(b+c)^3} \left(\frac{1}{2} - \frac{a}{b+c} \right)} \quad (46)$$

$$= \frac{\Delta b}{2(b+c)} \sqrt{1 + 5 \left(\frac{a}{b+c} \right)^2 + 4 \left(\frac{a}{b+c} \right) \left(\frac{1}{2} - \frac{a}{b+c} \right)} \quad (47)$$

Woraus folgt:

$$\Delta y = \frac{\Delta S_{(A)}^{3+}}{2 \cdot (S_{(A)}^{3+} + S_{(B)}^{3+})} \sqrt{1 + 2y + y^2} \quad (48)$$

Zur Fehlerberechnung von $R = (\text{Fe}^{2.5+}/\text{Fe}^{3+}$ - Verhältnis) des Magnetiten wird ebenfalls das Modell der voneinander abhängigen fehlerbehafteten Messgrößen verwendet. Zu erwähnen sei hier, dass $\text{Fe}_B^{2.5+}$ mit Fe_A^{3+} ein (konstantes) Gesamtspektrum bildet. Daher kommt es zu folgenden Korrelationen: $\rho_{ik} = -1$

Zwecks Übersicht werden erneut simple Variablen verwendet und die Rechnung aufgeteilt:

$$R = \frac{S_{(B)}^{2.5+}}{S_{(A)}^{3+}} \equiv \frac{a}{b} \quad (49)$$

Eingesetzt in Gleichung 40 liefert:

$$\Delta R = \sqrt{\left(\frac{\Delta a}{b}\right)^2 + \left(-\frac{a\Delta b}{b^2}\right)^2 + 2 \cdot \frac{\Delta a}{b} \left(\frac{-a\Delta b}{b^2}\right)(-1)} \quad (50)$$

und mit $\Delta a = \Delta b$ folgt:

$$\Delta R = \frac{\Delta S_{(A)}^{3+}}{S_{(A)}^{3+}} \sqrt{1 + 2R + R^2} \quad (51)$$

Die Fehlerfortpflanzung der Oxidationsberechnung erweist sich dagegen als trivial:

$$\Delta x(R) = \left| \frac{\partial R}{\partial x} \right| \Delta R = \left| -\frac{360}{(25R + 27)^2} \right| \Delta R = \frac{360 \Delta R}{(25R + 27)^2} \quad (52)$$

$$\Delta x(y) = \left| \frac{\partial y}{\partial x} \right| \Delta y = \left| -\frac{720}{(23y + 27)^2} \right| \Delta y = \frac{720 \Delta y}{(23y + 27)^2} \quad (53)$$

B FileEditor Code (Main Program)

```
namespace Parser
{
    internal class Program
    {
        static void Main(string[] args)
        {
            Console.WriteLine("Hello!\n" +
                "This Program was written to edit '.dat' files.\n" +
                "First you have to make sure, that the .dat file is in the same folder as the program.\n" +
                "Then you can enter the file name (for example: <MW123.dat> or <MW123a.dat>)\n\n" +
                "Enter file name: -");
            var path = Console.ReadLine();
            int pathLength = path.Length;

            Console.WriteLine("\n\n" +
                "Now you can add some counts in case of an overflow.\n" +
                "This usually happens when the counts of a channel surpass 10 million.\n" +
                "If there was no overflow just press return <0>.\n\n" +
                "Channels added by (default <0>):-");

            var summandString = Console.ReadLine();

            if (summandString == "")
            {
                summandString = "0";
            }

            var summand = int.Parse(summandString);

            Console.WriteLine("\n\n" +
                "If you want to convolute your data afterwards you have to make sure,\n" +
                "that the channel values are not bigger than 5 million.\n" +
                "For this purpose you can now divide your counts by an integer number.\n" +
                "Mind an previously added overflow!\n\n" +
                "Channels divided by (default <1>):-");

            var divisorString = Console.ReadLine();

            if (divisorString == "")
            {
                divisorString = "1";
            }

            var divisor = int.Parse(divisorString);

            Console.WriteLine("\n\n" +
                "Last you can choose if the output file format shall be the normal .dat file\n" +
                "or the convolute (falt) file.\n" +
                "Mind that the channels in files with an 'a' in their name are mirrored in falt format!\n\n" +
                "Do you want your output file in <dat> format or in <falt> format? -");

            string format = Console.ReadLine();

            var parser = new DatParser();
            var serializer = new DatSerializer();

            string text = File.ReadAllText(path);
            var dat = parser.GetDat(text);

            // Jede Zahl von jedem Channel verkleinern und in ein neues Channel Objekt speichern.
            var newChannels = new Channel[dat.Channels.Length];

            for (int i = 0; i < dat.Channels.Length; i++)
            {
                var modifiedNumbers = dat.Channels[i].Numbers.Select(n => (n + summand) / divisor).ToArray();
                newChannels[i] = new Channel(dat.Channels[i].ChannelIndex, modifiedNumbers);
            }

            dat.Channels = newChannels;

            // Neue Dat Datei bauen.
            string datString = "";

            if (format == "dat")
            {
                Console.WriteLine("\n\n" +
                    "A '.dat' file was made!");
                datString = serializer.ConvertToDatFile(dat);
            }
            else if (format == "falt" && pathLength == 9)
            {
            }
        }
    }
}
```

```

        datString = serializer.ConvertToFaltFile(dat);
        Console.WriteLine("\n\n" +
            "A-'falt'-file-was-made!");
    }
    else if (format == "falt" && pathLength == 10)
    {

        datString = serializer.ConvertToMirrorFaltFile(dat);
        Console.WriteLine("\n\n" +
            "A-mirrored-'falt'-file-was-made!");
    }
    else
    {
        Console.WriteLine("Error:-no-valid-format!");
    }

    datString += "\n";

    //In ein neues File schreiben.

    char buchstabe = ' ';
    if (format == "dat" && pathLength == 9)
    {
        buchstabe = 'x';
    }

    else if (format == "dat" && pathLength == 10)
    {
        buchstabe = 'y';
    }

    else if (format == "falt" && pathLength == 9)
    {
        buchstabe = 'U';
    }

    else if (format == "falt" && pathLength == 10)
    {
        buchstabe = 'V';
    }

    else
    {
        Console.WriteLine("Error:-no-valid-format!");
    }

    Console.WriteLine("\n\n\n" +
        "Which-ending-letter-of-the-name-do-you-want?-(default-<" + buchstabe + ">");
    var buchstabe2 = Console.ReadLine();

    if (buchstabe2 != "")
    {
        buchstabe = buchstabe2.ToCharArray()[0];
    }

    else
    {
    }

    using (StreamWriter outputFile = new StreamWriter(new string(path.Take(5).ToArray()) +
        buchstabe + ".dat"))
    {
        outputFile.Write(datString);
    }

}
}
}

```

B.1 FileEditor Code (Parser)

```
namespace Parser
{
    public class DatParser
    {
        public Dat GetDat(string datText)
        {
            var lines = SplitText(datText);
            var header = lines[0];
            var linesWithoutHeader = lines.Skip(1).ToArray();

            var channels = GetChannels(linesWithoutHeader);

            return new Dat(header, channels);
        }

        private Channel[] GetChannels(string[] lines)
        {
            var channels = lines.Select(p => p.Substring(0, 4)).ToArray();
            // Fuer jede Zeile die ersten 4 Buchstaben (Channels) abspeichern.
            var numbers = lines.Select(line => GetNumbersFromLine(line)).ToArray();
            // Fuer jede Zeile die numbers parsen.
            return Enumerable.Range(0, channels.Count()).Select(p => new Channel(channels[p], numbers[p])).ToArray();
            // Channel Objekte erstellen und zurueckgeben (Channelname, Zahlen).
        }

        private int[] GetNumbersFromLine(string line) //bekommt eine ganze Zeile als string
        {
            var lineWithoutChannel = line.Substring(4);
            // Die ersten 4 Buchstaben (Channel) ueberspringen.
            var numbersString = SplitStringByNumber(lineWithoutChannel, 7);
            // Die Zeile in Bloecke von Groesse 7 spalten. (Zahlen).
            int[] zeile = ParseNumbers(numbersString);
            // Das String Array in ein Int Array parsen
            return zeile;
        }

        /// <summary>
        /// Spaltet den Text anhand der Zeilenumbrueche.
        /// </summary>
        /// <param name="text">Text of the file.</param>
        /// <returns></returns>
        private string[] SplitText(string text)
            => text.Split("\r\n").SkipLast(1).ToArray();

        /// <summary>
        /// Parsed ein string array in ein int Array.
        /// </summary>
        /// <param name="numberStrings"></param>
        /// <returns></returns>
        private int[] ParseNumbers(string[] numberStrings)
            => numberStrings.Select(s => int.Parse(s)).ToArray();

        /// <summary>
        /// Spaltet ein String in gleich lange Bloecke.
        /// </summary>
        /// <param name="text">The text of the file.</param>
        /// <param name="stringSize">The size of the blocks.</param>
        /// <returns></returns>
        /// <exception cref="ArgumentException"></exception>
        private string[] SplitStringByNumber(string text, int stringSize)
        {
            if (text.Length % stringSize != 0)
            {
                Console.WriteLine("\nERROR! - File has not suitable format!");
                Console.ReadLine();
                throw new ArgumentException();
            }
            int iterationCount = text.Length / stringSize;
            return Enumerable.Range(0, iterationCount).Select(p => text.Substring(p * stringSize, stringSize)).ToArray();
        }
    }
}
```

B.2 FileEditor Code (Serializer)

```
using System.Globalization;

namespace Parser
{
    public class DatSerializer
    {
        public string ConvertToDatFile(Dat dat)
        {
            var datString = dat.Header + "\r\n";

            foreach (var channel in dat.Channels)
            {
                datString += ParseChannelToStringDat(channel) + "\r\n";
                // Jeden Channel anhängen und einen Zeilenumbruch hinzufügen.
            }

            return datString;
        }

        public string ConvertToFaltFile(Dat dat)
        {
            var datString = dat.Header + "\r\n";

            foreach (var channel in dat.Channels)
            {
                datString += ParseChannelToStringFalt(channel) + "\r\n";
                // Jeden Channel anhängen und einen Zeilenumbruch hinzufügen.
            }

            Console.WriteLine("\n\n" +
                "If you want to generate a 'falt' file you have to enter the velocities (<v1>,<v2>,<v3>,<v4>)\n" +
                "the channelnumber (usually <512>)\n" +
                "the matrix element (Palladium-<0>-or-Rhodium-<1>)\n" +
                "and the drive mode (triangle-<0>-or-sinus-<1>)");

            string[] v = new string[] { "-", "-", "-", "-" };

            Console.WriteLine("\n\n" +
                "v1: -");
            v[0] = Console.ReadLine(); //Beachte: v[0] = v1! ...

            if (v[0].Length < 11) //v1 ans Format anpassen und an datString anhängen
            {
                int u = 10 - v[0].Length;

                for (int d = 0; d < u; d++)
                {
                    datString += "-";
                }
                datString += v[0] + "-";
            }

            else
            {
                v[0] = v[0].Substring(0, 10);

                datString += v[0] + "-";
            }

            Console.WriteLine("\n\n" +
                "v2: -");
            v[1] = Console.ReadLine();

            Console.WriteLine("\n\n" +
                "v3: -");

            v[2] = Console.ReadLine();

            Console.WriteLine("\n\n" +
                "v4: -");

            v[3] = Console.ReadLine();

            for (int s = 1; s < 3; s++)
            {
                if (v[s].Length < 10)
                {
                    int u = 9 - v[s].Length;

                    for (int d = 0; d < u; d++)
                    {
```

```

        datString += "-";
    }
    datString += v[s] + "-";
}
else
{
    v[s] = v[s].Substring(0, 9);
    datString += v[s] + "-";
}
}

if (v[3].Length < 10)
{
    int u = 9 - v[3].Length;
    for (int d = 0; d < u; d++)
    {
        datString += "-";
    }
    datString += v[3];
}
else
{
    v[3] = v[3].Substring(0, 9);
    datString += v[3];
}

Console.WriteLine("\n\n" +
    "Enter the channelnumber-(default-<512>):-");
var channelNumber = Console.ReadLine();

if (channelNumber == "")
{
    channelNumber = "512";
    datString += channelNumber;
}
else
{
    datString += channelNumber;
}

Console.WriteLine("\n\n" +
    "Enter the matrix-material-(default-<1>):-");
var matrix = Console.ReadLine();

if (matrix == "")
{
    matrix = "1";
    datString += matrix;
}
else
{
    datString += matrix;
}

Console.WriteLine("\n\n" +
    "Enter the drive-mode-(default-<0>):-");
var drive = Console.ReadLine();

if (drive == "")
{
    drive = "0";
    datString += "-" + drive;
}
else
{
    datString += "-" + drive;
}

return datString;
}

public string ConvertToMirrorFaltFile(Dat dat)
{
    var datString = dat.Header + "\r\n";
    var reversedNumbers = dat.Numbers.Reverse().ToArray();
    int j = 1;

```

```

for (int i=0; i<reversedNumbers.Length; i++) {

    datString += ParseNumberToSevenDigitStringFalt(reversedNumbers[i]);
    // Jeden Channel anhängen und einen Zeilenumbruch hinzufügen.

    if (j % 10 == 0)
    {
        datString += "\n";
    }
    j++;
}
datString += "\n";

Console.WriteLine("\n\n" +
    "If-you-want-to-generate-a-'falt'-file-you-have-to-enter-the-velocities-<v1>,<v2>,<v3>,<v4>\n" +
    "the-channelnumber-(usually-<512>)\n" +
    "the-matrix-element-(Palladium-<0>-or-Rhodium-<1>)\n" +
    "and-the-drive-mode-(triangle-<0>-or-sinus-<1>)");

string [] v = new string [] { "-", "-", "-", "-" };

Console.WriteLine("\n\n" +
    "v1: -");
v[0] = Console.ReadLine(); //Beachte: v[0] = v1! ...

if (v[0].Length < 11) //v1 ans Format anpassen und an datString anhängen
{
    int u = 10 - v[0].Length;
    for (int d = 0; d < u; d++)
    {
        datString += "-";
    }
    datString += v[0] + "-";
}

else
{
    v[0] = v[0].Substring(0,10);
    datString += v[0] + "-";
}

Console.WriteLine("\n\n" +
    "v2: -");
v[1] = Console.ReadLine();

Console.WriteLine("\n\n" +
    "v3: -");
v[2] = Console.ReadLine();

Console.WriteLine("\n\n" +
    "v4: -");
v[3] = Console.ReadLine();

for (int s = 1; s < 3; s++)
{
    if (v[s].Length < 10)
    {
        int u = 9 - v[s].Length;
        for (int d = 0; d < u; d++)
        {
            datString += "-";
        }
        datString += v[s] + "-";
    }
    else
    {
        v[s] = v[s].Substring(0, 9);
        datString += v[s] + "-";
    }
}
}

```



```

        if (v[3].Length < 10)
        {
            int u = 9 - v[3].Length;
            for (int d = 0; d < u; d++)
            {
                datString += "-";
            }
            datString += v[3];
        }
        else
        {
            v[3] = v[3].Substring(0, 9);
            datString += v[3];
        }

        Console.WriteLine("\n\n" +
            "Enter-the-channelnumber-(default-<512>):-");
        var channelNumber = Console.ReadLine();

        if (channelNumber == "")
        {
            channelNumber = "512";
            datString += channelNumber;
        }
        else
        {
            datString += channelNumber;
        }

        Console.WriteLine("\n\n" +
            "Enter-the-matrix-material-(default-<1>):-");
        var matrix = Console.ReadLine();

        if (matrix == "")
        {
            matrix = "1";
            datString += matrix;
        }
        else
        {
            datString += matrix;
        }

        Console.WriteLine("\n\n" +
            "Enter-the-drive-mode-(default-<0>):-");
        var drive = Console.ReadLine();

        if (drive == "")
        {
            drive = "0";
            datString += "-" + drive;
        }
        else
        {
            datString += "-" + drive;
        }

        return datString;
    }

    private string ParseChannelToStringDat(Channel channel)
    {
        var numberStrings = channel.Numbers.Select(number => ParseNumberToSevenDigitStringDat(number));
        return channel.ChannelIndex + numberStrings.Aggregate((a, b) => a + b);
        // Liste der Zahlen zusammenhängen. 1234, 567 -> 1234567
    }

    private string ParseChannelToStringFalt(Channel channel)
    {
        var numberStrings = channel.Numbers.Select(number => ParseNumberToSevenDigitStringFalt(number));
        return numberStrings.Aggregate((a, b) => a + b);
        // Liste der Zahlen zusammenhängen. 1234, 567 -> 1234567
    }

    private string ParseNumberToSevenDigitStringDat(int number)
    {
        if (number == 0)
            return "0000001";
        else
        {
            var numberLength = number.ToString().Length; // 123 -> "123" -> Length: 3
            var zeroes = new string('0', 7 - numberLength);
            // Richtige Anzahl von nullen erstellen, damit Zahl als string wieder 7 Stellen groß ist.
            return zeroes + number.ToString();
        }
    }

```

```
    }  
}  
  
private string ParseNumberToSevenDigitStringFalt(int number)  
{  
    if (number == 0)  
        return "0000001.";  
    else  
    {  
        var numberLength = number.ToString().Length; // 123 -> "123" -> Length: 3  
        var zeroes = new string('0', 7 - numberLength);  
        // Richtige Anzahl von nullen erstellen, damit Zahl als string wieder 7 Stellen groß ist.  
        return zeroes + number.ToString() + ".";  
    }  
}  
}
```

B.3 FileEditor Code (Channel)

```
namespace Parser
{
    public class Channel
    {
        public Channel(string channelId, int[] numbers)
        {
            ChannelIndex = channelId;
            Numbers = numbers;
        }

        public string ChannelIndex
        {
            get;
        }

        public int[] Numbers
        {
            get;
        }

        /// <summary>
        /// Parsed ein Channel Objekt in einen String.
        /// </summary>
        /// <returns></returns>
    }
}
```

B.4 FileEditor Code (Dat)

```
using System;
using System.Collections.Generic;
using System.Linq;
using System.Text;
using System.Threading.Tasks;

namespace Parser
{
    public class Dat
    {
        private Channel[] channels;
        public Dat(string header, Channel[] channels)
        {
            Header = header;
            Channels = channels;

            Numbers = GetNumbers();
            ChannelIDs = GetChannelIDs();
        }

        public string Header
        {
            get;
            set;
        }

        public Channel[] Channels
        {
            get => channels;
            set
            {
                channels = value;
                this.Numbers = GetNumbers();
            }
        }

        public int[] Numbers
        {
            get;
            set;
        }

        public string[] ChannelIDs
        {
            get;
            set;
        }

        private int[] GetNumbers()
            => Channels.SelectMany(channel => channel.Numbers).ToArray();

        private string[] GetChannelIDs()
            => Channels.Select(channel => channel.ChannelIndex).ToArray();
    }
}
```


(Relevanter Teil des Spektrums): 0.983536

(-----)

Statistischer Fehler = 0.000734775 Effekt (Fitkurve) = 0.7 %

(0.0000) (0.0)

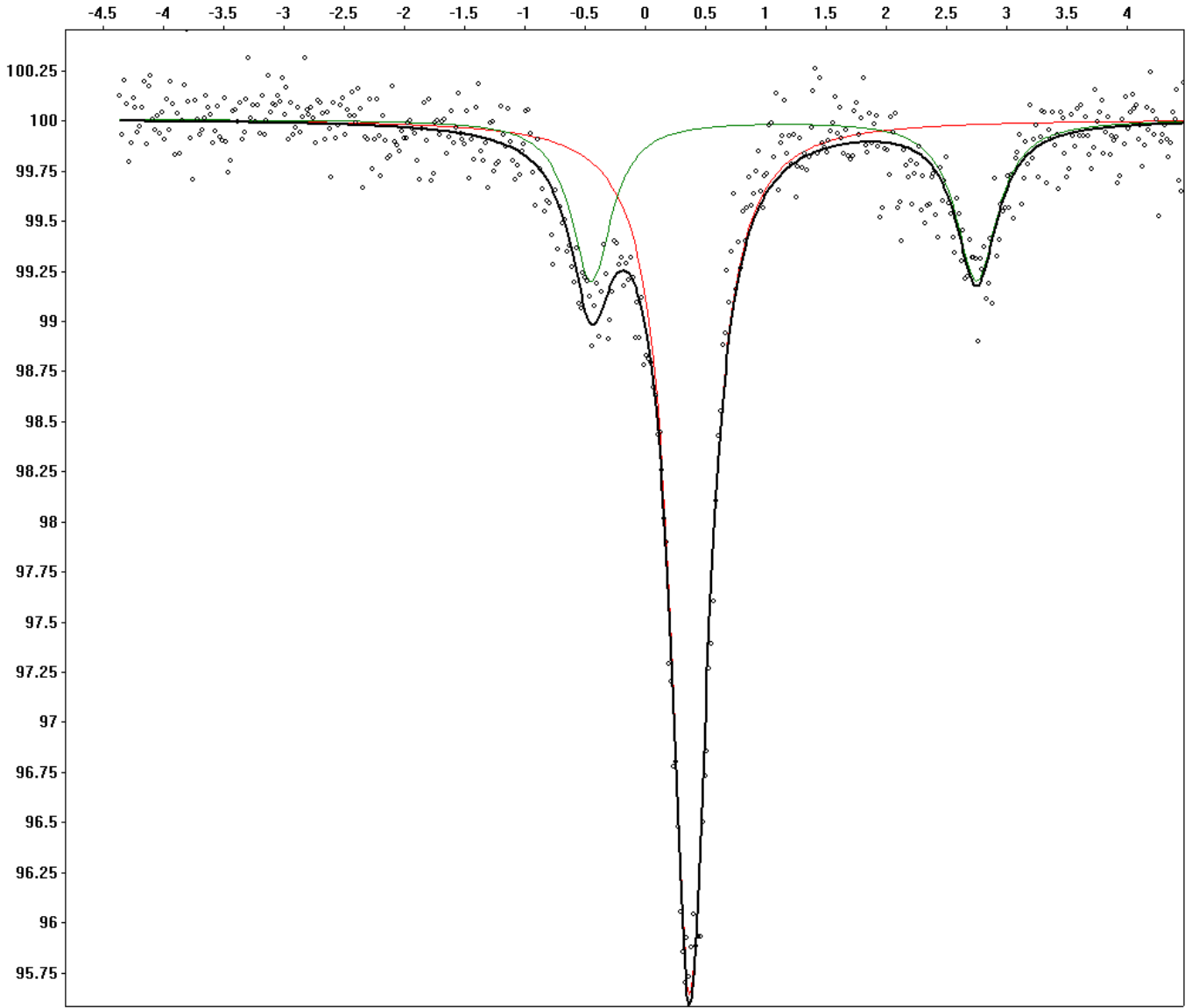
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 1852630.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 2203.88

Effekt aus Messspektrum (233 relevante Kanäle) : 0.8

Anm.:

erstellt am 30.03.2023 um 13:03:16



Spi/Huber-4/14.11.2022/43h/Ta4.3K/Tq294K/OT/v=1.0/Rh/MW414a

Modell: 1. Modell

Messung: MW415a Probe: Huber-4 vom 16.11.2022 (43.0h)
Ta: 50K Tq: 294K v: 1.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 25 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Nein Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: -1000
Geschwindigkeitsparameter: -4.839179 0.018183 0.121673 -0.047337
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Moerup-Both wird verwendet
Basislinie: 432844 Peakhoehe: 51799

2 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 0.000 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.471 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.600 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1	0.00	0.000	0.000	0.370	0.186	0.483
2	0.00	0.000	1.600	1.153	0.207	0.517

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1	0.000	0.000	0.000	0.000	40.849	105	70.58
2	0.000	54.735	0.000	0.000	59.151	152	29.42

Relevanter Teil: 265 (---) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

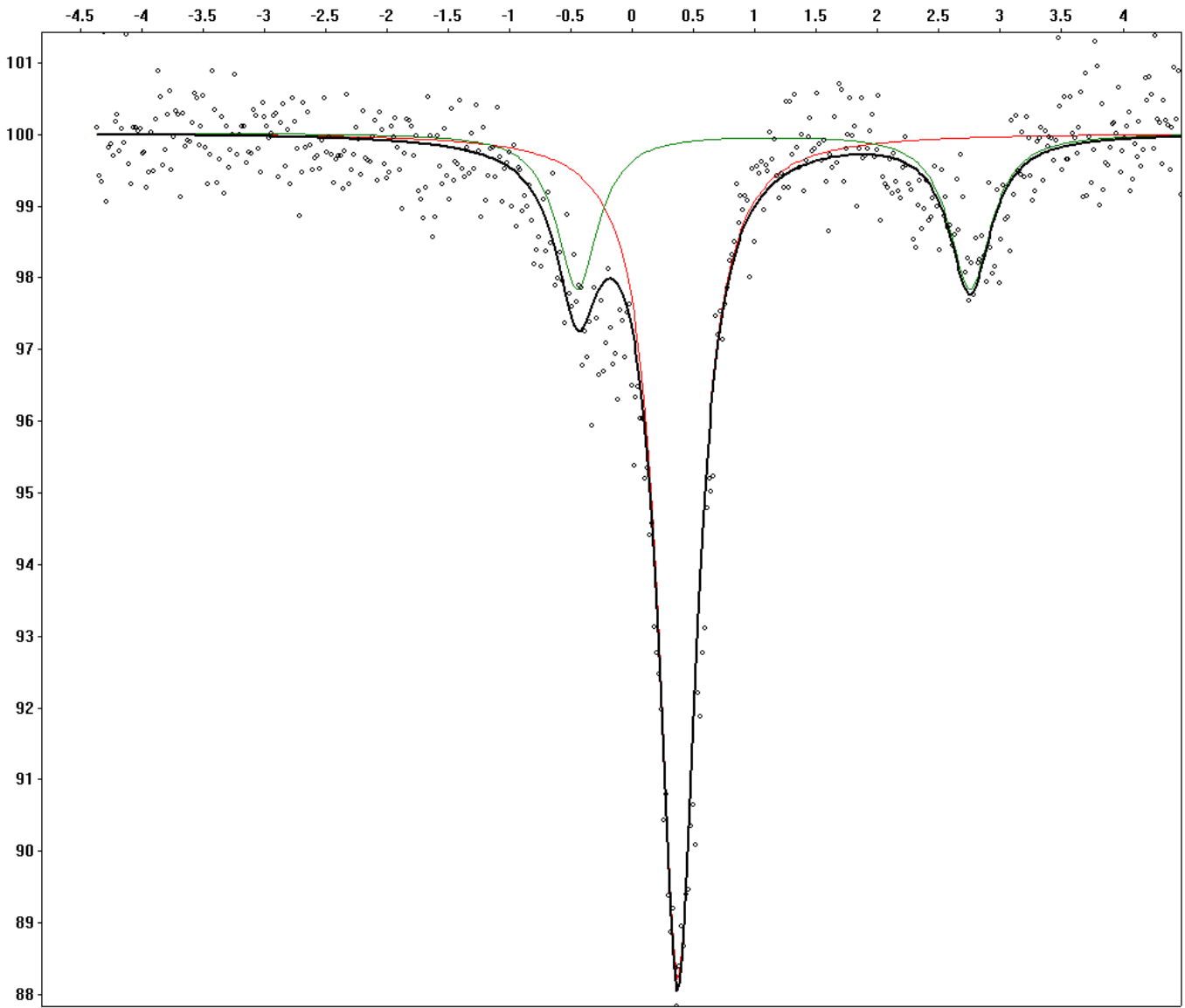
Weighted mean square deviation (gesamt) : 6888.01 (-----)
Weighted mean square deviation (relevant): 4469.3 (-----)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 110.937 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 163.293 (-----)
Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.967975 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 0.975147 (-----)
Statistischer Fehler = 0.00151997 Effekt (Fitkurve) = 1.9 %
(0.0000) (0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 432628.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 2555.00

Effekt aus Messspektrum (144 relevante Kanäle) : 3.3

Anm. :

erstellt am 30.03.2023 um 13:04:31



Spi/Huber-4/16.11.2022/43h/Ta50K/Tq294K/0T/v=1.0v/Rh/MW415a

Modell: 2. Modell

Messung: MW416a Probe: Huber-4 vom 18.11.2022 (78.0h)
Ta: 100K Tq: 294K v: 1.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 25 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Nein Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: -1000
Geschwindigkeitsparameter: -4.839179 0.018183 0.121673 -0.047337
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Moerup-Both wird verwendet
Basislinie: 929164 Peakhoehe: 50785

2 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 0.000 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.460 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.601 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1	0.00	0.000	0.000	0.366	0.189	0.498
2	0.00	0.000	1.613	1.190	0.214	0.502

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1	0.000	0.000	0.000	0.000	40.263	107	71.48
2	0.000	54.735	0.000	0.000	59.737	158	28.52

Relevanter Teil: 268 (---) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

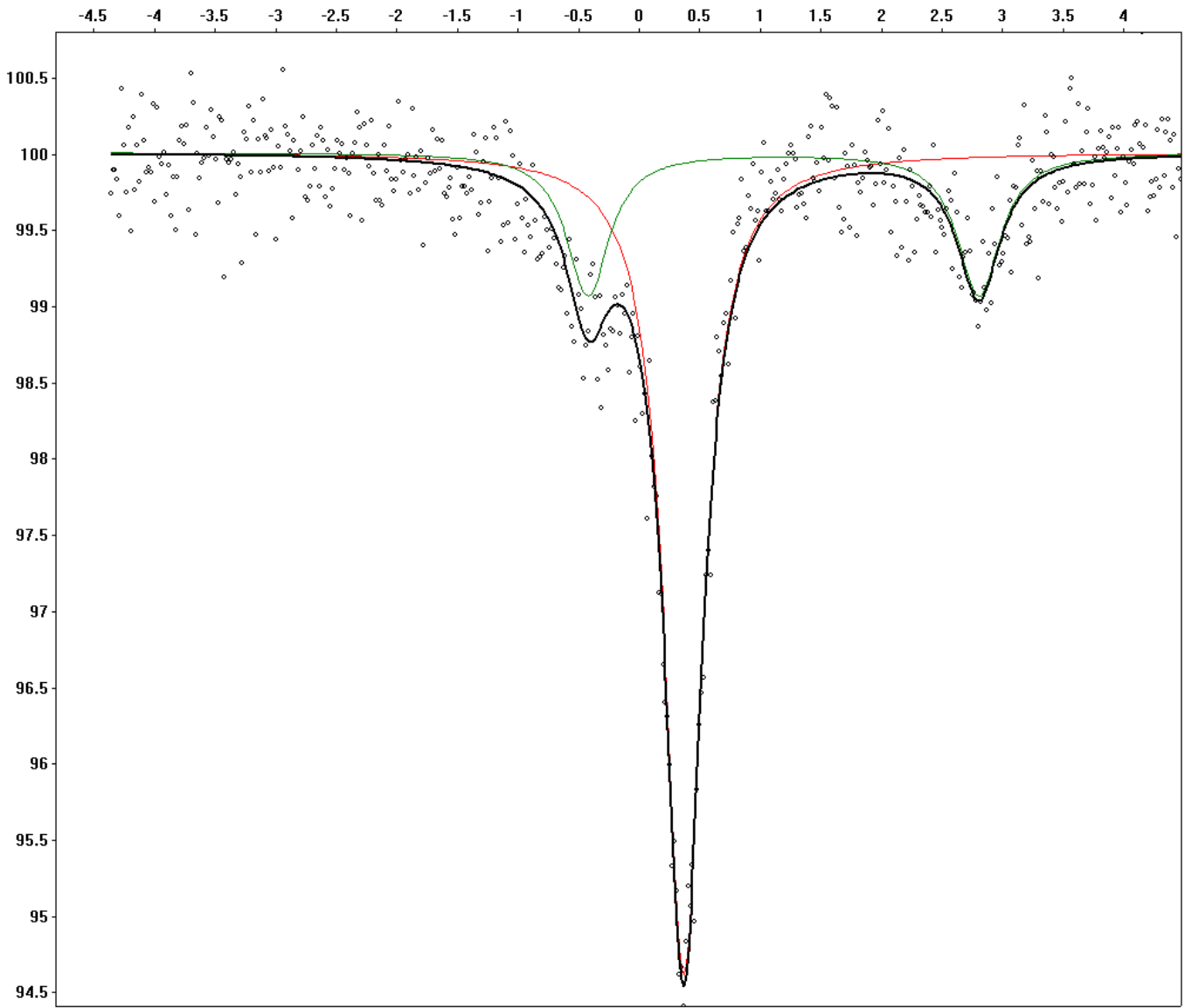
Weighted mean square deviation (gesamt) : 2853.42 (-----)
Weighted mean square deviation (relevant): 1661.98 (-----)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 105.541 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 146.256 (-----)
Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.965501 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 0.975293 (-----)
Statistischer Fehler = 0.00103742 Effekt (Fitkurve) = 0.8 %
(0.0000) (0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 928699.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 2374.15

Effekt aus Messspektrum (160 relevante Kanäle) : 1.3

Anm. :

erstellt am 30.03.2023 um 13:05:06



Modell: 2. Modell

Messung: MW417a Probe: Huber-4 vom 21.11.2022 (146.0h)
Ta: 150K Tq: 294K v: 1.0t Bext: OT

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 25 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Nein Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: 1500
Geschwindigkeitsparameter: -4.839179 0.018183 0.121673 -0.047337
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Moerup-Both wird verwendet
Basislinie: 1088611 Peakhoehe: 87063

2 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 0.000 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.554 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.648 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1	0.00	0.000	0.000	0.343	0.163	0.498
2	0.00	0.000	1.562	1.202	0.239	0.502

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1	0.000	0.000	0.000	0.000	99.390	56171	64.52
2	0.000	54.735	0.000	0.000	0.610	345	35.48

Relevanter Teil: 267 (---) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

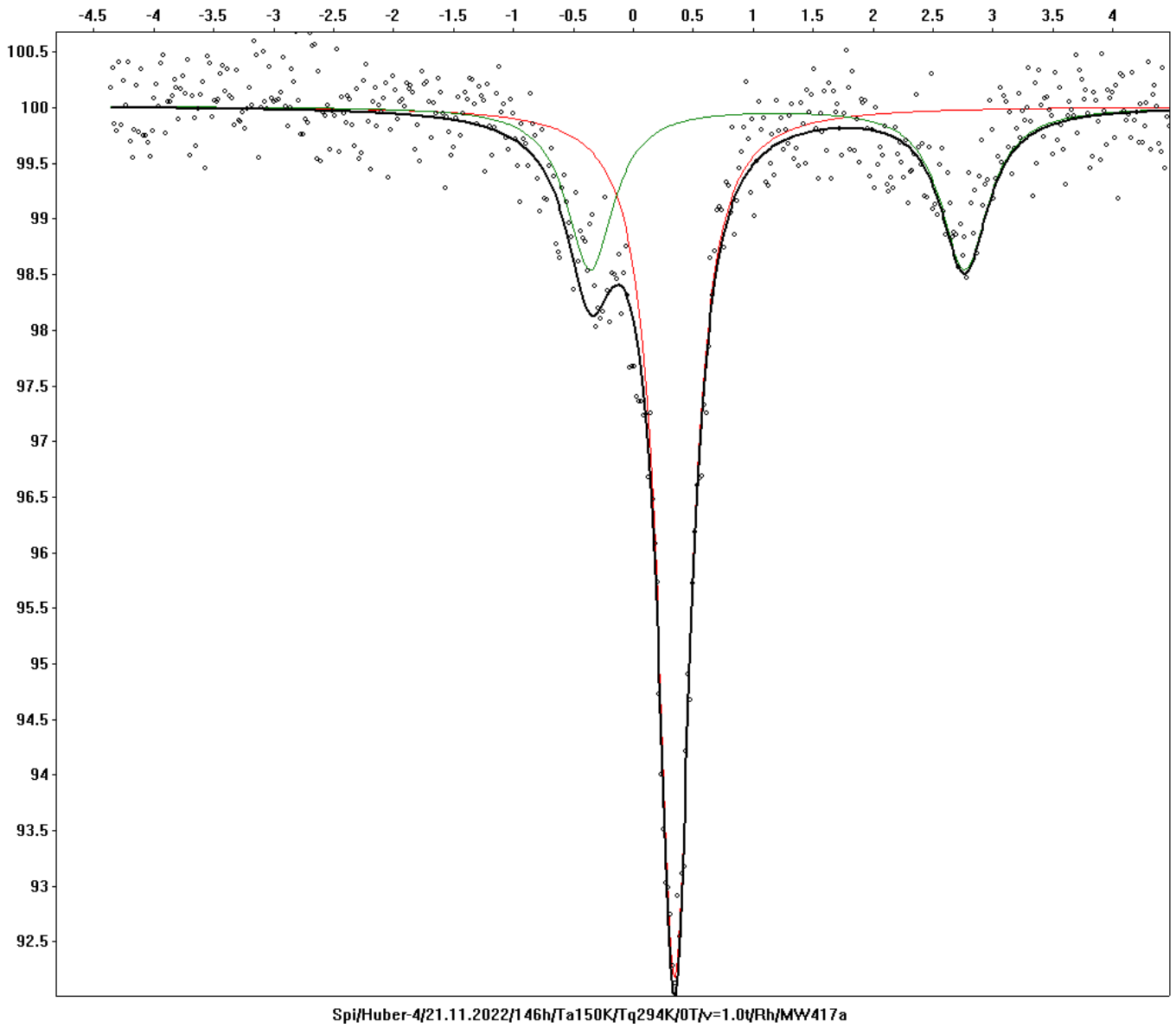
Weighted mean square deviation (gesamt) : 5447.87 (-----)
Weighted mean square deviation (relevant): 3519.03 (-----)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 157.799 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 231.107 (-----)
Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.972026 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 0.97857 (-----)
Statistischer Fehler = 0.000958437 Effekt (Fitkurve) = 1.2 %
(0.0000) (0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 1087899.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 3167.52

Effekt aus Messspektrum (158 relevante Kanäle) : 1.7

Anm. :

erstellt am 30.03.2023 um 13:05:30



Modell: 3. Modell

Messung: MW418a Probe: Huber-4 vom 24.11.2022 (199.0h)
Ta: 200K Tq: 294K v: 1.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 25 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Nein Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: 0
Geschwindigkeitsparameter: -4.839179 0.018183 0.121673 -0.047337
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Moerup-Both wird verwendet
Basislinie: 1282908 Peakhoehe: 47174

2 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 0.000 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.596 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.646 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1	0.00	0.000	0.000	0.352	0.183	0.433
2	0.00	0.000	1.530	1.107	0.246	0.567

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1	0.000	0.000	0.000	0.000	29.300	91	61.06
2	0.000	54.735	0.000	0.000	70.700	219	38.94

Relevanter Teil: 281 (---) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

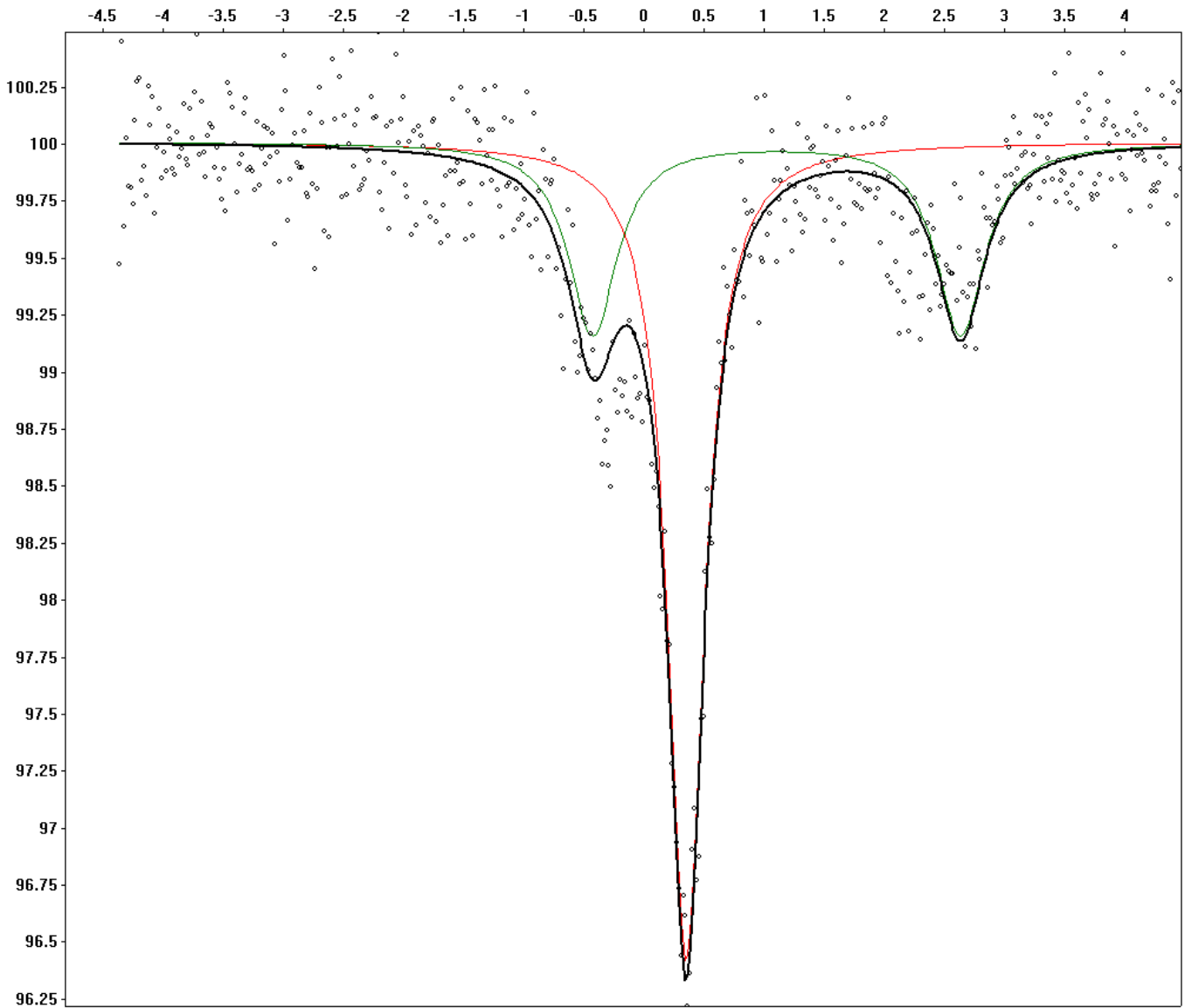
Weighted mean square deviation (gesamt) : 2948.47 (-----)
Weighted mean square deviation (relevant): 1859.53 (-----)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 126.14 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 173.554 (-----)
Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.944589 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 0.955453 (-----)
Statistischer Fehler = 0.000882881 Effekt (Fitkurve) = 0.6 %
(0.0000) (0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 1282368.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 3284.37

Effekt aus Messspektrum (135 relevante Kanäle) : 1.1

Anm. :

erstellt am 30.03.2023 um 13:05:52



Spi/Huber-4/24.11.2022/199h/Ta200K/Tq294K/0T/v=1.0t/Rh/MW418a

Modell: 3. Modell

Messung: MW441a Probe: Huber4 vom 21.03.2023 (146.0h)
Ta: 230K Tq: 294K v: 1.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 25 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: -3000
Geschwindigkeitsparameter: -4.757783 0.018516 -0.000636 -0.001519
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
Basislinie: 5019552 Peakhoehe: 12038

2 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 0.000 kG
Mittleres eQVzz/4 = 1.007 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.811 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1	0.00	0.000	0.000	0.274	0.196	0.172
2	0.00	0.000	1.458	1.052	0.260	0.828

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1	0.000	0.000	0.000	0.000	12.292	21	30.94
2	0.000	54.735	0.000	0.000	87.708	149	69.06

Relevanter Teil: 363 (---) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

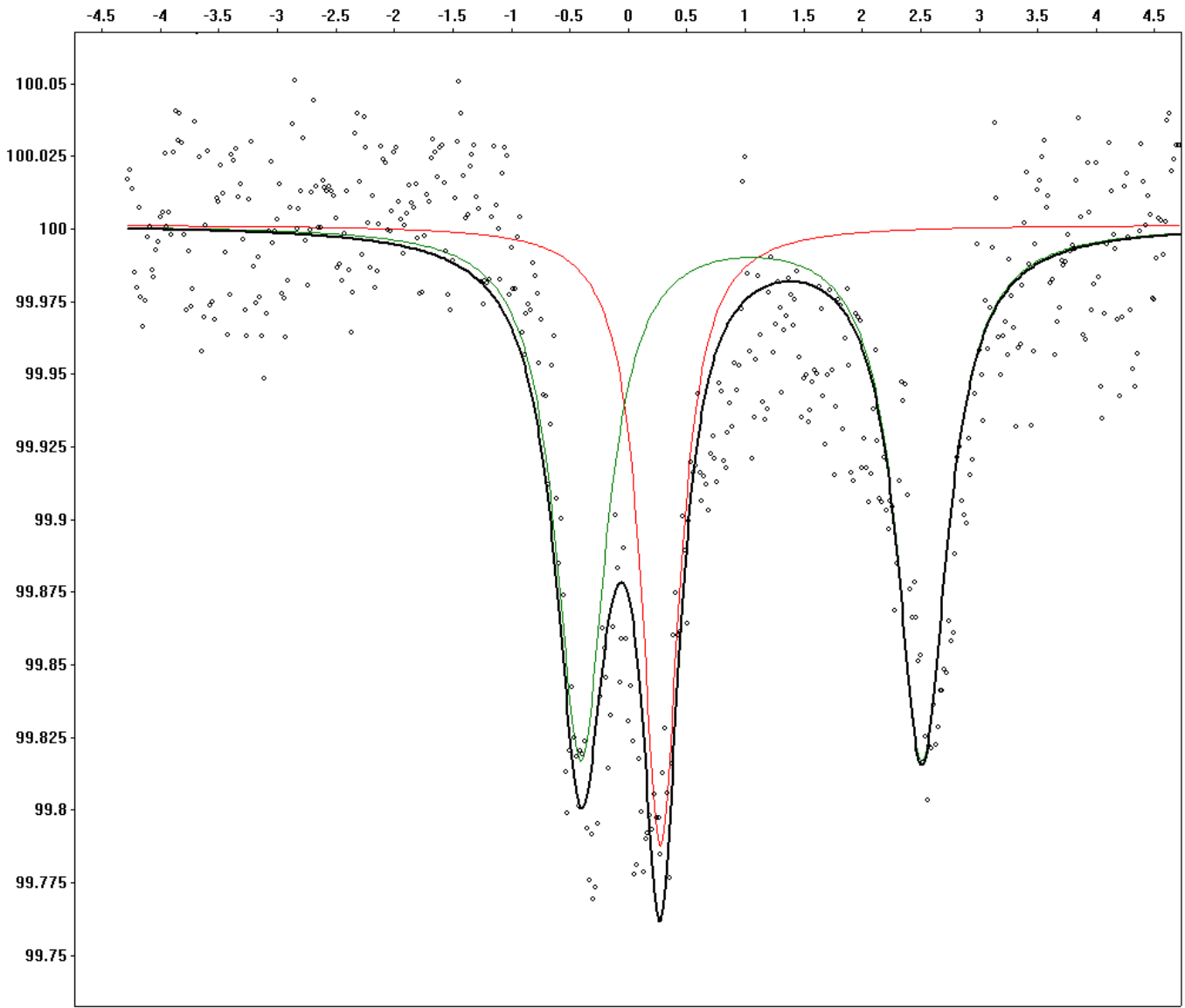
Weighted mean square deviation (gesamt) : 199.485 (-----)
Weighted mean square deviation (relevant): 165.252 (-----)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 65.0251 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 79.4229 (-----)
Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.902386 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 0.899755 (-----)
Statistischer Fehler = 0.000446342 Effekt (Fitkurve) = 0.1 %
(0.0000) (0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 5019244.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 1437.80

Effekt aus Messspektrum (192 relevante Kanäle) : 0.1

Anm. :

erstellt am 30.03.2023 um 13:07:18



Rei/Huber4/21.03.2023/146h/Ta230K/Tq294K/0.0T/v=1.0vRh/MW441 a

Modell: 3. Modell

Messung: MW419a Probe: Huber-4 vom 28.11.2022 (259.0h)
Ta: 250K Tq: 294K v: 0 Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 25 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: 0
Geschwindigkeitsparameter: -4.839179 0.018183 0.121673 -0.047337
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Moerup-Both wird verwendet
Basislinie: 21327 Peakhoehe: 20690

2 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 0.000 kG
Mittleres eQVzz/4 = 1.048 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.805 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1	0.00	0.000	0.000	0.183	0.211	0.084
2	0.00	0.000	1.258	0.930	0.274	0.916

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1	0.000	0.000	0.000	0.000	6.762	24	16.70
2	0.000	54.735	0.000	0.000	93.238	332	83.30

Relevanter Teil: 377 (---) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

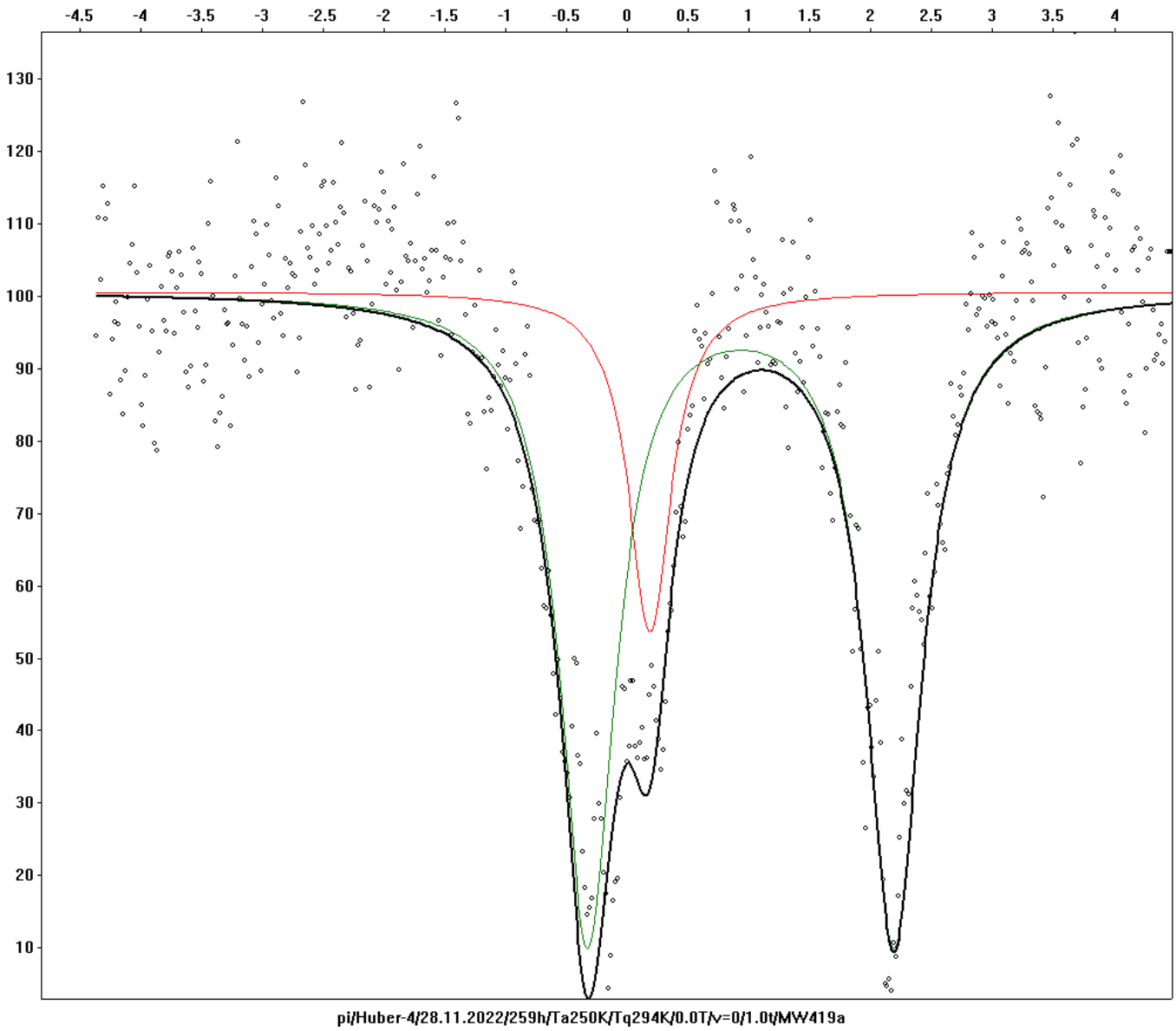
Weighted mean square deviation (gesamt) : 223906 (-----)
Weighted mean square deviation (relevant): 202161 (-----)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 114.181 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 136.456 (-----)
Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.919382 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 0.933172 (-----)
Statistischer Fehler = 0.00684755 Effekt (Fitkurve) = 25.2 %
(0.0000) (0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 21305.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 3371.69

Effekt aus Messspektrum (134 relevante Kanäle) : 53.1

Anm. :

erstellt am 30.03.2023 um 13:06:16



Modell: 2. Modell

Messung: MW412a Probe: Huber_4 vom 24.10.2022 (0.0h)
Ta: 294K Tq: 294K v: 1.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 25 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: 0
Geschwindigkeitsparameter: -4.828474 0.018406 0.035517 -0.014655
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (20.0)
Maximales t: 2.243
Moerup-Both wird verwendet
Basislinie: 209326 Peakhoehe: 30845

2 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 0.000 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.865 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.749 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1	0.00	0.000	0.000	0.142	0.301	0.084
2	0.00	0.000	1.106	0.918	0.296	0.916

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1	0.000	0.000	0.000	0.000	12.855	60	21.76
2	0.000	54.735	0.000	0.000	87.145	405	78.24

Relevanter Teil: 370 (370) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

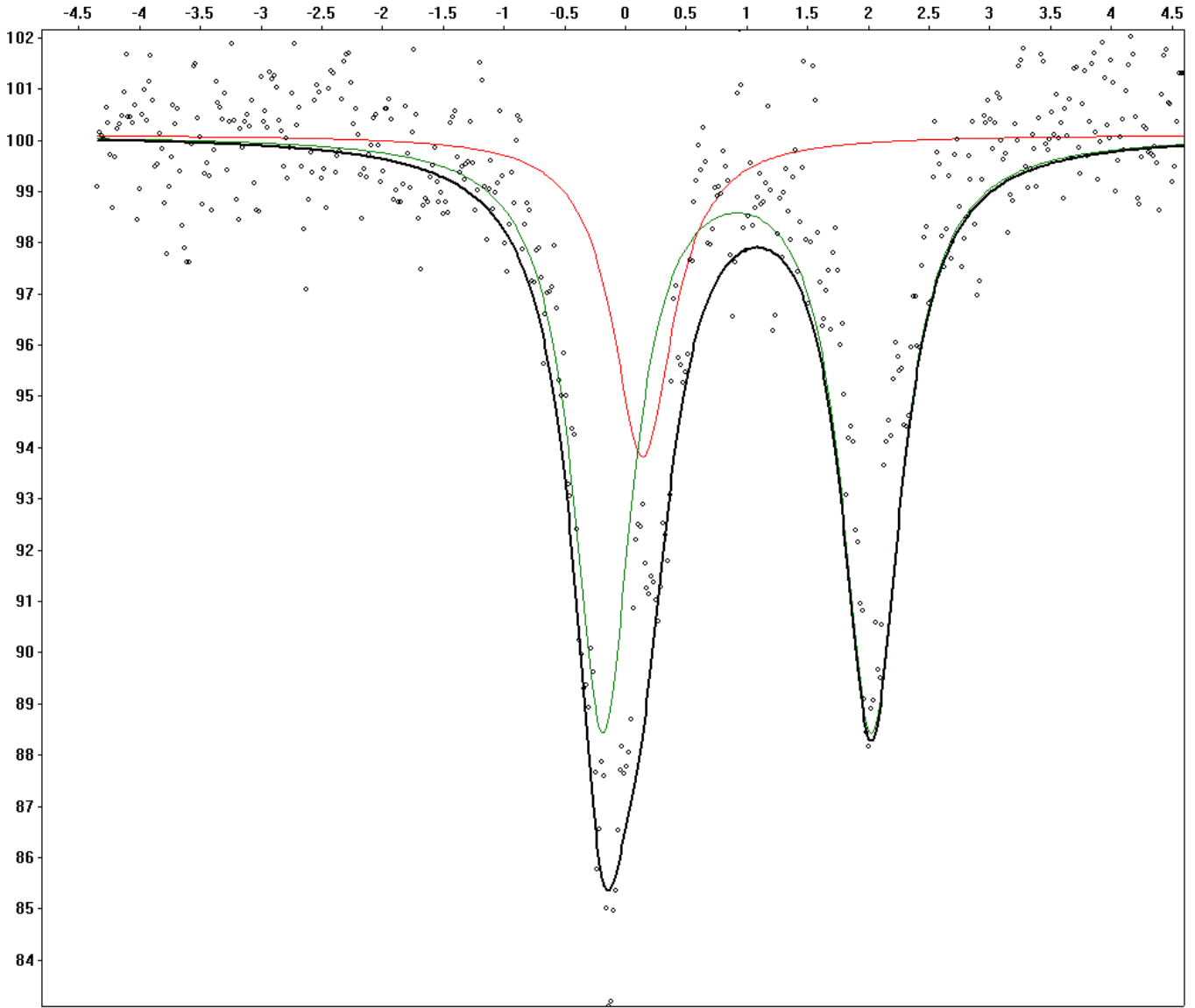
Weighted mean square deviation (gesamt) : 25250.4 (25250.4)
Weighted mean square deviation (relevant): 22761.9 (22761.9)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 147.269
(147.269)
(Relevanter Teil des Spektrums): 183.843
(183.843)
Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.940174
(0.940174)
(Relevanter Teil des Spektrums): 0.946808
(0.946808)
Statistischer Fehler = 0.00218569 Effekt (Fitkurve) = 3.7 %
(0.0000) (0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 209222.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 2366.09

Effekt aus Messspektrum (186 relevante Kanäle) : 5.6

Anm. :

erstellt am 30.03.2023 um 13:06:50



Rei/Huber_4/24.10.2022/0h/Ta294K/Tq294K/0T/v=1.0/Rh/MW412a

D Reports & Bilder von 22070 Probe

Modell: 3 Spektren

Messung: MW431a Probe: 01 vom 20.02.2023 (72.0h)
 Ta: 294K Tq: 294K v: 3.0t Bext: OT

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
 in der x-y Ebene (Phi) : 0
 in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
 in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
 Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
 Hinten: 0 Ende: 20
 Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
 Geraderichten: 0
 Geschwindigkeitsparameter: -14.467158 0.055726 0.063906 -0.052398
 Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
 Maximales t: 0.000
 Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
 Basislinie: 3275152 Peakhoehe: 303543

10 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 435.542 kG
 Mittleres eQVzz/4 = 0.082 mm/s
 Mittlere Isomerie = 0.452 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Magnetit(A) 3+	495.02	15.900	0.000	0.184	0.213	0.320
2 Magnetit(B) 2.5+	459.97	14.774	0.000	0.540	0.219	0.586
3 Kaolinit 3+	0.00	0.000	0.260	0.360	0.140	0.008
4 Kaolinit 2+	0.00	0.000	1.450	1.041	0.274	0.014
5 Richterit 3+	0.00	0.000	0.330	0.260	0.193	0.004
6 Richterit 2+ (M2)	0.00	0.000	1.000	0.990	0.241	0.022
7 Richterit 2+ (M1,M3)	0.00	0.000	1.350	1.030	0.190	0.004
8 Vermiculite(M2) 3+	0.00	0.000	0.280	0.170	0.188	0.005
9 Vermiculite(M1) 3+	0.00	0.000	0.550	0.250	0.190	0.004
10 Vermiculite(M2) 2+	0.00	0.000	1.280	0.990	0.147	0.033

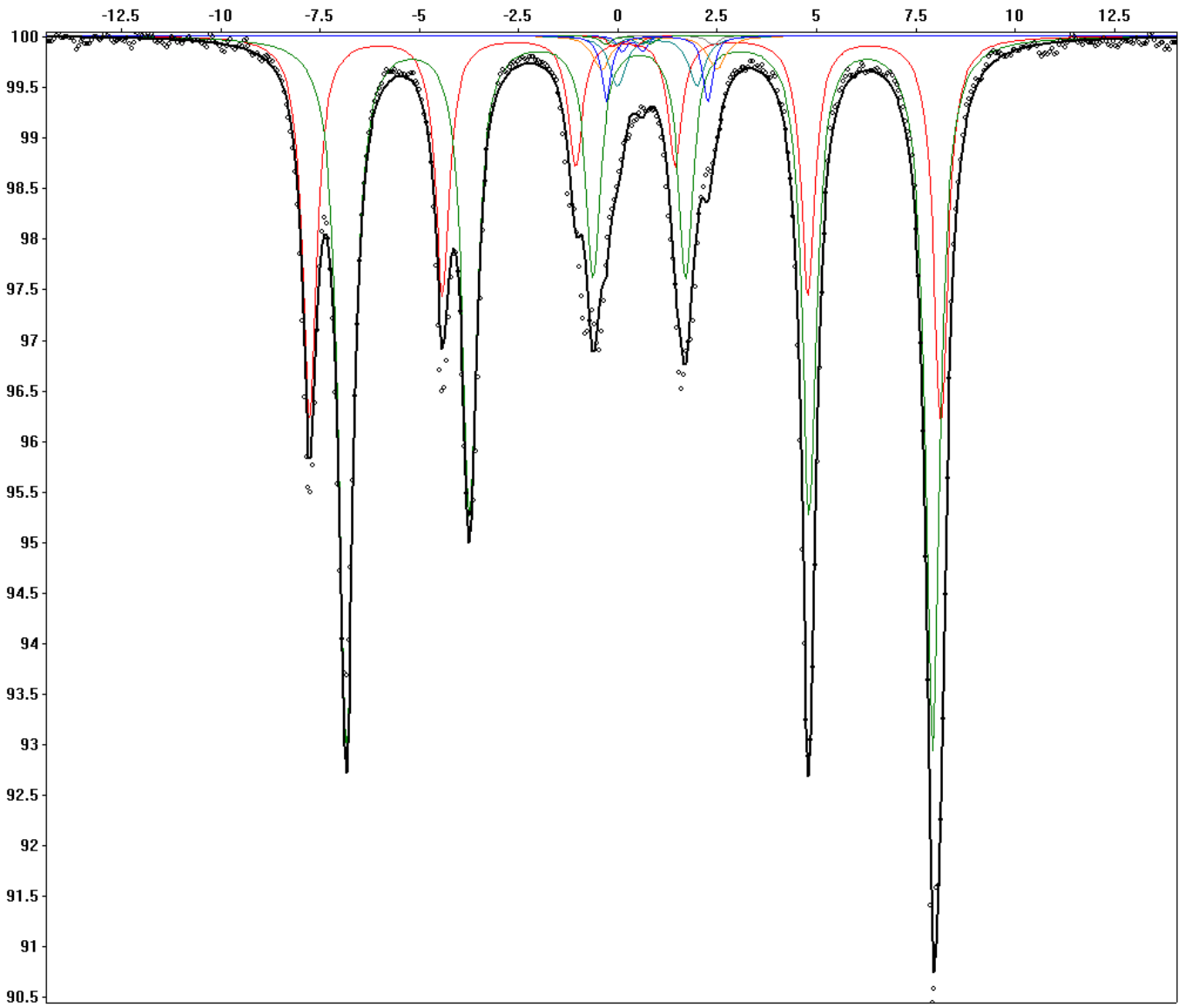
	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Magnetit(A) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	30.812	123069	31.88
2 Magnetit(B) 2.5+	54.740	0.000	0.000	0.000	53.407	213321	60.38
3 Kaolinit 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	1.241	4958	0.42
4 Kaolinit 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	2.420	9665	1.77
5 Richterit 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.704	2813	0.31
6 Richterit 2+ (M2)	0.000	54.740	0.000	0.000	4.036	16119	2.34
7 Richterit 2+ (M1,M3)	0.000	54.740	0.000	0.000	0.745	2978	0.34
8 Vermiculite(M2) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.902	3604	0.37
9 Vermiculite(M1) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.701	2799	0.33
10 Vermiculite(M2) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	5.031	20097	1.88

Relevanter Teil: 337 (337) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

Weighted mean square deviation (gesamt) :	5584.29	(5584.29)
Weighted mean square deviation (relevant):	5458.02	(5458.02)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum):			259.199
		(259.199)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		389.341
		(389.341)
Korrelationskoeffizient	(Gesamtes Spektrum):		0.99445
		(0.99445)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		0.993116
		(0.993116)
Statistischer Fehler =	0.000552566	Effekt (Fitkurve) =	1.7 %
	(0.0000)		(0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YM=	3273515.	
Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YV=	1590.30	
Effekt aus Messspektrum (371 relevante Kanäle)		:	1.5

Anm. :

erstellt am 13.07.2023 um 11:54:21



Rei/22070/01/20.02.2023/72h/Ta294K/Tq294K/0.0T/v=3.0/Rh/MW431a

Modell: 3 Spektren

Messung: MW435a Probe: 01 vom 03.03.2023 (45.0h)
 Ta: 80K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
 in der x-y Ebene (Phi) : 0
 in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
 in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
 Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
 Hinten: 0 Ende: 20
 Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
 Geraderichten: 0
 Geschwindigkeitsparameter: -14.467158 0.055726 0.063906 -0.052398
 Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
 Maximales t: 0.000
 Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
 Basislinie: 1316209 Peakhoehe: 80167

11 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 456.662 kG
 Mittleres eQVzz/4 = 0.062 mm/s
 Mittlere Isomerie = 0.714 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Magnetit(A) 3+	512.32	16.455	0.000	0.221	0.260	0.362
2 Magnetit(B) 3+	512.47	16.460	0.000	0.510	0.405	0.334
3 Magnetit(B) 2+	356.15	11.440	-0.101	2.370	0.283	0.148
4 Kaolinit 3+	0.00	0.000	0.273	0.380	0.131	0.007
5 Kaolinit 2+	0.00	0.000	1.490	1.102	0.152	0.030
6 Richterit 3+	0.00	0.000	0.340	0.281	0.129	0.005
7 Richterit(M2) 2+	0.00	0.000	1.026	1.150	0.180	0.030
8 Richterit(M1,M3) 2+	0.00	0.000	1.384	1.119	0.126	0.016
9 Vermiculit(M2) 3+	0.00	0.000	0.287	0.186	0.128	0.004
10 Vermiculit(M1) 3+	0.00	0.000	0.569	0.271	0.161	0.007
11 Vermiculite(M2) 2+	0.00	0.000	1.314	1.061	0.160	0.057

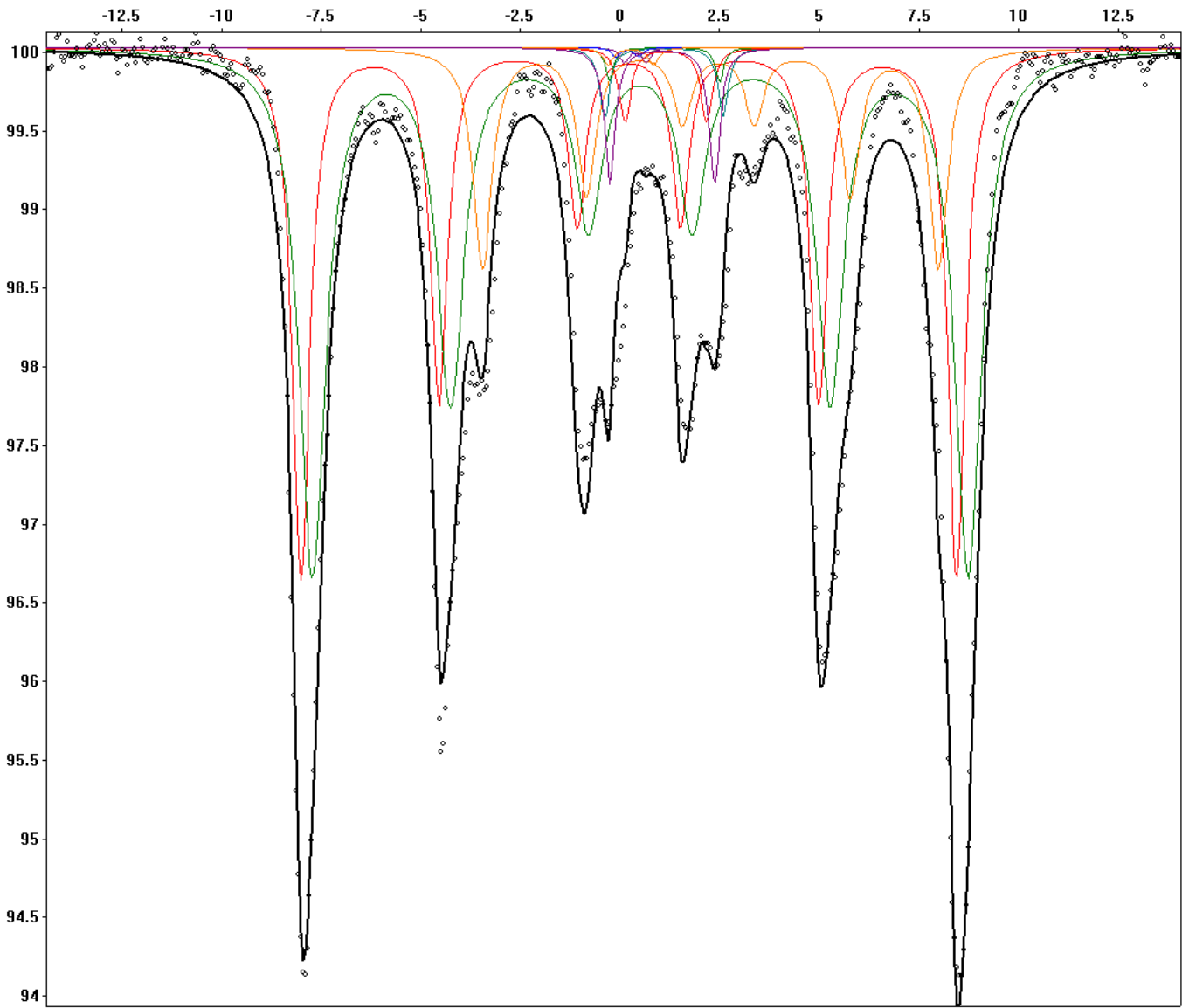
	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Magnetit(A) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	34.309	42979	31.33
2 Magnetit(B) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	28.023	35104	47.95
3 Magnetit(B) 2+	54.740	0.000	0.000	0.000	13.276	16630	14.16
4 Kaolinit 3+	54.740	54.740	0.000	0.000	0.992	1243	0.22
5 Kaolinit 2+	54.740	54.740	0.000	0.000	4.609	5774	1.23
6 Richterit 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.721	903	0.16
7 Richterit(M2) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	4.937	6185	1.52
8 Richterit(M1,M3) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	2.251	2820	0.49
9 Vermiculit(M2) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.656	822	0.14
10 Vermiculit(M1) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	1.084	1358	0.32
11 Vermiculite(M2) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	9.142	11452	2.48

Relevanter Teil: 399 (399) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

Weighted mean square deviation (gesamt) :	3412.38	(3412.38)
Weighted mean square deviation (relevant):	3353.69	(3353.69)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum):			130.097
		(130.097)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		165.525
		(165.525)
Korrelationskoeffizient	(Gesamtes Spektrum):		0.988026
		(0.988026)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		0.986207
		(0.986207)
Statistischer Fehler =	0.000871641	Effekt (Fitkurve) =	1.5 %
	(0.0000)		(0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YM=		1315551.
Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YV=		1176.37
Effekt aus Messspektrum (354 relevante Kanäle)		:	1.6

Anm. :

erstellt am 13.07.2023 um 11:52:32



Reij22070/01/03.03.2023/45h/Ta80K/Tq294K/0.0T/v=3.0t/Rh/MW435a

Modell: 3 Spektren

Messung: MW434a Probe: 01 vom 01.03.2023 (88.0h)
 Ta: 4.2K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
 in der x-y Ebene (Phi) : 0
 in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
 in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
 Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
 Hinten: 0 Ende: 20
 Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
 Geraderichten: 0
 Geschwindigkeitsparameter: -14.467158 0.055726 0.063906 -0.052398
 Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
 Maximales t: 0.000
 Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
 Basislinie: 1083888 Peakhoehe: 69854

11 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 461.013 kG
 Mittleres eQVzz/4 = 0.058 mm/s
 Mittlere Isomerie = 0.744 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Magnetit(A) 3+	514.62	16.530	0.000	0.228	0.260	0.351
2 Magnetit(B) 3+	516.29	16.583	0.000	0.523	0.407	0.342
3 Magnetit(B) 2+	357.90	11.496	-0.101	2.400	0.285	0.154
4 Kaolinit 3+	0.00	0.000	0.274	0.401	0.139	0.007
5 Kaolinit 2+	0.00	0.000	1.515	1.163	0.153	0.039
6 Richterit 3+	0.00	0.000	0.400	0.320	0.122	0.006
7 Richterit(M2) 2+	0.00	0.000	1.093	1.183	0.164	0.044
8 Richterit(M1,M3) 2+	0.00	0.000	1.390	1.135	0.131	0.014
9 Vermiculit(M2) 3+	0.00	0.000	0.328	0.200	0.160	0.003
10 Vermiculit(M1) 3+	0.00	0.000	0.597	0.294	0.170	0.003
11 Vermiculit(M2) 2+	0.00	0.000	1.320	1.164	0.140	0.038

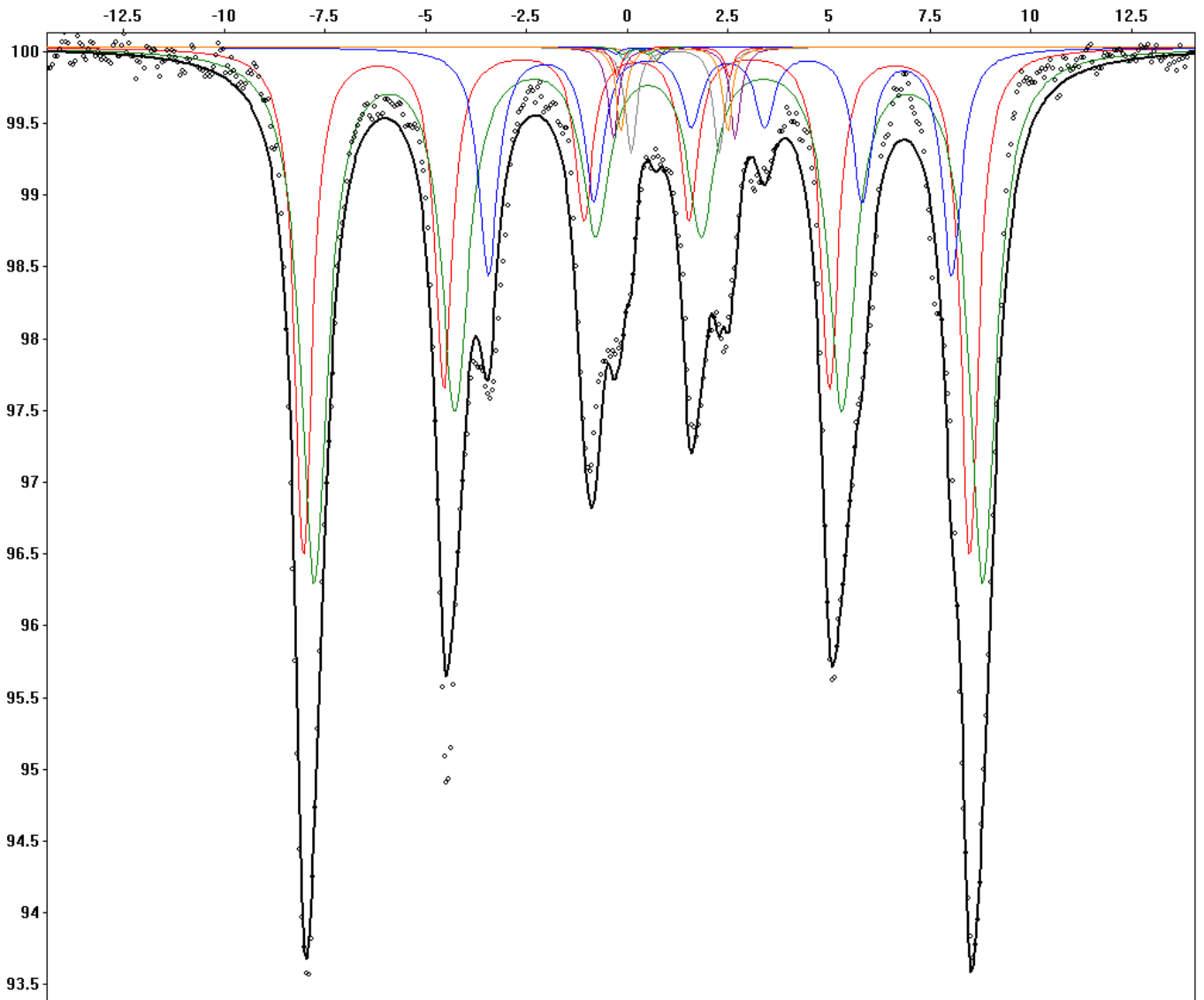
	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Magnetit(A) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	32.413	35279	30.22
2 Magnetit(B) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	29.979	32630	48.95
3 Magnetit(B) 2+	54.740	0.000	0.000	0.000	14.259	15520	14.74
4 Kaolinit 3+	54.740	54.740	0.000	0.000	1.062	1156	0.23
5 Kaolinit 2+	54.740	54.740	0.000	0.000	5.847	6364	1.60
6 Richterit 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.920	1001	0.18
7 Richterit(M2) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	6.656	7245	1.99
8 Richterit(M1,M3) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	2.077	2261	0.45
9 Vermiculit(M2) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.484	527	0.13
10 Vermiculit(M1) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.470	511	0.14
11 Vermiculit(M2) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	5.833	6349	1.37

Relevanter Teil: 404 (403) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

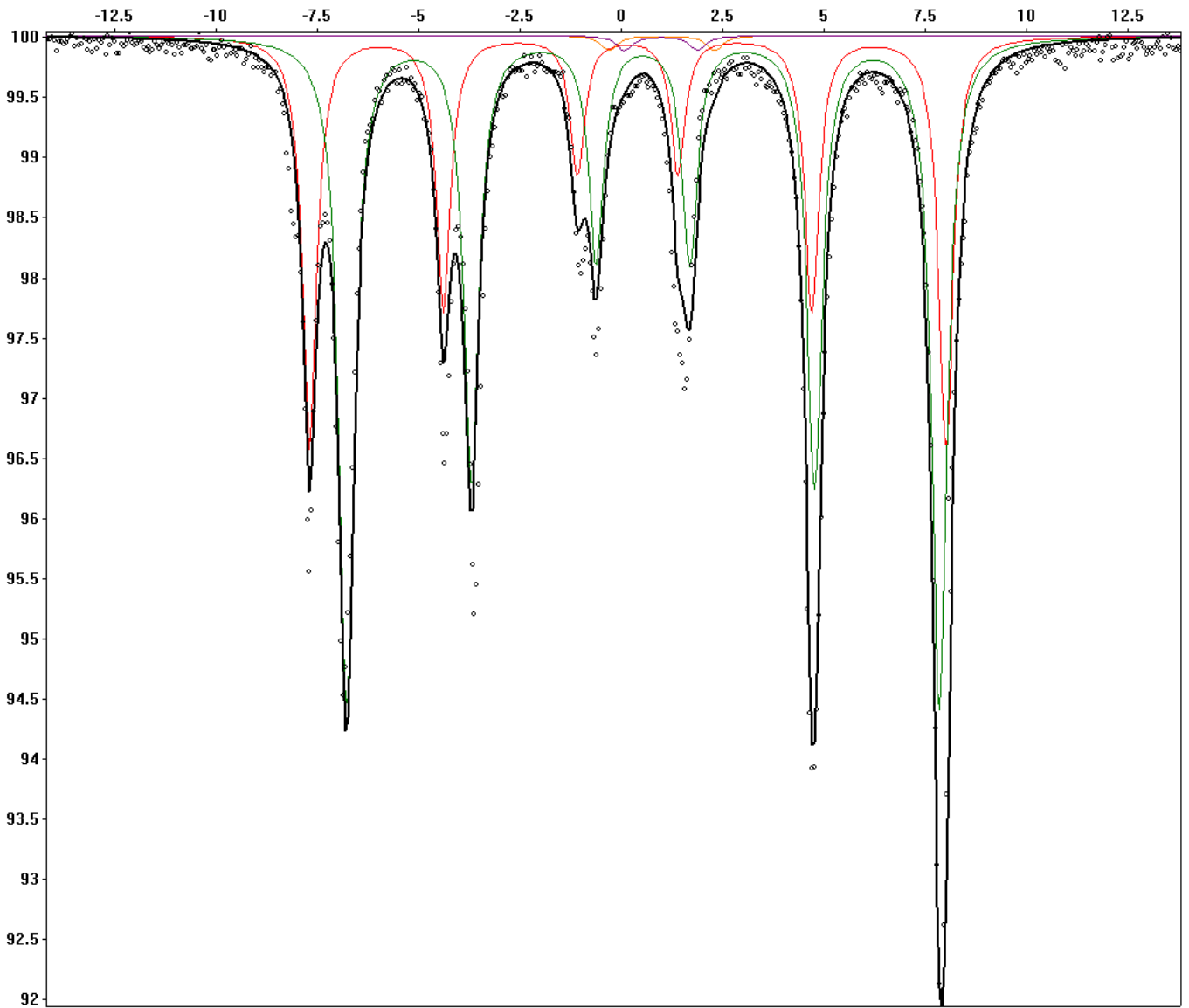
Weighted mean square deviation (gesamt) :	2855.13	(2846.98)
Weighted mean square deviation (relevant):	2807.06	(2798.85)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum):			107.831
		(107.677)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		135.518
		(135.656)
Korrelationskoeffizient	(Gesamtes Spektrum):		0.989972
		(0.989941)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		0.988961
		(0.988888)
Statistischer Fehler =	0.000960523	Effekt (Fitkurve) =	1.7 %
	(0.0000)		(0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YM=	1083347.	
Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YV=	1071.97	
Effekt aus Messspektrum (366 relevante Kanäle)		:	1.7

Anm. :

erstellt am 13.07.2023 um 11:51:23



Reij22070/01/01.03.2023/88h/Ta4.2K/Tq294K/0.0T/v=3.0v/Rh/MW434a



Reij22070/02a/11.04.2023/120h/Ta294K/Tq294K/0.0T/v=3.0t/Rh/MW447a

Modell: 3 Spektren

Messung: MW449a Probe: 02a vom 14.04.2023 (70.0h)
 Ta: 80K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
 in der x-y Ebene (Phi) : 0
 in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
 in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
 Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
 Hinten: 0 Ende: 20
 Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
 Geraderichten: 0
 Geschwindigkeitsparameter: -14.250515 0.054771 0.189165 -0.081692
 Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
 Maximales t: 0.000
 Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
 Basislinie: 919253 Peakhoehe: 41925

5 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 500.181 kG
 Mittleres eQVzz/4 = 0.001 mm/s
 Mittlere Isomerie = 0.792 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Magnetit(A) 3+	536.30	17.226	0.000	0.241	0.285	0.420
2 Magnetit(B) 3+	537.12	17.252	0.000	0.566	0.402	0.382
3 Magnetit(B) 2+	372.70	11.971	-0.097	2.489	0.339	0.171
4 Anthophyllit(M1-M3) 2+	0.00	0.000	1.300	1.026	0.230	0.014
5 Anthophyllit(M4) 2+	0.00	0.000	0.917	1.014	0.220	0.012

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Magnetit(A) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	43.213	22682	34.70
2 Magnetit(B) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	35.265	18510	46.50
3 Magnetit(B) 2+	54.740	0.000	0.000	0.000	16.556	8690	17.27
4 Anthophyllit(M1-M3) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	2.583	1356	0.84
5 Anthophyllit(M4) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	2.383	1251	0.70

Relevanter Teil: 424 (---) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

Weighted mean square deviation (gesamt) : 1150.15 (-----)
 Weighted mean square deviation (relevant): 1116.03 (-----)
 Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 63.1722 (-----)
 (Relevanter Teil des Spektrums): 75.1455 (-----)
 Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.989113

(Relevanter Teil des Spektrums): (-----)
0.987929

Statistischer Fehler = 0.001043 Effekt (Fitkurve) = 1.1 %
(0.0000) (0.0)

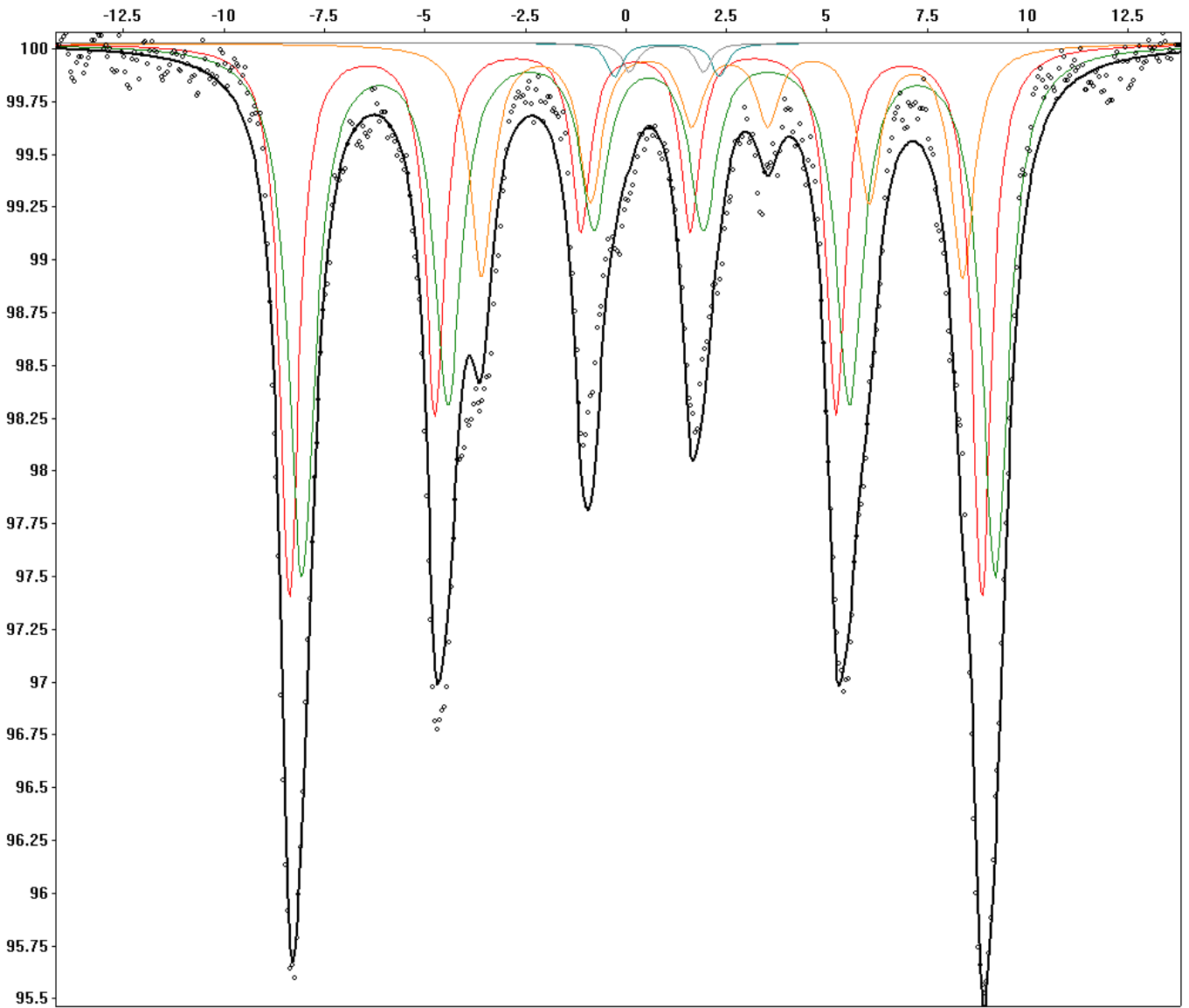
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 918793.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 805.621

Effekt aus Messspektrum (387 relevante Kanäle) : 1.2

Anm. :

erstellt am 14.07.2023 um 15:12:23



Rei/22070/02a/14.04.2023/70h/Ta80K/Tq294K/0.0T/v=3.0/Rh/MW449a

(Relevanter Teil des Spektrums): (-----)
0.977526

Statistischer Fehler = 0.00123373 Effekt (Fitkurve) = 1.3 %
(0.0000) (0.0)

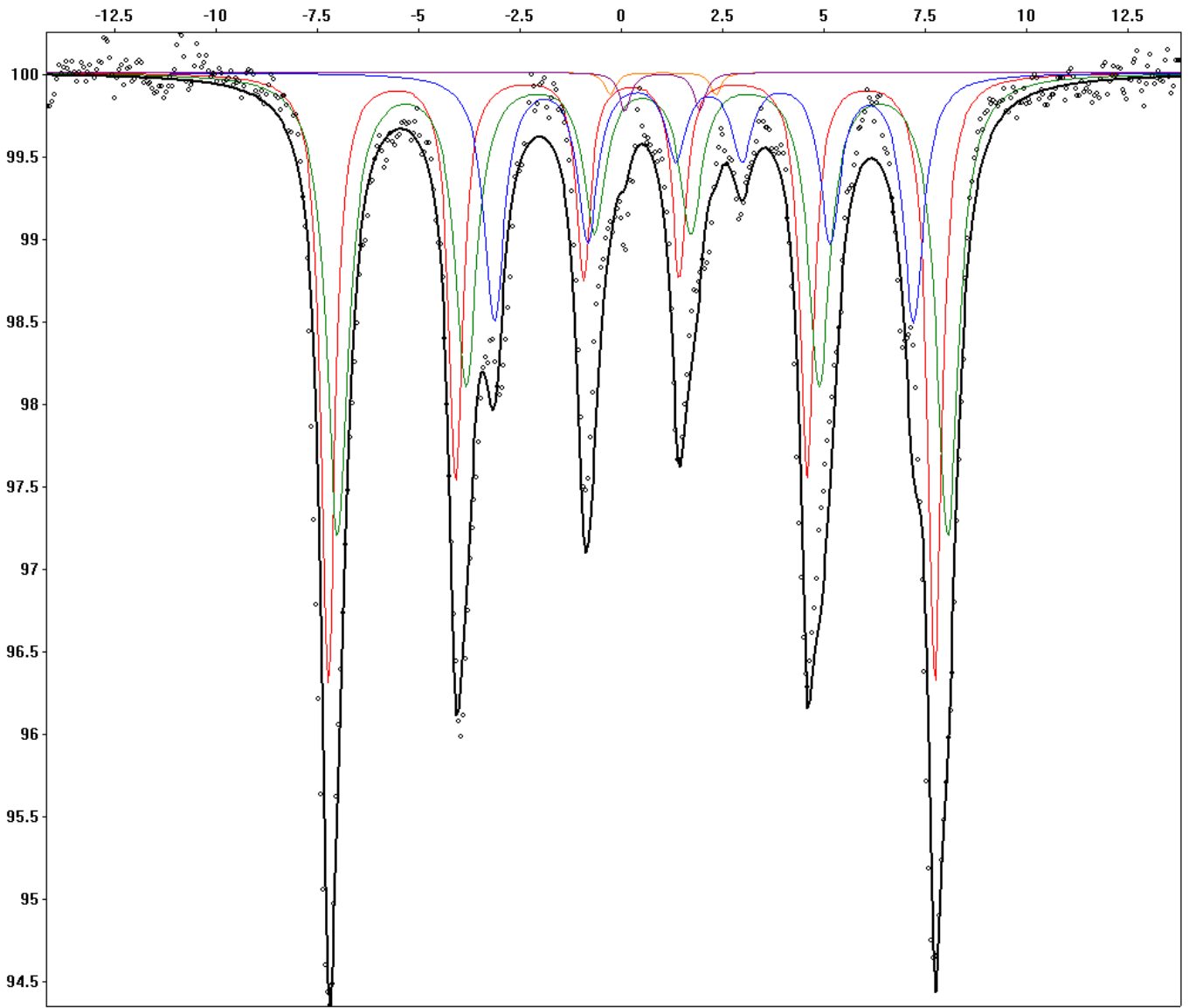
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 656663.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 816.846

Effekt aus Messspektrum (307 relevante Kanäle) : 1.4

Anm. :

erstellt am 14.07.2023 um 15:11:21



Rei/22070/02a/12.04.2023/28h/Ta4.2K/Tq294K/0.0T/v=3.0v/Rh/MW448a

Modell: 3 Spektren

Messung: MW436a Probe: 03 vom 06.03.2023 (68.0h)
Ta: 294K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Nein Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: 0
Geschwindigkeitsparameter: -14.467158 0.055726 0.063906 -0.052398
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (10.0)
Maximales t: 0.000
Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
Basislinie: 2671927 Peakhoehe: 220966

5 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 464.865 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.020 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.420 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Magnetit(A) 3+	497.19	15.970	0.000	0.186	0.215	0.358
2 Magnetit(B) 2.5+	462.24	14.847	0.000	0.540	0.224	0.595
3 Anthophyllit(M1-M3) 2+	0.00	0.000	1.300	1.000	0.199	0.010
4 Anthophyllit(M4) 2+	0.00	0.000	0.900	0.980	0.219	0.014
5 Hämatit	470.74	15.120	-0.100	0.250	0.200	0.024

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Magnetit(A) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	33.810	89170	34.84
2 Magnetit(B) 2.5+	54.740	0.000	0.000	0.000	59.534	157017	60.96
3 Anthophyllit(M1-M3) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	1.769	4664	0.82
4 Anthophyllit(M4) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	2.518	6640	1.29
5 Hämatit	54.740	0.000	0.000	0.000	2.370	6250	2.09

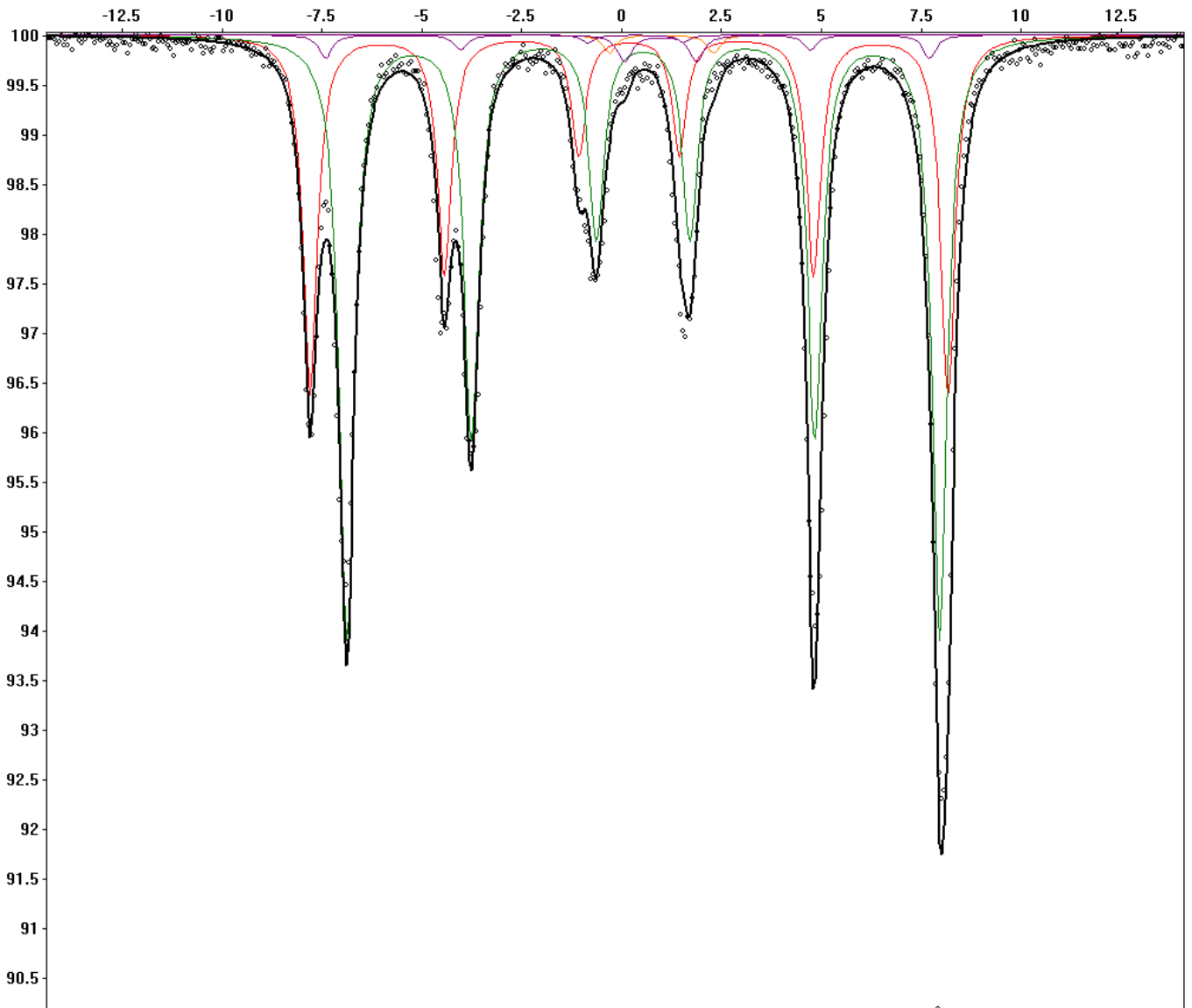
Relevanter Teil: 340 (340) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

Weighted mean square deviation (gesamt) : 7092.38 (7100.72)
Weighted mean square deviation (relevant): 6856.07 (6864.14)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 262.492
(262.638)
(Relevanter Teil des Spektrums): 388.502
(388.717)
Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.988553

	(0.988549)
(Relevanter Teil des Spektrums):		0.986403
	(0.986374)
Statistischer Fehler =	0.000611769	Effekt (Fitkurve) = 1.4 %
	(0.0000)	(0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YM=	2670592.
Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YV=	1177.05
Effekt aus Messspektrum (398 relevante Kanäle)	:	1.2

Anm. :

erstellt am 14.07.2023 um 14:58:41



Rei/22070/03/06.03.2023/68h/Ta294K/Tq294K/0.0T/v=3.0/Rh/MW436a

Modell: 3 Spektren

Messung: MW438a Probe: 03 vom 10.03.2023 (21.0h)
Ta: 80K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: -1000
Geschwindigkeitsparameter: -14.526008 0.056184 -0.003478 -0.007897
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (10.0)
Maximales t: 0.000
Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
Basislinie: 1874005 Peakhoehe: 110664

6 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 475.977 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.014 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.789 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)	
1 Magnetit(A) 3+	515.67	16.563	0.000	0.249	0.210	0.457	
2 Magnetit(B) 3+	517.93	16.636	0.000	0.558	0.344	0.305	
3 Magnetit(B) 2+	360.00	11.563	-0.101	2.450	0.274	0.162	
4 Anthophyllite(M1-M3) 2+		0.00	0.000	1.400	1.160	0.157	0.020
5 Anthophyllite(M4) 2+		0.00	0.000	1.150	1.184	0.150	0.037
6 Hämatit	525.00	16.863	-0.100	0.350	0.252	0.020	

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area	
1 Magnetit(A) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	42.299	65221	35.57	
2 Magnetit(B) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	30.181	46537	42.44	
3 Magnetit(B) 2+	54.740	0.000	0.000	0.000	16.418	25316	17.35	
4 Anthophyllite(M1-M3) 2+		0.000	54.740	0.000	0.000	3.237	4992	0.97
5 Anthophyllite(M4) 2+		0.000	54.740	0.000	0.000	5.787	8923	1.71
6 Hämatit	54.740	0.000	0.000	0.000	2.077	3203	1.96	

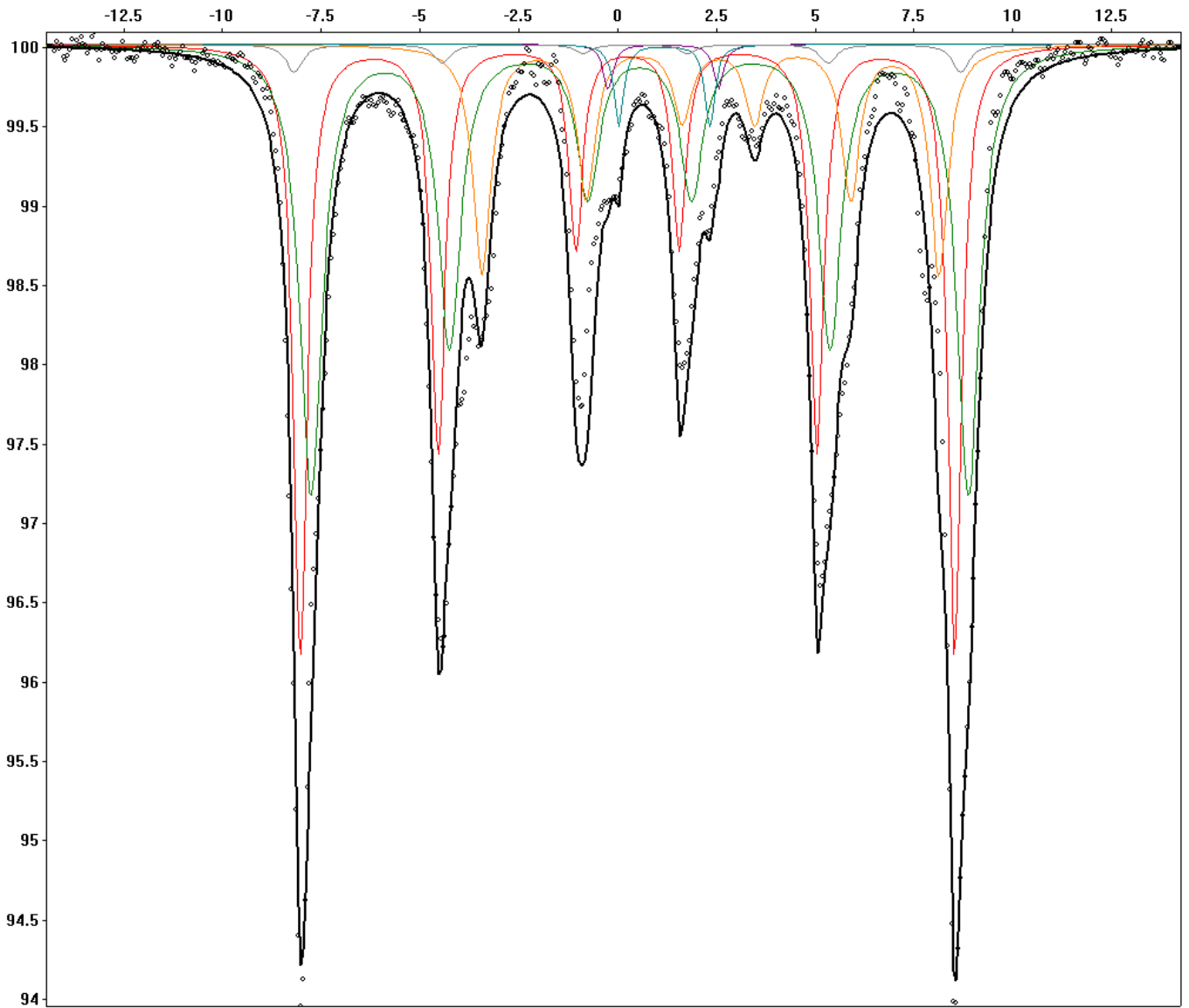
Relevanter Teil: 380 (381) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

Weighted mean square deviation (gesamt) : 4335.65 (4586.61)
Weighted mean square deviation (relevant): 4292.58 (4543.02)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 174.747
(179.742)
(Relevanter Teil des Spektrums): 234.336

Korrelationskoeffizient	(Gesamtes Spektrum):	(240.454)
			0.986526
	(Relevanter Teil des Spektrums):	(0.986368)
			0.984141
		(0.984015)
Statistischer Fehler =	0.000730491	Effekt (Fitkurve) =	1.3 %
	(0.0000)		(0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YM=	1873687.	
Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YV=	1527.86	
Effekt aus Messspektrum (359 relevante Kanäle)		:	1.3

Anm. :

erstellt am 14.07.2023 um 14:57:54



Reij/22070/03/10.03.2023/21h/Ta80K/Tq294K/0.0T/v=3.0t/Rh/MW438a

Modell: 3 Spektren

Messung: MW437a Probe: 03 vom 08.03.2023 (39.0h)
Ta: 4.3K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: -1000
Geschwindigkeitsparameter: -14.526008 0.056184 -0.003478 -0.007897
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
Basislinie: 1411268 Peakhoehe: 87332

6 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 476.439 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.008 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.792 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Magnetit(A) 3+	516.50	16.590	0.000	0.257	0.214	0.447
2 Magnetit(B) 3+	519.28	16.679	0.000	0.563	0.349	0.297
3 Magnetit(B) 2+	355.00	11.403	-0.099	2.350	0.276	0.170
4 Anthophyllit(M1-M3) 2+	0.00	0.000	1.341	1.200	0.129	0.032
5 Anthophyllit(M4) 2+	0.00	0.000	1.092	1.207	0.120	0.032
6 Hämatit	525.00	16.863	-0.100	0.350	0.252	0.021

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Magnetit(A) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	44.307	56768	35.44
2 Magnetit(B) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	27.715	35509	41.90
3 Magnetit(B) 2+	54.740	0.000	0.000	0.000	16.157	20701	18.32
4 Anthophyllit(M1-M3) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	5.060	6483	1.22
5 Anthophyllit(M4) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	4.642	5947	1.07
6 Hämatit	54.740	0.000	0.000	0.000	2.120	2716	2.05

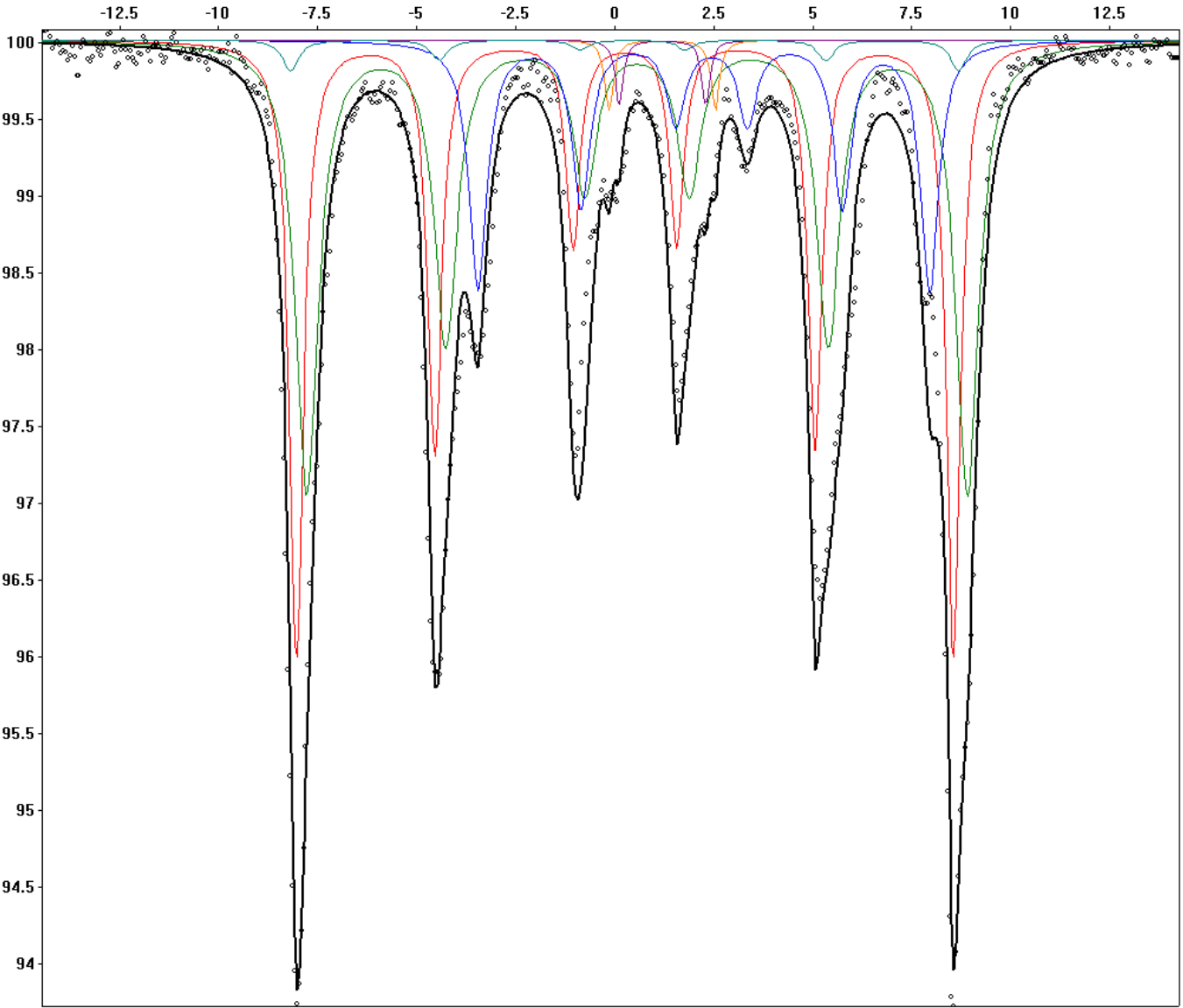
Relevanter Teil: 382 (382) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

Weighted mean square deviation (gesamt) : 3546.4 (3546.4)
Weighted mean square deviation (relevant): 3473.96 (3473.96)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 136.894
(136.894)
(Relevanter Teil des Spektrums): 181.62

Korrelationskoeffizient	(Gesamtes Spektrum):	(181.62)
		(0.986178
	(Relevanter Teil des Spektrums):	(0.986178)
		(0.984006
Statistischer Fehler =	0.000841774	Effekt (Fitkurve) =	1.4 %
	(0.0000)		(0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YM=	1410563.	
Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YV=	1526.19	
Effekt aus Messspektrum (342 relevante Kanäle)	:	1.4	

Anm. :

erstellt am 14.07.2023 um 14:57:05



Rei/22070/03/08.03.2023/39h/Ta4.3K/Tq294K/0.0T/v=3.0vRh/MW437a

Modell: 3 Spektren

Messung: MW445a Probe: 04 vom 03.04.2023 (0.0h)
Ta: 294K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: 0
Geschwindigkeitsparameter: -14.250515 0.054771 0.189165 -0.081692
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
Basislinie: 3069088 Peakhoehe: 133236

8 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 459.072 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.025 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.401 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Magnetit(A) 3+	492.79	15.828	0.000	0.150	0.200	0.322
2 Magnetit(B) 2.5+	462.34	14.850	0.000	0.544	0.174	0.627
3 Hämatit	506.32	16.263	-0.100	0.250	0.200	0.016
4 Kaolinit 3+	0.00	0.000	0.260	0.360	0.180	0.011
5 Kaolinit 2+	0.00	0.000	1.299	1.105	0.200	0.013
6 Vermiculit(M2) 3+	0.00	0.000	0.280	0.170	0.160	0.004
7 Vermiculit(M1) 3+	0.00	0.000	0.550	0.250	0.170	0.003
8 Vermiculit(M2) 2+	0.00	0.000	1.300	0.990	0.166	0.004

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Magnetit(A) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	32.325	48962	36.24
2 Magnetit(B) 2.5+	54.740	0.000	0.000	0.000	59.486	90101	58.69
3 Hämatit	54.740	0.000	0.000	0.000	1.616	2448	1.80
4 Kaolinit 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	2.237	3389	1.01
5 Kaolinit 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	2.390	3620	1.37
6 Vermiculit(M2) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.754	1143	0.31
7 Vermiculit(M1) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.528	800	0.25
8 Vermiculit(M2) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.664	1005	0.33

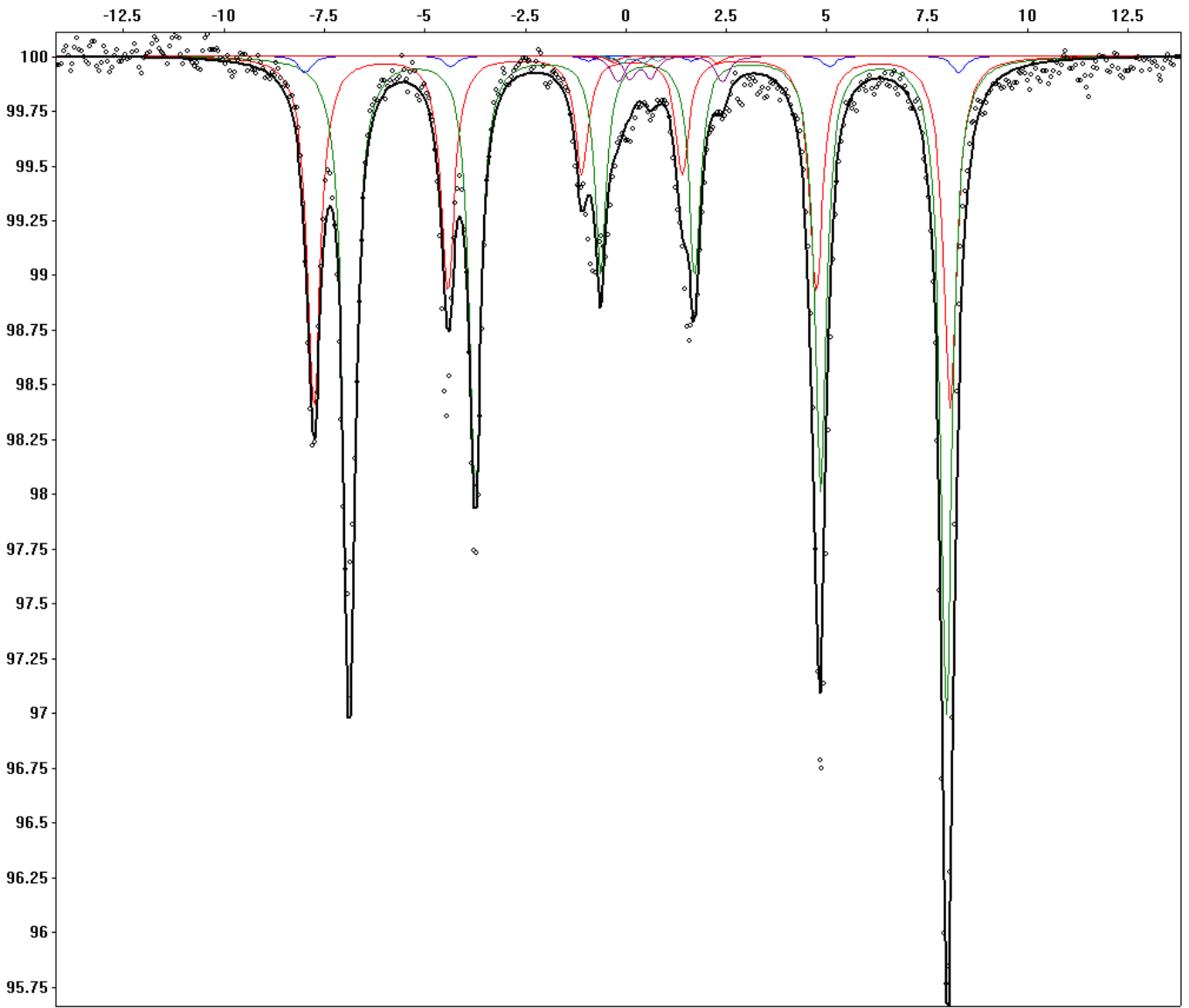
Relevanter Teil: 318 (319) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

Weighted mean square deviation (gesamt) : 2293.1 (2285.15)

Weighted mean square deviation (relevant):	2137.52	(2129.71)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum):		(162.667
		(162.382)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		252.866
		(251.606)
Korrelationskoeffizient	(Gesamtes Spektrum):		0.983289
		(0.983333)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		0.98071
		(0.980795)
Statistischer Fehler =	0.000570815	Effekt (Fitkurve) =	0.6 %
	(0.0000)		(0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YM=	3069154.	
Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YV=	1914.67	
Effekt aus Messspektrum (326 relevante Kanäle)		:	0.6

Anm. :

erstellt am 14.07.2023 um 14:27:11



Reij22070/04/03.04.2023/h/Ta294K/Tq294K/0.0T/v=3.0v/Rh/MW445a

Modell: 3 Spektren

Messung: MW452a Probe: 04 vom 08.05.2023 (69.0h)
Ta: 80K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
Hinten: 3 Ende: 20
Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: -600
Geschwindigkeitsparameter: -14.345886 0.055926 0.002488 0.003297
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 1.122
Moerup-Both wird verwendet
Basislinie: 2262751 Peakhoehe: 100000

9 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 470.937 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.031 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.751 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Magnetit(A) 3+	512.16	16.451	0.000	0.278	0.205	0.437
2 Magnetit(B) 3+	512.93	16.475	0.000	0.596	0.350	0.298
3 Magnetit(B) 2+	360.00	11.563	-0.099	2.400	0.206	0.172
4 Hämatit	529.27	17.000	-0.100	0.360	0.240	0.019
5 Kaolinit 3+	0.00	0.000	0.278	0.384	0.120	0.006
6 Kaolinit 2+	0.00	0.000	1.224	1.240	0.180	0.046
7 Vermiculit(M2) 3+	0.00	0.000	0.306	0.170	0.130	0.004
8 Vermiculit(M1) 3+	0.00	0.000	0.646	0.256	0.133	0.002
9 Vermiculit(M2) 2+	0.00	0.000	1.430	0.991	0.140	0.014

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Magnetit(A) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	40.871	63215	35.24
2 Magnetit(B) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	28.945	44769	44.84
3 Magnetit(B) 2+	54.740	0.000	0.000	0.000	15.979	24714	14.00
4 Hämatit	54.740	0.000	0.000	0.000	1.881	2910	1.90
5 Kaolinit 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.913	1412	0.22
6 Kaolinit 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	8.140	12589	2.90
7 Vermiculit(M2) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.697	1078	0.17
8 Vermiculit(M1) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.350	541	0.10
9 Vermiculit(M2) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	2.225	3441	0.63

Relevanter Teil: 381 (381) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

Weighted mean square deviation (gesamt) :	4025.47	(4045.76)
Weighted mean square deviation (relevant):	3950.26	(3970.68)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum):			186.107
		(186.59)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		246.339
		(246.995)
Korrelationskoeffizient	(Gesamtes Spektrum):		0.981933
		(0.981711)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		0.978701
		(0.978372)
Statistischer Fehler =	0.000664786	Effekt (Fitkurve) =	1.0 %
	(0.0000)		(0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YM=	2262231.	
Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YV=	1621.81	
Effekt aus Messspektrum (351 relevante Kanäle)		:	1.0

Anm. :

erstellt am 14.07.2023 um 14:30:12

Modell: 3 Spektren

Messung: MW451a Probe: 04 vom 05.05.2023 (27.0h)
Ta: 4.2K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
Hinten: 3 Ende: 20
Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: -600
Geschwindigkeitsparameter: -14.345886 0.055926 0.002488 0.003297
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
Basislinie: 819369 Peakhoehe: 37596

9 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 469.034 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.010 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.834 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Magnetit(A) 3+	511.60	16.432	0.000	0.276	0.210	0.484
2 Magnetit(B) 3+	514.66	16.531	0.000	0.635	0.376	0.262
3 Magnetit(B) 2+	354.81	11.396	-0.102	2.400	0.288	0.165
4 Hämatit	529.27	17.000	-0.100	0.360	0.160	0.032
5 Kaolinit 3+	0.00	0.000	0.272	0.394	0.160	0.010
6 Kaolinit 2+	0.00	0.000	1.300	1.202	0.168	0.037
7 Vermiculit(M2) 3+	0.00	0.000	0.313	0.178	0.140	0.003
8 Vermiculit(M1) 3+	0.00	0.000	0.661	0.267	0.140	0.003
9 Vermiculit(M2) 2+	0.00	0.000	1.449	1.002	0.150	0.004

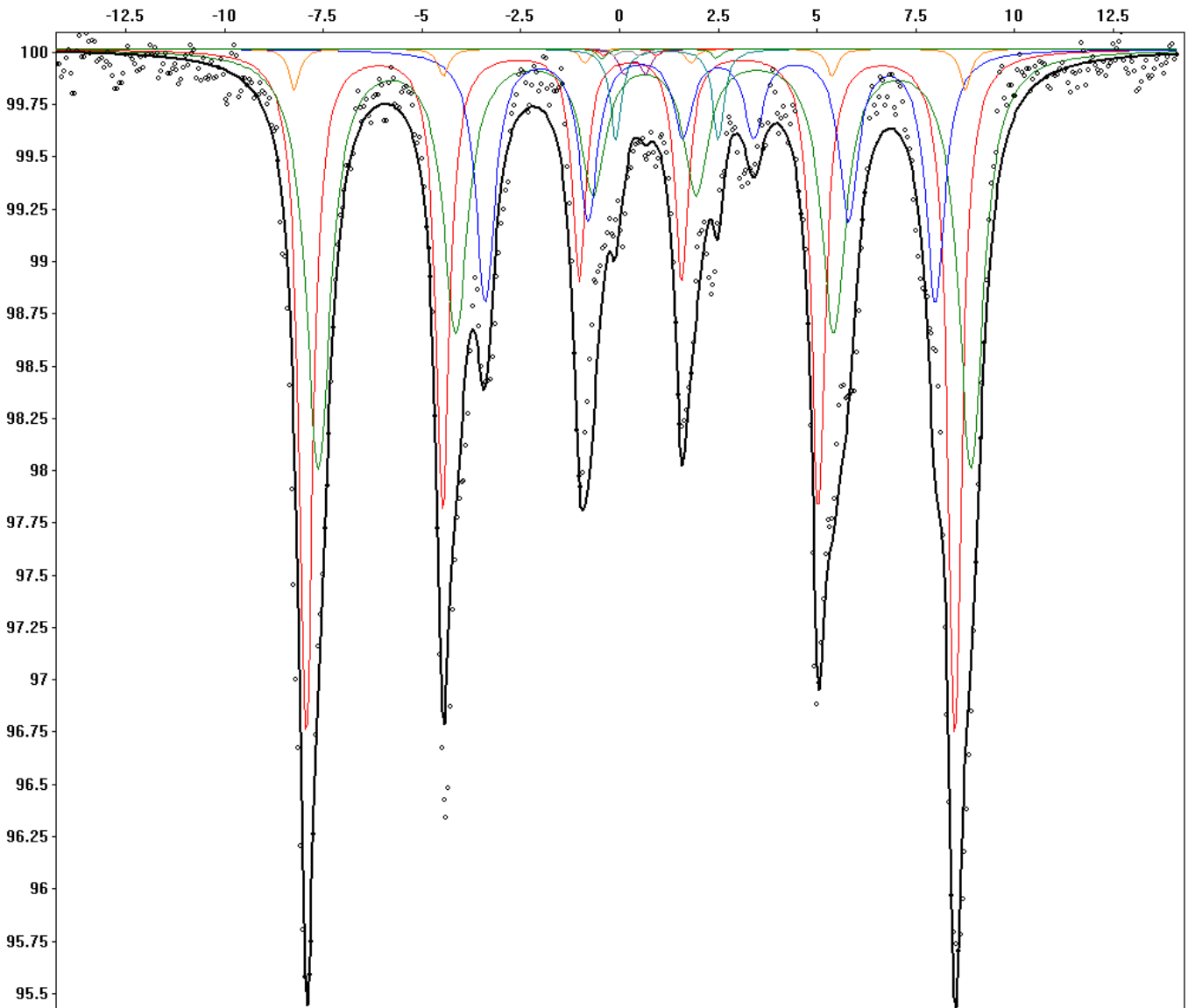
	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Magnetit(A) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	46.803	26466	37.08
2 Magnetit(B) 3+	54.740	0.000	0.000	0.000	24.305	13744	39.70
3 Magnetit(B) 2+	54.740	0.000	0.000	0.000	16.480	9319	18.55
4 Hämatit	54.740	0.000	0.000	0.000	2.654	1501	1.73
5 Kaolinit 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	1.842	1041	0.51
6 Kaolinit 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	6.301	3563	1.98
7 Vermiculit(M2) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.505	286	0.13
8 Vermiculit(M1) 3+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.466	264	0.13
9 Vermiculit(M2) 2+	0.000	54.740	0.000	0.000	0.643	364	0.19

Relevanter Teil: 385 (385) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

Weighted mean square deviation (gesamt) :	1494.56	(1502.65)
Weighted mean square deviation (relevant):	1441.67	(1449.75)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum):			68.2438
		(68.4293)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		88.6154
		(88.8654)
Korrelationskoeffizient	(Gesamtes Spektrum):		0.982339
		(0.982261)
	(Relevanter Teil des Spektrums):		0.980582
		(0.980528)
Statistischer Fehler =	0.00110474	Effekt (Fitkurve) =	1.1 %
	(0.0000)		(0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YM=		818960.
Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal):	YV=		974.588
Effekt aus Messspektrum (308 relevante Kanäle)		:	1.2

Anm. :

erstellt am 14.07.2023 um 14:28:09



Rei/22070/04/05.05.2023/27h/Ta4.2K/Tq294K/0.0T/v=3.0vRh/MW451a

Modell: 1. Modell

Messung: MW442 Probe: 05 vom 27.03.2023 (123.0h)
Ta: 294K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
Hinten: 0 Ende: 20
Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: -2500
Geschwindigkeitsparameter: -14.189790 0.055250 -0.002327 -0.006019
Fe Menge (Absorberdicke): 10.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
Basislinie: 4386092 Peakhoehe: 417943

2 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 508.058 kG
Mittleres eQVzz/4 = -0.104 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.246 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Hämatit	513.93	16.507	-0.109	0.246	0.166	0.989
2 Gibbsit	0.00	0.000	0.330	0.250	0.180	0.011

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Hämatit	54.740	0.000	0.000	0.000	97.610	380304	98.86
2 Gibbsit	0.000	54.740	0.000	0.000	2.390	9311	1.14

Relevanter Teil: 246 (---) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

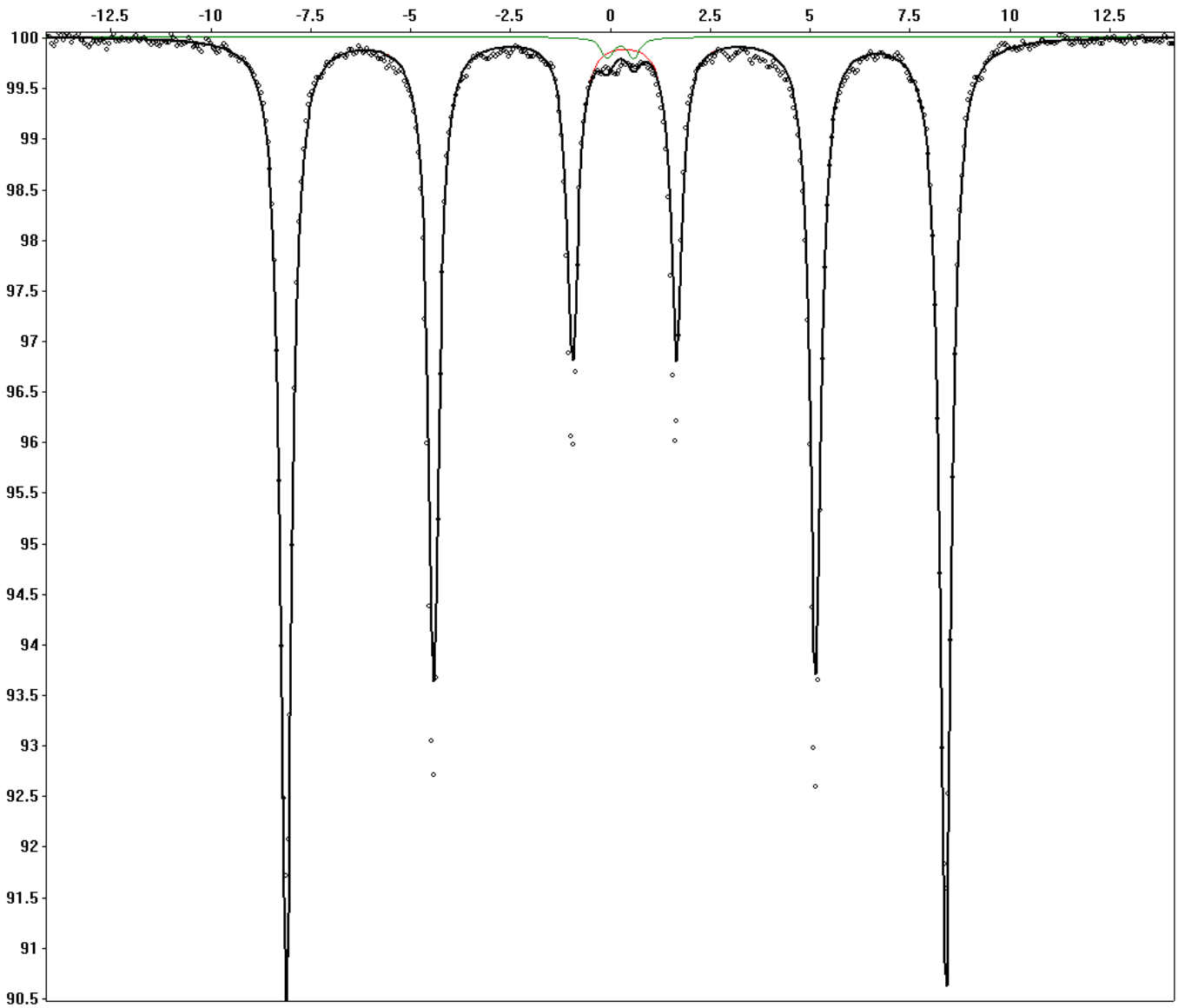
Weighted mean square deviation (gesamt) : 10293.7 (-----)
Weighted mean square deviation (relevant): 10048.2 (-----)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 403.791 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 830.632 (-----)
Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.990429 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 0.988287 (-----)
Statistischer Fehler = 0.000477487 Effekt (Fitkurve) = 1.4 %
(0.0000) (0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 4385246.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 2520.18

Effekt aus Messspektrum (364 relevante Kanäle) : 1.0

Anm. :

erstellt am 29.07.2023 um 14:20:37



Rei/22070/05/27.03.2023/123h/Ta294K/Tq294K/0.0T/v=3.0t/Rh/MW442

Modell: 1. Modell

Messung: MW444a Probe: 05 vom 31.03.2023 (23.0h)
Ta: 80K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
Hinten: 4 Ende: 20
Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: 0
Geschwindigkeitsparameter: -14.250515 0.054771 0.189165 -0.081692
Fe Menge (Absorberdicke): 40.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
Basislinie: 1171562 Peakhoehe: 65666

2 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 541.599 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.190 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.361 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Hämatit	546.34	17.548	0.189	0.361	0.272	0.990
2 Gibbsit	0.00	0.000	0.350	0.328	0.250	0.010

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Hämatit	54.740	0.000	0.000	0.000	97.870	59151	99.13
2 Gibbsit	0.000	54.740	0.000	0.000	2.130	1288	0.87

Relevanter Teil: 393 (---) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

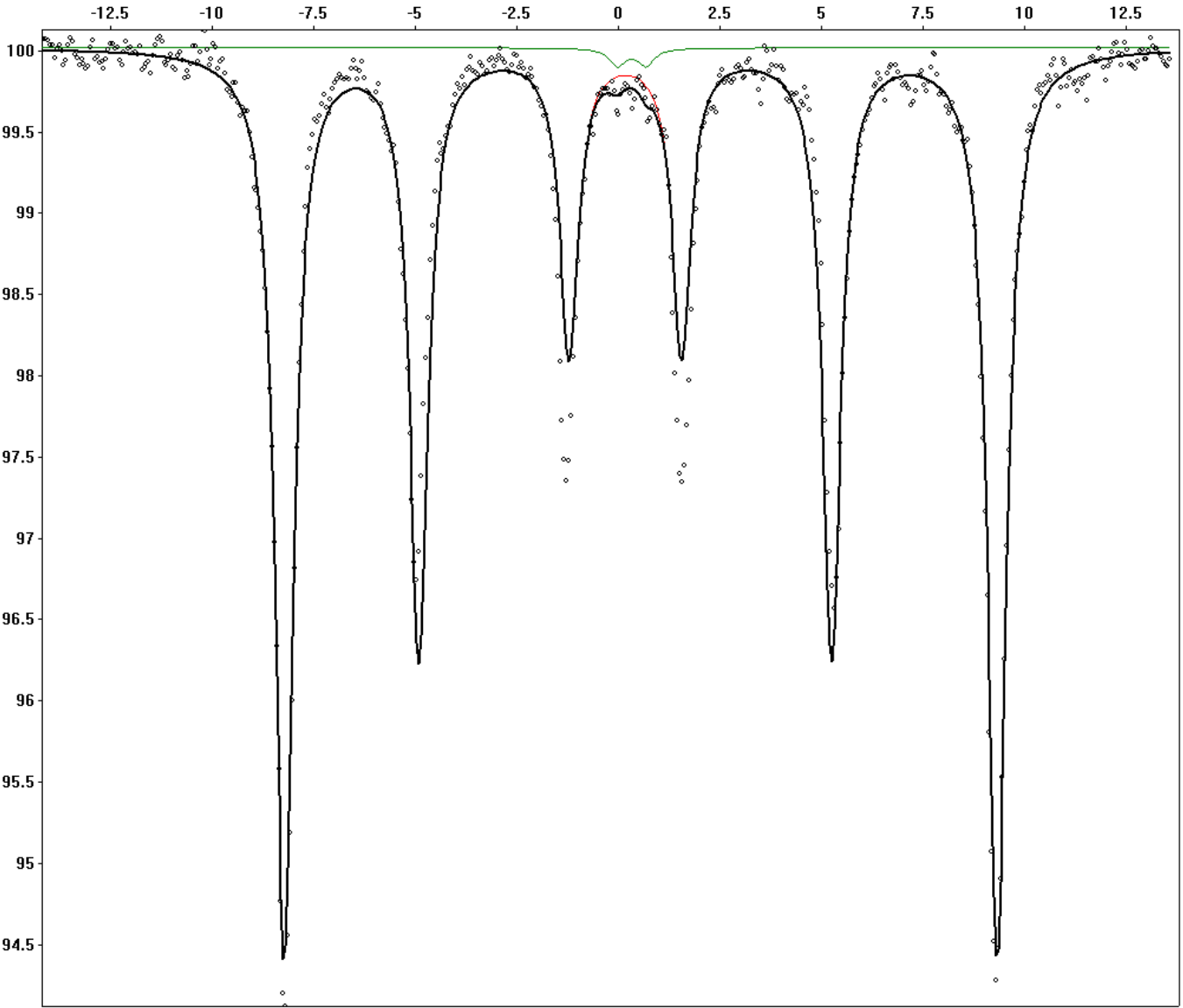
Weighted mean square deviation (gesamt) : 2379.83 (-----)
Weighted mean square deviation (relevant): 2323.97 (-----)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 102.986 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 131.557 (-----)
Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.982734 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 0.98133 (-----)
Statistischer Fehler = 0.000923884 Effekt (Fitkurve) = 0.9 %
(0.0000) (0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 1171476.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 942.620

Effekt aus Messspektrum (372 relevante Kanäle) : 0.9

Anm. :

erstellt am 29.07.2023 um 14:19:30



Reij/22070/05/31.03.2023/23h/Ta80K/Tq294K/0.0T/v=3.0t/Rh/MW444a

Modell: 1. Modell

Messung: MW443 Probe: 05 vom 29.03.2023 (31.0h)
Ta: 4K Tq: 294K v: 3.0t Bext: 0T

Anzahl der Schritte in der k-H Ebene (Theta) : 0
in der x-y Ebene (Phi) : 0
in k-V Ebene f.H=0, in der H-V Ebene (Beta) : 0
in der x'-y' Ebene (Alpha) : 0
Kanäle abgeschnitten: Vorne: 0 Bereich Anfang: 1
Hinten: 4 Ende: 20
Glättung: Ja Anzahl der Überläufe: 0 Spiegeln: Nein
Geraderichten: -500
Geschwindigkeitsparameter: -14.189790 0.055250 -0.002327 -0.006019
Fe Menge (Absorberdicke): 40.0 [mg/cm**2] (-----)
Maximales t: 0.000
Dünne Absorber-Näherung wird verwendet
Basislinie: 839554 Peakhoehe: 61056

2 Subspektren

Mittleres Feld (ohne antif. Anteil) = 538.333 kG
Mittleres eQVzz/4 = 0.187 mm/s
Mittlere Isomerie = 0.356 mm/s

Spektrum	Feld (kG)	Feld (mm/s)	eQVzz/4	Is	Gamma/2	Al(i)
1 Hämatit	542.92	17.438	0.185	0.357	0.216	0.990
2 Gibbsite	0.00	0.000	0.350	0.320	0.200	0.010

	Theta (450-x)*2 für AF	Beta	Alpha	Eta	rel.Tiefe 1.Linie	abs.Tiefe 1.Linie	area
1 Hämatit	54.740	0.000	0.000	0.000	97.987	57008	99.16
2 Gibbsite	0.000	54.740	0.000	0.000	2.013	1171	0.84

Relevanter Teil: 329 (---) Kanäle (Abweichung von Basis größer als 2 %)

Weighted mean square deviation (gesamt) : 3612.94 (-----)
Weighted mean square deviation (relevant): 3513.5 (-----)
Standardabweichung des Mittelwertes (Gesamtes Spektrum): 107.109 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 163.12 (-----)
Korrelationskoeffizient (Gesamtes Spektrum): 0.974394 (-----)
(Relevanter Teil des Spektrums): 0.971422 (-----)
Statistischer Fehler = 0.00109138 Effekt (Fitkurve) = 1.0 %
(0.0000) (0.0)
Mittelwert d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YM= 839150.

Std. Abw. d. Untergrunds (zw. 1. und 20. Kanal): YV= 930.042

Effekt aus Messspektrum (254 relevante Kanäle) : 1.3

Anm. :

erstellt am 29.07.2023 um 14:19:53

